

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DEI MATERIALI

Tesi di laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

(Laurea Magistrale di Scienza e Ingegneria dei Materiali – L.M. 53)

**APPLICAZIONE DEL “DESIGN OF EXPERIMENT” PER LA
DEFINIZIONE OTTIMALE DEI PARAMETRI DEGLI AGITATORI
ELETTROMAGNETICI IN COLATA CONTINUA**

Relatore: Prof. Manuele Dabalà

Referenti aziendali: Ing. Stelvio Buoro, Ing. Marco Bianchi, Dott. Riccardo Ottini

Laureando: Francesco Tarabotti

Anno Accademico 2018/2019

Indice

Abstract.....	1
Capitolo 1 – L'acciaio e il Processo di Produzione.....	2
1. Acciai al carbonio.....	2
1.1 Tipologie di acciai prodotti.....	4
1.1.1 Acciai da costruzione.....	4
1.1.2 Acciai da cementazione.....	5
1.1.3 Acciai al boro.....	5
1.1.4 Acciai Microlegati.....	6
1.1.5 Acciai per Cuscinetti.....	7
1.1.6 Acciai a lavorabilità migliorata.....	8
1.1.7 Acciai per bulloneria.....	8
1.1.8 Acciai da bonifica.....	9
1.1.9 Acciai per molle.....	10
1.2 Processo di produzione.....	11
1.2.1 Materie prime.....	11
1.2.2 Breve sintesi del processo di produzione.....	12
2. Miscelazione elettromagnetica.....	13
2.1 Stirrer di lingottiera – MEMS.....	14
2.2 Stirrer di linea e finali SEMS – FEMS.....	14
2.3 Equazioni costitutive e funzionamento di uno stirrer rotativo.....	15
Capitolo 2 – Solidificazione dell'acciaio.....	17
1. Termodinamica della solidificazione.....	17
1.1 Il sottoraffreddamento.....	18
2. Cinetica della solidificazione.....	19
2.1 Nucleazione omogenea.....	19
2.1.1 Velocità di nucleazione.....	20
2.2 Nucleazione eterogenea.....	21
2.3 Modalità di accrescimento.....	22

3. Morfologie di solidificazione.....	23
3.1 Interfaccia planare.....	23
3.2 Instabilità per sottoraffreddamento termico.....	24
3.3 Instabilità per sottoraffreddamento costituzionale.....	25
3.4 Morofologia di solidificazione in colata continua.....	26
4. Microsegregazione.....	27
4.1 Regola della leva.....	28
4.2 Modello di Scheil – Gulliver.....	28
4.3 Modello con diffusività limitata del liquido.....	29
5. Macrosegregazione.....	30
5.1 Segregazione centrale in colata continua.....	30
5.2 Freckles.....	30
5.3 Segregazione ad A.....	31
5.4 Segregazione a V.....	31
5.5 Macrosegregazione durante la solidificazione unidirezionale.....	31
5.6 Macrosegregazione nel lingotto.....	31
5.7 Macrosegregazione per Bulging.....	32
5.8 Macrosegregazione per Bridging.....	32
6. Condizioni in colata continua e convezione.....	33
6.1 Convezione per ritiro di solidificazione.....	34
6.2 Convezione naturale.....	34
6.3 Convezione forzata.....	35
6.4 Intermittently reverse stirring.....	36
Capitolo 3 – Design of Experiment.....	37
1. Strategia sperimentale.....	38
2. Principi base del DoE.....	39
3. Piani fattoriali.....	40
4. Modellizzazione.....	41
5. Accorgimenti sulla progettazione.....	42
6. Analisi dei risultati.....	43
7. Controllo di adeguatezza del modello.....	44
7.1 Assunzione di normalità.....	44

Capitolo 4 – Materiali, Metodi e Caratterizzazione.....	45
1. Analisi macrografica.....	45
2. Analisi di composizione.....	47
2.1 Quantometro Thermo Fischer iSpark 8860.....	48
2.1.1 Sorgente a scintilla.....	48
2.1.2 Dual PMT – CCD system.....	49
3. Analisi inclusionale.....	50
3.1 Analisi inclusionale attraverso la norma.....	50
3.2 Analisi inclusionale attraverso iSpark.....	52
3.3 Verifica di corrispondenza dei dati iSpark con la norma.....	53
4. Bandosità.....	55
4.1 Bandosità secondo UNI 8449.....	56
4.2 Bandosità secondo ASTM E 1268 – 01.....	57
4.2.1 Metodo delle Microdurezze.....	57
4.2.2 Metodo di incrocio delle fasi.....	58
5. Design of Experiment.....	59
Capitolo 5 – Risultati sperimentali.....	61
1. Analisi macrografica.....	61
2. Bandosità.....	65
3. Analisi inclusionale attraverso la norma.....	67
4. Analisi di composizione.....	70
5. Risultati dell’analisi di Design of Experiment.....	74
5.1 White band.....	75
5.2 Deviazione Standard del tenore di Mn.....	79
5.3 Deviazione Standard del tenore di Cr.....	81
5.4 Deviazione Standard del tenore di S.....	83
5.5 Deviazione standard solfuri di dimensioni medie.....	85
5.6 Scarto %.....	87
6. Conclusione.....	90
7. Bibliografia.....	92

Abstract

Il presente lavoro di tesi tratta lo studio sperimentale dell'influenza sulla qualità dell'acciaio di una diversa modalità di mescolamento durante il processo di colata continua. Questa diversa modalità consiste in un cambiamento di direzione dell'induzione magnetica generata dallo stirrer di linea dopo un intervallo di tempo in modo tale da aumentare il mescolamento rispetto al metodo standard. Gli effetti di questo tipo di mescolamento, detto di *intermittently reverse stirring*, secondo uno studio dovrebbe comprendere un'estensione della regione equiassica, un'attenuazione del fenomeno segregativo di banda bianca ed un'affinazione del grano per valori di tempo di mutamento alti. Per trovare la modalità migliore di mescolamento è stata eseguita un'analisi statistica detta DoE, o *Design of Experiment*, che ha come obiettivo la formulazione di un modello che indichi qual è la miglior combinazione dei tre parametri variabili: intensità di corrente dello stirrer (da qui in poi indicata come SEMS), tempo di inversione della direzione di mescolamento e la velocità di colata. A sostegno del DoE è stata effettuata tutta una serie di analisi sperimentali dal punto di vista: della microstruttura, delle difettosità, dello stato inclusionale e della composizione chimica. I risultati delle analisi sperimentali sono stati utilizzati come valori di risposta nell'analisi statistica. Per quanto riguarda i risultati sembra che la combinazione vincente dei parametri precedentemente descritti comprenda: un valore di SEMS alto (una intensità di corrente induce una forza magnetica più alta) tempo di mutamento basso (un cambio repentino di direzione di mescolamento dovrebbe indurre ad un maggior mescolamento, velocità di colata bassa (è assodato che una velocità di colata bassa permette un maggiore controllo di fenomeni segregativi).

Capitolo 1

L'acciaio e il processo di produzione

1. Acciai al carbonio^[28]

L'acciaio viene definito, secondo norma UNI EN 10020/01, come un materiale il cui tenore in massa di ferro è maggiore di quello di ciascuno degli altri elementi ed il cui tenore di carbonio è generalmente minore del 2.1% (tranne per alcuni acciai al cromo) e contenente altri elementi in lega che permettono di variarne anche in maniera rilevante le proprietà chimiche e meccaniche. Il ferro puro può dare origine a due tipi di strutture cristalline ognuna stabile a diversi range di temperatura: BCC (Cubico a Corpo Centrato - **Fig. 1.2**) e FCC (Cubico a Facce Centrate - **Fig 1.3**). Al margine sinistro del diagramma Fe-C si notano le strutture allotropiche di interesse metallurgico: ferrite α (BCC) stabile fino a 912°C (sopra i 770 °C, T_{Curie} , diventa non ferromagnetica, detta β), austenite γ (FCC) stabile tra 912°C e 1394°C, ferro δ (BCC) stabile tra i 1394°C e i 1536°C. Oltre alle strutture del Ferro puro ,portandosi in una regione corrispondente ad un contenuto di C maggiore (intorno circa al 6.7%), il diagramma presenta un composto intermetallico duro e fragile comunemente detto *cementite* (Fe_3C). Infatti, in base alla variazione di concentrazione si attraversano regioni di stabilità diverse in cui variano la temperatura di trasformazione, le caratteristiche meccaniche, le caratteristiche chimiche, la microstruttura e le strutture secondarie.

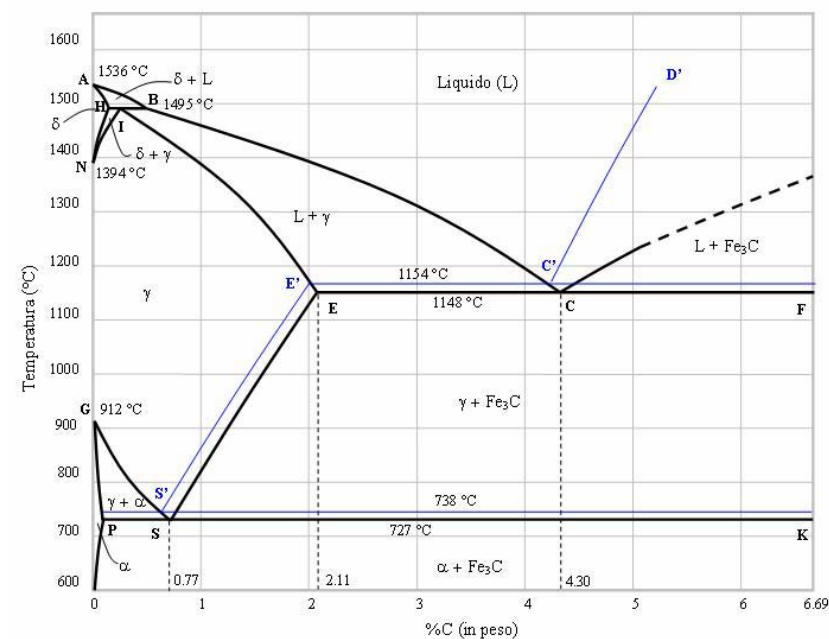


Fig 1.1: Porzione del diagramma di fase metastabile Fe - C

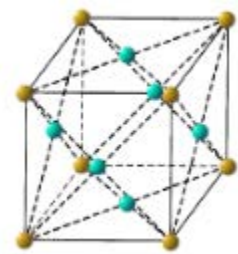


Fig 1.2: Reticolo Cubico a Facce Centrate

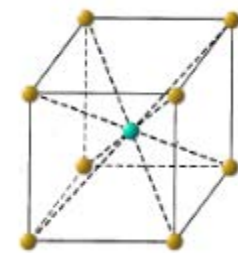


Fig 1.3: Reticolo Cubico a Corpo Centrato

Dal punto di vista microstrutturale gli acciai, in ambito industriale, presentano diverse forme:

- dallo 0 fino allo 0.025 % presentano una microstruttura che è del tutto ferritica;
- da 0.025 a circa 0.8% una struttura formata da perlite lamellare + ferrite primaria;
- attorno allo 0.8% (corrisponde all'eutettoide) struttura formata da perlite lamellare;
- da circa 0.8 a 2.1% struttura costituita da cementite primaria + perlite lamellare.

Le ultime tre forme microstrutturali elencate corrispondono rispettivamente a strutture ipoeutetoidiche, eutetoidiche e ipereutetoidiche ottenibili attraverso raffreddamenti controllati ed attraverso una gestione accurata della velocità di raffreddamento e della composizione chimica.

La variazione della composizione, oltre alla presenza del solo C, è in grado di influenzare numerose proprietà legate alla lega ferrosa come le proprietà meccaniche, la stabilità chimica, la nascita di strutture secondarie o precipitati, le dimensioni del grano, le proprietà anticorrosive, temprabilità.

Principalmente gli elementi in lega possono entrare nel reticolo attraverso due meccanismi:

- elementi affini che seguono le regole di Hume - Rothery (Mn e Si) *sostituiscono* un atomo di Fe;
- elementi di piccole dimensioni (H e N) si inseriscono in una posizione *interstiziale* nel reticolo Fe;

Alcuni esempi di elementi in lega spesso utilizzati per incrementare le proprietà del materiale sono:

- Si: aumenta la durezza, la temprabilità, la stabilità al rinvenimento, la resistenza ad usura, il limite elastico, la tendenza alla fragilità, alla fibrosità e all'ingrossamento del grano cristallino;
- Mn: riduce la fragilità a caldo, aumenta la temprabilità, resistenza meccanica e all'usura;
- Al: può precipitare come nitruri aumentando la resistenza, la resistenza all'ossidazione a caldo;
- Cr: aumenta la temprabilità, garantisce proprietà anticorrosive, può formare carburi duri e fragili;
- Cu: aumenta la resistenza alla corrosione atmosferica (CorTen), peggiora la lavorabilità a caldo;
- V: dà origine facilmente a carburi migliorando le proprietà a caldo e la stabilità al rinvenimento;
- Ti: carburando inibisce la fragilità delle strutture in inox saldate, permette di affinare il grano;
- Mo: aumenta la temprabilità, proprietà a caldo, resistenza meccanica, ad usura e tenacità;
- W: aumenta la durezza, la resistenza all'usura, la temprabilità e limita la conducibilità termica;

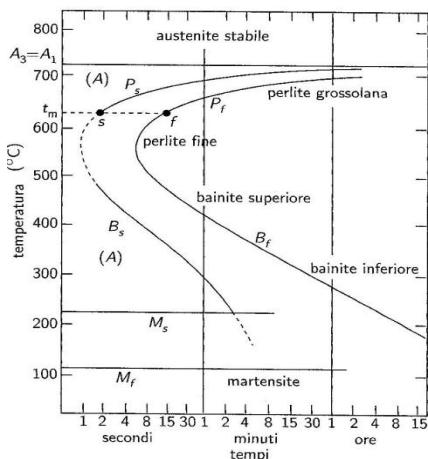


Fig 1.4: Curva di Bain per un acciaio eutettoide

Variando la velocità di raffreddamento, secondo la curva in Fig. 1.4, si ottengono delle strutture anomale dal diagramma:

- bainite: struttura dovuta al raffreddamento repentino dalla regione austenitica che si divide in *superiore* ed *inferiore* (dipendente dalla dispersione della cementite nella ferrite);
- martensite: forma polimorfa metastabile a bassa temperatura e sovrassatura di C, nel reticolo del ferro α ed ottenuta per rapido raffreddamento che permette di congelare tale struttura. Se viene trattato per rinvenimento di bonifica si ottiene la *sorbite*, struttura globulare fine e distribuita omogeneamente.

1.1 Tipologie di acciai prodotti

L'azienda ospitante produce acciai con una vasta gamma dimensionale e di forme che varia dai 30 ai 400 mm di larghezza e con sezioni dalle forme tonde, piatte, quadrate; che appartengono alle suddette categorie di acciai: da cementazione, da bonifica, microlegati, a lavorabilità migliorata, al boro, per bulloneria, per molle, da costruzione e secondo specifiche richieste su misura dai clienti.

1.1.1 Acciai da Costruzione

Sono una serie di acciai le cui proprietà maggiormente richieste sono quelle meccaniche. Il loro uso è finalizzato al sostegno di strutture in cemento incrementandone le proprietà a trazione, flessione e torsione avendo il cemento solo buona resistenza a compressione. Nello specifico sono acciai caratterizzati da carichi di rottura e snervamento minimo garantiti che li fa rientrare negli acciai del *Gruppo I*, per l'appunto designati in base al loro impiego e alle loro caratteristiche meccaniche in questo caso tipo B (per cemento armato) e Y (per cemento armato precompresso), e generalmente presentano una buona duttilità negli svariati ambiti di impiego. Dal punto di vista chimico sono acciai il cui contenuto di C si attesta attorno allo 0.2% e con la presenza di Mn attorno allo 0.7%, ma che non hanno vincoli restrittivi riguardante la composizione. Il suo utilizzo come materiale supplementare per l'incremento delle proprietà meccaniche del cemento è giustificato anche dal fatto che pure il cemento migliora le proprietà dell'armatura in acciaio da costruzione ma dal punto di vista della resistenza alla corrosione per passivazione. L'acciaio da costruzione se esposto all'ambiente sviluppa superficialmente la ruggine, detta anche ematite si tratta di ossido di Fe (Fe_2O_3) esfoliabile con grande facilità, poco compatto e protettivo, ma se esso viene immerso nel cemento sviluppa un ossido superficiale più compatto e protettivo. Questa condizione è dovuta alla formazione durante il consolidamento del cemento di $Ca(OH)_2$ il quale dissociandosi completamente genera un ambiente altamente alcalino, condizione necessaria per portare il pH al di sopra di 11 tale da rendere stabile lo strato passivo formato detto γ $FeOOH$. Generalmente vengono prodotti in forma circolare e laminati a caldo affinché formino una nervatura od una zigrinatura superficialmente che aumenti l'aderenza della barra al calcestruzzo. Nella seguente tabella viene fornita la composizione di un acciaio da costruzione prodotto, Fe 360:

C_{max}	C_{max}	C_{max}	Mn	P	S	Si	N
≤ 16 mm	$> 16 \leq 40$ mm	> 40 mm	max	max	max	max	max
0.17	0.17	0.20	0.40	0.045	0.045	0	0.009

1.1.2 Acciai da cementazione:

Gli acciai da cementazione sono una serie di acciai la cui caratteristica peculiare è quella di avere un tenore di C piuttosto basso per facilitarne la diffusione durante il trattamento e permettere all'acciaio allo stato ricotto di avere una elevata lavorabilità alle macchine utensili. La cementazione, o carbocementazione, è un trattamento termico che tramite una deposizione di C sullo strato superficiale attraverso un mezzo cementante ad una temperatura compresa tra 850 - 950°C ed una successiva tempra martensitica permette di conferire una durezza superficiale tra i 57 e i 62 HRC fino ad una profondità di 2 - 3 mm, pur mantenendo la durezza a cuore tra 25 e 45 HRC. La cementazione inoltre incrementa le proprietà di resistenza all'abrasione ed usura della superficie. Gli acciai da cementazione una volta trattati permettono di combinare una pelle dura in uno stato tensionale residuo di compressione superficiale, causato dal rigonfiamento durante la trasformazione martensitica e situazione ideale per evitare inneschi di cricche per fatica, con un nucleo particolarmente resistente e tenace, in grado di sopportare forti sollecitazioni. Questi acciai con un limite di fatica molto elevato, vengono usati soprattutto per ingranaggi. La composizione % di un acciaio da cementazione, utilizzato per questo esperimento, è il 20MnCr5:

C	Si max	Mn	P max	S max	Cr
0.17 - 0.22	0.40	1.10 - 1.40	0.025	0.035	1.0 - 1.30

1.1.3 Acciaio al Boro:

L'acciaio al boro è utilizzato per componenti strutturali complessi che richiedono elevata resistenza ad usura combinata con una buona tenacità capacità che vengono acquisite dopo una tempra. Il boro a tenori bassi, tra 0.003% e 0.005% aumenta molto la temprabilità in acciai basso legati, ma conferisce fragilità ad acciai alto legati, permettendo all'acciaio di mantenere una certa duttilità pure senza rincorrere a rinvenimento permettendo alla lega di essere meno soggetta a rottura fragile. Un esempio di acciaio al Boro prodotto in questa acciaieria è il 28MnCrB5, la cui composizione è:

C	Mn	Si	Cr	P	S	B
0.25 - 0.30	1.0 - 1.3	0.15 - 0.35	0.20 - 0.50	0.030	0.030	0.0015 - 0.0040

1.1.4 Acciai Microlegati:^{[24]-[25]}

Gli acciai microlegati sono una classe di acciai sviluppati per ottimizzare al massimo l'effetto sulle proprietà corrosive e meccaniche da parte di alcuni elementi alliganti presenti a bassi tenori. La microalligazione permette di migliorare la resistenza meccanica, come per HSLA (High Strength Low Alloy Carbon), o la resistenza alla corrosione atmosferica, come per l'acciaio Cor-Ten (abbreviazione di CORrosion resistance e TENsile strength, è un materiale a basso contenuto di elementi in lega (0.2 - 0.5% Cu, 0.5 - 1.5% di Cr e 0.1 - 0.2% di P) utilizzato in precedenza in campo meccanico come rivestimento per container e successivamente apprezzato per la sua resistenza a corrosione che valorizza le sue qualità estetiche in ambito urbano. A causa delle condizioni atmosferiche che alternano periodi di secco a periodi di umido, questo aiuta la nascita e il mantenimento nel tempo di una patina di ruggine superficiale ricca di Cu, Cr e P che funge da strato ossidato di passivazione impermeabile, compatto e protettivo della superficie. L'acciaio HSLA è un tipo di acciaio basso legato che offre buone proprietà meccaniche, una buona formabilità, una buona saldabilità con un tenore di C compreso tra 0.05 % e 0.25% oltre che a Cu, V, Ti o Nb che svolgono un'azione rinforzante grazie alla tendenza a formare carburi stabili. Solitamente la struttura formata da un aggregato di ferrite e perlite viene alterata a tal punto da formare un network di carburi (ad esempio di V, finemente dispersi in una fase ferritica). Questa struttura aumenta la resistenza meccanica del materiale grazie ad un affinamento del grano, ad un indurimento per dispersione di particelle e solo marginalmente per precipitazione. Una problematica legata agli acciai HSLA è l'anisotropia delle proprietà meccaniche, ovvero tendono ad essere migliori lungo la direzione di deformazione principale rispetto alla trasversale. Le composizioni di alcuni acciai microlegati HSLA prodotti nell'acciaieria ospitante sono:

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	N
38MnSiVS6	0.34-0.41	0.15-0.80	1.2-1.6	< 0.025	0.02-0.06	< 0.3	< 0.08	0.08-0.20	0.01-0.02
15V41	0.4	0.6	1.4	0.01	0.06	0.1	0.02	0.09	0.015

La composizione di un acciaio COR-TEN è la seguente:

C	Mn	P	S	Si	Cu	Cr	Ni
≤ 0.12	0.2 - 0.5	0.07 - 0.15	≤ 0.035	0.25 - 0.75	0.25 - 0.55	0.30- 1.25	≤ 0.65

1.1.5 Acciai per Cuscinetti:

Le normative che regolano gli acciai per cuscinetti volventi sono la UNI 3097/75 in Italia e la EURONORM 94/73 in Europa ed entrambe forniscono le linee guida affinché i cuscinetti siano in grado di resistere a deformazione e all'usura sotto carichi alternati elevati a compressione e a taglio. Questo si traduce in un'elevata durezza, alto limite elastico ed elevata resistenza a fatica. L'acciaio deve presentare secondo la norma, in relazione alle dimensioni dei cuscinetti, una temprabilità sufficiente a garantire il raggiungimento di una durezza minima pari a 840 HV. La nascita di cricche per fatica nei cuscinetti è un fenomeno particolare dato che, a differenza dei casi comuni, in cui si manifesta sulla superficie in questo caso si manifesta sotto la superficie dove si concentrano le maggiori sollecitazioni dovute al rotolamento e ad un debole strisciamento. La rottura per fatica avviene secondo due modalità nel caso sia generata da rotolamento puro:

- macchie bianche: quando l'acciaio non contiene alcun tipo di difetto o inclusioni dannose, dipende dalla deformazione plastica della martensite sotto pelle, dovuta alla presenza di austenite residua;
- papillons: nome dato dalla loro particolare forma, sono legate alla presenza simultanea di sollecitazione a compressione idrostatica e di sollecitazione a taglio poco sotto pelle, esaltate per effetto d'intaglio dalle inclusioni non deformabili che possono eccedere la resistenza dell'acciaio.

La resistenza a fatica dipende oltre che dallo stato inclusionale, dalla presenza di solfuri, di alluminati, silicati e ossidi globulari, dalle condizioni del trattamento termico. La velocità di tempra deve essere tale per cui la tempra raggiunga il tenore di martensite a cuore necessario. Fattore importante è anche la struttura e distribuzione dei carburi liberi, che devono essere presenti in maniera omogenea e finemente distribuiti nella matrice altrimenti possono fungere da concentratori di sforzo e causa un incremento della fragilità che porta a rotture superficiali precoci. Secondo la norma UNI gli acciai destinati alla fabbricazione di cuscinetti si dividono in 4 gruppi:

- Gruppo 1: Accia al cromo concepiti per tempra a cuore (tra gli acciai più utilizzati a tale scopo);
- Gruppo 2: acciai da indurimento superficiale, che vengono induriti per cementazione;
- Gruppo 3: acciai inossidabili (per ambienti corrosivi dove è richiesta resistenza a corrosione);
- Gruppo 4: acciai per utilizzo ad elevate temperature (anche per usi in ambienti corrosivi);

Attraverso questi acciai si producono cuscinetti volventi di forma sferica, di forma cilindrica e i binari di rotolamento degli stessi, di cui un esempio è il 100Cr6 prodotto dall'acciaieria ospitante:

C	Mn	Si	Cr	S max	P
0.95 - 1.10	0.25 - 0.45	0.15 - 0.35	1.4 - 1.6	0.025	0.025

1.1.6 Acciai a lavorabilità migliorata:^[24]

Gli acciai a lavorabilità migliorata, detti anche acciai automatici, sono leghe di acciaio contraddistinte da un'alta truciolabilità, adatte alla lavorazione su macchine utensili ad alta produttività, come ad esempio lavorazioni al tornio automatico mono- o pluri-mandrino, e permettono la fabbricazione di una vasta gamma di inserti di precisione e minuteria metallica. Il miglioramento della lavorabilità è dato dall'introduzione in fase di affinazione di elementi come S, che ha lo scopo di infragilire la matrice metallica e di permettere uno spezzettamento del truciolo, o il Pb, che facilita lo scorrimento del truciolo sull'utensile allungando la durata del tagliente. Sono divisi in 3 tipologie: non per trattamento termico, da bonifica e da cementazione + tempra. Alcuni esempi di acciaio automatico prodotti dall'acciaieria ospitante sono i seguenti:

		C	Si	Mn	P	S
NO T.T.	9SMn28	≤ 0.14	≤ 0.05	0.9 - 1.3	≤ 0.11	0.27 - 0.33
CEM + TEMP	AISI 1118	0.14 - 0.2	-	1.3 - 1.6	≤ 0.04	0.08 - 0.13

1.1.7 Acciai per bulloneria:

Sono acciai destinati alla ricalcatura a freddo o a caldo per la fabbricazione di viti, bulloni e dadi. La formatura a freddo è la tecnica più economica per conferire ai prodotti migliore resistenza meccanica per la continuità e la disposizione ottimale delle fibre, stessa modalità di quella a caldo. Ogni lavorazione però richiede una condizione del materiale iniziale diversa dalle altre lavorazioni:

- per la formatura a freddo la principale proprietà richiesta è la deformabilità, ma una certa importanza è ricoperta anche da duttilità, dall'omogeneità microstrutturale e qualità superficiale;
- per la formatura a caldo è richiesta una buona fucinabilità o buona stampabilità (o deformabilità);
- per l'asportazione di truciolo la caratteristica essenziale è la lavorabilità alle macchine utensili;

Le giunzioni tramite viti sono molto sensibili a cedimenti per fatica favoriti dall'effetto d'intaglio della filettatura, ragion per cui devono essere prese le opportune precauzioni per allungare la durata. La norma che definisce le caratteristiche meccaniche di viti e bulloni in acciai non legati e legati è UNI EN ISO 898-1 mentre per le viti in acciaio inox vale la norma UNI EN ISO 3506. Un esempio di questo acciaio prodotto dall'acciaieria ospitante è il CB4FF la cui composizione % è:

C	Si	Mn	P	S	N
0.08	tracce	0.2 - 0.4	0.04	0.04	0.007

1.1.8 Acciai da Bonifica:

Si tratta di acciai destinati al trattamento termico di *bonifica* che consiste in una tempra martensitica seguita da un rinvenimento di addolcimento, eseguito alla temperatura di 600°C. La tempra consiste in un trattamento termico che permette di bloccare a temperatura ambiente una struttura stabile solo a temperature superiori, in particolare l'acciaio attraverso un innalzamento a temperatura di austenitizzazione ed un raffreddamento ad elevata velocità avviene la trasformazione della struttura in *martensite*, struttura metastabile molto dura, fragile e fortemente tensionata. La martensite si forma in acciai a tenori di C superiori allo 0.2 %, infatti gli acciai da bonifica possiedono un tenore di C che sta tra 0.25-0.6%. Il rinvenimento è un trattamento che ha lo scopo di ridurre l'instabilità data dall'eccessiva durezza e fragilità conferita dalla tempra trasformando la struttura tetragonale in una struttura detta *sorbitica*, formata da ferrite α e carburi globulari finemente dispersi. che mantiene una buona resistenza meccanica con tenacità e resistenza a fatica migliorate e minori tensioni interne.

Gli acciai da bonifica per essere raffreddati a velocità elevate devono possedere una elevata attitudine alla tempra, detta temprabilità. Questa proprietà può essere incrementata attraverso un opportuno dosaggio di elementi in lega come Ni, Cr e Mo che di fatto riducono la velocità critica di tempra richiesta spostando a destra la curva del diagramma CCT (Continuous Cooling Transformation) si veda la corrispondente **Fig. 1.5**

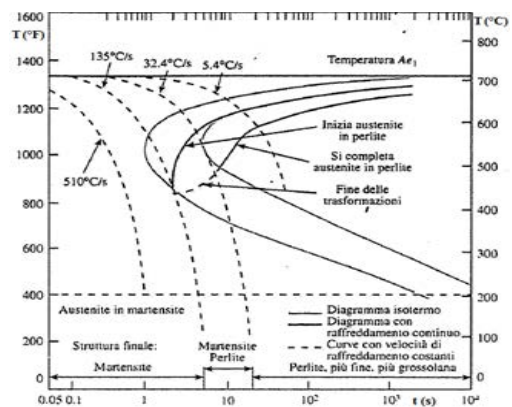


Fig 1.5: Curve CCT

Inoltre, gli acciai da bonifica devono possedere una certa insensibilità alla fragilità da rinvenimento, (malattia di Krupp) fenomeno causato da una precipitazione di carburi infragilenti a bordo di grano. In generale gli acciai da bonifica sono impiegati per la costruzione di organi meccanici sottoposti a carichi statici e dinamici e grosse vibrazioni; come semiassi, aste, bielle, organi di collegamento, leve, steli per magli, colonne e presse.

Un esempio di acciaio prodotto dall'acciaieria ospitante è il 39NiCrMo3 la cui composizione % è:

C	Si max	Mn	P max	S max	Cr	Mo	Ni
0.35 - 0.43	0.40	0.50 - 0.80	0.025	0.035	0.60 - 1.0	0.15 - 0.25	0.70 - 1.0

1.1.9 Acciai per molle:

L'acciaio per molle è un tipo di acciaio le cui caratteristiche richieste sono soprattutto meccaniche: deve deformarsi elasticamente sotto carico senza subire alcuna deformazione plastica e deve avere una elevata resistenza a fatica, (modulo di Young ed elevato limite elastico) che sia in grado di resistere a forti tensioni pur con un'ottima tenacità. Viene impiegato nella costruzione di molle a balestra, a bovolo e discoidali per vagoni ferroviari, nella costruzione di tramogge, vomeri, zappette, parti di macchine agricole sottoposte ad usura.

Dal punto di vista metallurgico viene considerato una sottocategoria particolare degli acciai da bonifica, di cui le principali proprietà da considerare sono: la risposta al trattamento termico; la temprabilità; la granulometria fine; l'insensibilità all'infragilimento da rinvenimento; l'elevata finitura superficiale (difetti o zone decarburate) sulla superficie di acciai per molle bonificati possono abbattere fino al 40% il limite di fatica a flessione rotante. Questa categoria inoltre rientra in quella degli acciai armonici, che contengono nella composizione Si oltre l'1% ed un alto tenore di C (tra 0.8% e 0.9%) che li rende particolarmente duri, Mn, Cr e Mo per aumentarne la temprabilità e il Nichel per aumentare la tenacità. Gli acciai per molle comprendono infine molte categorie diverse sia per forma che per trattamento:

- Acciai speciali al C: Hanno un tenore di C tra 0.55 e 1% e vengono temprati e rinvenuti al blu,
- fili di acciaio inox: molle che lavorano in ambienti aggressivi, prodotti da acciai austenitici.
- acciai legati speciali per molle bonificate: la loro caratteristica più importante è la temprabilità dato che in questo caso il tenore di martensite a cuore deve essere almeno dell'80%, se di piccolo diametro possono essere bonificate isotermicamente con un miglioramento della resistenza a fatica.

Esempi di acciai prodotti dall'acciaieria ospitante sono 55Si7 e 50CrV4 le cui composizioni % sono:

	C	Si	Mn	S	P	Cr	V
50CrV4	0.47 - 0.55	0.40	0.70 - 1.10	0.025	0.025	0.90 - 1.20	0.10 - 0.25
55Si7	0.52 - 0.60	1.6 - 2	0.60 - 0.90	0.025	0.025	-	-

1.2 Processo di produzione

Per quanto riguarda il processo di produzione, si è deciso di analizzare in maniera più approfondita il processo di colata continua essendo la sezione su cui si è concentrato di più questo studio. Per chiarezza verrà illustrato di seguito, in linea di massima, il processo produttivo nell'insieme

1.2.1 Materie prime ^[30]

Le materie prime utilizzate nella produzione di acciaio destinato all'arco elettrico sono:

- *rottame ferroso*: è la principale fonte di Fe ed è diviso in diverse categorie a seconda della provenienza della forma e delle dimensioni (queste ultime influiscono sulla densità della carica e sulla rapidità di fusione) ma soprattutto a seconda della qualità, ossia in base al tenore di elementi eliminabili ma indesiderati (S e P), e dal tenore di elementi non eliminabili (Cu, Mo);
- *preridotto*: agglomerato di Fe e minerale derivato da riduzione diretta con CO e idrogeno sottoforma di pellets, è una fonte a basso costo di Fe ma presenta alcune criticità come difficoltà nella fusione e formazione durante il processo di FeO e quindi aggressiva per le pareti in refrattario;
- *ghisa*: si tratta di un prodotto da altoforno che oltre ad essere una fonte di Fe viene usata anche come fonte di C avendone un contenuto del 4%, oltre ad altri elementi presenti come Mn, Si, P, S.

Altri materiali utili per intervenire in parametri legati al processo o all'acciaio stesso sono:

- *ferroleghe*: sono una serie di leghe ferrose non usate come fonte di Fe bensì utilizzate principalmente per due scopi: la disossidazione dell'acciaio o la correzione della composizione.

Un disossidante è un materiale ad elevata affinità con l'ossigeno la cui funzione è quella di captarlo all'interno del bagno di Fe fuso, sia che se esso risulti combinato o disciolto. Dalla reazione si forma un ossido che solitamente tende ad andare sulla superficie rendendone la rimozione più facilitata.

Un esempio è l'Al, un forte disossidante che viene immesso nel bagno attraverso un filo di ferro dolce con un'anima di Al, per permetterne un ingresso nelle profondità del bagno.

Altre ferroleghe sono usate per affinare la composizione come ad esempio Fe-Si-Cr.

- *ossidanti, scorificanti e fondenti*: gli ossidanti solidi, aggiunti per alzare il tenore di ossido di Fe e permettere l'affinazione ossidante dell'acciaio, sono scaglie di laminazione. Gli scorificanti, o formatori di scoria, sono principalmente la calce (CaO), CaAl_2O_4 , SiO_2 (che permette l'aumento di viscosità), Al_2O_3 , e l'ossido di Mg (MgO), a questi vengono aggiunti i fluidificanti, come la fluorite CaF_2 , che diminuiscono la viscosità della scoria (intaccando la struttura della silice) e generano una migliore superficie di interfaccia velocizzando in tal modo l'affinazione dell'acciaio permettendo un contatto acciaio-scoria.

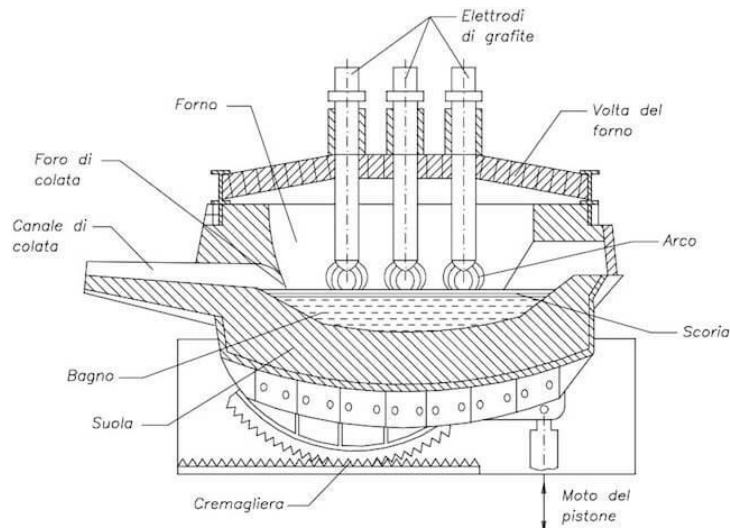


Fig 1.7: Schema di un forno elettrico con elettrodi trifase

1.2.2 Breve sintesi del processo di produzione [27]

La struttura dello stabilimento prevede una parte dedicata allo stoccaggio della materia prima. Dal parco rottami viene prelevato il materiale attraverso una e posto all'interno di apposite ceste che vengono poi trasportate nella zona del forno ad arco elettrico. Prima di raggiungere il forno vengono aggiunti additivi, formatori di scoria e carbone, per migliorarne affinazione ed fusione. Il ciclo di lavoro del forno trifase prevede la fusione di tre ceste da 30 tonnellate di rottame per ogni ciclo del forno, per un quantitativo totale di circa 90 tonnellate di acciaio. Nel forno sono presenti lance per l'iniezione di ossigeno puro, bruciatori a metano per facilitare la fusione del rottame lance per il carbone e di un caricatore calce, per la ottimizzazione delle condizioni di lavoro degli elettrodi nel bagno fuso o semifuso. Dal forno il metallo fuso viene colato in siviera e trasportato al reparto di metallurgia secondaria (ASEA) in cui avviene l'affinazione dell'acciaio. Una volta raggiunta la composizione stabilita il contenuto della siviera viene trasferito alla colata continua in una paniera, un contenitore dalle dimensioni particolari con una base molto larga rispetto all'altezza per favorire un flusso stabile e continuo alle linee di colata sottostanti. Al di sotto della paniera vi sono tre imboccature in cui avviene la colata continua del materiale. All'uscita dell'imbocco comincia il processo di solidificazione: il metallo passa per la lingottiera in cui avviene il raffreddamento primario (una camicia in rame cromato all'interno raffreddato ad acqua che serve per la formazione della prima pelle. Più in basso vi è un sistema di raffreddamento secondario con spray ad acqua dove sono presenti dei rulli che accompagnano la billetta od il blumo. Nella sezione di colata continua la parte di maggiore interesse in questo studio è rappresentata dall'utilizzo degli stirrer magnetici in lingottiera e in linea per la miscelazione dell'acciaio fuso; queste strutture e le leggi che definiscono il loro funzionamento verranno descritte qui di seguito.

2. Miscelazione elettromagnetica [10 – 11]

In linea generale uno stirrer elettromagnetico si tratta di un induttore in grado di generare un campo magnetico variabile che interagisce con la fase liquida dell'acciaio in colata continua, dalla quale si genera una forza, di *Lorentz*, in grado di variare il campo di moto dell'acciaio miscelandolo. Altri benefici conseguibili dal loro utilizzo: miglior scambio termico; zona equiassica più estesa; riduzione di difetti dovuti ai gas e segregazioni (inclusioni, porosità, cricche superficiali ed interne). La struttura di uno stirrer prevede un alloggiamento in acciaio inox all'interno della quale vi sono degli avvolgimenti di cavi conduttori, avvolti a loro volta da un'anima di acciaio magnetico, in cui viene fatta circolare una corrente elettrica alternata, e contornati dai condotti di raffreddamento. Gli stirrer elettromagnetici si dividono a seconda del moto, in rotativi e lineari, e a seconda della loro posizione nella linea di colata: in lingottiera (MEMS), in linea (SEMS) e finale (FEMS). Gli stirrer elettromagnetici rotativi sono il tipo di stirrer più comunemente utilizzato in quanto hanno una buona affinità di funzionamento con le parti fisse dei motori elettrici ad induzione, sono maggiormente utilizzati per la colata di billette o blumi inducendo nell'acciaio un moto rotativo.

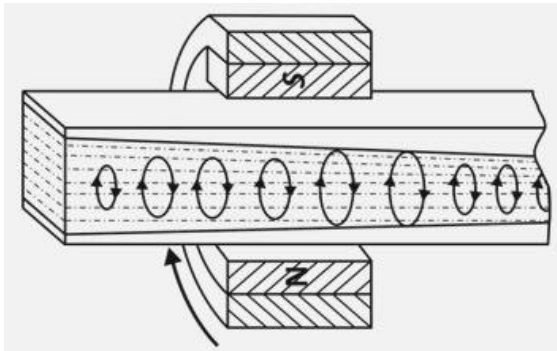


Fig 1.8: Schema di mescolamento rotativo della fase liquida nel lingotto Fig 1.9: Comune stirrer rotativo da colata continua

Gli stirrer lineari, invece, imprimono principalmente un moto assiale e radiale e vengono generalmente utilizzati per la colata di sezioni piatte o come stirrer posizionate in linea di colata. Principalmente gli stirrer lineari sono in grado di miscelare in maniera efficace l'acciaio liquido in maniera tale da evitare la formazione di difetti microstrutturali come Bridging e micro - lingottismo.

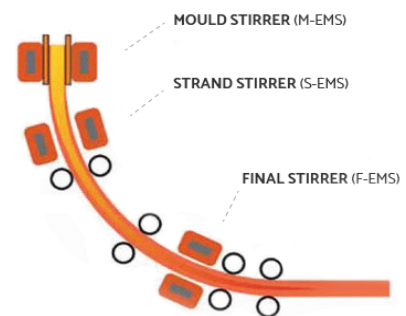
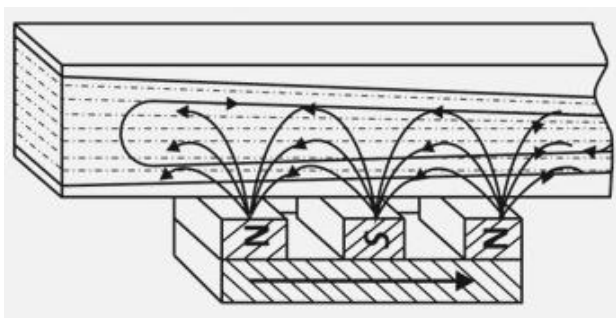


Fig 1.10: Schema di mescolamento lineare della fase liquida nel lingotto + stirrer lineare Fig 1.11: Schema posizionamento stirrer

2.1 *Stirrer di lingottiera – MEMS* ^[12]

Lo stirrer in lingottiera (Mould) si trova all'inizio della colata continua e può essere installata all'interno o all'esterno della struttura, ma in entrambi i casi risente del rame di cui è composta la lingottiera, essendo un ottimo conduttore elettrico essa risulta essere caratterizzata da un sensibile effetto di schermatura nei confronti del campo magnetico degli stirrer, che oltre a ridurre l'effetto di mescolamento sull'acciaio fuso comporta anche il riscaldamento della struttura stessa in rame. La schermatura la si può analizzare attraverso la profondità di penetrazione del campo magnetico:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\sigma\mu\omega}} = \sqrt{\frac{2}{0.92 * 5.8 * 10^7 * 1.257 * 10^{-6} * 50}} = 0.024 \text{ m} \quad (1.1)$$

Da cui per aumentare la profondità di penetrazione, ovvero per avere una minore perdita del campo magnetico, si deve ridurre la frequenza di corrente dello stirrer, che può arrivare a frequenze tra i 2 e i 5 Hz e a correnti tra i 200 e i 400 A, avendo bisogno di coppie elevate data la fluidità del fuso. Infine la posizione di uno stirrer in lingottiera deve essere valutata in caso di colaggio con getto protetto e in presenza di uno stirrer in linea, in quanto la presenza di uno scaricatore per il colaggio può implicare l'abbassamento relativo alla posizione dello stirrer al fine di ridurre il fenomeno di inglobamento delle polveri lubrificanti, al contrario se fosse una colata continua con un getto libero la posizione dello stirrer può essere mantenuta più in alto e vicina al menisco del fuso dalla paniera.

2.2 *Stirrer di linea e finali SEMS – FEMS* ^[12]

Questi tipi di stirrer elettromagnetico sono posti all'interno della zona di raffreddamento secondario (S – EMS dove S sta per Strand) e nella parte terminale di chiusura del cono di acciaio liquido (F – EMS dove F sta per Final) e sono entrambe zone in cui vi è uno spessore importante di acciaio solido che si antepone fra il campo magnetico e la zona centrale fluida, può fungere da schermo. Questo però non è di grande interesse essendo l'acciaio solido al di sopra della temperatura di Curie, presentando così valori di conducibilità elettrica inferiori alla lingottiera e permettendo l'uso frequenze di correnti pari a quelle di rete di 50 Hz, mentre 8 - 10 Hz per blumi grossi. L'utilizzo ideale del SEMS si ha quando il liquido in billetta raggiunge il 20 – 30 % della sezione. Esso permette di: migliorare la zona colonnare, limitare cricche interne e ridurre la porosità centrale. Nel caso di stirrer finali l'acciaio in movimento non è mai composto da solo fase liquida ma si compone oltre al liquido anche di nuclei solidi sospesi e a causa di ciò è necessario fornire valori di forza elettromagnetica più elevati rispetto alla lingottiera per ottenere una uguale velocità periferica. Il loro impiego è necessario quando vi sono esigenze altamente qualitative al centro della billetta. Esso permette di: estendere la zona equiassica, ridurre segregazioni e le porosità centrali per alto C.

2.3 Equazioni costitutive e funzionamento di uno stirrer rotativo [9-10-12]

Uno stirrer rotativo presenta un meccanismo simile allo statore di un motore elettrico ad induzione. Notoriamente un sistema trifase di conduttori attraversato da correnti alternate equilibrate sfasate di 120° genera un campo magnetico rotante, ovvero data una generica bobina composta da N spire attraversate ognuna da una corrente di intensità I si ha per la legge di Ampere che:

$$\oint_0^l \bar{H} dl = N * I \rightarrow H = \frac{N * I}{l} \quad (1.2)$$

- \bar{H} = il campo magnetico;
- l = il percorso medio delle linee di campo;
- I è l'intensità.

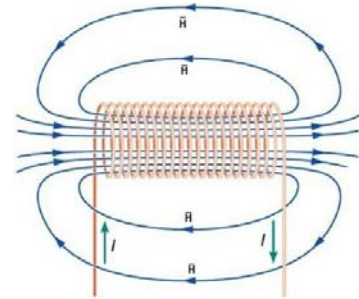


Fig 1.12: campo magnetico formato da un solenoide

Secondo la legge di Fresnel il fasore \bar{H} è congruente alla somma di due fasori di ampiezza pari a $H_m/2$ e avente velocità angolare pari a $+\omega$ e $-\omega$, ovvero:

$$\bar{H}_m = h(t) = \frac{H_m}{2} \cos(\omega t) + \frac{H_m}{2} \cos(-\omega t) \quad (1.3)$$

Disponendo 3 bobine in N spire alimentate con una terna simmetrica e disposte in maniera tale formare un angolo di 120° si ottiene:

$$\begin{aligned} i_1(t) &= I_m \cos(\omega t) \\ i_2(t) &= I_m \cos(\omega t - \frac{2}{3}\pi) \\ i_3(t) &= I_m \cos(\omega t + \frac{2}{3}\pi) \end{aligned} \quad (1.4)$$

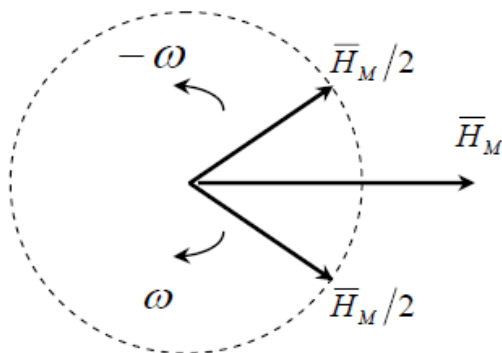


Fig 1.13: schema dei fasori direzionati

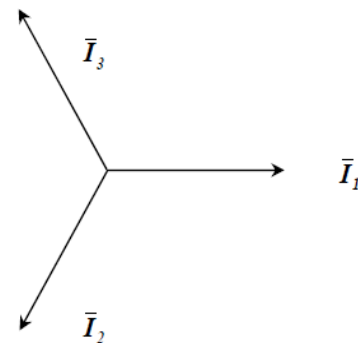


Fig 1.14: schema delle correnti a 120°

Da cui attuando la legge di Fresnel a tutte le fasi si ottengono:

$$\begin{aligned} h(t) &= \frac{H_m}{2} \cos(\omega t) + \frac{H_m}{2} \cos(-\omega t) \\ h_2(t) &= \frac{H_m}{2} \cos\left(\omega t - \frac{2}{3}\pi\right) + \frac{H_m}{2} \cos\left(-\omega t + \frac{2}{3}\pi\right) \\ h_3(t) &= \frac{H_m}{2} \cos\left(\omega t + \frac{4}{3}\pi\right) + \frac{H_m}{2} \cos\left(-\omega t - \frac{4}{3}\pi\right) \end{aligned} \quad (1.5)$$

Studiandone l'andamento si ottiene che \bar{H} si tratta di un vettore avente un'ampiezza costante pari a 1.5 volte H_m con una direzione che varia in senso orario con una velocità angolare pari a ω :

$$H = \frac{3}{2} * H_m * \cos(\omega t) \quad (1.6)$$

Da un campo magnetico variabile che attraversa una superficie Σ , per l'equazione di Faraday – Neumann si può trarre:

$$\oint_{\delta\Sigma} \vec{E} \, dl = \frac{\partial \Phi_{\Sigma}(\vec{B})}{dt} \quad (1.7)$$

Dove il flusso Φ_{Σ} è del campo d'induzione magnetica B : $\Phi_{\Sigma} = \int_{\Sigma} \vec{B} \cdot n \, dS$ (1.8)

Una volta che la variazione di induzione magnetica attraversa la superficie conduttiva la differenza di potenziale permette la circolazione di corrente che a sua volta per la legge di Ampere genera un campo di induzione magnetica la cui variazione di flusso si oppone al campo di induzione originale. Si forma così tra l'interazione corrente elettrica e il campo magnetico che genera la forza di Lorentz

$$\vec{F} = \sigma \vec{E} \times \vec{B} \quad (1.9)$$

Con B campo d'induzione magnetica e σ conducibilità elettrica.

Questa forza è responsabile del moto dell'acciaio fuso all'interno del profilo colato, dato che in un conduttore liquido, non può essere compensata da un gradiente di pressione e quindi il si muove.

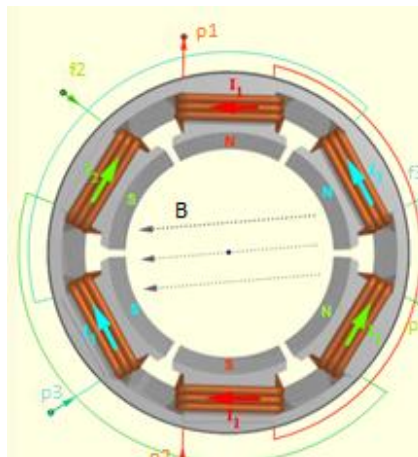


Fig 1.15: schema di un campo magnetico generato da un trifase

Capitolo 2

Solidificazione dell'acciaio

1. Termodinamica della solidificazione [7]

La solidificazione può essere analizzata dal punto di vista termodinamico considerandola come una reazione di transizione di fase in un sistema multicomponente, ovvero considerando l'energia di Gibbs, G , si è in grado di definire la condizione di equilibrio per la transizione tra due fasi α e β : $G_\alpha = G_\beta$ (2.1) da cui derivando si ottiene che $dG = 0$ (2.2), ma essendo l'energia libera di Gibbs funzione di temperatura, pressione e composizione può essere definita con la seguente equazione:

$$dG(T, P, n_i \dots) = \left(\frac{\partial G}{\partial T}\right)_{P, n_i} + \left(\frac{\partial G}{\partial n_i}\right)_{T, P} + \left(\frac{\partial G}{\partial P}\right)_{T, n_i} + \dots = 0 \quad (2.3)$$

Definendo il potenziale chimico a pressione e temperatura costanti: $\mu_i = \left(\frac{\partial G}{\partial n_i}\right)_{T, P}$ (2.4)

Si ottiene: $dG = \mu_i dn_i + \mu_j dn_j + \dots = 0$ (2.5) che in presenza di due fasi: $dG = dG_\alpha + dG_\beta$ (2.6)

Considerando un componente A che passa dalla fase β alla fase α :

$$dG_\alpha + dG_\beta = \mu_\alpha^A dn_A - \mu_\beta^A dn_A = 0 \rightarrow \mu_\alpha^A = \mu_\beta^A \quad (2.7)$$

Risolvendo numericamente la 2.5 è possibile ottenere diagrammi di fase per sistemi binari anche per soluzioni non ideali al variare di temperatura e concentrazione degli elementi del sistema, energia libera di mescolamento inclusa.

Il fenomeno di solidificazione in condizioni termodinamiche di equilibrio richiede una perfetta omogeneità chimica e di temperatura nel sistema, condizione verificata quando la diffusività delle specie chimiche considerate è molto rapida rispetto alla variazione delle condizioni termiche, ma il problema è che questa situazione richiede tempistiche molto lunghe, insostenibili industrialmente. Si possono comunque applicare tali condizioni di equilibrio a localmente per velocità di solidificazione inferiori a 0.01 m/s e velocità di raffreddamento non inferiore a 1000 K/s. Per velocità di solidificazione maggiori di 0.01 m/s le fasi riscontrabili dal diagramma di equilibrio non nucleano a velocità sufficientemente elevata e ragion per cui vengono sostituite da fasi metastabili che rispettano un loro diagramma di fase, fase detta di equilibrio locale metastabile. Infine a velocità superiori a 5 m/s si ha la condizione per cui i potenziali chimici delle due fasi sono diverse all'interfaccia, condizione in cui la solidificazione non rispetta il diagramma di fase e la si può considerare non diffusiva (detta di solute trapping).

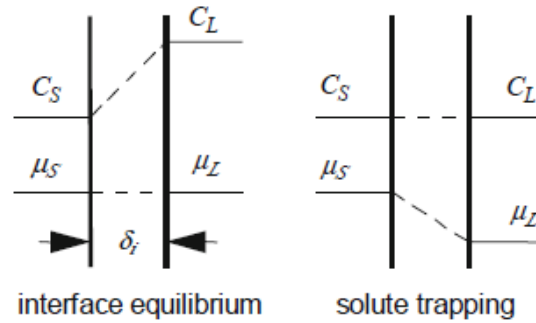


Fig. 2.1: Condizioni di equilibrio e non-equilibrio nella solidificazione

1.1 Il sottoraffreddamento

Il sottoraffreddamento, o sopraffusione, è il processo di raffreddamento di un liquido al di sotto della temperatura di solidificazione senza che avvenga effettivamente la solidificazione, si osserva principalmente in liquidi puri perfettamente quiete, ma se essi ricevono un impulso esterno come l'ingresso di un corpo estraneo o una sua agitazione ne provoca un'immediata solidificazione. Il sottoraffreddamento può avere natura termica o composizionale e ha un effetto importante anche sulla velocità dei processi di solidificazione e sulla morfologia del solido.

Dal punto di vista analitico se considero nuovamente la condizione termodinamica di equilibrio applicata ad un sistema liquido - solido e se considero che la variazione di energia libera è associata solamente alla trasformazione di fase in un'unità di volume si ha:

$$\Delta G = \Delta G_v = G_s - G_l \rightarrow (H_s - H_l) - T(S_s - S_l) = 0 \quad (2.9)$$

ΔG_v è la variazione di energia legata alla solidificazione di un'unità di volume del sistema. A tale condizione il sistema non evolve in alcuna direzione, dato che si trova in equilibrio termodinamico, è necessario quindi portare il sistema ad una condizione per cui ΔG_v non sia nullo. Alla temperatura di equilibrio di fase si ha:

$$\Delta H_f - T_e \Delta S_f = 0 \rightarrow \Delta S_f = \frac{\Delta H_f}{T_e} \quad (2.12)$$

Assumendo piccole variazioni di entalpia ed entropia nell'intervallo di temperatura si può scrivere:

$$\Delta G_v = \Delta H_f - T \frac{\Delta H_f}{T_e} = \frac{\Delta H_f(T_e - T)}{T_e} = \Delta S_f \Delta T \quad (2.11)$$

Da questo si evince che è necessario portare il sistema a una temperatura inferiore a quella di equilibrio affinché la solidificazione avvenga.

2. Cinetica della solidificazione [7]

La solidificazione a livello industriale non procede mai in maniera uniforme ma ha inizio sempre dalla nascita di nuclei che vanno incontro ad un accrescimento fino a trasformare l'intero sistema. Le condizioni che influenzano la nucleazione ed il conseguente accrescimento hanno importanti effetti sulla morfologia, sulla temperatura di solidificazione e sulle proprietà chimico fisiche finali, ad esempio una grana fine dovuta a molti nuclei possiede una migliore resistenza meccanica. Da questo si evince che è impellente valutare le condizioni che pongono le basi alla formazione di nuclei stabili ed il loro accrescimento e i parametri che legano questi due parametri al processo.

2.1 Nucleazione omogenea

La nucleazione omogenea prevede la formazione di nuclei stabili nel liquido aventi la stessa composizione, in questa condizione sono le variazioni temporanee di densità, temperatura e conformazione atomica della struttura a comportare la formazione di addensamenti atomici metastabili aventi caratteristiche molto simili alla fase solida, detti *embrioni*, tali per cui se il sistema non è correttamente sottoraffreddato essi ritornano allo stato liquido, viceversa solidificano. Dal punto di vista termodinamico esiste un requisito geometrico per la formazione di nuclei stabili. Considerando una geometria sferica, di raggio r , che passa dallo stato liquido allo stato solido, l'energia libera di tale processo è il risultato della somma di un contributo positivo, formazione di una interfaccia solido liquido, e da un contributo negativo, dato dalla solidificazione di tale volume.

$$\Delta G = A_s \gamma_{1s} - V_s \Delta G_v = 4\pi r^2 \gamma_{1s} - \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_v \quad (2.12)$$

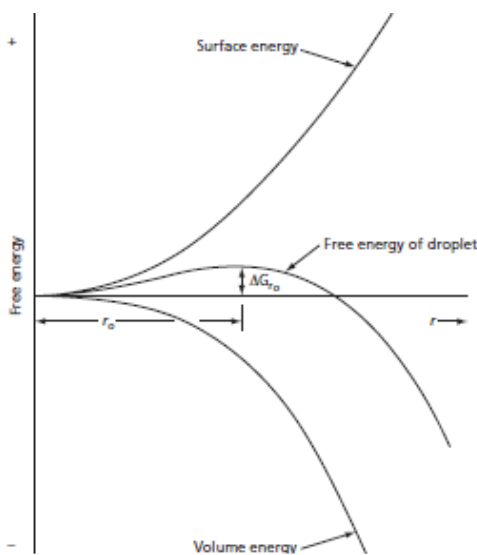


Fig. 2.2: Curva di energia libera funzione delle dimensioni del nucleo solido

Trovando il punto di massimo della funzione tra raggio ed energia libera di Gibbs:

$$\frac{dG}{dr} = 8\pi r \gamma_{1s} - 4\pi r^2 \Delta G_v = 0 \rightarrow r^* = \frac{2\gamma_{1s}}{\Delta G_v} \quad (2.13)$$

Per valori di r superiori ad r^* un aumento delle dimensioni del nucleo solido è termodinamicamente favorito.

Inserendo il ΔG_v calcolato dall'equazione (2.11):

$$r^* = \frac{2\gamma_{1s}}{\Delta G_v} = r^* = \frac{2\gamma_{1s} T_e}{\Delta H_f \Delta T} \quad (2.14)$$

Inoltre si può evincere che aumentando il sottoraffreddamento il raggio critico diminuisce consentendo la presenza di un maggior numero di nuclei.

Da questo è possibile calcolare il ΔG associato al raggio critico:

$$\Delta G_{cr} = \frac{16\pi\gamma^3}{a\Delta G_v^2} \quad (2.15)$$

2.1.1 Velocità di nucleazione:

Se si considera un sistema avente n_i embrioni solidi, ognuno contenente un numero i di atomi o molecole, immersi in un liquido avente n_L molecole di liquido, si ha che il ΔG degli embrioni è:

$$\Delta G = n_i \Delta G_i - T \Delta S_i \quad (2.16)$$

Dove ΔS_i è l'entropia di mescolamento e ΔG_i è la variazione di energia libera della solidificazione.

Si porta a minimizzare ΔG rispetto a n_i tramite:

$$\frac{\partial G}{\partial n_i} = \Delta G_i - T \frac{\partial \Delta S}{\partial n_i} = 0 \quad (2.17)$$

Si può definire una relazione che rappresenti n_i , assumendo che n_L sia molto più grande di n_i :

$$n_i = n_L \exp\left(\frac{\Delta G_i}{k_b T}\right) \rightarrow n_{i,cr} = n_L \exp\left(\frac{\Delta G_{cr}}{k_b T}\right) = n_L \exp\left(\frac{K_n^{hom}}{\Delta T^2 * T}\right) \quad (2.18)$$

$n_{i,cr}$ è detto numero di embrioni di raggio critico.

Per quanto riguarda la velocità di inglobamento di altri atomi essa è composta dal prodotto tra la probabilità di salto utile e la frequenza di vibrazione atomica:

$$\frac{dn}{dt} = v * \exp\left(\frac{\Delta G_A}{k_b T}\right) \quad (2.19)$$

Dove ΔG_A è l'energia di attivazione per il trasferimento di un atomo dalla fase liquida a quella solida.

Si ottiene da questo:

$$\begin{aligned} I &= n_{cr} * \frac{dn}{dt} = n_L v * \exp\left(\frac{K_n^{hom}}{\Delta T^2 * T}\right) * \exp\left(\frac{\Delta G_A}{k_b T}\right) \\ &\cong I_0 * \exp\left(\frac{K_n^{hom}}{\Delta T^2 * T}\right) \end{aligned} \quad (2.20)$$

Dove I_0 è un valore che tendenzialmente rimane costante per i materiali metallici, pari a $10^{40} \text{ m}^{-3} \text{ s}^{-1}$

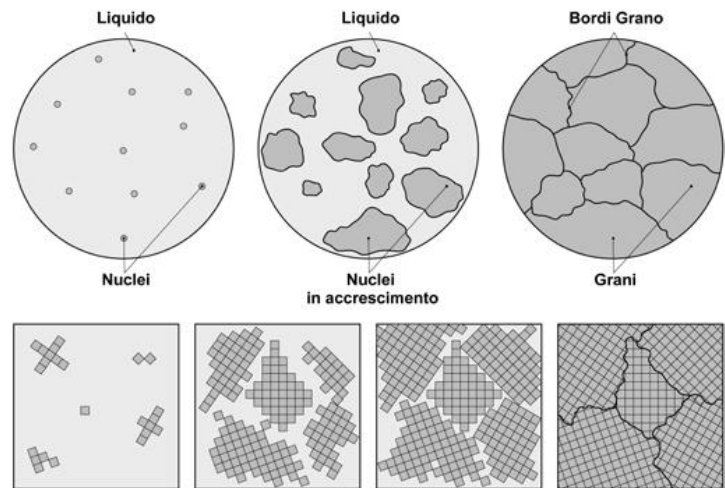
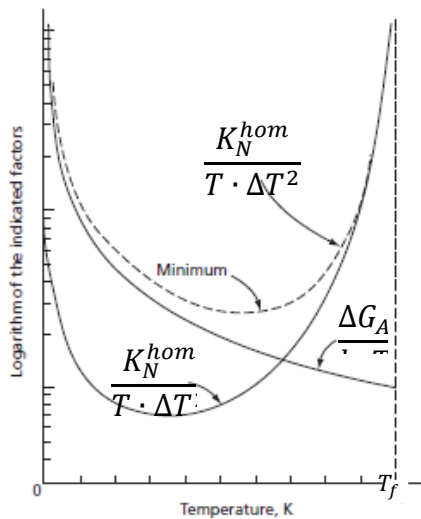


Fig. 2.3: Curva dell'esponente dell'equazione (2.20)

Fig. 2.4: schema esemplificativo della solidificazione e formazione dei grani

2.2 Nucleazione eterogenea

Se la nucleazione omogenea è spontanea e comporta una diminuzione di energia libera solo al di sotto della temperatura di equilibrio, la nucleazione eterogenea avviene perché l'energia di attivazione diminuisce di molto se il fenomeno avviene su difetti presenti nel bagno, come ad esempio inclusioni metalliche nel bagno, costituenti aggiunti appositamente per questo scopo, detti inoculanti o spesso anche a causa di frammenti staccatisi da fasi solide in fase di crescita, attraverso un meccanismo per cui gli atomi presenti nella fase liquida si agganciano alla fase solida preesistente, dato dal difetto nel bagno, e il nucleo così accresce tramite processi atomo per atomo. La velocità di nucleazione può essere in tal senso modificata introducendo l'angolo di contatto θ tra la fase solida già formata ed il solido in fase di formazione.

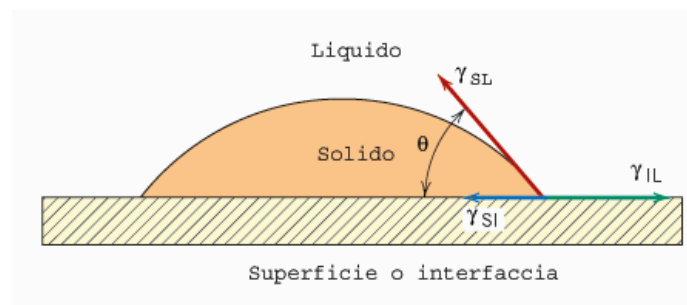


Fig. 2.4: Illustrazione delle tensioni superficiali

A tali condizioni l'energia libera legata alla formazione di nucleo di dimensioni critiche è pari a:

$$\Delta G^{het} = -V_S \Delta G_V + A_{LS} \gamma_{LS} + A_{nS} (\gamma_{nS} - \gamma_{nL}) \quad (2.21)$$

Sapendo dalla legge di Young che: $\gamma_{nL} = \gamma_{nS} + \gamma_{LS} \cos \theta$ (2.22)

che l'area della calotta sferica è: $A_{LS} = 2\pi r^2 (1 - \cos \theta)$ (2.23)

e che l'area dell'interfaccia tra calotta e solido è: $A_{nS} = \pi r^2 \sin^2 \theta$ (2.24)

Si ottiene da relazione per la variazione di energia libera:

$$\Delta G^{het} = \Delta G^{hom} * \frac{(2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2}{4} \quad (2.25)$$

Valore che può essere utile per calcolare la velocità di nucleazione e il raggio critico del nucleo.

In base a quanto la superficie è in grado di ridurre l'angolo di contatto θ tra le due fasi si può definire la *coerenza* dell'interfaccia, ovvero il grado di coincidenza fra i reticoli cristallini tale per cui tanto più le fasi sono simili fra loro tanto maggiore sarà la diminuzione di energia di attivazione.

Generalmente non si verifica mai una coincidenza completa fra reticoli e i confini di grano, si parla in questo caso di *semicoerenza* che comunque comporta una energia di distorsione reticolare. Infine può avvenire un caso di *incoerenza* in cui l'energia di distorsione reticolare è bassa ma l'energia superficiale è elevata che comporta un innalzamento di energia libera dell'intero sistema.

2.3 Modalità di accrescimento

Durante il processo di accrescimento di nuclei stabili vi sono due forme d'interfaccia solido-liquido:

- Interfaccia piatta in cui la separazione tra fasi è netta e gli atomi vengono inglobati strato su strato, la abbinata alla crescita laterale è caratteristico di materiali non metallici come la grafite nelle ghise;
 - Interfaccia diffusa in cui non c'è una ben definita separazione tra le fasi, in cui gli atomi sono inglobati in maniera randomica ed è caratteristica dei materiali metallici e dei materiali organici.
- Il parametro che può fornire un'informazione su quale delle due sia più probabile è il rapporto:

$$\frac{\Delta S_f}{R} < 2 \quad (2.26)$$

Dove ΔS_f è detta entropia di diffusione mentre R è la costante dei gas, inoltre se vale questo rapporto l'interfaccia può essere considerata diffusa, viceversa può essere considerata piatta.

Prendendo in considerazione la velocità con cui gli atomi passano da fase liquida a solida ed equiparandola alla velocità di diffusione nel liquido si può ottenere il seguente modello di crescita:

$$v = \mu_0 * \Delta T_k \quad (2.27)$$

Dove ΔT_k è detto sotto raffreddamento cinetico e μ_0 è una costante definita in questo caso come:

$$\mu_0 = \frac{\beta \Delta H_f D_L}{a k_b T_f^2} \quad (2.28)$$

Con ΔH_f entalpia di fusione, D_L coefficiente di diffusione del liquido, k_b costante di Boltzmann, a avanzamento della superficie dato dall'aggiunta di un atomo e β costante correttiva cinetica. Se invece il sotto raffreddamento è molto elevato, come ad esempio nel caso di metalli puri, la crescita sarà limitata dalla collisione degli atomi con la superficie del nucleo solido formatosi:

$$\mu_0 = \frac{k V_T \Delta H_f}{(k_b T_f)^2} \quad (2.29)$$

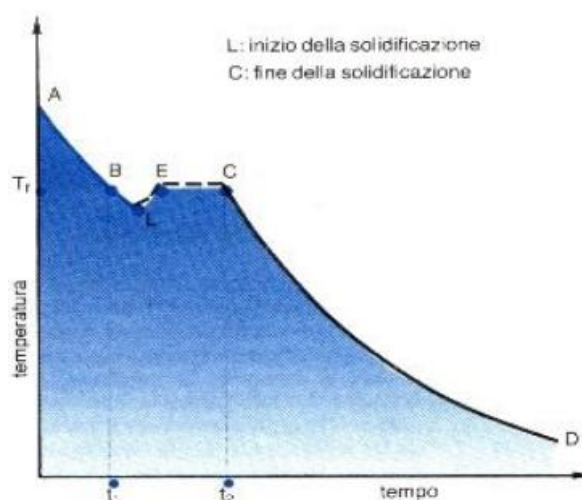


Fig. 2.5: Curva di raffreddamento di un metallo puro con fenomeno di sottoraffreddamento - tratto [BLE]

3. Morfologie di solidificazione^[7]

Della solidificazione non si è considerata la stabilità dell'interfaccia tra il solido e il liquido, parametro che influenza in maniera significativa lo sviluppo della fase solida, le proprietà meccaniche e l'omogeneità chimica del materiale solidificato.

3.1 Interfaccia planare

La situazione più semplice valida sia per metalli puri sia per leghe, prevede il solido in fase di formazione ad una temperatura più bassa del liquido con la presenza di un gradiente termico lineare all'aumentare del solido in formazione che porta il liquido sopra la temperatura di fusione. Ogni instabilità che si presenta all'interfaccia oltre il fronte di solidificazione troverebbe una temperatura tale da riportarlo subito a fusione, permettendo al fronte di avanzare uniformemente. Inoltre in corrispondenza di un piano di massima densità atomica del reticolo cristallino si ha una crescita perfettamente planare, casistica non molto frequente perché è più probabile che i piani di massima densità identifichino un certo angolo con la direzione perpendicolare al gradiente termico. Essendo questa superficie inclinata rispetto al gradiente termico, saranno presenti su questa superficie zone sottoposte a temperature superiori all'interno dello stesso piano, che favoriranno non più una crescita costante bensì porteranno alla nascita di una curvatura dei piani stessi.

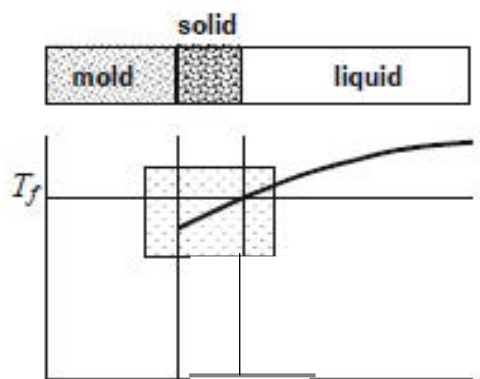


Fig. 2.6: Profilo di temperatura nel caso di interfaccia planare

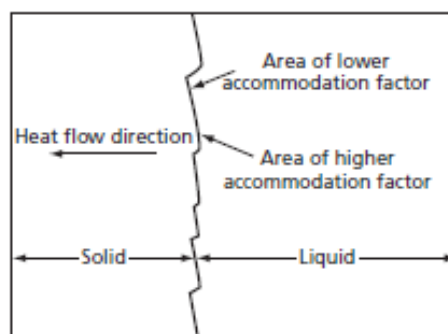


Fig. 2.7: Profilo di interfaccia planare nel caso di reale

3.2 Instabilità per sottoraffreddamento termico

I metalli puri sono in grado di raggiungere valori considerevoli di sottoraffreddamento ed in questa situazione, nella zona vicina al fronte di solidificazione, avviene il rilascio di calore latente, che se non viene prontamente dissipato provvede a riscaldare il liquido presente che può comportare un'inversione termica al fronte di solidificazione, ovvero il liquido trova un gradiente termico negativo sia verso il solido in fase di raffreddamento sia verso il liquido rimanente sottoraffreddato.

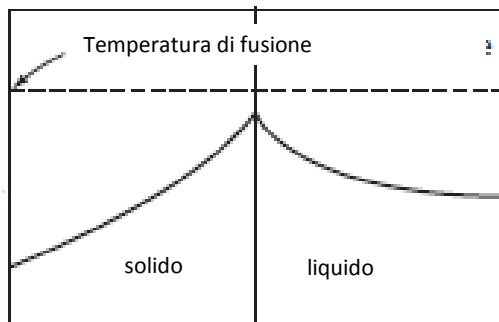


Fig. 2.8: Profilo di temperatura nel caso di liquido sottoraffreddato

In caso di perturbamento della geometria del fronte di solidificazione, la porzione di superficie viene in contatto con un ambiente più freddo, che sarà una via preferenziale per la crescita continua. Si viene a formare così una protrusione che si estende nel liquido verso una precisa direzione, detta *dendritica*, in cui rilascio di calore previene la formazione di grani simili nelle immediate vicinanze.

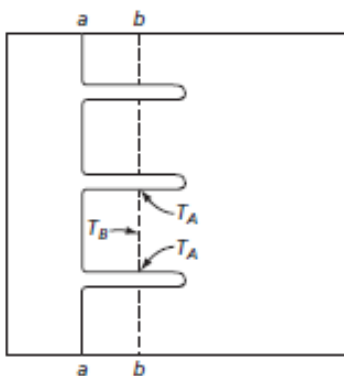


Fig. 2.8: Schema formazione delle dendriti primarie

Lo sviluppo di queste *dendriti* fa sì che tra i due grani vi rimanga una zona liquida che si trova ad una temperatura, T_E , più bassa di quella del liquido all'interfaccia, T_A , permettendo così di favorire la crescita di altre diramazioni in direzione perpendicolare ai primi, che a sua volta si possono diramare, sviluppando ulteriori bracci terziari.

3.3 Instabilità per sottoraffreddamento costituzionale

Nel caso in cui si prenda in considerazione la solidificazione di una lega metallica si ha il rilascio al fronte di solidificazione di soluto a seconda del diagramma di fase che la caratterizza, da cui si può evincere che si ha una maggior concentrazione di soluto nei pressi del fronte di solidificazione.

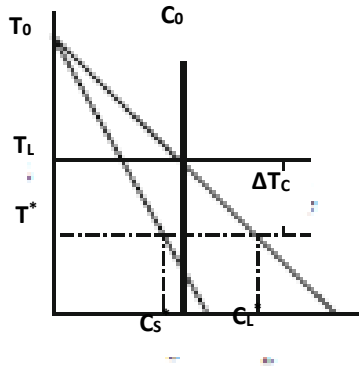


Fig. 2.9: Schema diagramma di fase

$$C_L^* = m_L(T_0 - T^*) \quad (2.30)$$

$$C_S^* = m_S(T_0 - T^*) \quad (2.31)$$

$$T_L = T_0 - m_L C_0 \quad (2.32)$$

$$k = \frac{m_S}{m_L} \quad (2.33)$$

$$f_S = \frac{C_L^* - C_0}{C_0 - C_S^*} = \frac{1}{1-k} \frac{T_f - T^*}{T_f - T_L} \quad (2.34)$$

Fig. 2.10: Relazioni all'interno dell'intervallo di solidificazione

Distanziandosi dal fronte di solidificazione il liquido ritorna alla concentrazione originaria, secondo un profilo dato dalla risoluzione della legge di Fick che porta alla relazione:

$$C = C_0 * \left[1 + \frac{1-k}{k} * \exp\left(-\frac{V*x}{D}\right) \right] \quad (2.35)$$

Dove x : direzione di crescita, D : coefficiente di diffusione del soluto, V : velocità di solidificazione. Da questo si può ricavare il profilo della temperatura di liquidus al variare della distanza dal fronte:

$$T_L = T_0 - m_L C = T_0 - m_L C_0 \left[1 + \frac{1-k}{k} * \exp\left(-\frac{V*x}{D}\right) \right] \quad (2.36)$$

Si parla di sottoraffreddamento costituzionale se la condizione è tale per cui una parte di liquido presente all'interfaccia si trova, a tale concentrazione di soluto, sotto la temperatura di liquidus. Se lo spazio attorno a questa zona è molto ridotta la crescita dendritica non sarà completa, perché i rami primari incontrano immediatamente del liquido sottoraffreddato che blocca la loro crescita, si ha per questo una crescita che vede la formazione di piccole diramazioni che avanzano in maniera uniforme e parallela, che prende il nome di crescita *colonnare*; al contrario se la zona sottoraffreddata è più estesa si ha una crescita di tipo *dendritico*, con lo sviluppo di rami secondari. In ultima istanza se si ha la combinazione di una zona sottoraffreddata estesa con una sezione in solidificazione ampia, può avvenire la nucleazione dei grani nella fase liquida che possono accrescere in tutte le direzioni e danno origine ad una crescita prende il nome di *equiassica*.

3.4 Morfologia di solidificazione in colata continua

Durante la solidificazione in colata continua la morfologia dell'acciaio varia sensibilmente in base alle condizioni di raffreddamento lungo la macchina e in base al tipo di acciaio che viene colato. Le condizioni di raffreddamento sono legate alla sezione, dove maggiore è lo spessore e più lenta è la conduzione di calore condizionando così la nascita di un sottoraffreddamento costituzionale. Come descritte in precedenza, all'interno del blumo si riconoscono tre zone lungo la sezione:

- Pelle: Si tratta della zona più esterna composta da una granulometria fine che è il risultato del rapido raffreddamento dell'acciaio liquido a contatto con la lingottiera e dalla convezione del getto;
- Zona colonnare: cresce grazie al raffreddamento secondario ad alta velocità dello spray d'acqua e che segue come via preferenziale la direzione di raffreddamento lungo il raggio del blumo;
- Zona equiassica: zona in cui il raffreddamento è sensibilmente rallentato e in cui la direzione radiale di scambio termico non è più quella principale permettendo una nucleazione omogenea nella zona liquida centrale ed un accrescimento in tutte le direzioni, non avendo una via preferenziale.

Il meccanismo che spiega il cambiamento da una zona colonnare ad una equiassica è dovuto al rallentamento dello scambio termico nella zona più interna dove la formazione di grani equiassici è tale da bloccare la crescita direzionale dei grani colonnari, ovvero quando le dendriti in contatto fra loro formano una struttura rigida non più in grado di muoversi in maniera coerente col liquido. La percentuale relativa di zona colonnare rispetto alla zona equiassica dipende in maniera sensibile dalla composizione chimica, soprattutto dal carbonio presente, infatti un acciaio a basso tenore di C presenta un intervallo molto stretto mentre un acciaio con alto tenore di C ne presenta uno più largo e presentano rispettivamente una zona prevalentemente colonnare ed una in prevalenza equiassica.

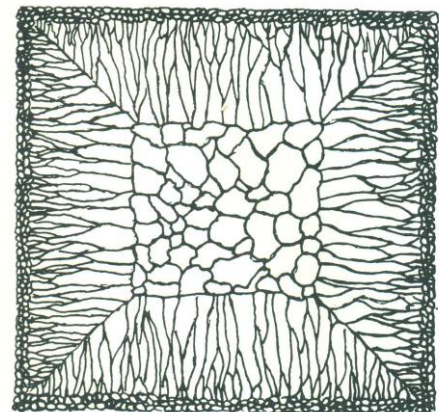
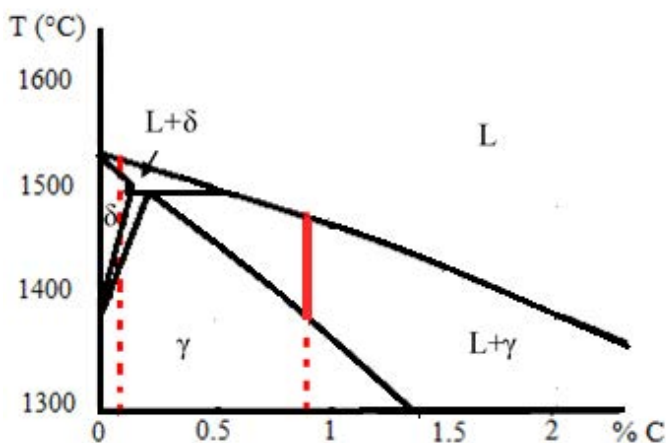


Fig. 2.11: Porzione di diagramma Fe-C con evidenziato l'intervallo di temperatura Fig. 2.12: Regioni nella sezione in un blumo

In via del tutto generale è preferibile una elevata frazione di zona equiassica, perché la crescita equiassica procede in maniera omogenea in una zona ampia, permettendo di limitare l'accumulo di liquido e l'insorgenza di tensioni termiche concentrate nella zona centrale della sezione del blumo.

4. Microsegregazione [20]

Nei paragrafi precedenti non si è tenuto in considerazione degli effetti dovuti agli elementi in lega. Considerando gli acciai più comuni in commercio l'influenza maggiore durante la solidificazione è data dal C che tendenzialmente si ripartisce tra solido e liquido vicino al fronte di solidificazione. Vi è una differenza nella zona bifasica dove il liquido ha una concentrazione di soluto superiore rispetto al solido, differenza che può essere annullata dalla presenza con una solidificazione che procede attraverso processi diffusivi, ovvero una solidificazione che procede per stati di equilibrio. Durante la produzione però la solidificazione non procede per stati di equilibrio e in questo caso parte del soluto rimane all'interno del solido, dando origine alla segregazione, che nel caso in cui la sua estensione sia paragonabile alle dimensioni interdendritiche essa viene detta microsegregazione. La microsegregazione è caratteristica di acciai ad alto tenore di C, dato che presentano le differenze di concentrazione più elevate tra C nel liquido e nel solido, ma la microsegregazione non è particolarmente problematica sulla qualità del prodotto finito dato che risulta essere facilmente eliminabile attraverso trattamenti termici successivi al processo di formatura del prodotto.

La legge che regola il processo diffusivo è l'equazione di conservazione delle specie chimiche, che nel caso del C avrà la seguente forma assumendo diffusività costante e mancanza di sorgenti:

$$D\nabla^2 C = \frac{\partial C}{\partial t} + \nabla \cdot (VC) \quad (2.37)$$

Dove D : Diffusività; C : Concentrazione locale del C e V : velocità di avanzamento dell'interfaccia. Qui di seguito verranno esposti i modelli validi per risolvere questa equazione considerando una solidificazione direzionale con interfaccia planare e in cui la sezione della geometria considerata solidifica in maniera omogenea, semplificazione che la rende utile in simulazioni ad elementi finiti.

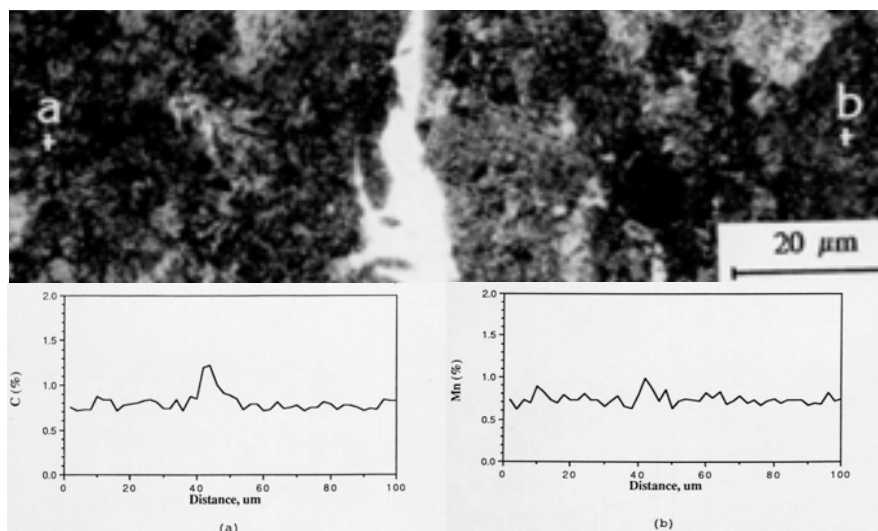


Fig. 2.13: Microsegregazione di C e Mn nella sezione centrale

4.1 Regola della leva

Si tratta del caso più semplice da analizzare in quanto si assume l'assenza di convezione del liquido ed una condizione di perfetta miscelazione nel liquido e nel solido, con diffusività infinita in entrambi le fasi, ma impossibile da affiancare a dei veri casi reali data l'elevata semplificazione. Tuttavia localmente da buoni risultati per modesti raffreddamenti compresi tra 0.1 °C/s e 0.8 °C/s.

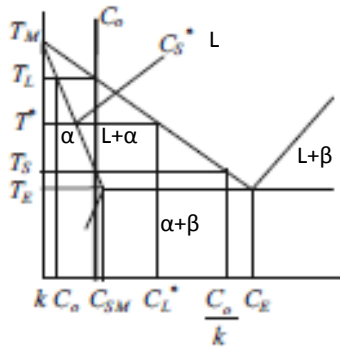


Fig. 2.14: Diagramma di fase generico

Un esempio esplicativo lo si può ricavare dal diagramma di fase in Fig. 2.14: all'interno della zona bifasica $L + \alpha$ si può definire un coefficiente di ripartizione k :

$$k = \frac{C_S^*}{C_L^*} < 1 \quad (2.38)$$

k indica la differenza di concentrazione di soluto tra solido e liquido durante la solidificazione ed un suo valore molto basso indica che la tendenza a segregare è alta, come fosforo, carbonio, zolfo nella matrice ferrosa.

4.2 Modello di Scheil – Gulliver

A differenza del modello precedente si assume che la diffusività del solido in formazione sia nullo, questa assunzione avvicina il modello a condizioni più realistiche dato che coinvolge specie chimiche a bassa diffusività allo stato solido e il raffreddamento è così rapido a tal punto da limitare la ripartizione di specie chimiche, caso che non prevede il carbonio avendo una pregevole mobilità. Agli albori della solidificazione il sistema segue il diagramma di fase, ma durante l'avanzamento interfacciale vi è un graduale arricchimento in soluto della fase liquida che non diffonde nel solido.

Se si considerano variazioni infinitesime di frazione solida e concentrazione si ha la seguente legge:

$$(C_{Liq} - C_{Sol}^*)df_S = (1 - f_{Sol})dC_{Liq} \quad (2.39)$$

$$\int_0^{f_{Sol}} (C_{Liq} - C_{Sol}^*)df_S = \int_{kC_0}^{kC_{Sol}} (1 - f_{Sol})dC_{Liq} \quad (2.40)$$

Da cui si ottiene:
$$C_{Sol} = kC_0(1 - f_{Sol})^{k-1} \quad (2.41)$$

Dove:
$$f_{Sol} = 1 - \left(\frac{T_M - T}{T_M - T_L}\right)^{\frac{1}{k-1}} \quad (2.42)$$

f_{Sol} raggiunge un valore pari a 1 quando si raggiungono le condizioni reali di lega eutettoidica.

4.3 Modello con diffusività limitata del liquido

La diffusività del liquido è di molto superiore a quella del solido ma non considerabile infinita.

Mantenendo l'ipotesi di diffusività nulla nel solido si ha un profilo di concentrazione diviso in tre:

- Una prima zona di transizione dove la concentrazione del solido passa da kC_0 a C_0 ;
- Una zona centrale stazionaria in cui si mantiene un valore di concentrazione pari a C_0 ;
- Una zona di transizione dove la concentrazione del solido cresce velocemente, essendo l'ultimo liquido che solidifica e che ha una concentrazione di soluto molto alta che non diffonde nel solido.

Il profilo di solidificazione nella prima zona è ricavabile dall'equazione (2.42) valido per k bassi:

$$C_S^* = C_0 \left[1 - (1 - k)e^{-\frac{kV}{D_L}x} \right] \quad (2.43)$$

Dove x : distanza progressiva e D_L/V : rapporto che indica la distanza caratteristica di diffusione

Il profilo della zona centrale si ricava risolvendo la stessa equazione ma in condizioni stazionarie:

$$C_L = C_0 \left(1 + \frac{1 - k}{k} e^{-\frac{V}{D_L}x'} \right) \quad (2.44)$$

Dove x in questo caso è la distanza dall'interfaccia solido liquido e tale modello è utile per prevedere gli effetti di una variazione nella velocità di solidificazione, inoltre se la velocità cambia il sistema attraversa una ulteriore zona di transizione per adattare le condizioni alla nuova velocità.

Un aumento di velocità abbassa la distanza di diffusione caratteristica e porta ad un abbassamento del soluto diffuso nel liquido, consegue un aumento del soluto nel solido e ad una segregazione.

Al contrario un abbassamento della velocità comporta ad una segregazione negativa, osservata in alcune leghe che presentano una concentrazione di soluto più alta nella parte esterna del lingotto.

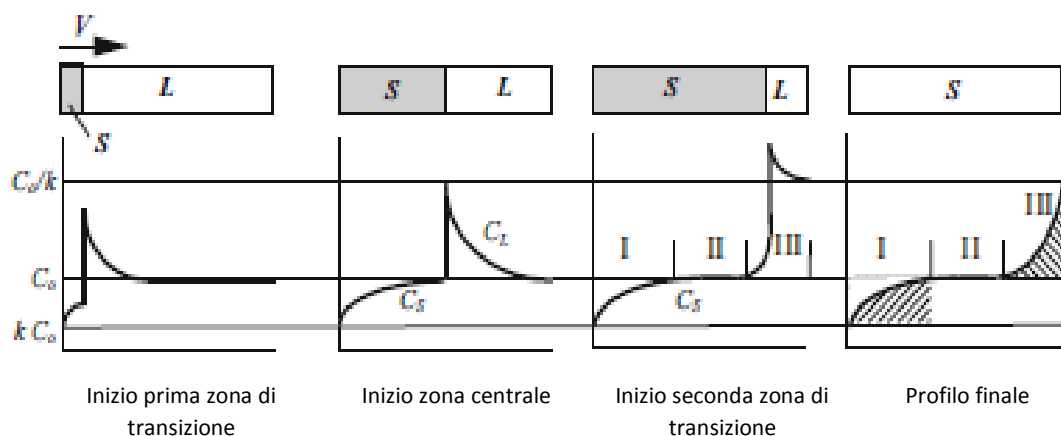


Fig. 2.14: Schema di solidificazione applicando il modello del liquido a diffusività limitata

5. Macrosegregazione [20][32][23]

Una macrosegregazione si tratta a livello di composizione di una disomogeneità macroscopica. Questo fenomeno è molto più problematico della microsegregazione perché, a differenza di questi ultimi, risulta difficilmente eliminabile anche dopo molteplici trattamenti post solidificazione. Nel caso di acciai al carbonio la macrosegregazione originata da questo elemento è la più rilevante perché può precipitare generando fasi dure e fragili negli acciai ad alto carbonio, come ad esempio la precipitazione di cementite proeutettoïdica o nel peggiore dei casi di martensite negli eutettoïdici. Il carbonio aumenta la temprabilità dell'acciaio, facilitando la formazione di martensite al raffreddamento dal campo austenitico, generando per l'appunto una fase molto dura e fragile. Dapprima si pensava che la macrosegregazione fosse un fenomeno simile alla microsegregazione, ma i suoi meccanismi caratteristici non spiegavano la segregazione ad A, a V e quella negativa. Alcuni studi hanno dimostrato che la convezione è causa principale dei fenomeni macrosegregativi. Tali studi hanno richiesto la considerazione di fenomeni come la conservazione di energia, della massa, della quantità di moto e delle specie assieme a modelli per la nucleazione e accrescimento che si manifestano all'interfaccia solido – liquido, visti in precedenza con le microsegregazioni. Esistono vari tipi di macrosegregazione che si differenziano per forma e distribuzione nella sezione.

5.1 Segregazione centrale in colata continua

La segregazione centrale nasce dal ritiro di solidificazione, dove il liquido fluendo attraverso la regione bifasica va a riempire le cavità che si sono generate per l'appunto al centro durante il ritiro. la segregazione centrale può essere ridotta attraverso i seguenti accorgimenti durante la produzione: Ridurre la velocità di colata durante le fasi finali della stessa colata per avere minor liquido interno; Applicare una pressione a una certa distanza dallo stampo mantenendola per tutta la solidificazione; Attuare un raffreddamento secondario supplementare da un punto ottimale della colata continua.

5.2 Freckles

Sono un tipo di macrosegregazione che appaiono durante la colata in lingotto e processo di riliquefazione con arco sottovuoto, che appaiono come difetti di punta nella sezione trasversale. La condizione per cui avviene la loro formazione è l'inversione della densità del liquido in convezione nei sistemi metallici, che dipende da due fattori: la magnitudine dell'inversione della densità e il processo di trasporto controllato dalle costanti del materiale come l'avanzamento della dendrite, la diffusione, la densità del liquido e nella fase solida e le condizioni di temperatura.

La condizione ottimale per la comparsa di freckles è la seguente:
$$\frac{g\beta K_p}{v_{kin} D} \frac{(T_L - T_S)^4}{G^3} \geq 1700 \quad (2.45)$$

5.3 Segregazione ad A

Questo tipo di segregazione è approssimativamente verticale ed è formata da canali circolari con deviazione della concentrazione relativa rispetto alle zone circostanziali ed è causata dalla naturale convezione nel liquido e regione bifasica durante il processo di solidificazione, la cui convezione porta ad un naturale rimescolamento dei cristalli già formati, ricorda a tratti i difetti di freckles. La segregazione ad A si verifica prevalentemente nella parte alta di lingotti di grosse dimensioni.

5.4 Segregazione a V

Questa segregazione si forma quando il fronte solido – liquido cresce molto più rapidamente dal fondo che dal lato, formando una grande flessione o abbassamento nei pressi della zona centrale. Questo causa deformazioni della struttura cristallina nella linea di mezzera o fratture della struttura lungo le regioni che hanno raggiunto una certa stabilità, le cui fratture hanno un massimo al centro che si riduce radicalmente verso la periferia del lingotto, con una forma a V e con un profilo striato.

5.5 Macrosegregazione durante la solidificazione unidirezionale

Si forma quando una lega solidifica con una solidificazione unidirezionale orizzontale, in cui la distribuzione di densità causa convezione naturale nel liquido e nella regione bi-fasica. La densità del liquido della regione bi-fasica può essere più alta o più bassa che nel liquido esterno. La forza di gravità influenza enormemente la dimensione della macrosegregazione, dato che gli esperimenti nello spazio mostrano che si riduce in maniera importante la convezione con una diminuzione della gravità e in questo modo può essere evitata la formazione della segregazione.

5.6 Macrosegregazione nel lingotto

Si forma quando i cristalli sedimentano in un lingotto e avviene un ricambio di liquido interdendritico interno dei cristalli e liquido del resto del lingotto, comportando così lo scambio di liquido interdendritico rimanente nelle parti più alte del lingotto mentre i cristalli con un liquido parzialmente puro si depositano sul fondo, dando come risultato una segregazione positiva nelle parti più alte del lingotto ed una negativa in quelle più basse.

5.7 Macrosegregazione per Bulging

Il bulging si tratta di una deformazione dello strato solidificato che avviene a causa della pressione metallostatica esercitata su di esso dalla colonna di liquido interna, la cui deformazione ciclica della zona di coesistenza liquido – dendriti provoca un flusso di liquido interdendritico dal fronte di solidificazione a quella centrale, facendo sì che il sistema liquido – dendriti funga da spugna. Durante la prima fase espansiva le dendriti si spostano verso l'esterno in maniera coerente alla pelle mentre nella seconda fase di compressione la porzione a contatto con la pelle si muove all'interno in maniera coerente ad essa in questa direzione, si ha così l'espulsione del liquido dalle parti esterne. Si è dimostrato attraverso delle simulazioni che l'effetto bulging di coppie di rulli successive si somma a quello dei rulli precedenti, favorendo ad un aumento di entità della macrosegregazione.

5.7 Macrosegregazione per Bridging

Con Bridging si intende il formarsi di un ponte solido tra i due lati della sezione colata, formato da dendriti in posizione anomala se paragonato alle condizioni di solidificazione delle zone adiacenti. Le cause sono da ricercare in fluttuazioni delle condizioni di raffreddamento sulla superficie, per effetti di vortice nel liquido o per altre anomalie durante il processo che possono causare una crescita preferenziale di dendriti colonnari in una zona specifica del prodotto durante il colaggio. Se questi grani non vengono bloccati nella loro crescita possono congiungersi con la loro controparte dalla direzione opposta e formare in questo modo un ponte rigido che non permette il passaggio di liquido tra le zone superiori e inferiori, con la formazione di una sorta di mini lingotto. La formazione di questo lingotto ridotto è dovuta al fatto che la zona inferiore si ritrova isolata mentre il ritiro di solidificazione nelle fasi successive non viene compensata dall'afflusso di liquido. Attraverso alcune simulazioni (Miyazaki nel 2013 e Murao nel 2014) si è riuscito a dimostrare che questa macrosegregazione è responsabile delle due tipologie di macrosegregazione ad U e a V, ad esempio in quella ad u si ha spesso una zona di segregazione negativa seguita da una positiva. L'effetto che ha questo ponte dendritico è quello di fungere da piattaforma per il deposito di altre dendriti che provengono dalla zona superiore, caratterizzate da una bassa concentrazione di soluto. D'altro canto, la caduta di pressione nella zona sotto al ponte, causata dal ritiro, richiama il liquido segregato dalle zone superiori che trova una scorciatoia nelle zone a minore grado di solidificazione posti ai lati ponte dendritico, formando così canali di segregazione che sfociano nella zona inferiore. In conclusione il fenomeno del Bridging è favorito da una solidificazione ad ampia zona colonnare o da disomogeneità durante il raffreddamento, in maniera tale che al diminuire dell'entità del fenomeno si prevede un cambiamento a livello morfologico da una segregazione a U ad una a V.

6. Condizioni in colata continua e convezione ^{[6][9]}

Durante la solidificazione di acciai comuni l'elemento che più è soggetto a dare segregazione è il C, questo deriva dal fatto che in questi acciai esso è presente in tenori superiori ad altri elementi. Il fenomeno della segregazione si forma per ragioni legate alla concentrazione molare e possiede un coefficiente di ripartizione abbastanza ridotto e per questo erroneamente l'acciaio viene considerato semplicemente come un sistema Fe – C che assume l'ipotesi poco veritiera della diffusività nulla, essendo invece il C interstiziale nel Fe, esso è caratterizzato da una buona diffusività nel solido. Per quanto riguarda la fase liquida le condizioni dipendono in maniera rilevante dalla morfologia della solidificazione: per un fronte planare il liquido all'interfaccia ha un percorso diretto atto ad uniformare la composizione con il bulk e quindi una ipotesi di completa diffusione è giustificata; Per una solidificazione dendritica il liquido si trova spesso in spazi molto ristretti e tortuosi. Inoltre le condizioni in colata dipendono in maniera importante dalle condizioni di raffreddamento e di convezione che sono diverse in ogni zona data la presenza di diverse modalità di mescolamento. Partendo dalla lingottiera, la velocità di raffreddamento è elevata e questo limita la diffusione del C, d'altro canto però il liquido è messo in forte miscelazione dalla pressione del liquido dalla panierina, la cui forte convezione tra gli altri effetti dà anche origine alla pelle che cresce in modo equiassico. Successivamente passando per la zona del raffreddamento secondario, lo spostamento dell'interfaccia rallenta a causa della resistenza crescente posta dallo sviluppo del solido, quindi aumenta il tempo a disposizione per i processi diffusivi nel solido in crescita e il liquido è comunque in moto grazie a fenomeni di convezione termica, condizioni per il modello di Flemings. Nelle parti terminali della zona secondaria caratterizzata da portate basse di acqua soprattutto nel colaggio di acciai ad alto carbonio e nella zona di scambio dovuto all'irraggiamento il raffreddamento è molto lento e in questo caso la regola della leva risulta essere un buon modello. Per quanto riguarda le fonti esterne di convezione per il liquido che sono principalmente formati dagli agitatori magnetici hanno come effetto principale quello di favorire la miscelazione completa della fase liquida presente e di variare localmente la velocità di solidificazione all'interfaccia. La convezione nel liquido ha un effetto determinante sulla geometria e sulla morfologia di solidificazione, soprattutto dal punto di vista macrosegregativo, problematico negli acciai ad alto C. Qui di seguito verranno proposti i diversi tipi e modelli di convezione applicate durante la colata ponendo in considerazione però che per tutti i meccanismi c'è da intendersi che la velocità di cui si terrà considerazione è da intendersi come velocità del liquido nel caso in cui il solido presente non sia in grado di muoversi nelle morfologie colonnare o equiassica, una volta raggiunta la coerenza. Nel caso della solidificazione equiassica, la velocità verrà applicata alle dendriti disperse a causa dell'effetto della convezione e trasportate nel liquido per il cosiddetto fenomeno del mass feeding.

6.1 Convezione per ritiro di solidificazione

Durante il passaggio da liquido a solido da parte dell'acciaio si ha un aumento di densità associato alla formazione del reticolo cristallino ordinato a lungo raggio che caratterizza la fase solida. Per la legge di conservazione della massa, una variazione di densità ne comporta una di velocità:

$$\frac{\partial \bar{\rho}}{\partial t} = -\nabla * (\rho V) \quad (2.46)$$

$\bar{\rho}$: densità media dell'elemento considerato, V : velocità, ρ : densità specifica del materiale in moto. Da questo si può definire il coefficiente di ritiro dimensionale, β , il cui valore è di 0.04 per l'acciaio:

$$\beta = \frac{\rho_S - \rho_L}{\rho_S} \quad (2.47)$$

Il ritiro di solidificazione imprime al liquido velocità importanti dell'ordine del cm/s ed è uno dei responsabili di fenomeni macro segregativi in quanto le zone in fase di solidificazione richiamano liquido che nelle fasi finali del processo risulta essere molto ricco in soluto, che tende a segregare. Il movimento che avviene all'interno di un sistema dendritico fisso è molto problematico e se la resistenza che viene opposta è tale per cui il liquido non è più in grado di sopperire al ritiro dimensionale, si ha la formazione di porosità, causate da questi fenomeni che tipicamente sono nella zona centrale dei semilavorati in acciaio ad alto tenore di C e caratterizzati da una zona dendritica – equiassica ampia in cui i canali per il flusso del liquido sono molto tortuosi e di ridotte dimensioni.

6.2 Convezione naturale

La convezione naturale avviene a causa del moto che scaturisce dalle differenze di densità nel liquido, dovute ad esempio da differenze di natura composizionale e di temperatura nel sistema. A livello macroscopico se il liquido a contatto con l'interfaccia di scambio termico è più caldo rispetto a quello del bulk si produce un moto verticale verso l'interfaccia; stessa situazione che si viene a creare qualora il liquido all'interfaccia fosse più pesante rispetto al liquido del bulk. Per lo studio si analizzano i parametri, β_T e β_C coefficienti di espansione termica e composizionale:

$$\beta_T = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial T}_{C=cost} \quad (2.48)$$

$$\beta_C = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial \rho}{\partial C}_{T=cost} \quad (2.49)$$

Il moto indotto dalla convezione naturale richiede la risoluzione dell'equazione di conservazione della quantità di moto, ma è tuttavia possibile una soluzione approssimata da un'analisi del numero adimensionale di Rayleigh, più è alto e più marcato è l'effetto della convezione naturale sul fuso:

$$Ra = Gr_T \cdot Pr + Gr_C \cdot Sc \quad (2.50)$$

Gr_T e Gr_C numero di Grashof termico e composizionale, Pr numero di Prandtl e Sc numero di Schmidt.

6.3 Convezione forzata ^{[5][4]}

La convezione forzata nella solidificazione ricopre il ruolo più importante nella colata continua. Questo tipo di convezione si trova in primis all'interno della lingottiera, che imprime all'interno un forte moto turbolento al getto di acciaio fuso proveniente dalla panierina, a sua volta già turbolento. Successivamente questo tipo di convezione viene generata dall'azione degli stirrer magnetici, che attraverso la generazione di un campo magnetico mobile imprimono velocità importanti al fuso. Le equazioni del moto convettivo forzato dipendono dalla tipologia di meccanismo considerato. Dal punto di vista qualitativo un primo effetto della convezione forzata è l'incremento dello scambio termico nell'acciaio che permette di ridurre l'effetto del "superheat" dell'acciaio, ovvero la differenza tra la temperatura del liquido e la temperatura di liquidus dell'acciaio considerato, da questo punto di vista maggiore è la differenza e minore è la probabilità di ottenere le condizioni di liquido sottoraffreddato, permettendo la formazione di dendriti e poi grani equiassici. La convezione forzata in lingottiera è inoltre responsabile della formazione della pelle, formato da una grana equiassica e si viene a formare solo nel caso sia presente una convezione forzata, il cui modello più avvalorato per questo fenomeno è il meccanismo delle moltiplicazioni dei grani, in cui vi è una crescita iniziale colonnare ed è fermata dalla convezione che provoca un distacco di porzioni di dendriti che fungono a loro volta da nuclei per una solidificazione non direzionale.

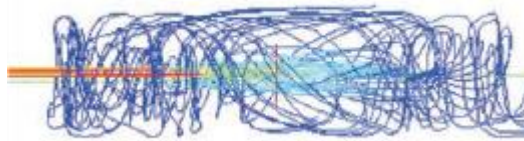


Fig. 2.15: Simulazione fluidodinamica del moto dell'acciaio in lingottiera

I meccanismi di rottura dei bracci dendritici non sono stati del tutto chiariti, anche se i modelli più accreditati sono il modello di rifusione, di Hellawell del 1997, e la rottura meccanica di Dahle del 1999, anche se il meccanismo più accreditato sembra essere composto da dendriti interconnesse che però non sono ben consolidate con le prime fasi della solidificazione come nella seguente *Fig. 2.16*.

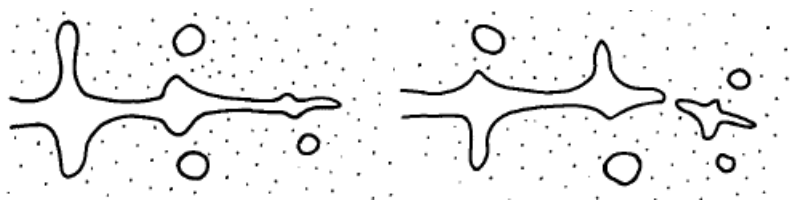


Fig. 2.16: Illustrazione del distacco di bracci secondari dendritici per effetto termico

Il meccanismo di moltiplicazione dei grani è importante nel raffreddamento secondario perché permette di limitare la crescita colonnare a favore di quella equiassica meccanicamente più isotropa.

6.4 Intermittently reverse stirring ^{[33][34]}

Questo metodo di mescolamento è quello che viene messo in atto ed analizzato in questo studio, consiste nella variazione ad intervalli di tempo regolari della direzione di mescolamento mediante il cambiamento del verso del flusso di corrente nello stirrer elettromagnetico di linea il cui effetto è quello di cambiare la direzione della forza di Lorentz indotta nel fuso mediante il campo magnetico. Non vi è un vero proprio studio in merito a questo metodo, se non un modello ottenuto attraverso una simulazione all'interno di un contenitore in plexiglass contenente una soluzione di mercurio e polvere di ferro di cui è stato analizzato il movimento indotto da un magnete rotante, di questo studio non verranno descritti i modelli ottenuti e le procedure effettuate ma solo i risultati. Di base si pensa che una variazione intermittente ad intervalli regolari della direzione di rotazione incrementi l'estensione della zona equiassica, struttura particolarmente desiderata per la sua isotropia microstrutturale, perché il cambiamento del verso di direzione dovrebbe rompere i bracci delle dendriti in fase di formazione, i cui piccoli frammenti distribuendosi a causa della turbolenza nell'acciaio fuso fungono da agenti nucleanti favorendo in tal modo la nascita di grani equiassici. Altri effetti che dovrebbero scaturire da questo metodo di mescolamento sono un'affinazione del grano e una riduzione del fenomeno macrosegregativo, conosciuto anche come banda bianca. La corrente applicata allo stirrer si misura mediante la velocità del flusso di acciaio fuso e permette anche di approfondire la fluidodinamica del fuso permettendo di ottimizzare il tempo di mutamento. Il flusso che si genera è molto complesso a causa del cambiamento repentino del campo magnetico. I risultati di questo studio mostrano che a causa del cambiamento intermittente del verso di mescolamento c'è una variazione della velocità e dei flussi di rotazione interni ed il tempo ideale di mutamento è equivalente al tempo richiesto dal flusso di metallo di passare dalla massima velocità a zero, mentre c'è un valore di velocità critica della pressione dinamica che indica l'effetto di dilavamento del flusso del metallo fuso, valore proposto come criterio per ottimizzare lo stirrer.

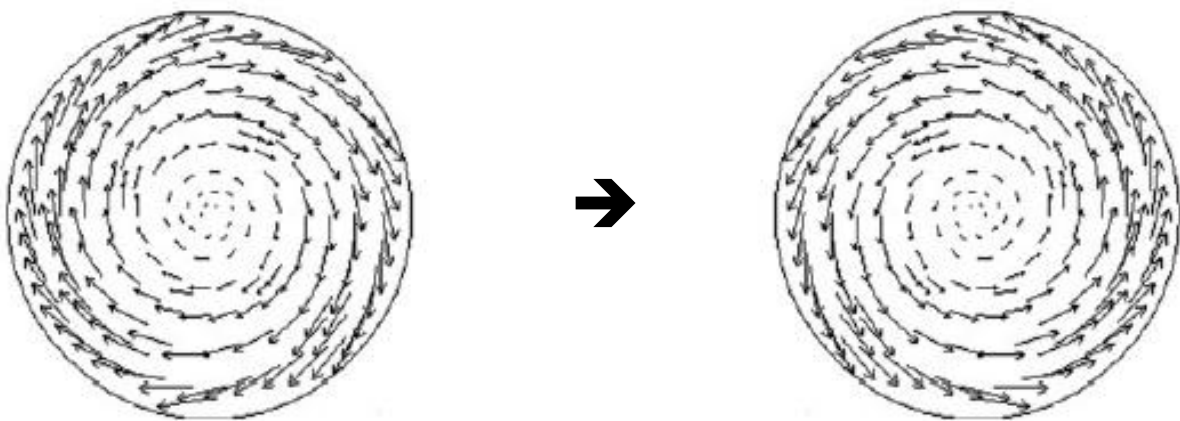


Fig. 2.17: Illustrazione del cambiamento di direzione di rotazione dell'acciaio fuso ogni intervallo di tempo

Capitolo 3

Design of Experiment [29][31][36]

1. Strategia sperimentale

Dal punto di vista ingegneristico la sperimentazione ricopre un importante ruolo sotto il punto di vista progettuale ai fini di sviluppare, migliorare ed ottimizzare i processi produttivi, mediante un processo robusto che sia il meno possibile influenzato da fattori ambientali o variabili esterne. Questo studio può essere rappresentato attraverso una combinazione di fattori di input, controllabili o meno, che si traduce in un output caratterizzato da una o più risposte osservabili e misurabili. I *fattori* sono delle variabili che vengono cambiate in maniera controllata per studiare il loro effetto sul processo o sul prodotto che hanno, o possono avere, un'influenza sulle caratteristiche studiate, la loro variazione viene divisa in *Livelli* dove ogni livello è un valore che può assumibile dal fattore. Le *risposte* sono le caratteristiche del prodotto o del processo che si vogliono ottimizzare e di fatto descrivono la performance sulle scelte dei fattori e dei valori assegnati ai fattori, che sono collegati attraverso un modello, dove l'effetto dei fattori è ponderato da una funzione che porta alla risposta. Nell'esperimento sono anche presenti una serie di fattori non controllabili che inducono una variabilità che si somma a quella determinata dai fattori controllabili riconducibili ad esempio a strumenti di misurazione, materiale sperimentale non omogeneo, campionamento od usura. Lo sperimentatore si pone come obiettivo quello di: rilevare le variabili aventi una maggiore influenza sulla risposta; rilevare quali valori assegnare alle variabili influenti in modo tale che la risposta risulti prossima al valore nominale; rilevare i valori da assegnare affinché la variabilità di risposta sia bassa; rilevare i valori assegnati che minimizzino l'effetto di variabili non controllabili. L'approccio dello sperimentatore prevede di determinare l'influenza dei fattori sulla risposta del sistema, questo può avvenire secondo diverse modalità di cui il più completo è quello fattoriale, in cui secondo una strategia sperimentale i fattori variano congiuntamente invece che uno alla volta.

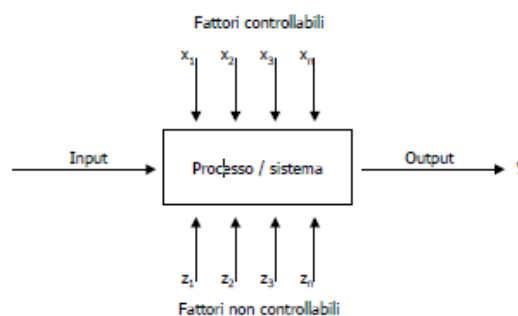


Fig 3.1: Schema di funzionamento del Design of Experiment

2. Principi base del DoE

I principi basilari che caratterizzano il DoE sono: Randomizzazione, Replicazione, Controllo locale.

- *Randomizzazione*: Eseguire le prove di un esperimento in maniera tale da distribuire aleatoriamente i fattori di disturbo, ovvero sia l'ordine di esecuzione sia assegnazione del materiale sperimentale deve avvenire in modo completamente casuale, perchè questo consente di mediare gli effetti di fattori non controllabili sempre presenti che andranno ad incidere in maniera uniforme;
- *Replicazione*: Consiste nel ripetere le misure, idealmente in condizioni diverse, per far sì che ogni trattamento di dati deve venga eseguito in più di una prova indipendente, consentendo di migliorare la precisione della stima dell'effetto dei fattori, riducendo nel contempo la stima dell'errore e del rumore di fondo (variazione incontrollabile e naturale del segnale dei dati legati al processo);
- *Controllo locale*: Insieme delle operazioni intraprese dallo sperimentatore per ridurre l'errore sperimentale che si traduce nell'utilizzo di unità sperimentali omogenee detti blocchi; il *blocco* si tratta di un disturbo noto e controllabile che quasi certamente produce sulla risposta un effetto. La variabilità che trasmette alla risposta deve essere minimizzata in funzione della controllabilità: se la variabilità del disturbo è nota è controllabile si può usare la tecnica dei blocchi sperimentali; se la variabilità di disturbo non è controllabile si può usare l'analisi di covarianza per rimuoverlo; se la variabilità di disturbo non è né nota né controllabile sarà la casualità a equilibrarne l'effetto. Oltre a questi tre principi base ci sono altri concetti accessori da tenere lo stesso in considerazione:
 - Stabilire dei buoni obiettivi affinché essi siano in un numero corretto e che abbiano un effetto concreto sulla risposta, altrimenti possono essere raggiunte anche conclusioni già conosciute e utilizzare risorse inutilmente che potrebbero essere utilizzate al meglio in altri ambiti di studio;
 - Misurazione della variabile dipendente o risposta in modo quantitativo utilizzando scale corrette in cui vengono forniti alcuni punti di riferimento in maniera tale che si possa attuare un confronto;
 - Condurre una serie sequenziale di esperimenti, ovvero dovrebbero essere condotte in maniera ripetitiva e standardizzata per far sì che le informazioni carpite possano essere utili successivamente
 - Confermare sempre i risultati critici attuando uno studio che porti alla veridicità del risultato;
 - Usare l'approccio corretto, in quanto ne esistono diverse modalità, come ad esempio l'approccio a tentativi (molto utilizzato) oppure OFAT (variazione di un fattore alla volta, viene spesso associato al metodo ingegneristico ma è inefficiente perchè non considera l'influenza tra l'interazione tra fattori) ma nel DoE vengono usati piani fattoriali che prevede l'analisi sistematica dell'approccio della superficie di risposta del sistema e sono basati sul concetto fattoriale di Fisher, ideatore del Test F, test d'ipotesi dove se le popolazioni seguono la distribuzione normale hanno ugual varianza.

3. Piani fattoriali

Col termine piano fattoriale si intende una serie di esperimenti completi o sue repliche, ripetizioni dell'esperimento base, in cui sono analizzate le possibili combinazioni di fattori e livelli. In un esperimento fattoriale le possibili combinazioni dei livelli dei fattori sono testate simultaneamente, se vengono testate tutte le combinazioni derivanti dai possibili livelli dei fattori, si dirà piano fattoriale *completo* mentre se ne vengono testate solo una parte sarà un piano *frazionario*. Se completo il numero di prove è la potenza del numero dei livelli (I) per il numero dei fattori (k):

$$n = I^k \quad (4.1)$$

Se i livelli sono due questi sono definiti come "alto" o "basso" o "+1" o "-1" rispettivamente. Ad esempio se si fissano due livelli come in questo caso di studio il numero di prove sarà 2^k che può assumere anche una rappresentazione grafica attraverso una forma geometrica, 2^3 darà un cubo. Dal punto di vista dei fattori coinvolti il numero di punti cresce esponenzialmente e può non essere sostenibile il numero di prove necessario, ragion per cui si utilizza il piano fattoriale frazionario, ovvero una variazione del piano fattoriale di base in cui si esegue un sottoinsieme delle prove utili:

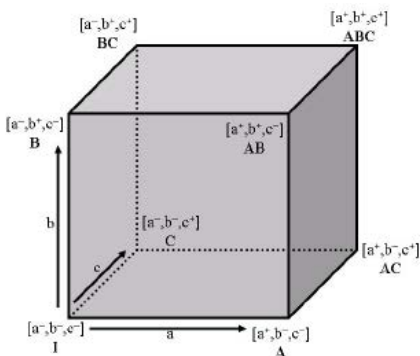


Fig 4.2: Piano fattoriale completo a 2^3

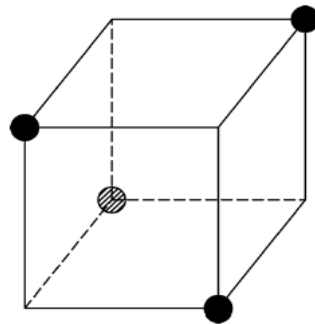


Fig 4.3: Piano fattoriale frazionato

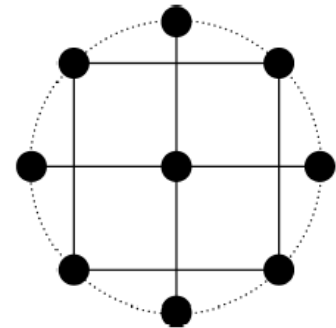


Fig 4.4: Central Composite Circumscribed

Un metodo che viene utilizzato è l'esperimento secondo un *piano composito centrale* in cui viene aggiunto un punto centrale, ovvero un campionamento i cui parametri sono settati sul valore intermedio, e gli star points in cui tutti i parametri a parte uno sono settati sul valore medio e il cui valore del parametro rimanente è espresso in termini di distanza dai parametri del punto centrale. Esistono varie tipologie di piani centrali, a seconda di dove si collocano gli star points rispetto ai punti del fattoriale, infatti se gli star points stanno alla stessa distanza dal centro dei punti del fattoriale, livello del fattore non centrale di ogni star point avrà differenza dal livello centrale di un fattore \sqrt{k} rispetto ai vertici del fattoriale; in questo caso CCC, detto *Central Composite Circumscribed*, che è rappresentabile come una circonferenza su cui stanno i punti non centrali. Nel caso in cui il fattore di scala delle differenze sia 1, gli star points giaceranno sulla faccia di un quadrato, cubo o ipercubo definito dai punti associati, dando origine al *Central Composite Faced*.

Il piano CCC risulta più preciso, soprattutto al fine di avere una ricostruzione della risposta con un modello quadratico, portando ad un'aggiunta per k parametri di $2k$ star points e del punto centrale:

$$n = 2^k + 2 * k + 1 \quad (4.2)$$

La variazione nella risposta prodotta a sua volta da una variazione nel livello del singolo fattore viene denominato effetto principale, poiché ci si riferisce ai fattori primari d'interesse sperimentale. Spesso però i fattori inseriti nel piano fattoriale sono incrociati fra di loro, infatti in alcuni esperimenti si può notare come la differenza nella risposta tra il livello di un fattore non sia la stessa per i livelli degli altri fattori, se questo avviene tra due o più fattori si dice che vi sia un'interazione. Il principio che sta alla base del concetto di interazione può essere riassunto nella seguente maniera: considerate le risposte in funzione di un fattore (A), per entrambi i livelli dell'altro fattore (B) le linee ottenute sono approssimativamente parallele, questo indica l'assenza di interazione tra A e B; In caso contrario, se è evidente invece che le linee non sono parallele, esiste interazione tra i fattori; Il principio non deve essere considerato canonico perché l'analisi soggettiva può essere fuorviante.

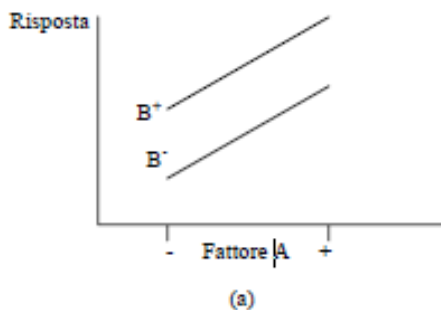


Fig 3.2(a): Esperimento fattoriale senza interazione

Fig 3.2(b): Esperimento fattoriale con interazione

Il concetto di interazione può essere rappresentato in maniera analitica, supponendo che entrambi i fattori del piano possano essere messi in corrispondenza di una scala numerica, ovvero quantitativi, si può rappresentare l'interazione dell'esperimento a due fattori tramite un modello di regressione. Le stime dei parametri del modello di regressione risultano legate alle stime degli effetti dei fattori. Dal modello di regressione si ottiene un diagramma tridimensionale chiamato grafico della superficie di risposta, in cui si ritrova la superficie dei valori di combinazione tra livelli dei fattori. L'effetto dell'interazione sul diagramma tridimensionale provoca una curvatura della superficie. Ma un'interazione significativa spesso maschera la significatività degli effetti principali perché è probabile che un effetto principale dipenda dall'altro effetto e quindi l'interazione risulta più utile. In sintesi i piani fattoriali permettono di rendere l'esperimento più efficiente rispetto a altri approcci e consente di stimare gli effetti di ogni fattore a diversi livelli, consentendo conclusioni più valide. Di seguito si approfondisce la modellizzazione della superficie dal modello di regressione ottenuto.

4. Modellizzazione

Uno sviluppo seguente al DoE e strettamente correlato ad esso è la *modellazione delle superfici di risposta* e si tratta di una serie di tecniche impiegate per interpolare o approssimare le informazioni provenienti dai risultati di vari set al fine di ricostruire l'andamento di risposta, o funzione obiettivo. I dati sperimentali sono usati per derivare un modello empirico che lega variabili di input e output. In sostanza l'obiettivo è ipotizzare una forma analitica a discrezione dell'utente e solitamente polinomiale che passi se non per punti stessi, almeno ad una distanza da ciascuno di essi in maniera tale da approssimare bene i dati di output della simulazione, detto *fitting* dei dati, in questo modo la variabile di risposta in corrispondenza di set di input diversi da quelli adottati nel piano sperimentale di può stimare, con errore contenuto, come funzione delle variabili in ingresso secondo la legge analitica ottenuta, anzichè ripetere la simulazione anche nei nuovi punti. Questi modelli contengono generalmente termini di 1° ordine, *lineare*, e di 2° ordine, *quadratico*. Un modello lineare con un fattore, può essere descritto dalla seguente funzione: $Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \varepsilon$ Y = Risposta; X_1 = Fattore; β_0 = Intercetta; β_1 = Effetto principale del fattore; ε = errore sperimentale Il numero di esperimenti necessari per il calcolo di β_0 e β_1 è almeno pari a 2, dove posti due valori di X_1 (definiti come +1 e -1) saranno eseguiti due esperimenti che daranno due risultati con cui è possibile calcolare per mezzo della regressione lineare i valori di β_0 e β_1 (stimati dall'analisi dei dati e testati per valutare se sono significativamente diversi da 0, proveniente dall'analisi di ANOVA). Un modello del primo ordine a due fattori, X_1 ed X_2 , può essere descritto dalla seguente funzione:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \varepsilon \quad (4.3)$$

Y = Risposta; X_i = Fattore; β_0 = Intercetta; β_i = Effetto del fattore; β_{12} = interazione X_1 - X_2 ; ε = errore Posti due valori di X_1 e di X_2 (-1 e +1), possono essere eseguiti 4 esperimenti i cui risultati (per ogni risposta) possono essere usati per calcolare tramite una regressione lineare i valori di β_0 , β_1 , β_2 , β_{12} . E così via per il modello a tre fattori dove vengono considerate oltre le interazioni fattore per fattore anche l'interazione tra tutti e tre i fattori simultaneamente, a volte omessi essendo poco importanti. un modello quadratico viene usato quando si sospetta che esista una relazione non lineare, come una curva, introducendo anche i termini quadratici oltre a quelli lineari, che in caso di tre fattori diventa: $Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{123} X_1 X_2 X_3 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 + \varepsilon$ (4.4) Il calcolo richiederebbe 11 prove, ma i modelli spesso tendono ad omettere interazioni a 3 termini. Tale funzione di ricostruzione ottenuta è detto *modello di regressione* e può essere ottenuta per ogni Risposta e matematicamente si tratta di una iper-superficie interpolante o approssimante k -dimensionale in uno spazio $(k+1)$ -dimensionale formato dai k fattori e dalla funzione obiettivo, permettendo di valutare graficamente i parametri di input che portano ad una risposta ottimale e rappresenta una funzione analitica che non occorre modificarla con altri simulazioni od esperimenti.

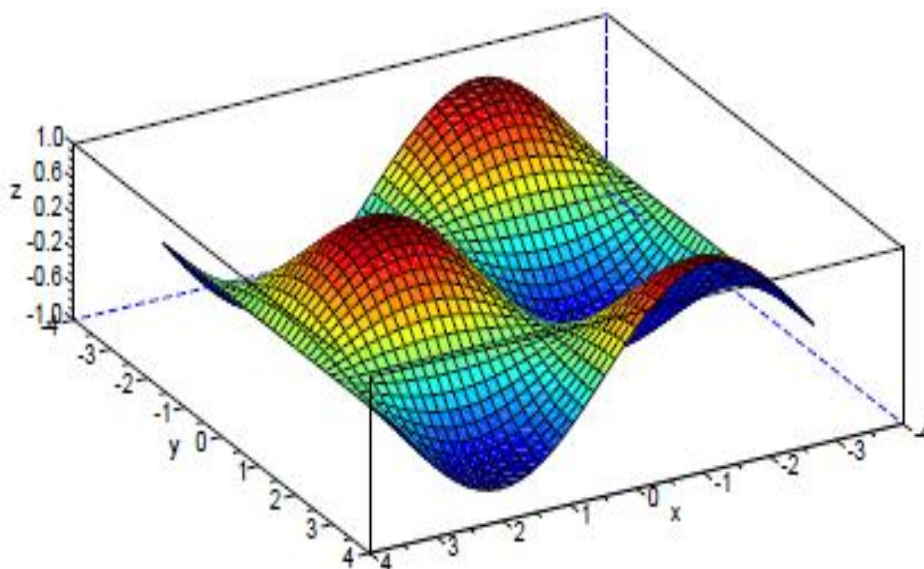


Fig 4.3: Rappresentazione grafica superfici di risposta

5. Accorgimenti sulla Progettazione

La progettazione è uno step importante nel processo di ottimizzazione di un sistema il cui scopo non è solo quello di trovare una soluzione ottimale, ma anche di valutare se la soluzione non deteriori le proprie performance al variare del rumore (o variabili incontrollabili) associato ai fattori di input. L'uso di una apposita progettazione ha lo scopo di valutare in che modo un rumore sull'ingresso va ad impattare sulla risposta o funzione obiettivo, che racchiude tutti quei fattori non controllabili. Il termine rumore è un termine che racchiude diversi contributi, come: errori che possono essere stati commessi durante la produzione, il deterioramento di un oggetto con il suo normale utilizzo, sistema che non lavora nel range di condizioni operative di progetto, altri fattori non controllabili. Si tratta di un argomento a livello ingegneristico molto rilevante perché leggere variazioni nelle condizioni operative avvengono spesso e se esse danno origine a cambiamenti repentini nel sistema, si genera una condizione non desiderabile nonostante un design di progettazione ottimale. In definitiva la progettazione prevede la gestione delle incertezze che sono spesso dovute a mancanza di conoscenze del sistema studiato, più vantaggioso dei metodi tradizionali che tendono a sovra-ottimizzare, ovvero a trovare soluzioni che funzionano bene in spazi molto ristretti di parametri ma che possiedono caratteristiche scadenti al di fuori del design.

6. Analisi dei risultati

Gli esperimenti effettuati forniscono come risposta una notevole mole di dati sperimentali da analizzare rigorosamente per cercare di trarne conclusioni accettabili dal punto di vista scientifico. Per la loro valutazione si può ricorrere al metodo statistico detto Analisi della Varianza o ANOVA, il cui obbiettivo è quello di valutare l'importanza relativa delle diverse fonti di variazione, come fonti di variazione sistematiche, sotto il controllo dello sperimentatore come i fattori di ingresso, e fonti di variazione casuale, come variazioni legate a cause ambientali o ad errori di misurazione. Dal punto di vista matematico si tratta di formulare una *ipotesi nulla*, H_0 , e la sua negazione, l'*ipotesi alternativa* H_A , le quali rispettivamente significano che un particolare gruppo non ha influenza sul risultato e che le differenze osservate sono solo dovute a variazioni casuali, ovvero prevede l'uguaglianza delle medie di tutti i gruppi che attesta che esse appartengano alla stessa popolazione, mentre la seconda coincide con il fatto che i fattori considerati influenzano significativamente l'esperimento, ovvero oltre a fonti di variazione casuali si aggiungono anche quelle sistematiche., specificatamente almeno un gruppo ha una media che è statisticamente diversa.

Per confrontare l'ipotesi nulla e l'ipotesi alternativa occorre definire due tipi di varianza:

- La varianza *nei* gruppi, ovvero la quota di varianza complessiva attribuibile a fluttuazioni casuali;
- La varianza *tra* gruppi, ovvero la quota della variabilità complessiva della variabile di risposta attribuibile alla sperimentazione, analizzando la deviazione standard delle medie campionarie.

Valutando la preponderanza di una sull'altra ci permette di stabilire se la variazione di risposta a fronte di variazioni in ingresso sia effettivamente da attribuire alla variazione degli ingressi o se invece sia compreso nel range di variabilità statistica e non sia interpretato come una correlazione. Da questo si valuta poi il coefficiente "F", ottenuto dal rapporto tra le deviazioni standard tra gruppi, tale per cui se l'ipotesi che i gruppi appartengono alla popolazione fosse vera, la varianza nel gruppo rappresenterebbe una buona stima della varianza tra gruppi, dando un valore pari circa a 1, mentre se F è elevato la variabilità tra le medie è maggiore di quella attesa, pertanto vale l'ipotesi alternativa, ovvero che tutti i campioni non appartengono alla stessa popolazione.

Quando si effettua un test d'ipotesi si fissa assieme all'ipotesi nulla anche un valore di soglia α , pari convenzionalmente a 0.5, che indica il livello di significatività del test; questo valore viene confrontato con il P-value che indica la probabilità di ottenere un risultato uguale a quello osservato e viene detto livello di significatività osservato, tale per cui se quest'ultimo è maggiore di α l'evidenza empirica non è sufficientemente contraria all'ipotesi nulla e quindi può essere rifiutata, mentre in caso contrario l'evidenza empirica è fortemente contraria all'ipotesi nulla da cui si ricava che i dati osservati possono essere considerati *statisticamente significativi*.

7. Controllo di adeguatezza del modello

Prima di ritenere le conclusioni dell'analisi della varianza veritiere di dovrebbe controllare l'adeguatezza del modello utilizzato, verificando se vengono soddisfatte alcune assunzioni: le osservazioni devono essere adeguatamente descritte dal modello e gli errori devono essere normalmente distribuiti e indipendentemente con valore zero e varianza costante seppur ignota. Se queste assunzioni vengono soddisfatte, l'analisi della varianza permette di verificare le ipotesi. Lo strumento diagnostico principale è l'analisi dei residui che in un modello a due fattori è definito:

$$e = y - y^* \quad (4.5)$$

Dove y^* si tratta del valore previsto della singola osservazione, che per più osservazioni corrisponde alla media aritmetica, da cui si ha:

$$e = y - y_M \quad (4.6)$$

L'esame dei residui è un'analisi consigliata per qualunque analisi della varianza, anche attraverso un'analisi grafica in cui i residui dovrebbero essere privi di struttura, ovvero non dovrebbero mostrare alcun andamento sistematico evidente.

7.1 Assunzione di normalità

Questo controllo può essere effettuato rappresentando il tracciamento di un grafico di probabilità normale dei residui, in cui i residui sono riportati in ordine crescente rispetto alla loro frequenza cumulata osservata, se la distribuzione dell'errore è normale il tracciato somiglierà ad una retta. In generale l'analisi della varianza è robusta essendo poco influenzata da piccoli scostamenti. Comunque un'anomalia abbastanza comune riscontrata sui grafici di probabilità normale è la presenza di un residuo avente un valore assoluto molto più grande di altri e viene indicato come un valore anomalo, o outlier, esso può portare a distorsioni sui risultati dell'analisi della varianza. A sua volta però un outlier può dare informazioni utili rispetto al resto del dataset, quindi si deve verificare se scartarlo o meno. Una soluzione può derivare dall'analisi dei residui standardizzati. Se gli errori sono distribuiti normalmente e indipendenti i residui standardizzati dovrebbero essere con una certa approssimazione normali con valore atteso pari a zero e con varianza unitaria, ragion per cui circa il 68% dei residuali standardizzati dovrebbe cadere entro $\pm 1\sigma$, circa il 95% entro $\pm 2\sigma$ e quasi tutti dovrebbero cadere entro 3σ ; se un residuo va oltre le 4σ è potenzialmente un outlier.

Capitolo 4

Materiali, Metodi e Caratterizzazione

1. Analisi macrografica

Per la produzione dei blumi da cui ottenere i campioni da analizzare sono stati variati 3 diversi parametri degli stirrer magnetici di linea: SEMS o intensità di corrente applicata; TM: tempo di mutamento per il cambiamento del verso di rotazione; V: velocità mantenuta nel processo di colata. Per ogni stirrer si è mantenuto lo stirrer in lingottiera con corrente e frequenza fissi a 130 A e 1 Hz. I parametri degli stirrer magnetici di linea visti in precedenza sono stati variati nel seguente modo:

PARAMETRI	LINEA A	LINEA B	LINEA C	COLATA
SEMS [A]	150	150	125	1
TM [sec]	10	30	20	
V [m/min]	0.4	0.46	0.43	
SEMS [A]	100	100	100	2
TM [sec]	30	10	Normale	
V [m/min]	0.4	0.46	0.43	

Fig. 4.1: Parametri per ogni colata, in rosso viene indicato il punto centrale del DoE e in verde la linea di controllo

Conseguentemente avviene un allungamento dei blumi di 700 mm per permettere il taglio di una sezione del blumo, da cui si andrà ad ottenere una lastra longitudinale nella direzione intradosso – estradosso di spessore 15 ± 3 mm e di larghezza 420 mm, che corrisponde al diametro del blumo, mentre dai semicilindri rimanenti si ottengono due lastre in direzione ortogonale alla precedente. Su queste lastre viene effettuato un attacco chimico con persolfato d'ammonio 0.66 M per valutare:

- Lingottismo: parametro che permette di valutare la tendenza a formare le striature tipiche di un lingotto nella zona equiassica considerandone l'estensione ed il numero di striature che si protraggono verso l'interno del blumo che tendono a formarsi durante la solidificazione in colata;
- Porosità: parametro che permette di valutare la presenza di vuoti interni presenti lungo l'asse centrale del blumo attraverso la misura della lunghezza totale interessata dalla presenza di cavità;
- Presenza di cricche: parametro la cui valutazione prevede solo l'analisi della presenza o meno di tali difetti che possono compromettere irrimediabilmente le proprietà meccaniche del blumo.

La scala di valutazione per lingottismo e porosità sono frutto di un'analisi di standard interni dove rispettivamente l'estensione della zona equiassica espressa in cm in combinazione al numero di striature e l'estensione espressa in cm delle regioni soggette a porosità in proporzione al punteggio.

Successivamente si procede con una macrografia trasversale che prevede un taglio lungo la direzione perpendicolare all'asse di una lastra avente forma rotonda, su cui viene effettuato un attacco chimico con persolfato d'ammonio attraverso la quale vengono valutati i seguenti parametri:

- cricche: come visto in precedenza si valuta la presenza di cricche o la loro estensione radiale;
- dark center: parametro che indica la presenza ed entità di una segregazione di carbonio al centro;
- Subsurface condition: Cricche subsuperficiali che avvengono durante il processo di solidificazione
- white band: parametro che indica l'influenza dell'intensità di corrente dello stirrer di linea che forma una circonferenza bianca più o meno marcata tra la regione colonnare e quella equiassica, dove l'elevata velocità del fuso tra le due regioni causa una segregazione inversa degli elementi;
- misura dell'estensione della regione equiassica, regione dendritica (o colonnare) e della chill zone.

Le scale di valutazione per Dark center, Subsurface condition e white band sono frutto di un'analisi di standard interni all'azienda dove rispettivamente la presenza più marcata di segregazione centrale di carbonio, cricche superficiali e presenza di banda bianca sono proporzionali ad un valore più alto.



Fig. 4.2: Foto della macrografia colata 1 – linea A rispettivamente in direzione intradosso – estradosso e perpendicolare

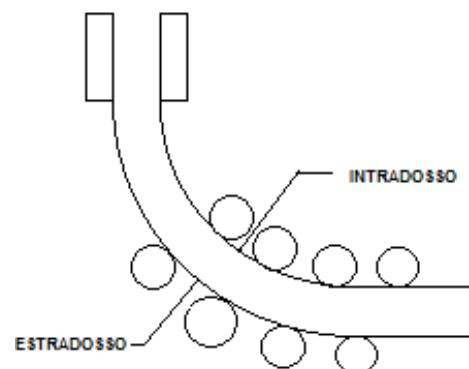
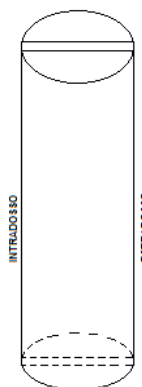


Fig. 4.3: Esempio Macrografia trasversale **Fig.4.4:** Schema di taglio della lastra

Fig. 4.5: Schema di una colata continua

2. Analisi di composizione

La lastra tagliata in direzione intradosso – estradosso una volta analizzata attraverso una macrografia a sua volta viene suddivisa e tagliata in blocchi di dimensioni da 6 cm lungo la direzione del diametro e 4 cm lungo l'asse del blumo, in maniera tale da ottenere 7 provini lungo il diametro, per agevolare un'analisi della zona centrale, nota per la sua instabilità composizionale. Si è deciso di analizzare una distanza di 32 cm lungo l'asse del blumo perchè permette di apprezzare variazioni nella composizione dovuti all'azione alternata dello stirrer magnetico di linea.

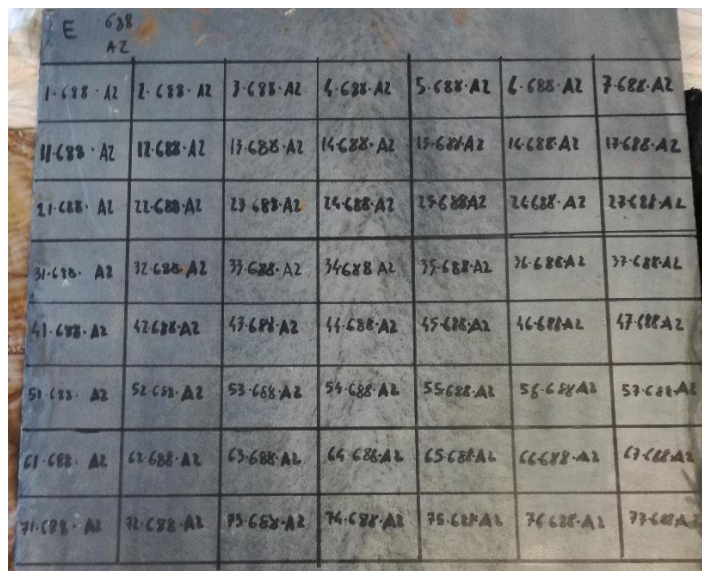


Fig. 4.6: Esempio di schema di divisione della lastra

I vari campioni, 20MnCr5, una volta tagliati e lucidati in mola vengono poi analizzati al quantometro Thermo Fischer iSpark 8860, dove vengono effettuate due misurazioni lungo l'asse del blumo, di cui viene fatta la media dal software, ripetute 3 volte lungo la direzione trasversale e tutte circa equidistanziate per avere la più omogenea distribuzione possibile lungo tutto il profilo.

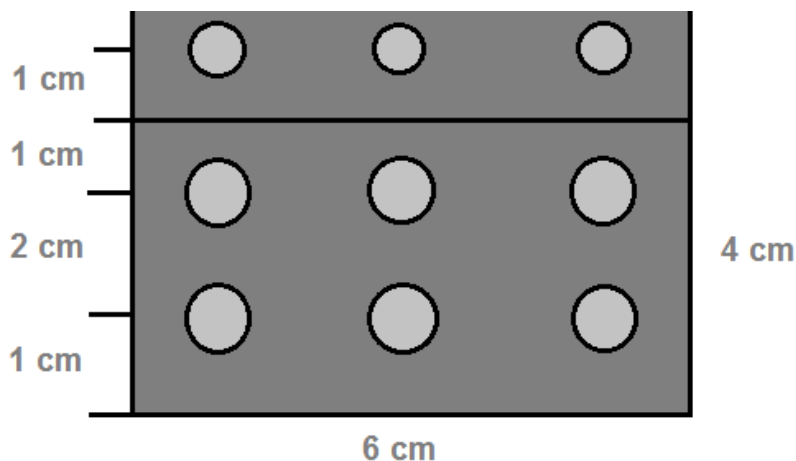


Fig. 4.7: Schema delle misurazioni in un campione di lastra al quantometro

2.1 Quantometro Thermo Fischer iSpark 8860 ^[19]

Il funzionamento del quantometro Thermo Fischer iSpark 8860 è dettato dalla teoria dietro alla spettrometria OES, dove gli spettri atomici vengono utilizzati per effettuare un'analisi quantitativa. In breve, gli atomi sono in grado di assorbire un certo livello di energia *quantizzata* che li porta in uno stato di eccitazione tale da scaturire l'emissione di un fotone avente una certa lunghezza d'onda caratteristica dell'atomo, la luce viene poi difratta da una fenditura primaria, riflessa da un reticolo di dispersione concavo riflettente che disperde la luce nelle varie categorie monocromatiche in base alla lunghezza d'onda, le quali vengono fatte passare attraverso un fotomoltiplicatore e tradotte in un segnale sfruttando il fatto che ad ogni lunghezza d'onda corrisponde ad un elemento chimico specifico mentre l'intensità del segnale luminoso corrisponde alla concentrazione dell'elemento.

2.1.1 Sorgente a scintilla

L'apparecchiatura è composta da una sorgente di eccitazione a scintilla, ovvero l'eccitazione viene fornita da un'intensa scarica ad alto voltaggio tra i 10 e 40 kV che viene ripetuta fino a 1000 volte. La sorgente da cui viene emessa la scarica è un elettrodo composto da tungsteno, all'interno di una camera con un ambiente saturo di Argon, dove il campione fungendo da elettrodo chiude il circuito. Le scintille permettono di raggiungere temperature di 10 000 K consentendo di raggiungere energie quantizzate molto elevate corrispondenti a transizioni di energia tipiche di atomi ionizzati, permettendo al materiale nel punto in cui la scarica colpisce di produrre una densità di corrente locale tale da volatilizzarlo producendo un vapore atomico eccitato dalle collisioni nel plasma. L'uso di un'atmosfera di Argon oltre a liberare dalla presenza di aria, fornisce diversi vantaggi: risulta trasparente alle radiazioni UV ed è particolarmente favorevole per l'eccitazione a scintilla. La sorgente a scintilla permette di realizzare analisi quantitative con una precisione dell'1% per concentrazioni superiori all'1% e del 5% per concentrazioni minori dello 0.01%.



Fig. 4.8: Quantometro Thermo Fischer iSpark 8860

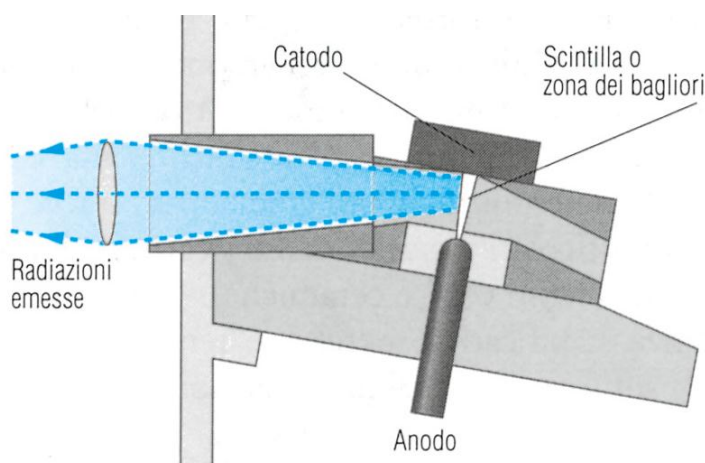


Fig. 4.9: Schema alloggiamento del campione e della sorgente a scintilla

2.1.2 Dual PMT – CCD system

Tra le strutture al suo interno che lo rende un prodotto all'avanguardia vi è la possibilità di avere un sistema duale combinato di fotomoltiplicatori PMT e dispositivo ad accoppiamento di carica CCD. Il fotomoltiplicatore PMT è un rivelatore sensibile al singolo fotone che ne misura l'intensità in funzione del tempo anche per frequenze nell'ordine dei GHz, ma non la sua distribuzione spaziale. Il PMT in grado di captare e di amplificare la debole luce rilasciata da una singola particella colpita, ovvero quando un fotone viene rilevato da un fotomoltiplicatore accade che ad essere colpito dalla luce incidente è il cosiddetto fotocatodo ovvero un elettrodo rivestito di un sottilissimo strato di materiale fotosensibile capace di emettere elettroni grazie al cosiddetto *effetto fotoelettrico*. Un fotomoltiplicatore è costituito, di norma, da un tubo di vetro, al cui interno è stato praticato il vuoto, la cui struttura è costituita da più elettrodi (diodi) ed è progettata in maniera tale che ogni elettrone emesso da un elettrodo sia accelerato provocando così l'emissione di più elettroni dal successivo, così si ha un fenomeno a valanga per cui un singolo fotone che colpisce il fotocatodo genera molti altri elettroni con un processo di amplificazione a partire da un debole segnale di luce. Il fotomoltiplicatore PMT risulta essere combinato con un sistema CCD, o dispositivo di accoppiamento di carica, che consiste in un circuito integrato formato da una griglia di *pixel*, sono dei semiconduttori in grado di accumulare una carica elettrica proporzionale all'intensità della radiazione incidente, accoppiati in modo tale che l'impulso possa trasferirsi all'elemento adiacente. Inviando al dispositivo una sequenza temporizzata di impulsi si ottiene in uscita un segnale elettrico grazie al quale è possibile ricostruire la matrice dei pixel che compongono l'immagine proiettata. Al contrario dei rivelatori PMT, i CCD a causa dei numerosi pixel che li compongono sono in grado di misurare la variazione d'intensità in funzione dello spazio non oltre le frequenze di 100 Hz. Presi singolarmente questi sistemi hanno delle lacune ma se combinati uno completa l'altro perché il CCD è un rivelatore che permette con una continua copertura spettrale l'analisi di molti elementi chimici, mentre i PMT sono efficaci per la determinazione di elementi critici presenti generalmente in tracce in metalli puri e utile anche per l'analisi delle microinclusioni presenti nell'acciaio.

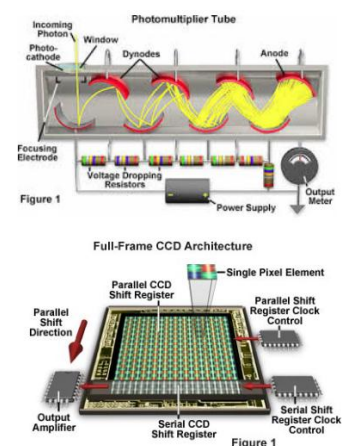
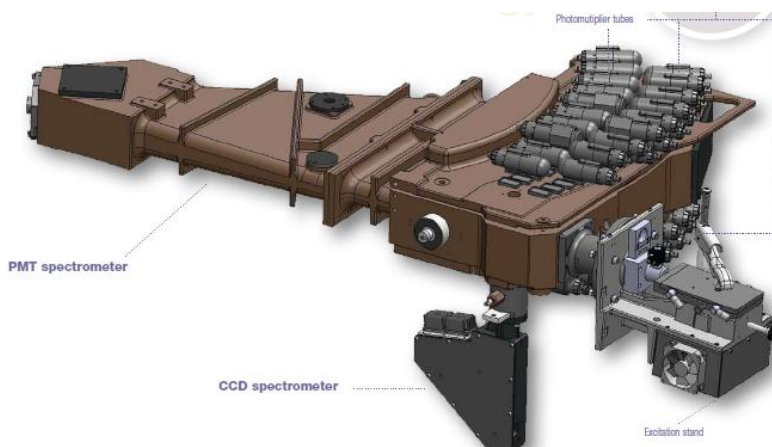


Fig. 4.10: Modello 3D dello spettrometro del Thermo Fischer iSpark 8860

Fig. 4.11: Schema funzionamento rivelatori di PMT e CCD

3. Analisi inclusionale

Per quanto riguarda l'analisi inclusionale essa comprende due modalità diverse di approccio, uno più lento previsto da norma e uno più veloce che utilizza una funzione del quantometro iSpark. Il primo metodo è stato utilizzato per confermare i dati ottenibili dal secondo, la cui attendibilità è confermata dal venditore dell'apparecchiatura ma non è mai stata verificata dai tecnici sul campo.

3.1 Analisi inclusionale attraverso la norma

Il metodo previsto dalla norma ISO 4967, intitolata "Determination of content of nonmetallic inclusions – micrographic method using standard diagrams", prevede un conteggio a occhio delle inclusioni attraverso un microscopio ottico secondo il criterio del *worst field*, in cui si effettua il conteggio e si procede alla valutazione del tipo nelle aree peggiori con difetti che si possa trovare. Inizialmente vengono prelevati due campioni 20x10x15mm posti a metà raggio della sezione del blumo i quali vengono successivamente lucidati a specchio e posti sotto al microscopio ottico. Successivamente avviene il rilevamento delle *worst fields* con conteggio e valutazione dimensionale area per area delle inclusioni con l'attribuzione di un valore numerico secondo la tabella seguente:

Chart diagram Index	Tipo di inclusioni				
	A	B	C	D	DS
	lunghezza totale μm	lunghezza totale μm	lunghezza totale μm	Numero -	Diametro μm
0.5	37	17	18	1	13
1	127	77	76	4	19
1.5	251	184	176	9	27
2	436	343	320	16	38
2.5	649	555	510	25	53
3	898	822	746	36	76

Fig. 4.12: Tabella dei limiti dimensionali di valutazione da applicare alla norma ISO 4967

Oltre a prendere in considerazione la lunghezza si prende in considerazione anche la larghezza:

Tipo di inclusioni	Fine		Spesso	
	Min	Max	Min	Max
A	2	4	4	12
B	2	9	9	15
C	2	5	5	12
D	2	8	8	13

Fig. 4.13: Tabella supplementare dei limiti di larghezza da applicare alla norma ISO 4967

Considerare la larghezza permette di avere un dato qualitativo sull'entità delle inclusioni, ovvero se le inclusioni sono spesse o fini, che non concorre all'ottenimento del valore finale della norma. Per la tipologia D, la massima dimensione è definita dal diametro oltre la quale diventa DS.

Queste inclusioni sono le più comunemente riscontrabili per tipologia e morfologia, i cui criteri di valutazione sono puramente dimensionali e vengono associati alla composizione più comune:

- Gruppo A (Solfuri): altamente malleabili, grigi e con alto valore di rapporto lunghezza/larghezza;
- Gruppo B (Alluminato): particelle numerose di colore bruno allineate nella direzione di deformazione, non deformabili, con basso valore di rapporto lunghezza/larghezza (inferiore a 3);
- Gruppo C (Silicato): particelle altamente malleabili di colore grigio scuro, con un rapporto lunghezza/larghezza maggiore di 3 e hanno una forma allungata con delle estremità appuntite;
- Gruppo D: (Ossidi globulari): particelle non deformabili con forme angolari o circolari, dal colore scuro o azzurrognolo che sono casualmente distribuite, essi possono rientrare anche nel gruppo DS che sono singole particelle di inclusioni circolari o semicircolari con un diametro superiore a 13 µm.

In questo caso ai fini dell'analisi sono state considerate solo le tipologie B, D e DS essendo la tipologia A già prevista in quantità consistenti essendo l'acciaio volutamente solforato per ragioni legate al miglioramento della lavorabilità alle macchine utensili, mentre il difetto di tipo C non è stato preso in considerazione essendo il livello di Si molto basso e potrebbe essere presente solo per problematiche gravi che si possono manifestare molto raramente nel processo produttivo.

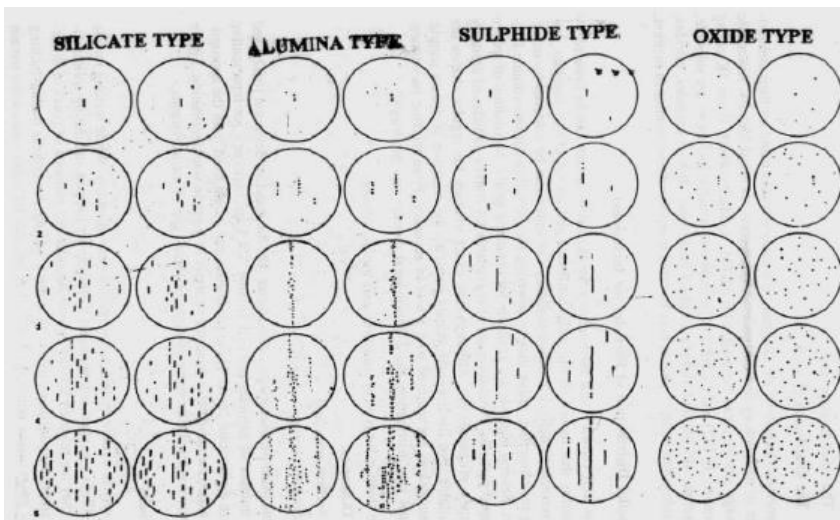


Fig. 4.14: Immagini di comparazione dei vari tipi di difetti secondo la norma ISO 4967

Index number i	Fattore peso f_i
0.5	0.05
1	0.1
1.5	0.2
2	0.5
2.5	1
3	2

Fig. 4.15: Tabella dei fattori peso

Infine si procede con il calcolo dell'indice C_t , o *cleanness index*, ottenibile mediante dei fattori peso associati ai "Chart Diagram Index", vedi tabella in Fig. 5.11, e al numero di campi analizzati. C_t permette di risalire al grado di inclusioni presenti nel materiale, che può essere poi confrontato.

$$C_t = \left[\sum_{i=0.5}^3 f_i * n_i \right] * \frac{1000}{S} \quad (4.1)$$

Dove f_i è il fattore peso, n_i è il numero di campi dell'indice i e S è la superficie totale analizzata (200 mm² generalmente).

3.2 Analisi inclusionale attraverso il sistema iSpark ^[35]

Il sistema iSpark include all'interno del suo esteso ventaglio di analisi possibili anche la funzione Advanced Inclusion Analysis che permette all'apparecchiatura di determinare quantitativamente le inclusioni, le dimensioni e la distribuzione dimensionale, oltre al tenore di ossigeno sotto i 30 ppm. Un'analisi in simultanea sia della composizione a livello di elementi sia delle tipologie di inclusioni ha permesso di analizzare la distribuzione di entrambi lungo il profilo della sezione fornendo velocemente un dato confrontabile e in linea con i risultati ottenuti utilizzando la norma ISO 4967. Nello specifico l'analisi permette di risalire a dati sia di concentrazione sia di numero di inclusioni. Riguardo la preparazione del campione essa viene effettuata con l'analisi degli elementi in lega. Per quanto riguarda invece l'algoritmo, detto QuIC (ovvero Quantification of Inclusion Content), esso permette di fornire la frazione insolubile di un elemento combinato all'interno di una particolare inclusione (e.g. la frazione Al in Al_2O_3) per diverse intensità di picco che consente di calcolare l'equivalente diametro sferico da cui ottenere la dimensione equivalente dell'inclusione. Conoscere le dimensioni e la sua distribuzione è importante in quanto inclusioni di dimensioni importanti sono le più dannose la qualità del metallo e i vari dati ottenuti possono utilizzati per un confronto tra diversi campioni, la cui analisi con metodi come il SEM richiedono tempi prolungati. Attraverso questo sistema si possono riconoscere inclusioni endogene ed esogene come ossidi (Al_2O_3 , MgO, CaO, MnO, TiO_2 , SiO_2), spinelli (Al_2O_3 -CaO, Al_2O_3 -MgO), solfuri (CaS, MnS) e altre strutture complesse combinate (Al_2O_3 CaOMgOCaS, Al_2O_3 CaOSiO₂ Al_2O_3 TiCN Al_2O_3 MnS). Il rilevamento di un'inclusione è limitato principalmente dalla sensibilità delle linee analitiche utilizzate, dalla dimensione dell'inclusione e dal livello di concentrazione nell'inclusione di elementi solubili nella matrice: una sensibilità superiore e contenuto di elementi solubili inferiori consentono la determinazione di inclusioni più piccole, infatti i metodi di quantificazione messi in atto sono particolarmente funzionali per micro inclusioni aventi un diametro inferiore ai 20 μm . Per quanto riguarda i risultati ottenuti dalla norma e dall'iSpark si è proceduto ad una comparazione degli andamenti di concentrazione per verificare che i dati ottenuti avessero un andamento simile.

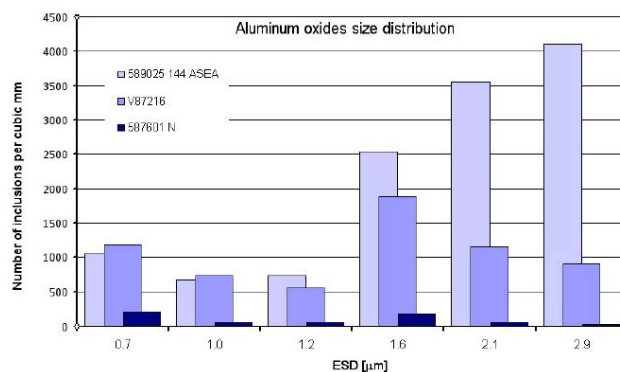


Fig. 4.16: Esempio di diagramma di distribuzione di Al_2O_3 basato sull'applicazione dell'algoritmo QuIC

3.3 Verifica di corrispondenza dei dati iSpark con la norma

L'analisi inclusionale effettuata attraverso la norma ISO 4967 restituisce la seguente serie di dati:

COLATA 1					
A	B		D		Ds
S tot = 834 mm²	T	H	T	H	[μm]
0,5	8	0	23	6	17,2 - 15
1	1	0	17	4	0
1,5	0	0	1	0	0
B	B		D		Ds
S tot = 851,5 mm²	T	H	T	H	[μm]
0,5	3	0	9	2	14 - 13
1	3	0	3	0	0
C	B		D		Ds
S tot = 787,5 mm²	T	H	T	H	[μm]
0,5	5	1	14	9	14,6 - 13,1 - 14,2
1	0	0	5	0	0
COLATA 2					
A	B		D		Ds
S tot = 843 mm²	T	H	T	H	[μm]
0,5	7	0	15	12	13,6 - 15,1 - 14,5 - 13,1 - 13,5 - 13,7 - 13,9 - 12,5 - 14 - 14,8 - 12,8 - 13,2
1	0	0	10	4	22 - 23,4
1,5	0	0	1	1	0
2	0	0	0	1	0
B	B		D		Ds
S tot = 952 mm²	T	H	T	H	[μm]
0,5	14	0	24	18	12,5 - 12,6 - 14,1 - 15,1
1	0	0	26	8	0
C	B		D		Ds
S tot = 847 mm²	T	H	T	H	[μm]
0,5	14	1	28	7	13,9 - 12,4 - 12,4
1	1	0	14	8	26,5
1,5	0	0	1	0	0

Fig. 4.17: Resoconto del conteggio al microscopio ottico delle inclusioni secondo l'approccio del worst field

I dati dimensionali ottenuti attraverso il conteggio al microscopio ottico sono stati elaborati attraverso la formula (4.1) associando i fattori peso della tabella in Fig. 4.15 ai dati in Fig. 4.16, restituendo il valore di cleanliness index, o C_i , che sarà il valore di confronto con quelli dell'iSpark:

COLATA 1	S tot [mm ²]	Ci	COLATA 2	S tot [mm ²]	Ci
A	834	5,46	A	843	5,81
B	851,5	1,64	B	952	6,77
C	787,5	2,67	C	847	6,20

Fig. 4.18: Tabella degli indici di cleanliness index

Come detto anche nel *paragrafo 3.1* si deve considerare che sono stati presi in analisi in questo caso solo le tipologie B e D (assieme a D_s) che corrispondono rispettivamente alle tipologie degli alluminati e degli ossidi globulari, ragion per cui il dato generale non è completo dato che non comprende i solfuri e la silice essendo il primo arbitrariamente presente a tenori rilevanti mentre il secondo non è stato considerato essendo la silice del tutto assente nei campioni analizzati. Per verificare la veridicità dei dati ottenuti dal sistema iSpark si è proceduto ad un confronto qualitativo degli andamenti del valore di *Ci* con la somma del numero di complessi alluminati e ossidi globulari rilevati dall'apparecchiatura di analisi descritta al *paragrafo 2.1* di questo capitolo:

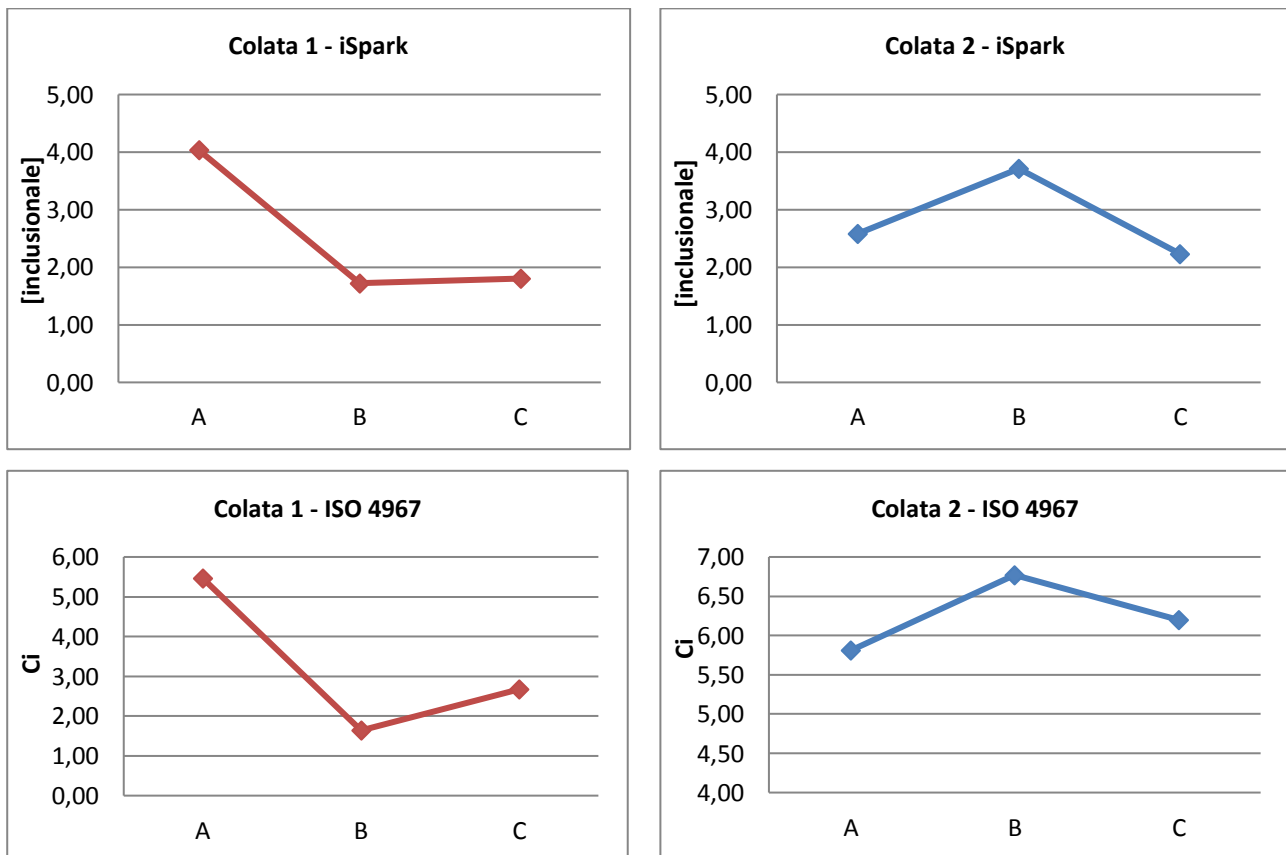


Fig. 4.19: Diagrammi di confronto tra l'andamento dei valori rilevati dall'apparecchiatura e rilevati attraverso la norma

Si può confermare che la corrispondenza tra i dati ottenuti dall'iSpark e dalla norma è verificata.

4. Bandosità

Durante la solidificazione dell'acciaio, che avviene mediante la formazione di dendriti che si sviluppano lungo la direzione del raffreddamento, la composizione chimica delle dendriti non è omogenea in quanto i cristalli che solidificano per primi sono ricchi di elementi ad alto punto di fusione mentre i cristalli che solidificano nelle zone interdendritiche sono ricchi di bassofondenti. Questo fenomeno descritto genera una situazione di anisotropia chimica data da microsegregazioni. Successivamente quando i lingotti vengono deformati a caldo i grani vengono stirati lungo la direzione di deformazione generando una struttura a bande che può essere più o meno accentuata. Una struttura a bande di grado elevato, ovvero grossolana favorisce variazioni locali di temprabilità, quindi peggiora la cementabilità, aumenta le deformazioni a rottura dopo tempra peggiorando la lavorabilità per asportazione di truciolo; mentre un grado basso avvicina di più all'isotropia. La struttura a bande di un acciaio può essere contenuta con interventi di pre solidificazione, come ad esempio riduzione delle dimensioni delle dendriti attraverso l'aumento dei nuclei di solidificazione e l'agitazione della lega liquida o riduzione del tenore degli elementi bassofondenti e post solidificazione mediante l'aumento dei rapporti di riduzione durante la laminazione a caldo.

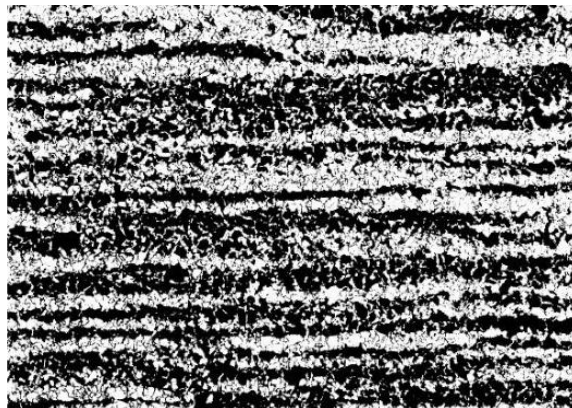


Fig. 4.20: Esempio di struttura a bande di grado V di un acciaio da cementazione

Il parametro di bandosità sostanzialmente indica quanto è marcata e riconoscibile la struttura a bande e il numero di bande che ci sono in una certa lunghezza considerata in direzione trasversale. Il parametro di bandosità è un tema molto discusso perché esistono molteplici metodologie di analisi ed interpretazioni possibili che possono essere conferite soggettivamente dagli operatori. La problematica legata all'interpretazione nasce dal fatto che la situazione può essere diversamente considerata, perché vi sono comunemente casi in cui sono presenti bande riconoscibili ma non particolarmente definite a tal punto da avere una sostanziale differenza con le bande adiacenti che a rigor di logica devono essere composte da una fase differente con una certa concentrazione decisamente prevalente di una sull'altra, cosa che invece in questo caso di studio non avviene. In tal modo si è proceduto attraverso il tentativo di diversi approcci dettati dalla norma:

4.1 Bandosità secondo UNI 8449

Il metodo dettato dalla norma UNI 8449 è quello più utilizzato che è solo destinata alla valutazione morfologica della distribuzione direzionale di bande di ferrite e perlite in prodotti di acciai legati da cementazione di quadri con un lato massimo di 150 mm e tondi con diametro massimo di 170 mm. Il prelievo del campione avviene secondo la modalità illustrata in **Fig. 5.17**, che verrà poi trattato attraverso un trattamento termico di austenitizzazione alla temperatura di 860 – 880 °C con un tempo di permanenza tale da garantire la completa austenitizzazione, 1 min per 1 mm di spessore, ed un raffreddamento in condizioni prossime all'equilibrio per evitare fenomeni di tempra parziale.

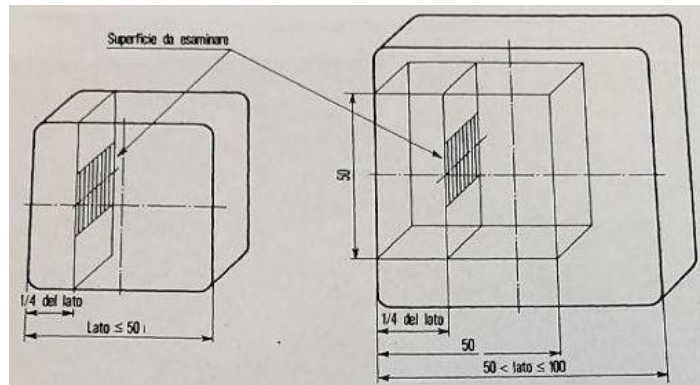


Fig. 4.21: Schema indicativo di prelievo dei campioni da sottoporre a trattamento termico

Per quanto riguarda la preparazione del campione il materiale viene inizialmente lucidato a specchio con una lucidatrice automatica, successivamente sulla superficie lucidata viene effettuato un attacco acido esponendola ad una soluzione NITAL 2 per 10 – 15 sec, poi viene lavato subito con acqua ed asciugato con un getto di aria calda; il campione deve essere analizzato entro poco tempo altrimenti una esposizione prolungata all'aria può ossidare la superficie inficiando l'analisi. Per quanto riguarda la valutazione della bandosità, essa avviene attraverso un confronto con immagini standard (**Fig. 5.18**) presenti nella norma, ne comprende 7 che vanno dal grado 0 al grado VI, con il campione che deve essere osservato al microscopio ottico a 50x, ingrandimento delle immagini nella norma, a cui viene sovrapposta una retta di 1 mm perpendicolare alle bande. Ottenuto il numero, lo si confronta con il diagramma in Fig. 5.19 da cui si può ricavare il grado:

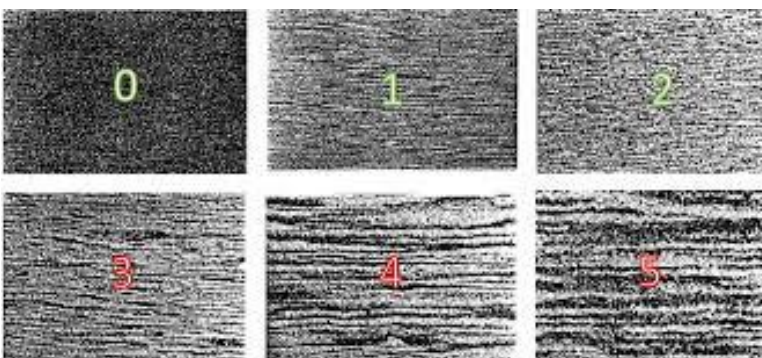


Fig. 4.22: Immagini standard di confronto della norma ISO 8449

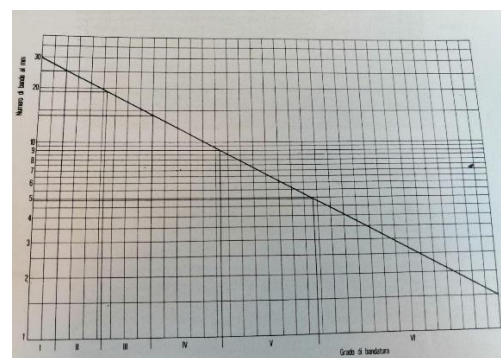


Fig. 4.23: Diagramma Numero bande – Grado di bandosità

4.2 Bandosità secondo ASTM E1268 – 01

Il metodo visto precedentemente presenta delle problematiche perché restituisce come risultato un valore utile ai fini produttivi ma non molto utile ai fini di inserimento del DoE e soprattutto l'osservazione al microscopio ottico ha dato delle interpretazioni contrastanti perché la suddivisione in bande non era molto evidente essendo la perlite presente anche nelle bande adiacenti che dovrebbero essere in prevalenza ferritiche, confondendo tra grado 0 e IV o V a seconda del caso. La norma ASTM E1268 – 01 descrive due metodi, uno che sfrutta delle prove di microdurezza e una che effettua un conteggio delle fasi incrociate da molteplici rette di lunghezza 1 mm lungo le direzioni parallela e trasversale alla direzione di deformazione.

4.2.1 Metodo delle Microdurezze

Questo metodo si prefigge di sfruttare le diverse durezze delle varie fasi che compongono le bande per rilevarne il grado di bandosità permettendo di avere non solo un dato numerico del numero di bande ma anche un profilo di distribuzione delle durezze e quindi delle fasi nelle porzioni analizzate. Le modalità di estrazione e preparazione del campione sono le medesime della norma ISO 8449. La norma prevede di prendere una porzione di 1 mm e procedere con una prova di microindentazione ogni 0.2 mm, successivamente corretta arbitrariamente a 0.1 mm per ottenere un profilo più accurato con più punti e perché mantenendo un passo di 0.2 mm scavalcava di fatto alcune bande. A tale scopo lo strumento utilizzato prende il nome di microdurometro, in cui il parametro di pressione utilizzato è stato di 500 gf, valore limite oltre il quale il valore di durezza sarebbe stato impreciso e sarebbe stato da ricalcolare con una formula approssimata presente in normativa. In questo caso il risultato ottenuto ha dato dei risultati migliori solo per alcuni campioni permettendo di delineare parzialmente un profilo ma la situazione è rimasta confusa comunque perché in molti casi i valori di durezza trovati in zone perlitiche e ferritiche non avevano differenze tali da permettere la corrispondenza tra la fase e il dato di durezza presente in nomenclatura.



Fig. 4.24: Microdurometro utilizzato

Ha permesso comunque di avvalorare il fatto che la distribuzione delle fasi fosse più omogenea del previsto nonostante la presenza non proprio evidente di bande ferritiche e perlitiche ben definite. Un problematica di questo metodo è che ad ogni passo la microindentazione spesso non riuscisse ad imprimere la pressione su una porzione completa di fase completamente perlitica o ferritica. Infine i dati ottenuti non sono adatti per la loro introduzione all'interno del DoE essendo, come nel caso precedente dei vari gradi di bandosità, non in grado di differenziare le situazioni tra campioni.

4.2.2 Metodo dell'incrocio delle fasi

Questo metodo previsto dalla legge risulta essere molto lento se effettuato visivamente al microscopio ottico perché prevede il conteggio delle fasi perlitiche (scure) incrociate da una retta di lunghezza 1 mm e in base agli incroci avvenuti si è in grado di trovare zone di maggiore o minore densità da cui effettuare il calcolo per ottenere il dato utile per arricchire le risposte per il DoE. L'estrazione e la preparazione del campione da analizzare è la medesima dei casi precedenti. In questo caso essendo il dispendio di tempo per la procedura di conteggio molto dispendioso si è deciso di utilizzare un programma di analisi di immagine in grado di effettuare lo stesso lavoro richiesto dalla procedura della norma ma in maniera molto più accelerata e precisa. In questo modo per avere un dato più completo sono state prese tre immagini dal microscopio ottico con ingrandimento 50x delle tre sezioni immaginarie di ogni campione (centrale e i due a margine). Attraverso il software Image J si è reso l'immagine in bianco e nero e attraverso una griglia di linee poste una a 0.1 mm l'una dall'altra si è analizzato il profilo medio in direzione parallela e trasversale degli incroci con una fase scura, da cui si è calcolato l'indice d'anisotropia che è dato da:

$$AI = \frac{N_{L\perp}}{N_{L\parallel}} = \frac{\text{Numero di incroci in direzione trasversale}}{\text{Numero di incroci in direzione parallela}} \quad (4.2)$$

Il dato di anisotropia che si riesce a ricavare dalla formula (4.2) indica quanto le fasi del materiale siano direzionate verso una sola direzione ovvero quanto la bandosità sia definita all'interno del materiale, dove se il valore si avvicina a 1 il materiale tende ad essere più isotropico e viceversa. Questo è l'approccio utilizzato per ottenere i dati perché ritenuto il più adatto per seguenti motivi:

- Una problematica del concetto di bandosità è che è opinabile da altre persone essendoci differenti correnti di pensiero sull'attuazione di quale norma e approccio utilizzare che sono talune differenti in alcune peculiarità, che devono comunque tutte comprendere un fattore di casualità nell'analisi;
- Questo metodo permette di ricavare un dato numerico inseribile nel DoE permettendo così di utilizzarlo per la formulazione di un modello, dato che il metodo solitamente utilizzato di conteggio delle bande con confronto di immagini in Fig. 4.19 e con il diagramma in Fig 4.20 fornisce un dato che è analogo a quasi tutti i campioni ma non sarebbe stato utile ai fini di formazione di un modello.

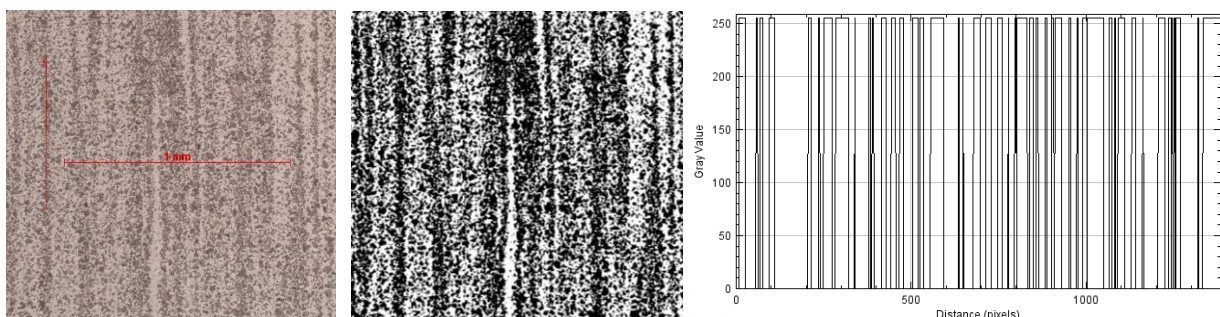


Fig. 4.25: Processo di rielaborazione dell'immagine con Image J, processo che comprende un abbassamento della risoluzione in 8 bit ed in bianco e nero dell'immagine per definire il confine tra fase ferritica e perlitica; attraverso una macro viene definita una serie di analisi da fare ogni certo numero di pixel in tutte e due le direzioni, da cui si ottiene il terzo diagramma che descrive i punti di cambiamento di fase assieme ad un dataset ricavabile con un'altra funzione.

5. Design of Experiment

L'analisi statistica di Design of Experiment, o DoE, è stata effettuata mediante il software Minitab. Si è scelto di attuare un disegno fattoriale 2^3 frazionato che comprende anche il punto centrale, ove: 2^3 : dove 3 sono i fattori mentre 2 sono i livelli per ogni fattore; frazionato: il disegno completo sarebbe composto da 8 (2^3) combinazioni ma in questo caso è composto da 4 combinazioni, suggerite dal software, per diminuire i tempi di analisi pur conservando una validità statistica; il punto centrale: combinazione particolare formata dai valori intermedi tra i due livelli dei fattori la cui funzione è determinare se esiste o meno una relazione lineare tra i rispettivi valori di risposta. Riguardo la procedura di Design of Experiment, si procede all'analisi della significatività degli effetti principali e delle interazioni, mediante una analisi di ANOVA a due vie, in cui si verifica se i rispettivi valori di P-value siano al di sotto di 0.05, criterio essenziale per attribuire la significatività. Al fine di estrapolare un modello che descriva l'andamento dei fattori significativi si è effettuata una regressione, in cui si verifica che il valore di R^2 , che fornisce un'indicazione sull'efficacia da parte della curva di regressione di sintetizzare i dati analizzati, sia il più vicino possibile al 100%. Inoltre, c'è anche da considerare un dato complementare utile detto $R^2 - \text{Adjusted}$, si tratta di una variante di R^2 standard che allo stesso modo indica la bontà di una curva di regressione a fattori multipli, il cui valore indica se l'inserimento di un nuovo dato nel dataset migliori o no il modello. L'output grafico che racchiude queste analisi restituito dal software è un testo esplicativo rappresentato da una tabella ANOVA e dal modello di regressione, detto **Factorial Regression**. La curva di regressione delle relazioni tra fattori e interazioni considerati significativi viene rappresentato graficamente in 3D dall'opzione **Surface plot** in cui nell'asse verticale, z, si considera la variazione del valore di risposta ottenuto dai dati sperimentali mentre negli assi orizzontali il range di variazione dei fattori, come in **Fig. 4.26**:

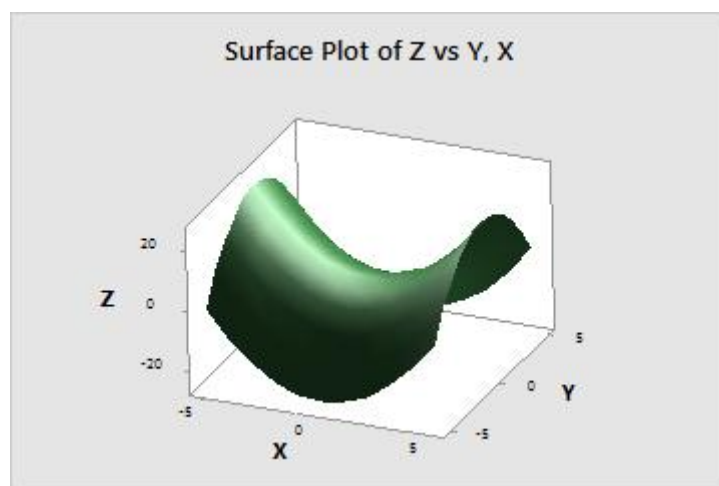


Fig. 4.26: Esempio di grafico 3D ottenuto mediante l'opzione Surface plot di Minitab

Per avvalorare qualitativamente i risultati della analisi ANOVA si utilizzano i seguenti diagrammi:

- Main Effect plot: Raffigura la variazione dei valori di risposta dai dati sperimentali in funzione di un singolo fattore, viene utilizzato quando uno o due fattori singoli hanno un effetto significativo;

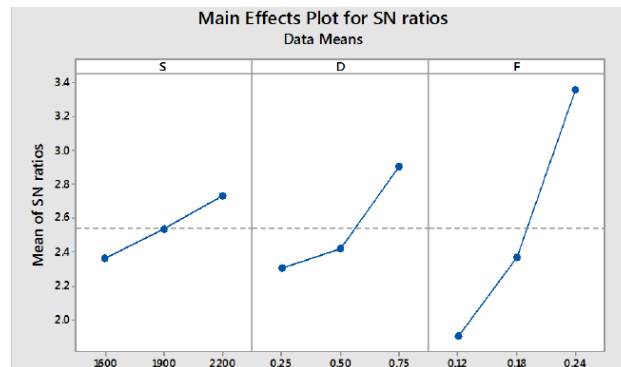


Fig. 4.27: Esempio di grafico Main Effect plot di Minitab

- Interaction plot: Indica la presenza o meno di una interazione significativa tra due fattori che singolarmente possono anche non essere significativi, generalmente se i due andamenti mostrati dal grafico sono paralleli fra loro non è presente alcuna interazione, al contrario se si incrociano avendo due andamenti contrari fra loro c'è un'interazione forte, come mostrato qui di seguito in Fig. 4.28;

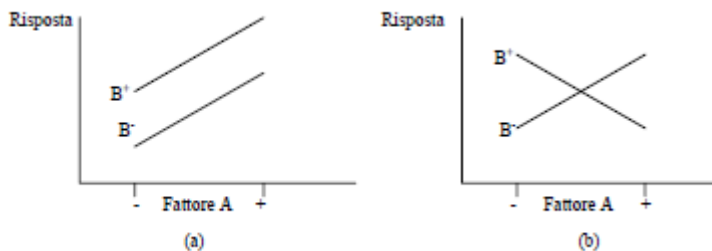


Fig. 4.28: Grafico Interazione rispettivamente di interazione assente e forte

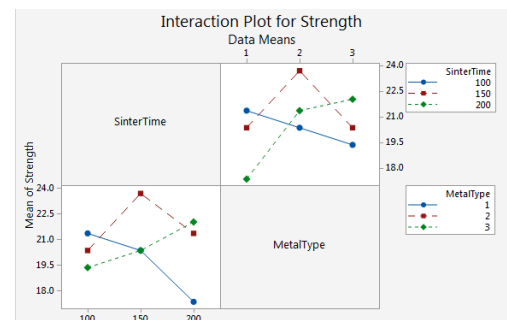


Fig. 4.29: Esempio di Interaction plot di Minitab

- Normal probability plot: è un grafico che permette di identificare deviazioni significative dalla normalità, tale per cui se i fattori o le interazioni considerati deviano molto dall'andamento normale e sono molto lontani dall'intorno dello zero, questi sono significativi come mostrato in Fig. 4.30:

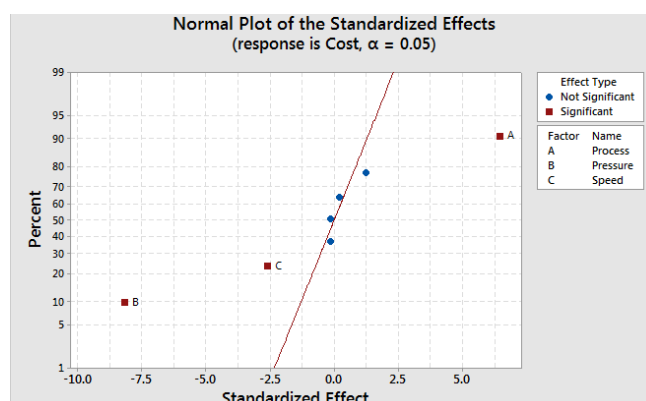


Fig. 4.30: Esempio di Normal probability plot di Minitab

Capitolo 5

Risultati sperimentali

Introduzione

Nel capitolo seguente si riportano i risultati ottenuti dalle prove descritte nel **Capitolo 4** e si analizzerà ciò che è stato ottenuto dall'analisi di Design of Experiment effettuata mediante il software Minitab®. Si è cercato di ottenere i valori di risposta che rappresentassero i parametri considerati e che avessero almeno una valenza ai fini statistici per definire una combinazione ottimale dei parametri in **Fig. 5.29**.

1. Analisi macrografica

Come già descritto in precedenza, si sono ottenute le valutazioni macrografiche mediante il confronto tra i campioni da valutare ed una scala i cui valori sono ciascuno rappresentati da una immagine tipo. Queste scale non sono illustrate in questo studio in quanto facenti parte del know how aziendale. Inoltre, essendo le situazioni valutate non totalmente corrispondenti a quelle descritte dalle immagini di confronto, perché raffiguranti delle situazioni incerte fra i due fronti, si è deciso di fornire delle valutazioni intermedie in maniera tale anche da rendere questi dati meglio interpolabili dal DoE. Qui di seguito si riportano i risultati dell'analisi sulla sezione trasversale e longitudinale del blumo:

SEZIONE LONGITUDINALE - LASTRA						
Parametri di Valutazione	COLATA 1			COLATA 2		
	A	B	C	A	B	C
Porosità	0,25	1	1,25	2	0,25	0,75
Lingottismo	1,5	1,5	1,5	1,5	1	1,5
Presenza cricche	NO	NO	NO	NO	NO	NO

Fig. 5.1: Tabella dei risultati dell'analisi macrografica sulla sezione longitudinale

SEZIONE TRASVERSALE - TONDO						
Parametri di Valutazione	COLATA 1			COLATA 2		
	A	B	C	A	B	C
Dark center	0,5	1,2	0,7	0	0,3	0,6
White band	0,6	0,5	0,2	0	0	0
Sub surface	0	0	0	0	0	0
Raggio Pelle	0,4 cm	0,5 cm	0,5 cm	0,5 cm	0,4 cm	0,5 cm
Raggio Colonnare	12 cm	12,5 cm	13 cm	12 cm	12,8cm	11 cm
Diametro Equiassica media misurata	18 cm	17 cm	16.5 cm	18 cm	18 cm	20 cm

Fig. 5.2: Tabella dei risultati dell'analisi macrografica sulla sezione trasversale

Di seguito sono riportate le foto delle sezioni analizzate disposte per colonne nel seguente ordine:

sezione longitudinale direzione estradosso - intradosso, direzione sinistra - destra e sezione trasversale



Fig. 5.3: Sezioni analizzate del campione COLATA 1 – A

Fig. 5.4: Sezioni analizzate del campione COLATA 1 – B



Fig. 5.5: Sezioni analizzate del campione COLATA 1 – C

Fig. 5.6: Sezioni analizzate del campione COLATA 2 – A



Fig. 5.7: Sezioni analizzate del campione COLATA 2 – B

Fig. 5.8: Sezioni analizzate del campione COLATA 2 – C

2. Bandosità

Per quanto riguarda il parametro di bandosità, si è deciso di ottenere i dati utili per il DoE mediante il metodo illustrato nel Paragrafo 4.2.2 in quanto permette di avere dei dati idonei all'analisi statistica. I dati ottenuti rapportando il numero di incroci di fase in direzione trasversale con quella parallela all'asse del blumo, ovvero gli indici di anisotropia dei vari campioni trattati sono i seguenti:

COLATA 1	Indice di anisotropia	COLATA 2	Indice di anisotropia
A	1,06	A	1,04
B	1,03	B	1,17
C	0,97	C	1,35

Fig. 5.9: Tabella degli indici di anisotropia

Questo dato va inteso in maniera tale per cui più l'indice si avvicina a 1 e maggiore sarà il grado di isotropia delle fasi presenti al microscopio ottico, ovvero tendono di più al grado 0 secondo il metodo definito dalla norma europea UNI 8449, definita al *Paragrafo 4.1*.

Qui di seguito vengono riportate alcune immagini dal microscopio ottico elaborate poi con Image J®:

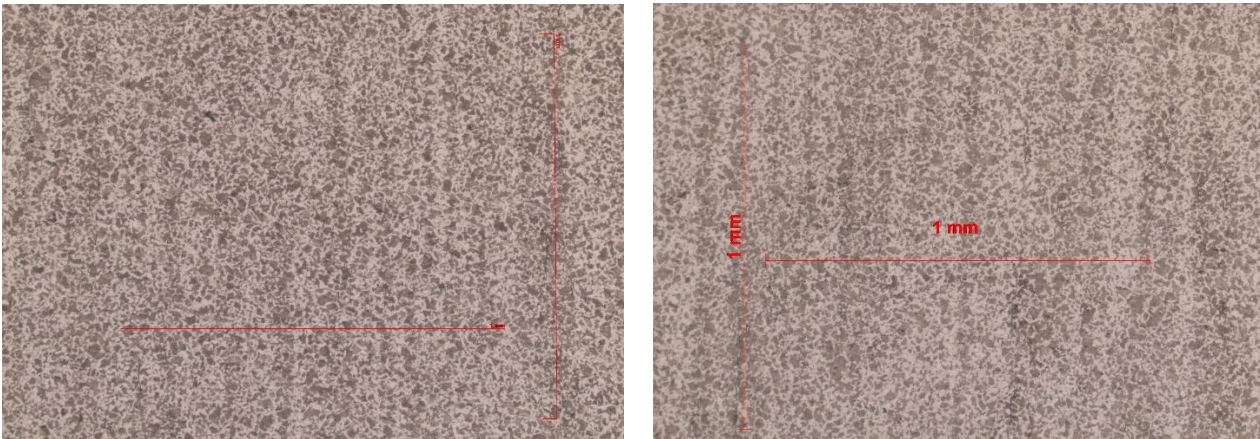


Fig. 5.10: Micrografie ottenute al microscopio ottico di campioni di COLATA 1 – A rispettivamente dei campioni 1 e 2

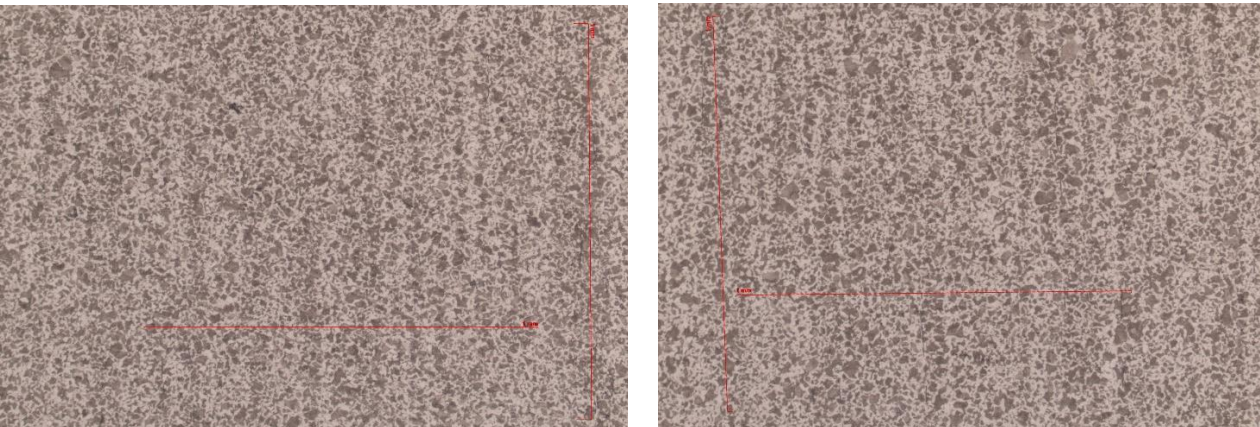


Fig. 5.11: Micrografie ottenute al microscopio ottico di campioni di COLATA 1 – B rispettivamente dei campioni 1 e 2

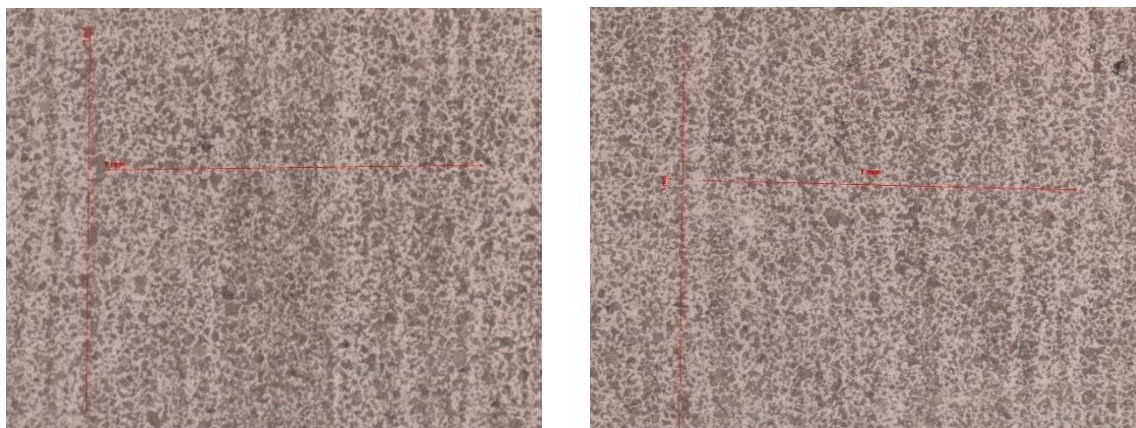


Fig. 5.12: Micrografie ottenute al microscopio ottico di campioni di COLATA 1 – C rispettivamente dei campioni 1 e 2

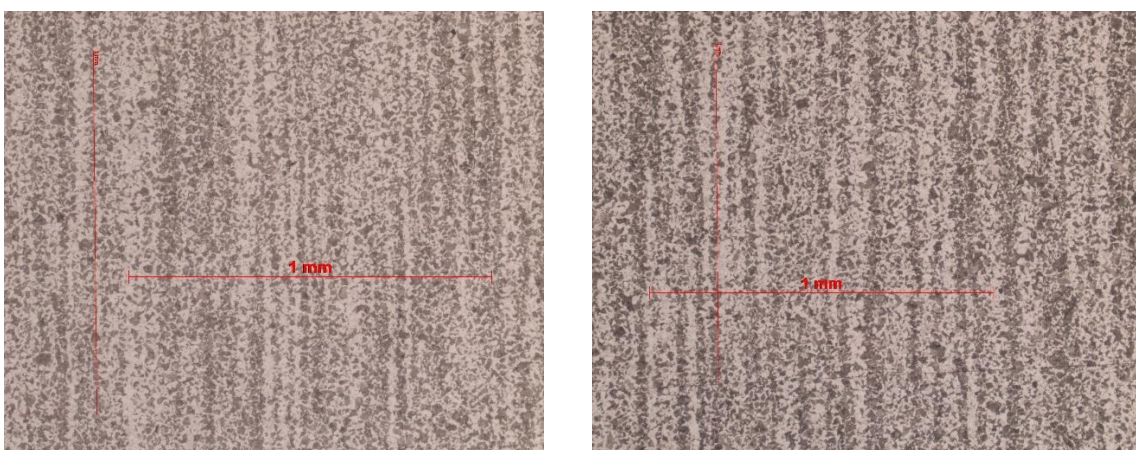


Fig. 5.13: Micrografie ottenute al microscopio ottico di campioni di COLATA 2 – A rispettivamente dei campioni 1 e 2

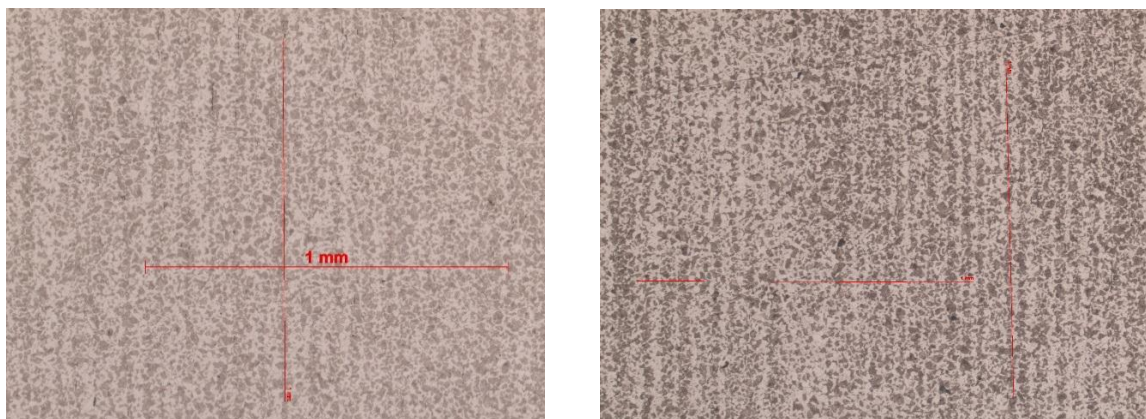


Fig. 5.14: Micrografie ottenute al microscopio ottico di campioni di COLATA 2 – B rispettivamente dei campioni 1 e 2

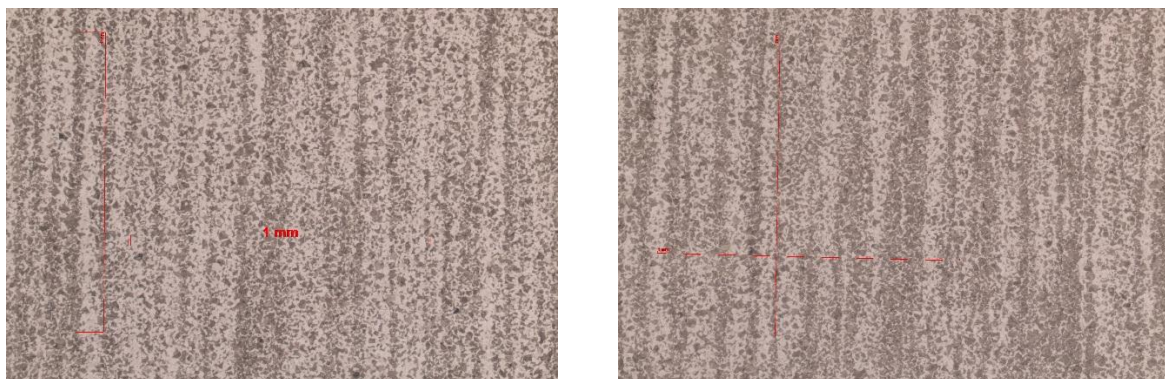


Fig. 5.15: Micrografie ottenute al microscopio ottico di campioni di COLATA 2 – C rispettivamente dei campioni 1 e 2

3. Analisi inclusionale attraverso il sistema iSpark

Attraverso l'analisi inclusionale col sistema iSpark si è potuto inserire nel DoE dei valori di risposta più caratteristici per tipo di inclusione presenti nel materiale. Si è estrapolata la concentrazione in peso delle inclusioni di Al_2O_3 , CaO, MgO e Solfuri da cui si sono ottenute le deviazioni standard:

DEVIAZIONI STANDARD CONCENTRAZIONI				
COLATA 1	Al_2O_3 c	CaO c	MgO c	Solfuri c
A	0,001467	0,0000368	0,000019	0,00207
B	0,000729	0,0000306	0,000026	0,00220
C	0,000566	0,0000503	0,000019	0,00244
COLATA 2	Al_2O_3 c	CaO c	MgO c	Solfuri c
A	0,000698	0,0000346	0,0000179	0,001888
B	0,000962	0,0000263	0,0000139	0,002061
C	0,000463	0,0000280	0,0000195	0,001725

Fig. 5.16: Deviazione standard di concentrazione delle inclusioni

Oltre a questi dati ne sono stati estrapolati altri che permettono di approfondire la situazione inerente alla distribuzione di ossidi e solfuri, sia dal punto di vista chimico sia dal punto di vista dimensionale. Per valutare la distribuzione dei solfuri si è interpolato in maniera quadratica la curva formata dalle deviazioni standard delle concentrazioni sull'intero profilo in direzione trasversale all'asse del blumo, la cui convessità, ovvero il modulo del coefficiente della variabile quadratica, viene inserita nel DoE:

DISTRIBUZIONE SOLFURI		
COLATA	Convessità (S)	Convessità (S)x100000
1 A	0,00004101	4,1
1 B	0,00004843	4,8
1 C	0,00004857	4,9
2 A	0,00003679	3,7
2 B	0,00004034	4,0
2 C	0,00003801	3,8

Fig. 5.17: Valori di convessità ottenuti dall'interpolazione quadratica delle curve di distribuzione

La convessità è dovuta al fatto che lo zolfo tende a segregare verso il centro, formando dei composti basso fondenti e tendendo quindi ad isolarsi maggiormente verso l'interno mentre la solidificazione avanza verso l'asse centrale del blumo durante il processo di colata continua.

Le curve da cui si sono ottenuti i dati di convessità, in *Fig. 5.17*, vengono riportate qui di seguito:

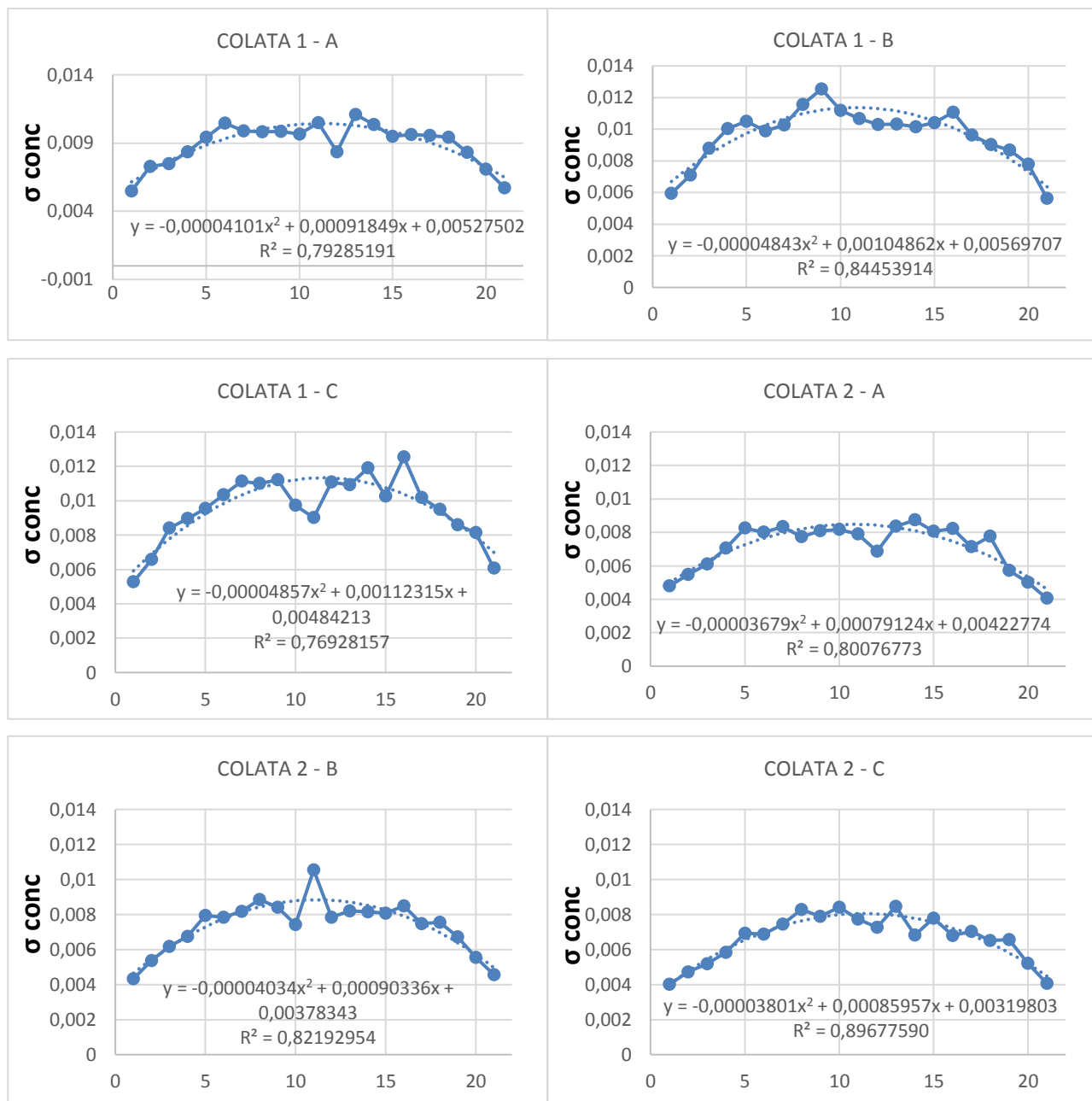


Fig. 5.18: Curve di distribuzione dei solfuri lungo il profilo del blumo

Un procedimento analogo è stato eseguito per il rapporto tra lo zolfo presente nei solfuri e quello in lega, dove il valore ottenuto è un altro dato di convessità degli andamenti del rapporto lungo il profilo:

ID	(S)/[S]
COLATA 1 – A	1,525
COLATA 1 – B	1,711
COLATA 1 – C	2,218
COLATA 2 – A	1,908
COLATA 2 – B	1,891
COLATA 2 – C	2,230

Fig. 5.19: Valori di convessità ottenuti attraverso l'interpolazione quadratica delle curve formate dai rapporti tra zolfo inclusionale e in lega lungo il profilo della sezione

Qui di seguito vengono riportate le curve da cui sono stati ottenuti i valori da inserire nel DoE:

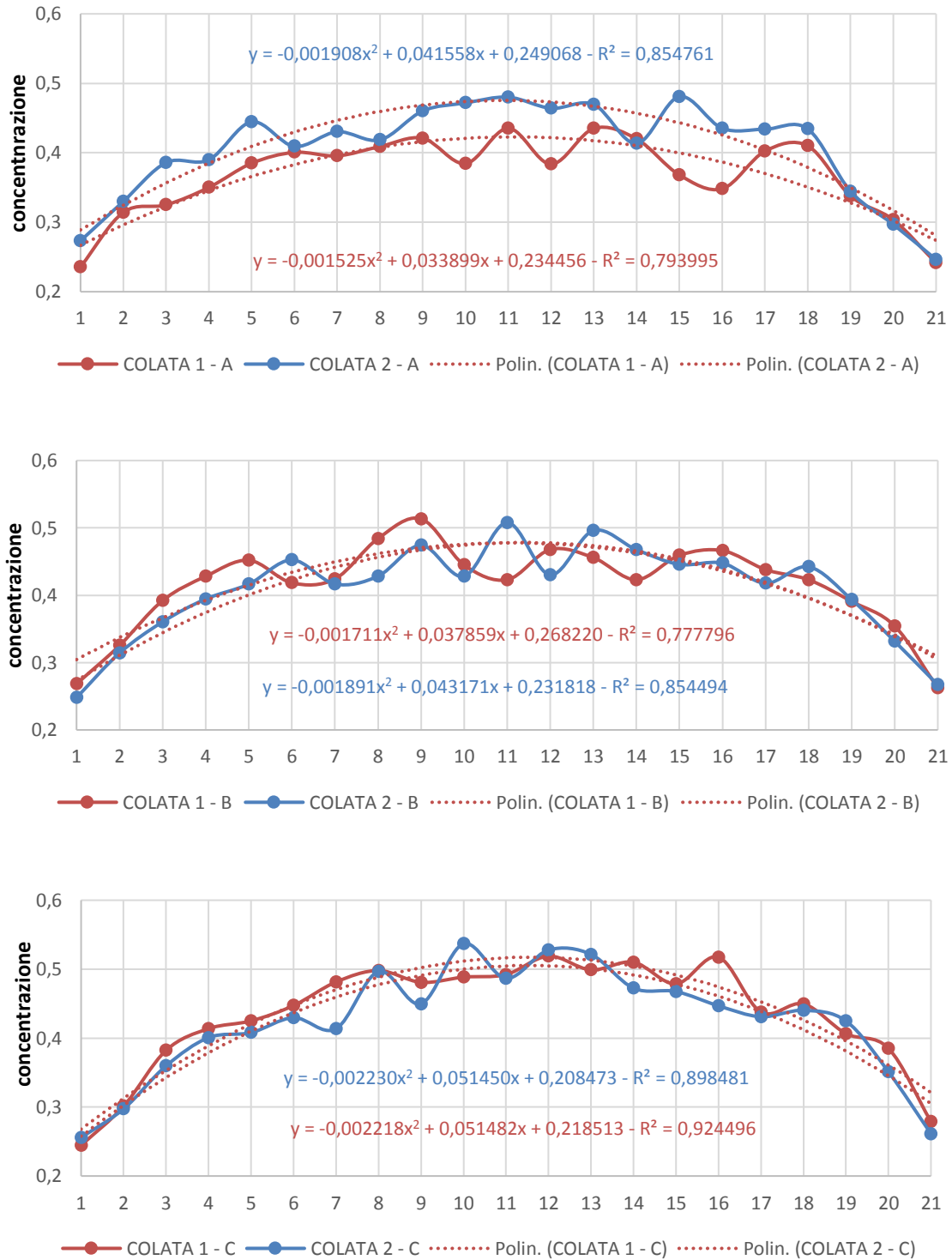


Fig. 5.20: Curve di distribuzione del rapporto dello zolfo nei solfuri ed in lega lungo il profilo del blumo

Inoltre, sono stati integrati nel DoE anche dati più specifici sulla distribuzione dal punto di vista dimensionale classificando ossidi e solfuri in small (2 - 4 μm), medium (4 - 12 μm) e large (> 12 μm):

ID	Deviazione Standard Solfuri			Deviazione Standard Ossidi		
	Small	Medium	Large	Small	Medium	Large
COLATA 1 A	30,65	11,11	3,52	30,24	4,71	2,15
COLATA 1 B	32,31	10,95	3,67	5,87	1,60	1,96
COLATA 1 C	29,82	12,70	4,81	7,89	1,62	1,56
COLATA 2 A	31,42	10,25	3,94	6,96	1,54	1,81
COLATA 2 B	26,81	10,08	4,63	12,21	1,71	2,20
COLATA 2 C	29,17	12,40	6,73	5,88	1,47	1,37

Fig. 5.21: Tabella dati deviazioni standard solfuri e ossidi dal punto di vista dimensionale

4. Analisi di composizione

Per quanto riguarda l'analisi di composizione sono stati considerati questi elementi: C, Mn, Cr e S. Di questi ne viene studiata la distribuzione elementi sono i più importanti per la lega 20MnCr5. Il parametro utilizzato nel DoE è la deviazione standard della concentrazione, questo permette di determinare quale campione abbia la distribuzione più omogenea ovvero minore è la deviazione standard minore è la variabilità dei dati dalla media e quindi più omogenea sarà la distribuzione.

DEVIAZIONE STANDARD DEGLI ELEMENTI IN LEGA				
ID	C	Mn	Cr	S
COLATA 1 A	0.011009	0.02039	0.012554	0.00347
COLATA 1 B	0.00909	0.023478	0.018027	0.00399
COLATA 1 C	0.011494	0.026199	0.016392	0.00369
COLATA 2 A	0.011204	0.02587	0.01623	0.00368
COLATA 2 B	0.010424	0.022456	0.01417	0.00316
COLATA 2 C	0.010135	0.029129	0.017099	0.00391

Fig. 5.22: Tabella delle deviazioni standard degli elementi in lega principali

Qui di seguito viene mostrata la distribuzione in 2D dell'intera sezione analizzata di ogni campione dove l'ordinata è la direzione estradosso - intradosso e l'ascissa la direzione longitudinale del blumo:

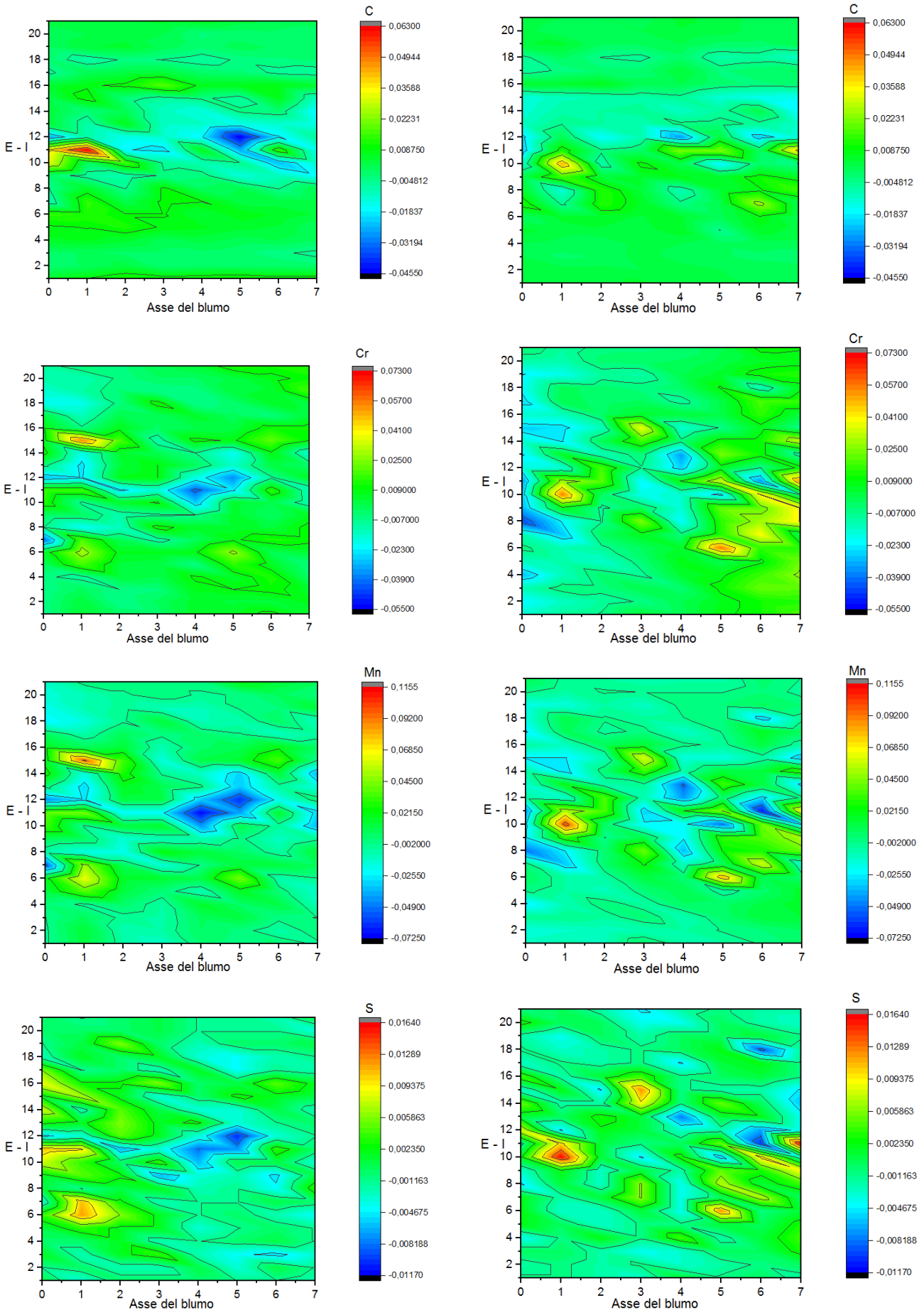


Fig. 5.23: Distribuzione di Colata 1 - A di C, Cr, Mn e S

Fig. 5.24: Distribuzione di Colata 1 - B di C, Cr, Mn e S

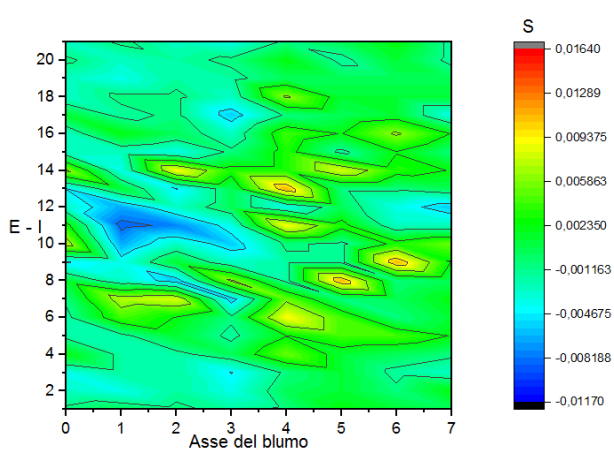
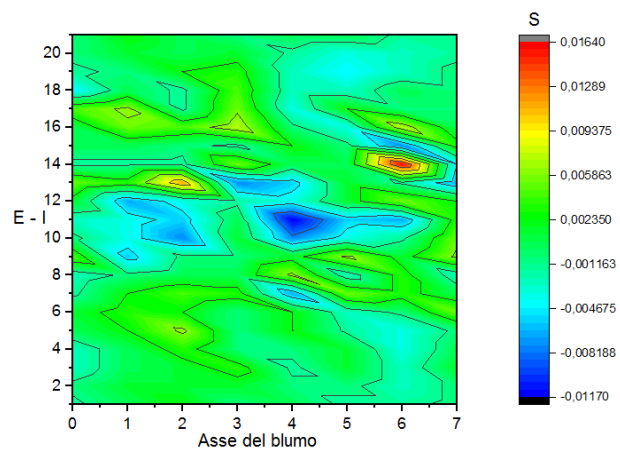
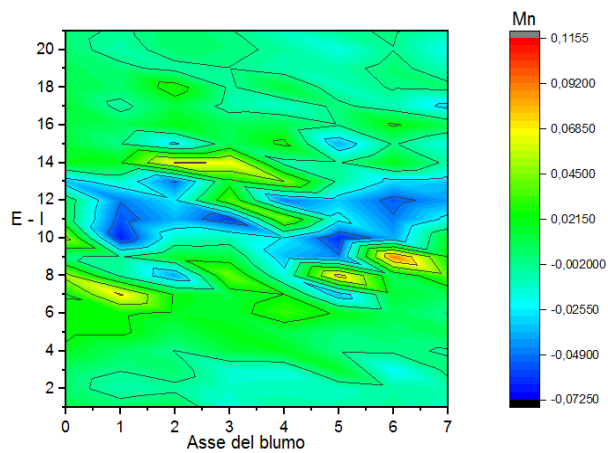
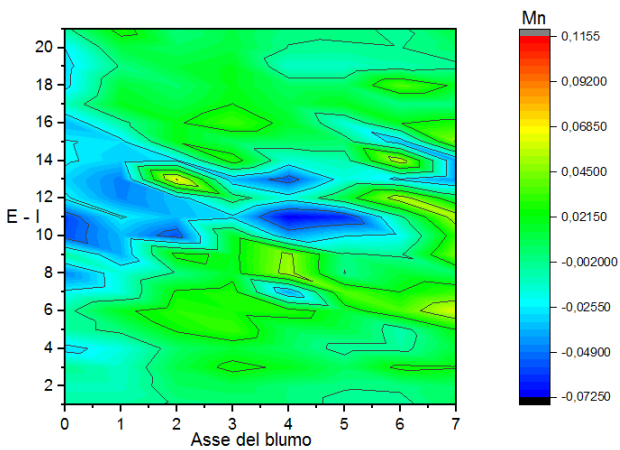
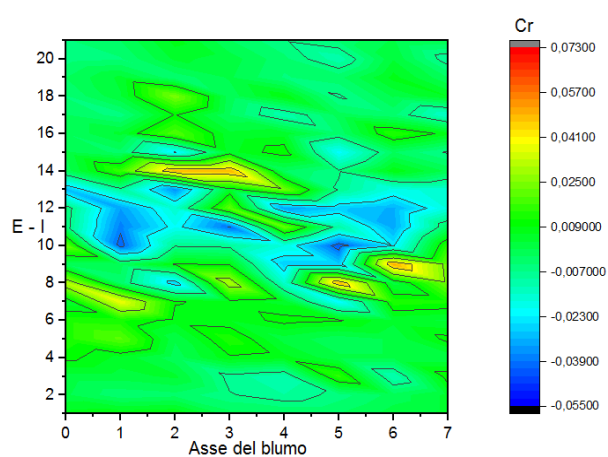
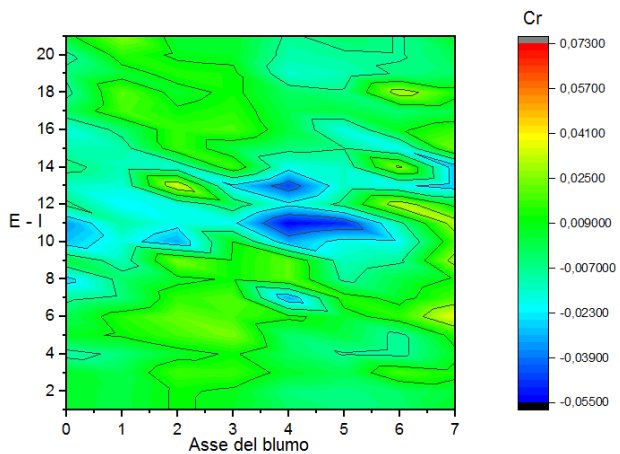
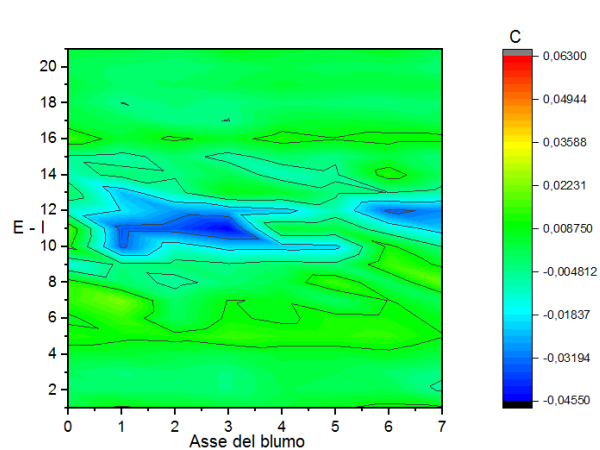
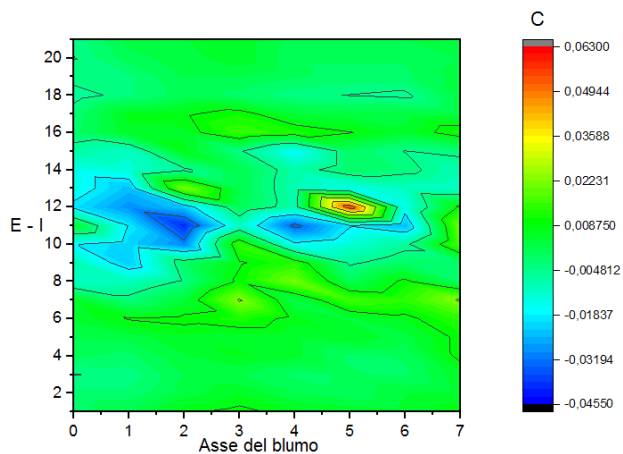


Fig. 5.25: Distribuzione di Colata 1 - C di C, Cr, Mn e S

Fig. 5.26: Distribuzione di Colata 2 - A di C, Cr, Mn e S

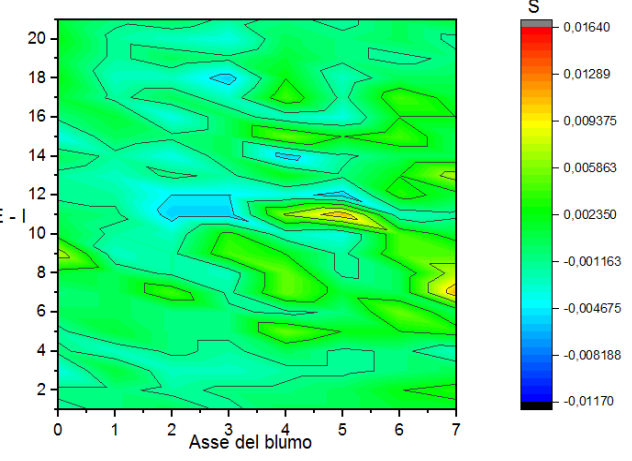
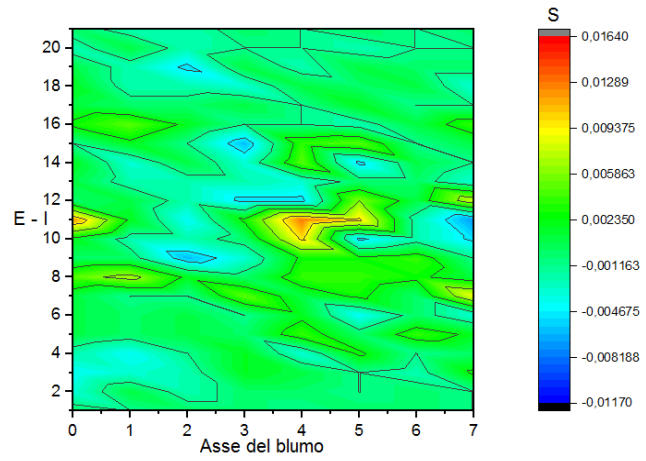
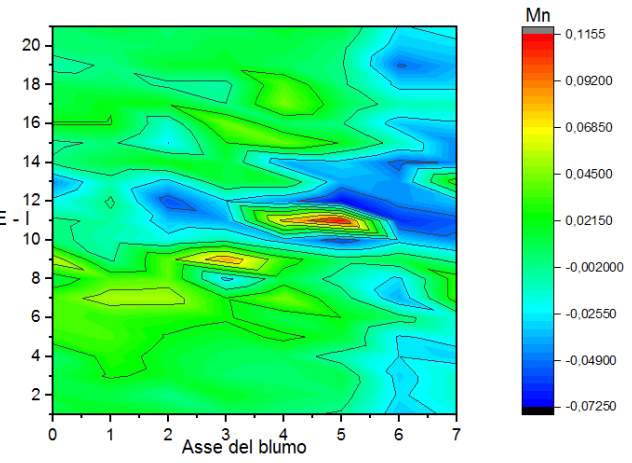
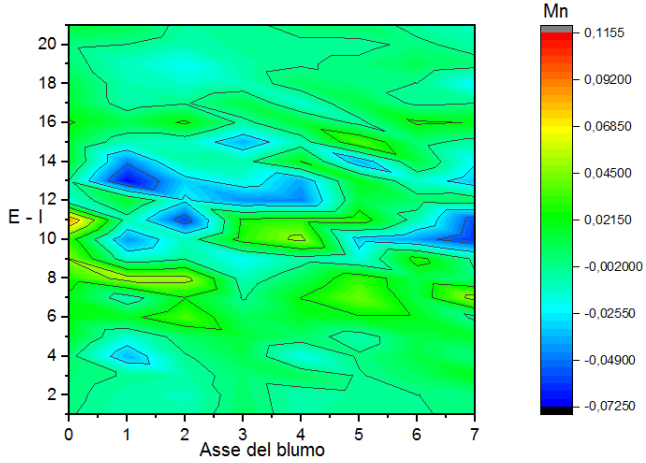
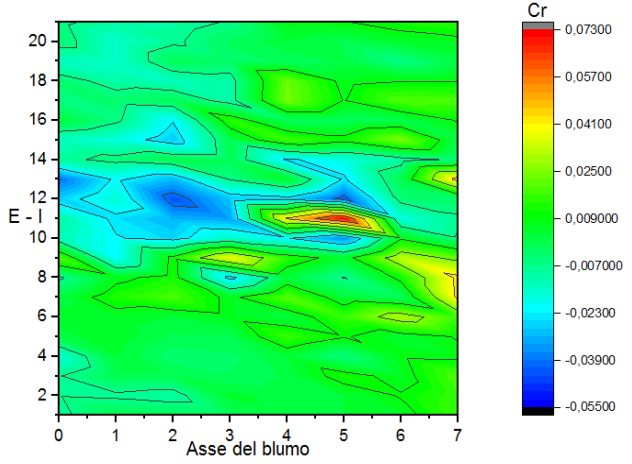
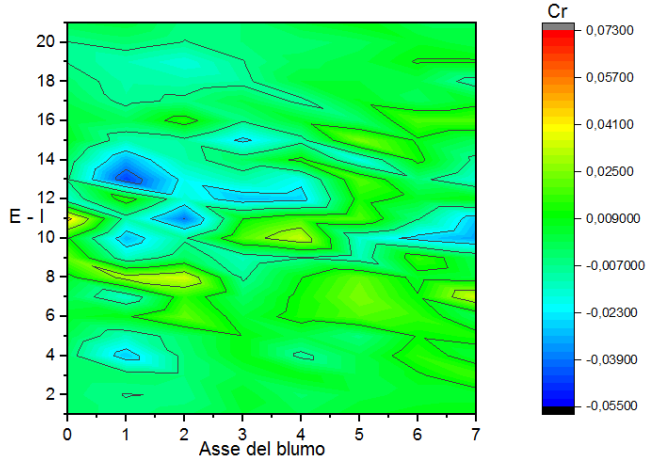
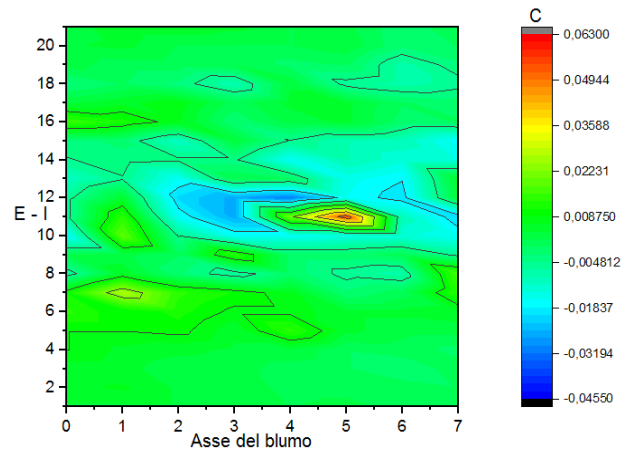
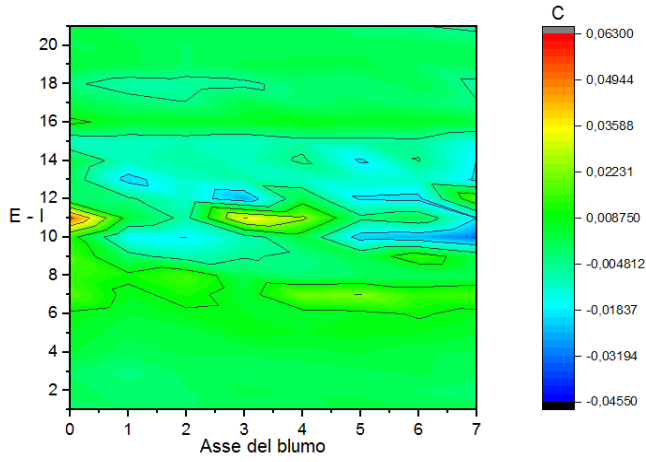


Fig. 5.27: Distribuzione di Colata 2 - B di C, Cr, Mn e S

Fig. 5.28: Distribuzione di Colata 2 - C di C, Cr, Mn e S

5. Risultati dell'analisi di Design of Experiment

Qui di seguito si ripropone la tabella dei parametri raffiguranti le varie condizioni studiate nel DoE:

PARAMETRI	LINEA A	LINEA B	LINEA C	COLATA
SEMS [A]	150	150	125	1
TM [sec]	10	30	20	
V [m/min]	0.4	0.46	0.43	
SEMS [A]	100	100	100	2
TM [sec]	30	10	Normale	
V [m/min]	0.4	0.46	0.43	

Fig. 5.29: Parametri per ogni colata, in rosso viene indicato il punto centrale del DoE e in verde la linea di controllo

Prima di tutto, c'è da considerare che in questa analisi DoE non sono stati integrati i dati ottenuti dai test sperimentali del campione Colata 2 – Linea C perché viene usato solo come linea di controllo. Come già spiegato nel Paragrafo 5 del **Capitolo 4** questa analisi di Design of Experiment è composta da un disegno fattoriale 2^3 frazionato, che comprende 4 casi di studio, compreso il punto centrale. Sinteticamente la procedura di Design of Experiment, prevede l'analisi della significatività degli effetti principali e delle loro interazioni, mediante un'analisi di ANOVA a due vie, mentre al fine di estrapolare un modello che descriva l'andamento dei fattori significativi si è svolta una regressione. Di tutti i test effettuati questi sono i valori di risposta che sono risultati significativi secondo il DoE:

ID	PARAMETRI			VALORI DI RISPOSTA CON RELAZIONI SIGNIFICATIVE					
	SEMS	TM	V	WHITE BAND	σ_{Cr}	σ_{Mn}	σ_S	$\sigma_{Smedium}$	Scarto %
C1 LA	150	30	0.46	0.5	0.0180	0.0235	0.00399	10.95	0
C1 LB	150	10	0.40	0.6	0.0125	0.0204	0.00347	11.11	25
C1 LC	125	20	0.43	0.2	0.0169	0.0262	0.00369	12.7	9
C2 LA	100	10	0.46	0	0.0142	0.0225	0.00316	10.08	7.6
C2 LB	100	30	0.40	0	0.0162	0.0259	0.00368	10.25	35.8

Fig. 5.30: Tabella dei valori di risposta con relazioni significative secondo il metodo statistico di Design of Experiment in cui i vari casi considerati vengono abbreviati con il seguente formato: C(olata) 1 – L(inea) B

Qui di seguito si riportano i valori di risposta con i rispettivi fattori ed interazioni significativi:

VALORI DI RISPOSTA	FATTORI PRINCIPALI	INTERAZIONI
WHITE BAND	SEMS	TM - V
Dev Cr	TM - V	-
Dev Mn	SEMS - TM	-
Dev S	SEMS - TM	-
Dev S medium	SEMS - V	-
Scarto %	V	-

Fig. 5.31: Tabella dei fattori principali ed interazioni significativi secondo il metodo statistico di Design of Experiment

Qui di seguito si riportano le analisi complete, i grafici e i diagrammi ottenuti dall'analisi statistica.

5.1 White Band

Factorial Regression: WHITE BAND versus TM; V; CenterPt

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	4	0,312000	0,078000	*	*
Linear	2	0,005000	0,002500	*	*
TM	1	0,002500	0,002500	*	*
V	1	0,002500	0,002500	*	*
2-Way Interactions	1	0,302500	0,302500	*	*
TM*V	1	0,302500	0,302500	*	*
Curvature	1	0,004500	0,004500	*	*
Error	0	*	*		
Total	4	0,312000			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
*	100,00%	*	*

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE	T-Value	P-Value	VIF
Constant		0,2750	*	*	*	
TM	-0,05000	-0,02500	*	*	*	1,00
V	-0,05000	-0,02500	*	*	*	1,00
TM*V	0,5500	0,2750	*	*	*	1,00
Ct Pt		-0,07500	*	*	*	1,00

Regression Equation in Uncoded Units

$$\text{WHITE BAND} = 8,567 - 0,3967 \text{ TM} - 19,17 \text{ V} + 0,9167 \text{ TM*V} - 0,07500 \text{ Ct Pt}$$

* NOTE * Could not graph the specified residual type because MSE = 0 or the degrees of freedom for error = 0.

Fig. 5.32: Factorial Regression per il caso White band con interazione TM – V significativa

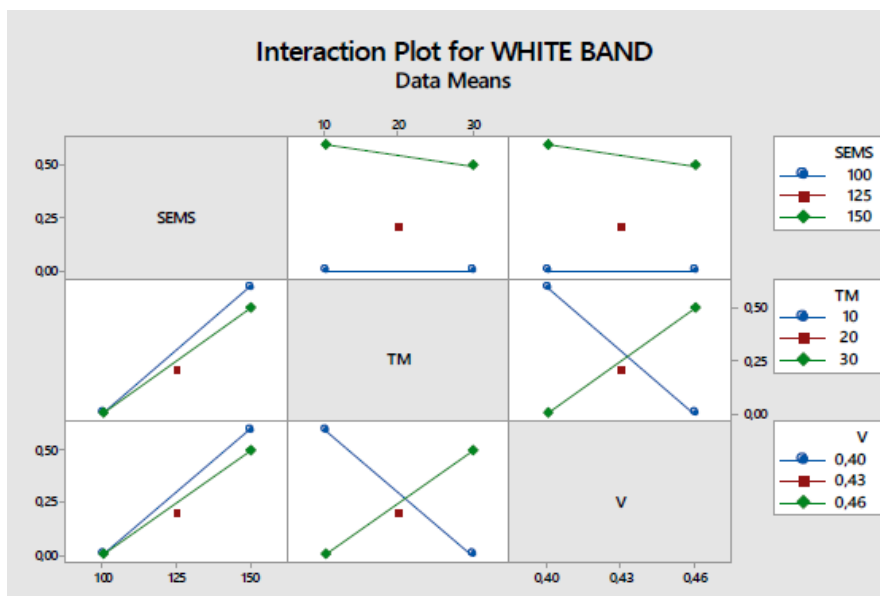


Fig. 5.33: Interaction plot per il caso White band con interazione TM – V significativa

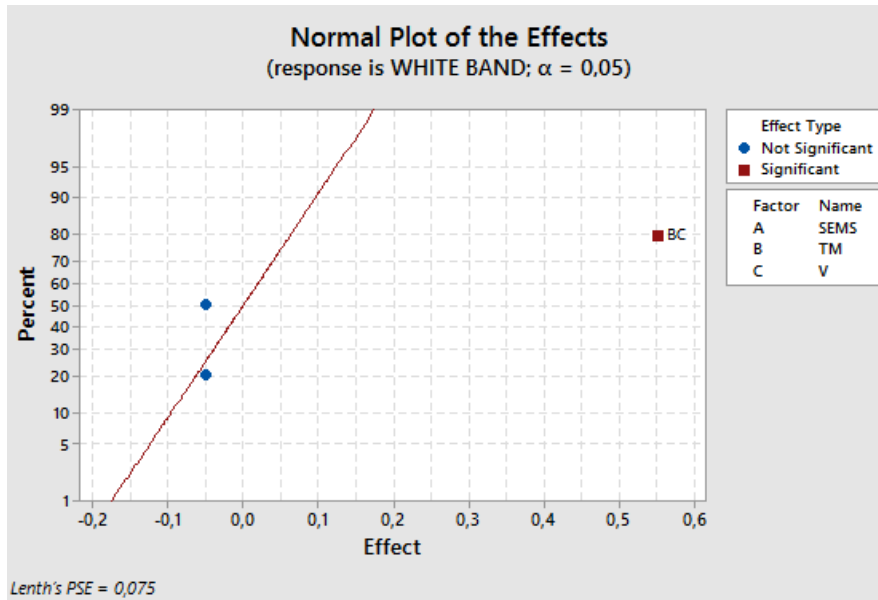


Fig. 5.34: Normal plot per il caso White band con interazione TM – V significativa

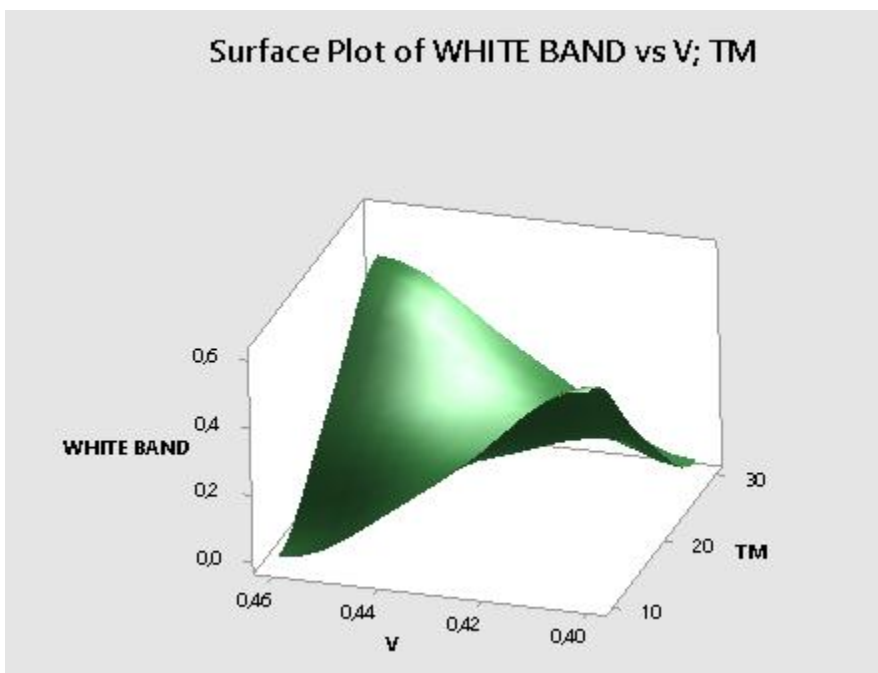


Fig. 5.35: Surface plot per il caso White band con interazione TM – V significativa

Dal Factorial Regression non si è in grado di risalire ai valori di P-value della tabella ANOVA a causa dell'errore quadratico medio pari a 0, essendo i dati perfettamente interpolati dal modello, pertanto il Factorial Regression restituisce solamente l'equazione del modello ottenuto ed il valore di R^2 . Dagli andamenti inversi nella sezione di confronto TM – V nell'Interaction plot si denota che vi è un'interazione forte tra i fattori, confermato dal Normal plot in cui solo l'interazione è significativa. Dalla rappresentazione grafica del modello nel Surface plot si evince che le situazioni migliori si hanno a 0,46 m/min – 10 sec e a 0,40 m/min e 10 sec, entrambi i dati sono legati dal SEMS a 100 A.

Factorial Regression: WHITE BAND versus SEMS; TM; CenterPt

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	4	0,312000	0,078000	*	*
Linear	2	0,305000	0,152500	*	*
SEMS	1	0,302500	0,302500	*	*
TM	1	0,002500	0,002500	*	*
2-Way Interactions	1	0,002500	0,002500	*	*
SEMS*TM	1	0,002500	0,002500	*	*
Curvature	1	0,004500	0,004500	*	*
Error	0	*	*		
Total	4	0,312000			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
*	100,00%	*	*

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE	T-Value	P-Value	VIF
Constant		0,2750	*	*	*	
SEMS	0,5500	0,2750	*	*	*	1,00
TM	-0,05000	-0,02500	*	*	*	1,00
SEMS*TM	-0,05000	-0,02500	*	*	*	1,00
Ct Pt		-0,07500	*	*	*	1,00

Regression Equation in Uncoded Units

WHITE BAND = -1,300 + 0,01300 SEMS + 0,01000 TM - 0,000100 SEMS*TM - 0,07500 Ct Pt

* NOTE * Could not graph the specified residual type because MSE = 0 or the degrees of freedom for error = 0

Fig. 5.36: Factorial Regression per il caso White band con fattore SEMS significativo

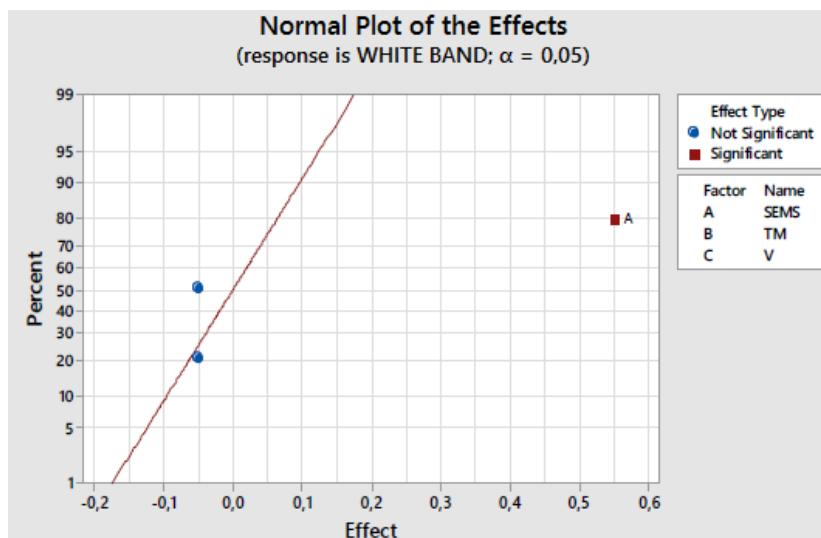


Fig. 5.37: Normal plot per il caso White band con fattore SEMS significativo

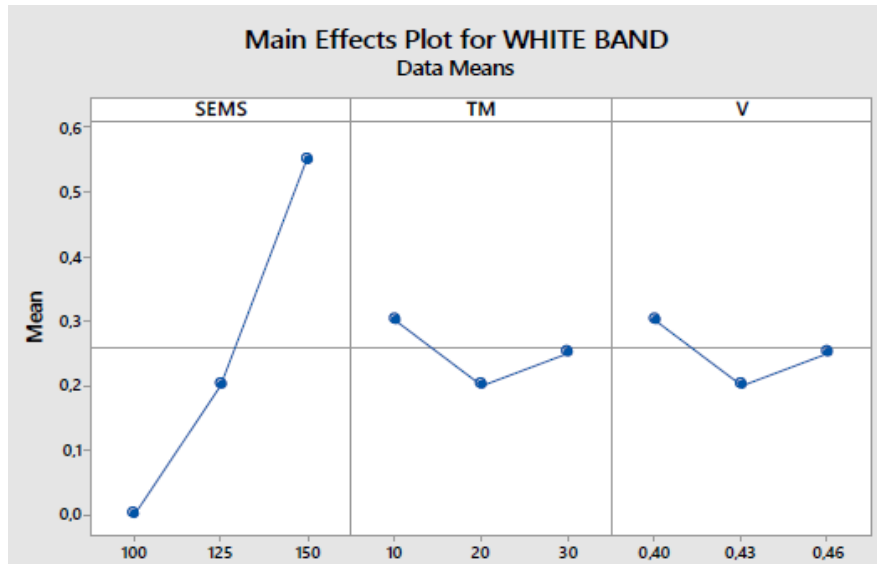


Fig. 5.38: Main effect plot per il caso White band

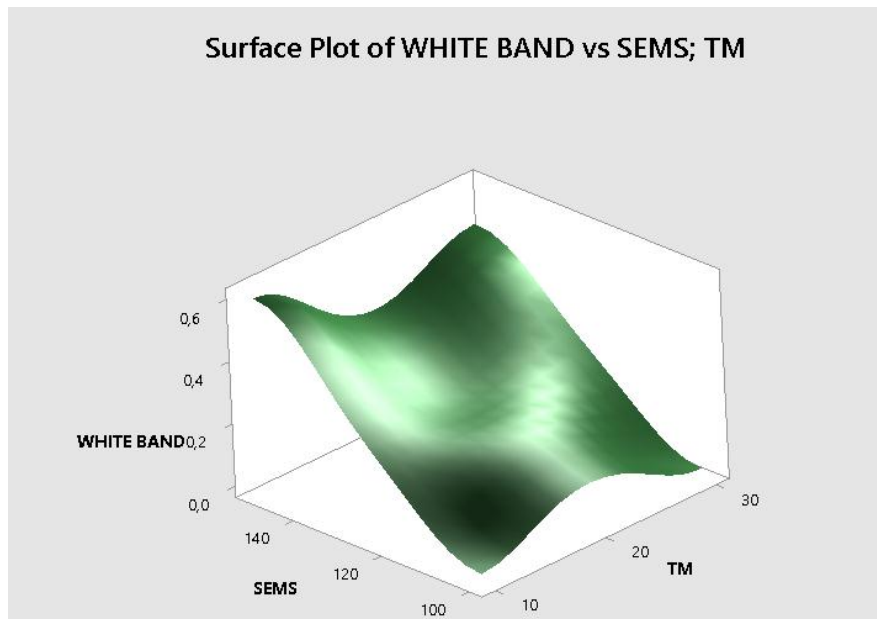


Fig. 5.39: Surface plot per il caso White band con fattore SEMS significativo

Dal Factorial Regression si rileva la stessa problematica evidenziata anche nel caso precedente legato all'errore quadratico medio a 0, ma da cui si può ricavare l'equazione della curva di regressione e R^2 . Analizzando il Normal Probability plot si evince che il solo fattore SEMS risulta essere significativo ai fini statistici essendo l'unico fattore ad essere lontano dall'andamento normale rispetto agli altri. Infatti dal Main Effect plot si conferma che il maggiore effetto del fattore singolo è causato dal SEMS. Dal Surface Plot si evince che i casi migliori sono accomunati dall'aver un fattore SEMS di 100 A. Questo conferma che il risultato migliore per quanto riguarda il parametro white band lo si ha procedendo con l'applicazione di un'intensità di corrente di 100 A allo stirrer magnetico di linea.

5.2 Deviazione Standard del tenore di Mn

Factorial Regression: Dev Mn versus SEMs; TM; CenterPt

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	3	0,000023	0,000008	294,55	0,043
Linear	2	0,000016	0,000008	292,40	0,041
SEMS	1	0,000005	0,000005	187,00	0,046
TM	1	0,000011	0,000011	397,79	0,032
Curvature	1	0,000008	0,000008	298,86	0,037
Error	1	0,000000	0,000000		
Total	4	0,000024			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,000163	99,89%	99,55%	*

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant		0,023049	0,000082	282,80	0,002	
SEMS	-0,002229	-0,001115	0,000082	-13,67	0,046	1,00
TM	0,003251	0,001626	0,000082	19,94	0,032	1,00
Ct Pt		0,003151	0,000182	17,29	0,037	1,00

Regression Equation in Uncoded Units

$$\text{Dev Mn} = 0,025370 - 0,000045 \text{ SEMs} + 0,000163 \text{ TM} + 0,003151 \text{ Ct Pt}$$

Fig. 5.40 Factorial Regression del caso Deviazione del Mn con SEMs e TM fattori singoli significativi

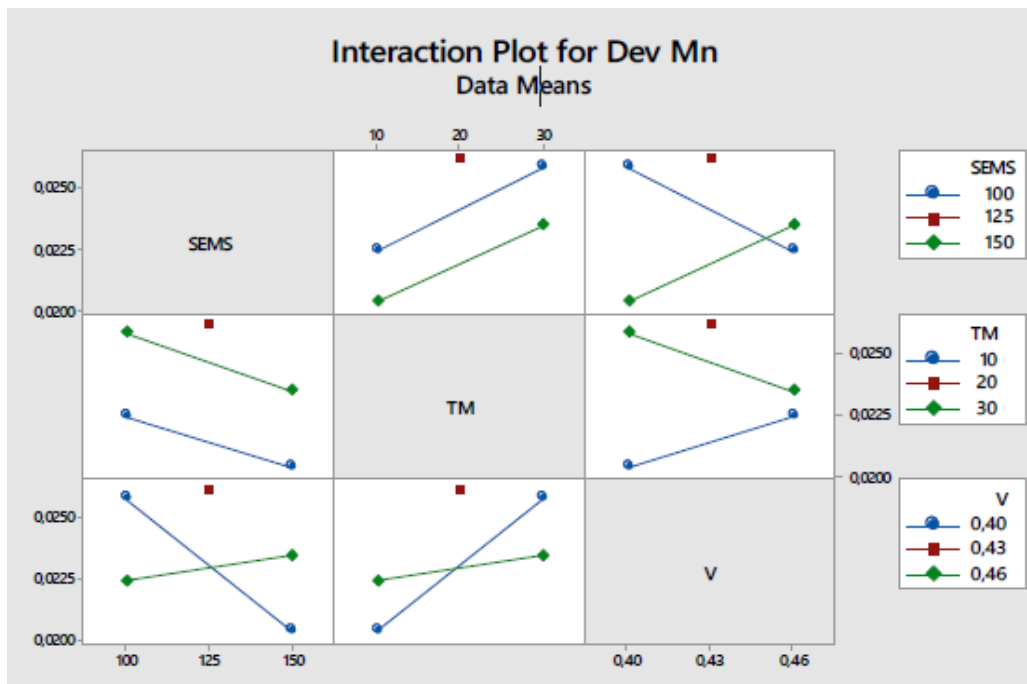


Fig. 5.41: Interaction plot del caso Deviazione standard del Mn con SEMs e TM fattori singoli significativi

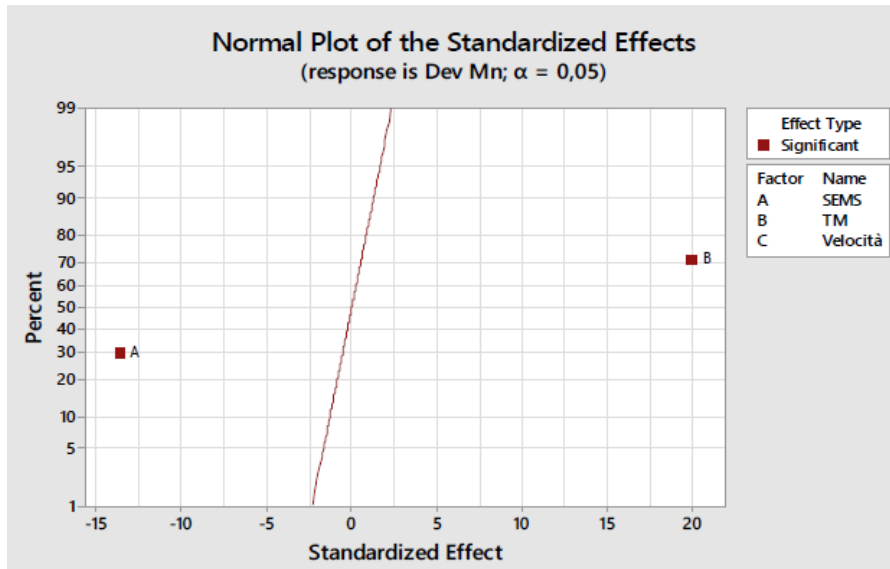


Fig. 5.42: Normal plot del caso Deviazione standard del Mn con SEMS e TM fattori singoli significativi

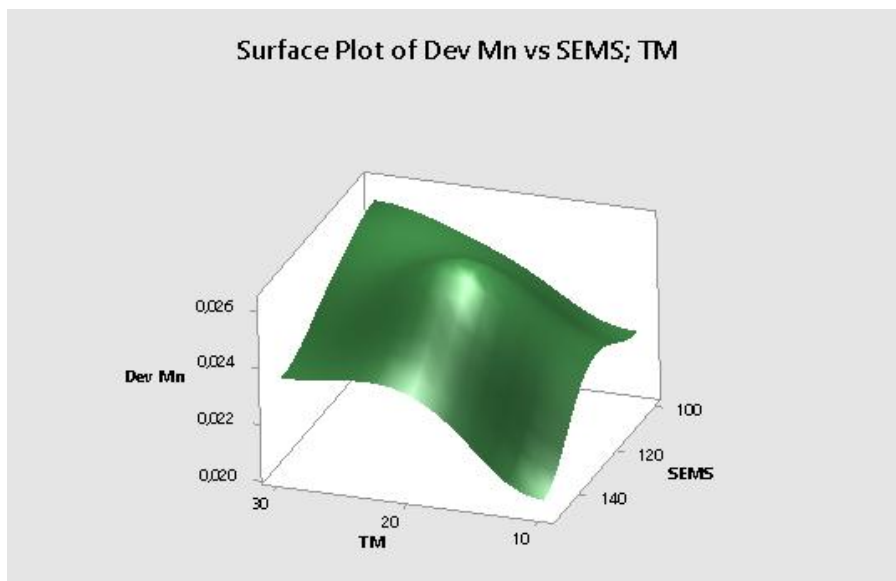


Fig. 5.43: Surface plot del caso Deviazione standard del Mn con SEMS e TM fattori singoli significativi

Dal Factorial Regression si evince, analizzando i valori di P-value, che sia il fattore SEMS sia TM sono significativi essendo al di sotto di 0.05, avvalorato graficamente dal Normal plot dove entrambi sono relativamente lontani dall'andamento normale, mentre l'equazione del modello descrive bene l'andamento dei dati essendo sia il valore di R^2 sia quello di R^2 adjusted molto alti, vicini al 100%. Se si considerava anche l'interazione tra i due fattori l'analisi statistica dava risultati insoddisfacenti, confermato dall'interaction plot in cui i due andamenti relativi a SEMS e TM sono paralleli fra loro. Il grafico di Surface plot mostra il risultato migliore con SEMS a 150 A e TM di 10 sec.

5.3 Deviazione Standard del tenore di Cr

Factorial Regression: Dev Cr versus TM; V; CenterPt

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	3	0,000019	0,000006	788,53	0,026
Linear	2	0,000017	0,000009	1043,84	0,022
TM	1	0,000014	0,000014	1732,12	0,015
V	1	0,000003	0,000003	355,56	0,034
Curvature	1	0,000002	0,000002	277,90	0,038
Error	1	0,000000	0,000000		
Total	4	0,000019			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,0000905	99,96%	99,83%	*

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant		0,015245	0,000045	336,91	0,002	
TM	0,003767	0,001883	0,000045	41,62	0,015	1,00
V	0,001707	0,000853	0,000045	18,86	0,034	1,00
Ct Pt		0,001687	0,000101	16,67	0,038	1,00

Regression Equation in Uncoded Units

$$\text{Dev Cr} = -0,000751 + 0,000188 \text{ TM} + 0,02844 \text{ V} + 0,001687 \text{ Ct Pt}$$

Fig. 5.44: Factorial Regression del caso Deviazione standard del tenore di Cr con V e TM fattori singoli significativi

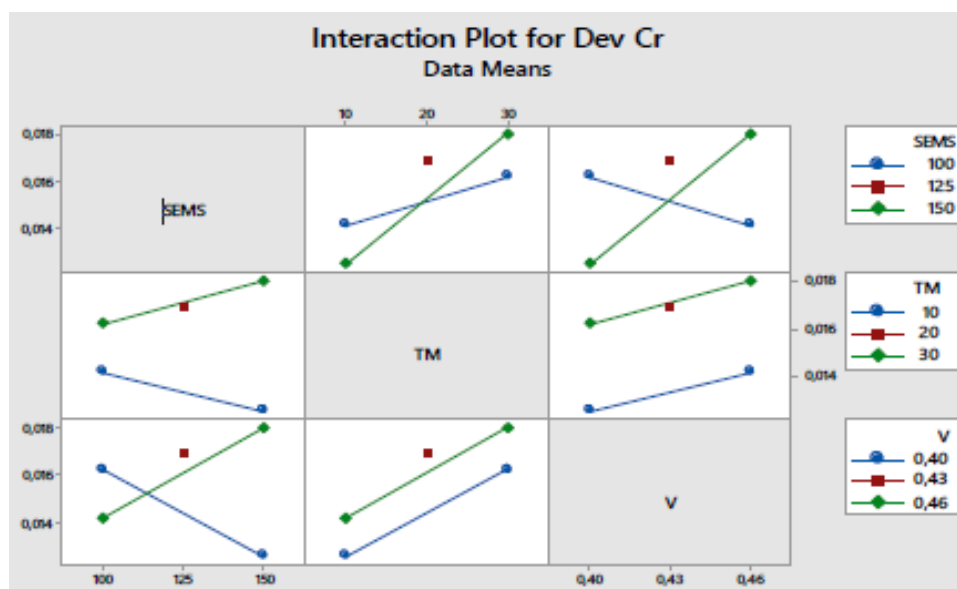


Fig. 5.45: Interaction plot del caso Deviazione standard del tenore di Cr con V e TM fattori singoli significativi

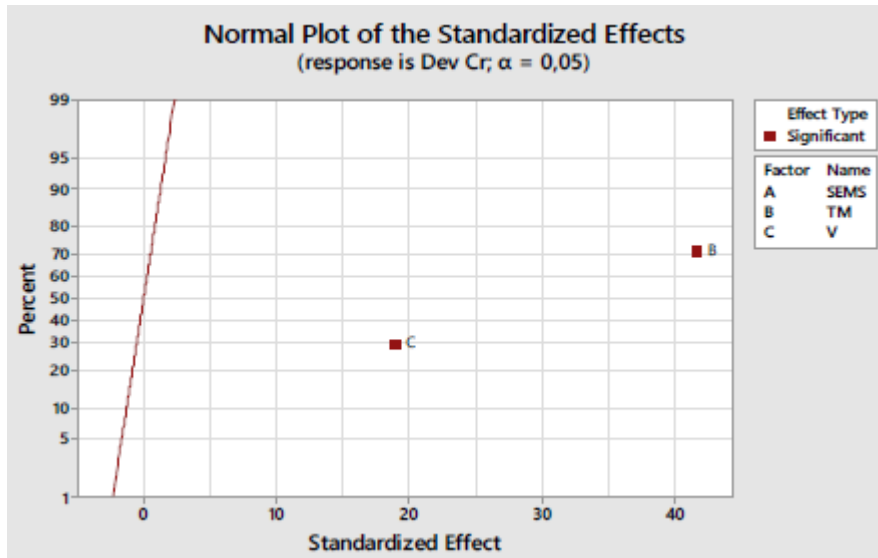


Fig. 5.46: Normal plot del caso Deviazione standard del tenore di Cr con V e TM fattori singoli significativi

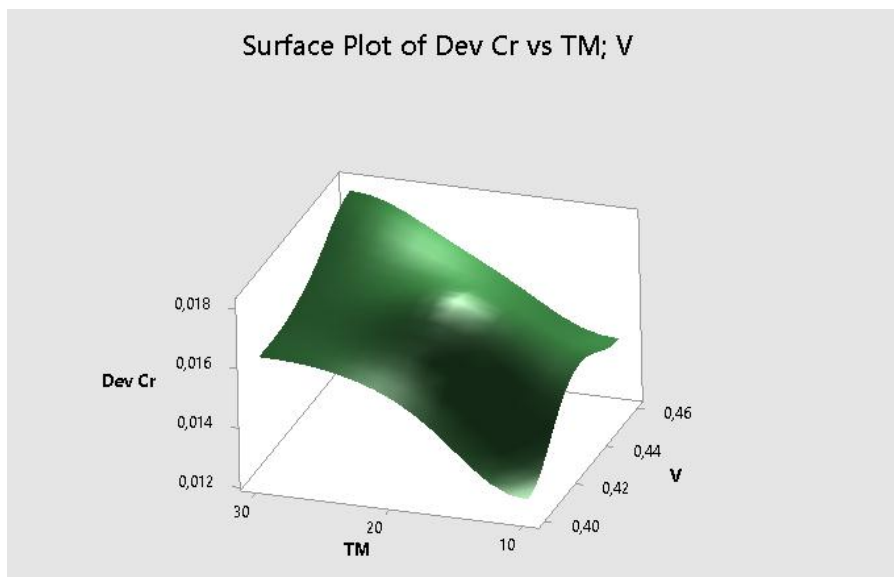


Fig. 5.47: Surface plot del caso Deviazione standard del tenore di Cr con V e TM fattori singoli significativi

Dal Factorial Regression si evince analizzando i valori di P-value che TM e V sono entrambi fattori significativi essendo al di sotto di 0.05, avvalorato graficamente dal Normal plot dove entrambi sono relativamente lontani dall'andamento normale, mentre l'equazione approssimata descrive bene l'andamento dei dati essendo sia il valore di R^2 sia quello di R^2 adjusted molto alti, vicini al 100%. Se si considerava anche l'interazione tra i due fattori l'analisi statistica dava risultati insoddisfacenti, confermato dall'interaction plot in cui i due andamenti relativi a V e TM sono paralleli fra loro. Il grafico di Surface plot mostra il risultato migliore con V a 0.46 m/min e TM di 10 sec.

5.4 Deviazione Standard del tenore di S

Factorial Regression: Dev S versus SEMS; TM; CenterPt

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	3	0,000000	0,000000	325963,68	0,001
Linear	2	0,000000	0,000000	475392,44	0,001
SEMS	1	0,000000	0,000000	246160,02	0,001
TM	1	0,000000	0,000000	704624,85	0,001
Curvature	1	0,000000	0,000000	27106,17	0,004
Error	1	0,000000	0,000000		
Total	4	0,000000			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,0000006	100,00%	100,00%	*

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant		0,003573	0,000000	11527,15	0,000	
SEMS	0,000308	0,000154	0,000000	496,15	0,001	1,00
TM	0,000520	0,000260	0,000000	839,42	0,001	1,00
Ct Pt		0,000114	0,000001	164,64	0,004	1,00

Regression Equation in Uncoded Units

$$\text{Dev S} = 0,002284 + 0,000006 \text{ SEMS} + 0,000026 \text{ TM} + 0,000114 \text{ Ct Pt}$$

* NOTE * The half-normal plot of effects is not displayed because the standard error for effects is 0.

* NOTE * There are no valid interactions to plot.

Fig. 5.48: Factorial Regression del caso Deviazione standard del tenore di S con SEMS e TM fattori singoli significativi



Fig. 5.49: Interaction plot del caso Deviazione standard del tenore di S con SEMS e TM fattori singoli significativi

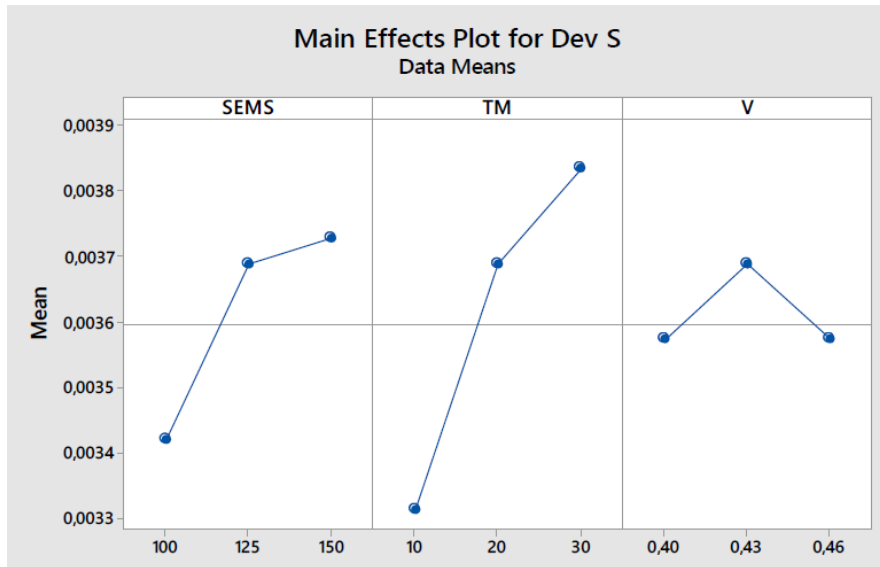


Fig. 5.50: Main effect plot del caso Deviazione standard del tenore di S con SEMS e TM fattori singoli significativi

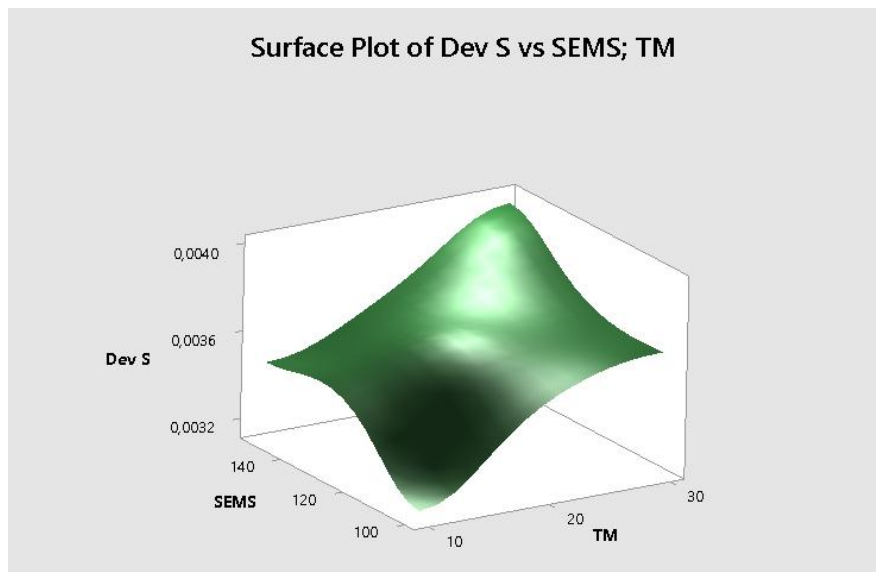


Fig. 5.51: Surface plot del caso Deviazione standard del tenore di S con SEMS e TM fattori singoli significativi

Dal Factorial Regression si evince analizzando i valori di P-value che TM e SEMS sono entrambi fattori significativi essendo al di sotto di 0,05, non avvalorato graficamente dal Normal plot essendo l'errore standard degli effetti pari a zero, mentre l'equazione approssimata descrive bene l'andamento dei dati essendo sia il valore di R^2 sia quello di R^2 adjusted molto alti, vicini al 100%. Se si considerava anche l'interazione tra i due fattori l'analisi statistica dava risultati insoddisfacenti, confermato sia dall'interaction plot in cui i due andamenti relativi a SEMS e TM sono paralleli fra loro sia dal Main Effect plot in cui si nota un effetto marcato da parte dei singoli fattori SEMS e TM. Dal Surface Plot si evince che la situazione migliore è rappresentata da SEMS a 100 A e TM a 10 s.

5.5 Deviazione standard solfuri di dimensioni medie

Factorial Regression: S medium versus SEMs; V; CenterPt

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	3	4,31185	1,43728	57491,40	0,003
Linear	2	0,77545	0,38773	15509,00	0,006
SEMS	1	0,74823	0,74823	29929,00	0,004
V	1	0,02722	0,02722	1089,00	0,019
Curvature	1	3,53640	3,53640	141456,20	0,002
Error	1	0,00002	0,00002		
Total	4	4,31188			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,005	100,00%	100,00%	*

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant		10,5975	0,0025	4239,00	0,000	
SEMS	0,86500	0,43250	0,00250	173,00	0,004	1,00
V	-0,16500	-0,08250	0,00250	-33,00	0,019	1,00
Ct Pt		2,10250	0,00559	376,11	0,002	1,00

Regression Equation in Uncoded Units

$$S \text{ medium} = 9,6175 + 0,017300 \text{ SEMs} - 2,7500 \text{ V} + 2,10250 \text{ Ct Pt}$$

Fig. 5.52: Factorial Regression di Deviazione standard del numero di solfuri dalle medie dimensioni con SEMs e TM significativi

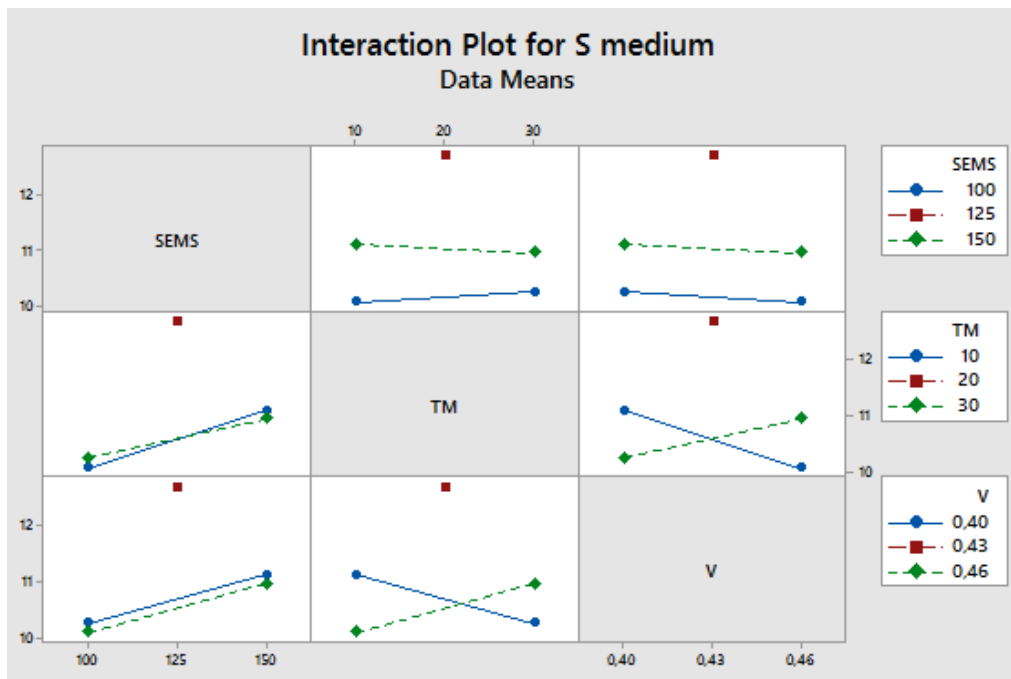


Fig. 5.53: Interaction plot di Deviazione standard del numero di solfuri dalle medie dimensioni con SEMs e TM significativi

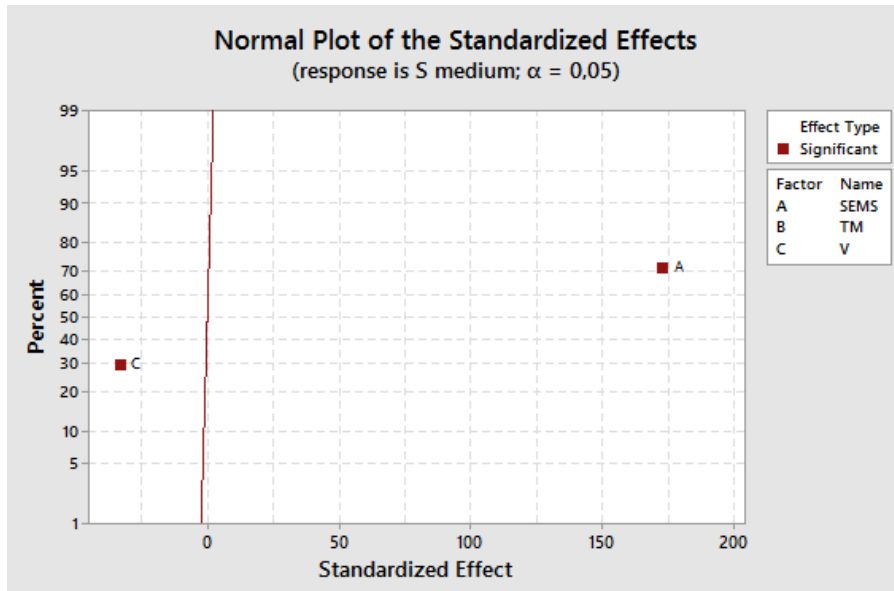


Fig. 5.54: Normal plot di Deviazione standard del numero di solfuri dalle medie dimensioni con SEMS e TM significativi

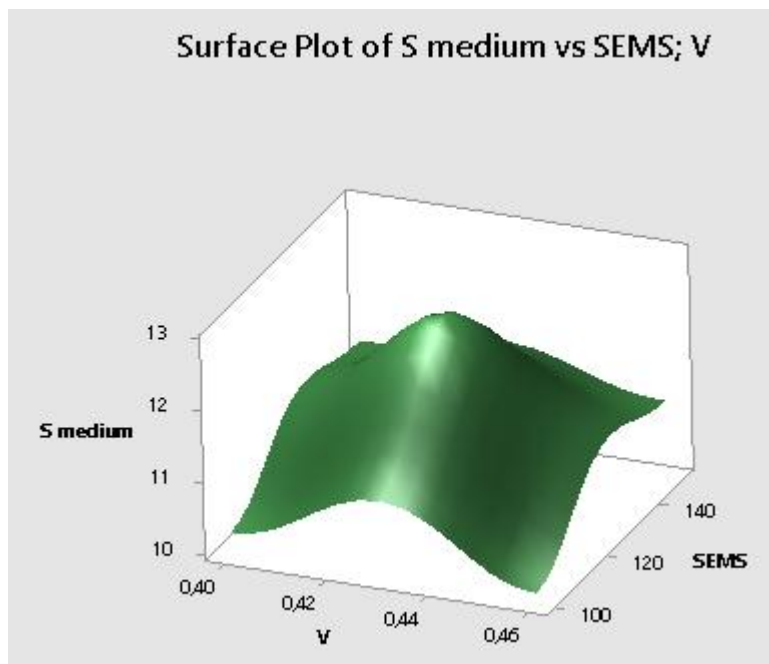


Fig. 5.55: Surface plot di Deviazione standard del numero di solfuri dalle medie dimensioni con SEMS e TM significativi

Dal Factorial Regression si evince analizzando i valori di P-value che SEMS e V sono entrambi fattori significativi essendo al di sotto di 0.05, avvalorato graficamente dal Normal plot dove entrambi sono relativamente lontani dall'andamento normale, mentre l'equazione approssimata descrive bene l'andamento dei dati essendo sia il valore di R^2 sia quello di R^2 adjusted molto alti, vicini al 100%. Se si considerava anche l'interazione tra i due fattori l'analisi statistica dava risultati insoddisfacenti, confermato sia dall'interaction plot in cui i due andamenti relativi a SEMS e V sono paralleli fra loro. Dal Surface Plot si evince che la situazione migliore è rappresentata da SEMS a 100 A e V a 0.46 m/min.

5.6 Scarto %

Questo dato, che non compare nelle prove sperimentali effettuate, indica la frazione di barre scartate a seguito dell'analisi di difettosità interna condotta agli ultrasuoni su tutte le barre laminate.

Factorial Regression: Scarto % versus SEMS; V; CenterPt

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	3	844,688	281,563	109,99	0,070
Linear	2	792,200	396,100	154,73	0,057
SEMS	1	84,640	84,640	33,06	0,110
V	1	707,560	707,560	276,39	0,038
Curvature	1	52,488	52,488	20,50	0,138
Error	1	2,560	2,560		
Total	4	847,248			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
1,6	99,70%	98,79%	*

Coded Coefficients

Term	Effect	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant		17,100	0,800	21,37	0,030	
SEMS	-9,200	-4,600	0,800	-5,75	0,110	1,00
V	-26,600	-13,300	0,800	-16,62	0,038	1,00
Ct Pt		-8,10	1,79	-4,53	0,138	1,00

Regression Equation in Uncoded Units

$$\text{Scarto \%} = 230,7 - 0,1840 \text{ SEMS} - 443,3 \text{ V} - 8,10 \text{ Ct Pt}$$

Fig. 5.56: Factorial Regression del caso Scarto % con V come fattore significativo

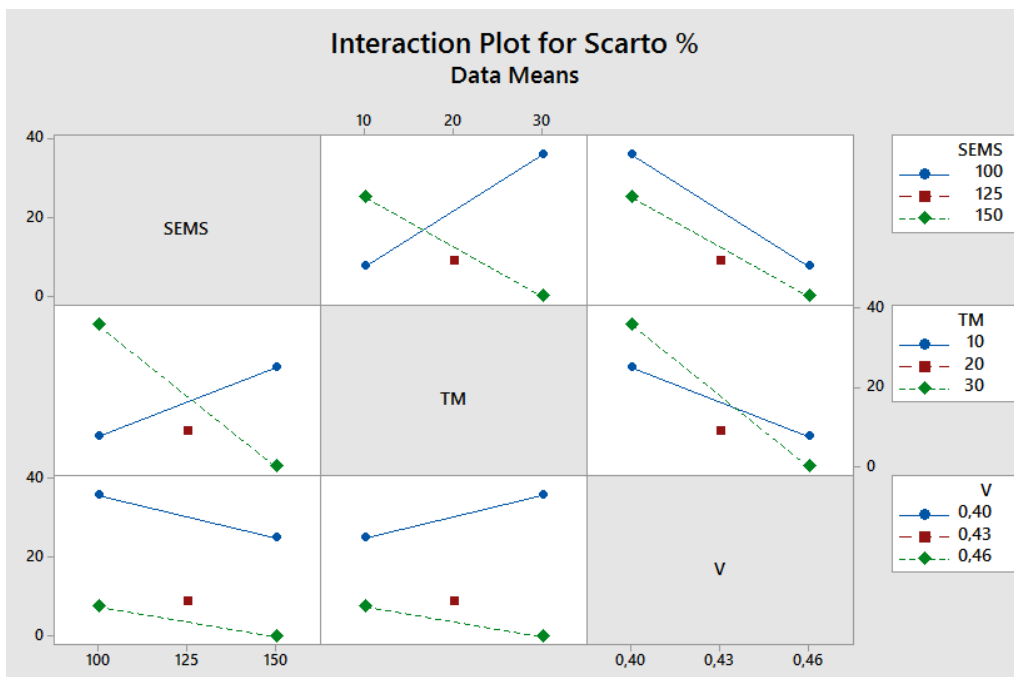


Fig. 5.57: Interaction plot del caso Scarto % con V come fattore significativo

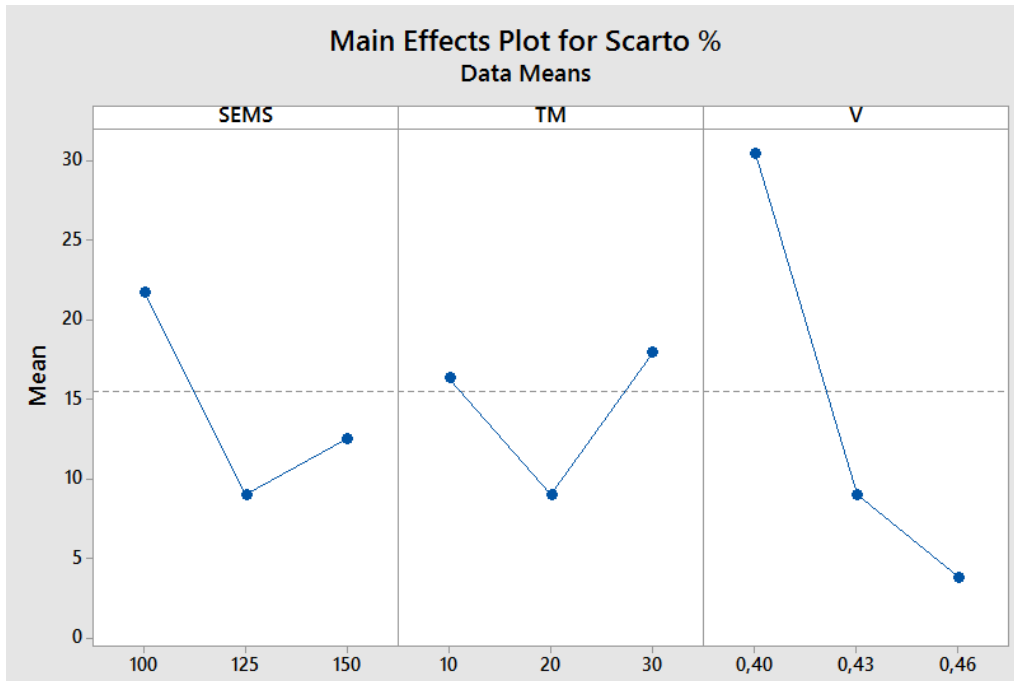


Fig. 5.58: Main Effect plot del caso Scarto % con V come fattore significativo

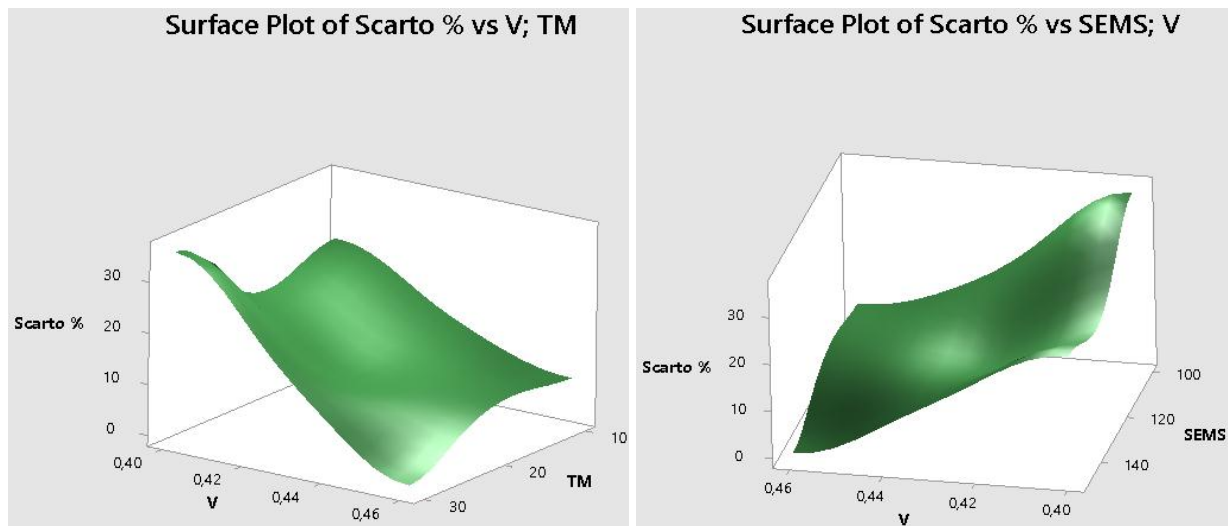


Fig. 5.59: Surface plots del caso Scarto % con V come fattore significativo con entrambi gli abbinamenti

Dal Factorial Regression si evince analizzando i valori di P-value che V è un fattore significativo essendo al di sotto di 0.05, avvalorato graficamente dal Normal plot essendo esso l'unico a risultare relativamente lontano dall'andamento normale, mentre l'equazione approssimata descrive bene l'andamento dei dati essendo sia il valore di R^2 sia quello di R^2 adjusted molto alti, vicini al 100%. La significatività del fattore V viene ulteriormente confermata dal Main Effect plot in cui è l'unico a determinare una variazione importante, riguardo le interazioni invece non vi sono risultati rilevanti. Dal Surface Plot si evince che la situazione migliore è rappresentata da V pari a 0.46 m/min.

Qui di seguito si riportano i diagrammi per verificare se la media di concentrazione degli elementi in lega entro $\pm 3\sigma$ rimane o meno entro i limiti posti dalla specifica di composizione interna all'azienda:

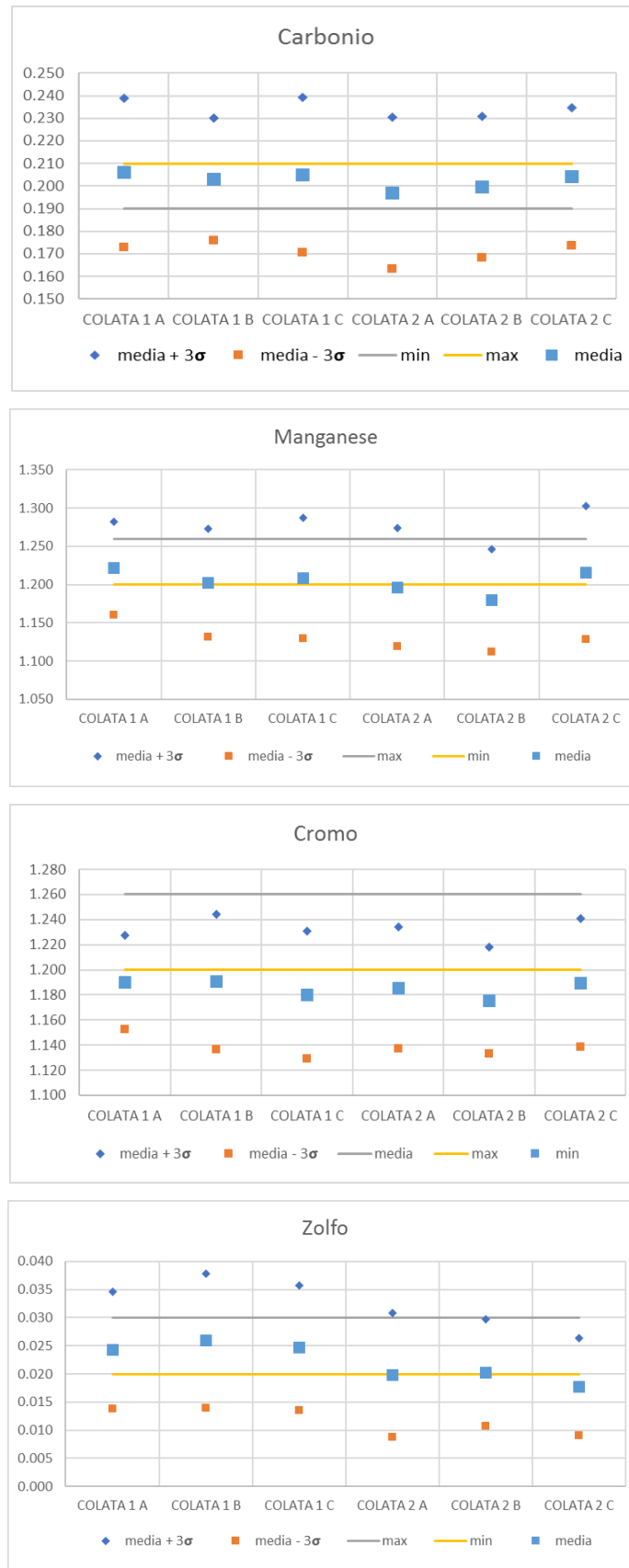


Fig. 5.60: Diagrammi di confronto della composizione entro $\pm 3\sigma$ con il range posto dalla specifica interna

6. Conclusioni

Il presente lavoro di tesi ha evidenziato come, a causa di un mescolamento con inversione di direzione del campo magnetico a intervalli regolari vi sia la variazione di alcune proprietà studiate dell'acciaio. In secondo luogo questa esperienza ha permesso di approfondire l'uso del DoE in ambito siderurgico, metodo statistico poco utilizzato per la richiesta di campionamenti che possono risultare onerosi. Qui di seguito si riportano i valori di risposta ed i rispettivi fattori significativi secondo il DoE:

- White Band: si rilevano un'interazione significativa tra TM - V ed un'influenza importante da parte del SEMS, si pensa che il SEMS sia il fattore più significativo con i risultati migliori a 100 A;
- Distribuzione del Manganese (σ_{Mn}): si rileva un'influenza significativa da parte dei fattori singoli SEMS e TM, in cui il risultato migliore si ha a 150 A, 10 sec e 0.4 m/min (fattore non significativo);
- Distribuzione del Cromo (σ_{Cr}): si rileva un'influenza significativa da parte dei fattori singoli TM e V, in cui il risultato migliore si ha a 10 sec, 0.4 m/min e a 150 A (fattore non significativo);
- Distribuzione dello Zolfo (σ_S): si rileva un'influenza significativa da parte dei fattori singoli SEMS e TM, in cui il risultato migliore si ha a 10 sec, 100 A e 0.46 m/min (fattore non significativo);
- Deviazione Standard del numero di solfuri di medie dimensioni ($\sigma_{Smedium}$): si rileva un'influenza da parte dei fattori SEMS e V, il cui risultato migliore è a 100 A, 0.46 m/min e 10 sec (non significativo);
- Scarto %: Si rileva un'influenza significativa da parte del solo fattore V, il risultato migliore lo si ottiene con velocità 0.46 m/min, 30 sec e 150 A, questi due sono fattori risultati non significativi.

Analizzando i risultati ottenuti si è deciso di non considerare il valore di Scarto% perché può essere influenzato da altri fattori legati ad altri processi di produzione a valle del processo di colata. Il valore legato ai Solfuri di medie dimensioni, non avendo un riscontro analogo per altre categorie dimensionali, non viene considerato un risultato rilevante ai fini del miglioramento del processo. Secondo il valore di White Band la situazione migliore prevede l'utilizzo di un'intensità di corrente pari a 100 A, indipendentemente dagli altri parametri di velocità di colata e tempo di mutamento. Questo aspetto del blumo risulta importante, ma minimizzabile attraverso un processo di laminazione. Dal punto di vista composizionale si nota un miglioramento della distribuzione degli elementi in lega incentrato su valori di intensità di corrente pari a 150 A, dovuto al fatto che una maggiore intensità di corrente applicata allo stirrer provochi una maggiore forza di Lorentz giovando al mescolamento, con tempi di mutamento pari a 10 sec, un cambio più repentino può migliorare e rendere più turbolenti i moti interni migliorando il mescolamento e permettendo di omogeneizzare meglio l'acciaio fuso, mentre la velocità di colata non dà risultati univoci essendo i migliori presenti ad entrambi i livelli. Andando a valutare i dati della tabella in **Fig. 5.28** si nota che le distribuzioni migliori sono quelli di COLATA 1 – linea A e COLATA 2 – linea B, che sono caratterizzati da una diversa intensità di corrente, rispettivamente di 100 A e 150 A, ma accomunati da un tempo di mutamento pari a 10 sec.

Questo porta a pensare che un tempo di mutamento più basso può risultare utile a rendere la distribuzione degli elementi in lega più omogenea, ma al contempo l'applicazione di una intensità di corrente alta, di 150 A, nella maggior parte dei casi migliora ulteriormente la distribuzione. C'è da considerare però che l'ulteriore miglioramento avuto con un amperaggio di 150 A non è così incisivo rispetto a valore di 100 A tale da giustificare un dispendio energetico supplementare del 50%. Inoltre applicando un'intensità di corrente pari a 100 A vi è l'assenza del fenomeno di banda bianca, che per quanto minimizzabile attraverso una successiva laminazione rimane un difetto da dover correggere, andando ad incidere in questo modo ad un aumento del costo di produzione del materiale. In generale, analizzando i diagrammi in **Fig. 5.52**, i miglioramenti ottenuti a livello di composizione non sono tali da giustificare una variazione nella modalità di mescolamento e dei parametri di colata.

Oltre ai dati analizzati risultati significativi dal DoE vi sono altri dati sperimentali che pur non essendo significativi permettono qualitativamente di apprezzare un effetto del mescolamento alternato, come:

- la bandosità: questo parametro delineato dall'indice di anisotropia prevede un miglioramento generale rispetto al caso normale, COLATA 2 – linea C, che denota un indice più lontano ad 1, valore che indica la completa isotropia, rispetto ai casi trattati con il mescolamento alternato;
- l'estensione della zona equiassica: come riportato in letteratura la messa in atto di questa differente modalità di mescolamento dovrebbe portare ad un allargamento della zona equiassica, ma al contrario con questi range di parametri di colata si ottiene una diminuzione rispetto a COLATA 2 – Linea C;
- la distribuzione dei solfuri: questo parametro delineato dalla convessità dell'andamento dei solfuri lungo la direzione estradosso - intradosso denota un lieve peggioramento rispetto al caso normale, il quale risulta meglio distribuito rispetto agli altri campioni trattati con il mescolamento alternato;
- il rapporto tra zolfo che forma solfuri e quello in lega: in questo caso vi sono dei valori più bassi del rapporto per i campioni trattati con il mescolamento alternato rispetto al caso normale;
- Dal punto di vista della distribuzione delle inclusioni, anche dal punto di vista dimensionale, non vi sono sostanziali migliorie o viceversa tra caso normale e campioni trattati col mescolamento alternato.

In conclusione, si può affermare che l'analisi statistica di Design of Experiment ha permesso di provare che l'inversione intermittente del verso di mescolamento allo stirrer di linea ha prodotto alcuni effetti migliorativi sulla qualità dell'acciaio, ma non a tal punto da giustificarne l'adozione in produzione, dato che questo porterebbe ad un aumento del consumo di energia e dei costi di gestione; rimanendo su questi termini è consigliato rimanere con il metodo di mescolamento utilizzato finora. Questa ricerca, essendo costituita da un DoE frazionato con un numero limitato di casi studiati, può essere approfondita valutando uno studio più ampio effettuando un DoE completo che preveda inoltre un allargamento del range dei livelli dei fattori e del numero stesso di livelli, come il range e i livelli del tempo di mutamento, per ottenere un modello più accurato avendo un maggior numero di dati.

7. Bibliografia

- [1] T. Campanella, C. Charbon e M. Rappaz – Grain Refinement Induced by Electromagnetic Stirring: A Dendrite Fragmentation Criterion
- [2] Guocai Chai, Lennart Backerud, Tone Rolland e Lars Arnberg – Dendrite Coherency during Equiaxed Solidification in Binary aluminum Alloys
- [3] T. W. Clyne e W. Kurz – Solute Redistribution Solidification with Rapid Solid-State Diffusion
- [4] A.K. Dahle, H.J. Thevik, L. Arnberg e D.H. St John – Modeling the Fluid Flow Induced Stress and Collapse in a Dendritic Network
- [5] A. Hellawell, S. Liu e S.Z. Lu – Dendrite Fragmentation and the Effects of Fluid Flow in Castings
- [6] Dongbin Jiang and Miaoyong Zhu – Flow and Solidification in Billet Continuous Casting Machine with Dual Electromagnetic Stirrings of Mold and the Final Solidification
- [7] M.C. Flemings – Solidification Processing (The Metallurgical Society of AIME)
- [8] C.Y. Wang and C. Beckermann – Equiaxed Dendritic Solidification with Convection
- [9] N. El Kaddah e t.T. Natarajan – Electromagnetic Stirring of Steel: Effect of Stirrer Design on mixing in Horizontal Electromagnetic Stirring of Steel Slabs
- [10] K.H. Spitzer, M. Dubke e K. Scwerfeger – Rotational Electromagnetic Stirring in Continuous Casting of Round Strands
- [11] Fabio Salandin – Sistemi per il Rimescolamento Elettromagnetico di composti metallici allo stato fuso
- [12] A.A. Tzavaras e H.D. Brody – Electromagnetic Stirring and Continuous Casting
- [13] Rui Wang, Yan-ping Bao, Yi-hong Li e Hang-Hang An – Optimization of Strand and final electromagnetic stirrers of round bloom casters with multiple sections
- [14] B. Willers, M. Barna, J. Reiter e S. Eckert – Experimental Investigations of Rotary Electromagnetic Mould Stirring in Continuous casting Using a Cold Liquid Model
- [15] W.D. Du, K. Wang, C.J. Song, H.G. Li, M.W. Jiang, Q.J. Zhai e P. Zhao – Effect of special combined on macrosegregation of high strength spring steel blooms
- [16] G.M. Poole e N, El Kaddah – An Improved Model for the flow in an electromagnetically stirred Melt during Solidification
- [17] J. Li, B. Wang, Y. Ma, J. Cui – Effect of complex electromagnetic stirring on inner quality of high carbon steel bloom
- [18] H.K. Moffatt – Electromagnetic Stirring
- [19] J.M. Bohlen – Ultra-fast Inclusion Analysis with Spark OES – Thermo Scientific ARL iSpark

- [20] C. Beckermann – Modeling Segregation and Grain Structure Development in Equiaxed Solidification with convection
- [21] M.R. Bridge e G.D Rogers – Structural effects and band segregate formation during the electromagnetic stirring of strand – cast steel
- [22] M. Flemings – Our Understanding of macrosegregation: past and present
- [23] T. Kajitani, J.m. Drezet e M. Rappaz – Numerical simulation of deformation induced segregation in continuous casting of steel
- [24] Scheda tecnica British Steel – Acciai a lavorabilità migliorata
- [25] D. Foletti – Acciaio Cor-Ten esposto in ambiente urbano costiero: Studio del rilascio di metalli di lega
- [26] S. Kobayashi, S. Ishimura – Analysis of turbulent flow field Induced by rotating electromagnetic in Round Billets
- [27] A. Gatto, M.E. Pacchioni – Produzione metalmeccanica Volume 2
- [28] G.M. Paolucci – Lezioni di Metallurgia per laurea in ingegneria Meccanica
- [29] Progettazione e analisi sperimentale – Slide di Impianti industriali Univ. Federico II di Napoli
- [30] M. Cavallini – Dispense di siderurgia
- [31] M.J. Anderson e S.L Kraber – Soluzioni per un DoE Corretto
- [31] D.C. Montgomery – Progettazione ed analisi degli esperimenti
- [32] G. Krauss – Solidification, Segregation and banding in Carbon and alloy steels
- [33] Modelling Temperature profile for the continuous casting billet with a linear final electromagnetic stirrer – Monzer Mounajjed
- [34] Z. Lei, X. Yang, R. Wei, Qi Gao – A New Criterion For Optimization The Intermittently Reversing Direction Electromagnetic Stirring in Round Strands Continuous Casting
- [35] J-M. Bohlen – Ultra fast analysis of micro inclusions in steel with Thermo Scientific ARL iSPark Meta Analyzers – Advanced inclusion Analysis
- [36] D.C. Montgomery – Progettazione ed analisi degli esperimenti