

# CAPITOLO 1

## Introduzione

L'acciaio superduplex (SDSS, Super Duplex Stainless Steel) è un particolare tipo di acciaio inossidabile caratterizzato da una matrice bifasica composta in maniera pressoché equivalente di ferrite ed austenite. L'alta percentuale di elementi in lega (25% cromo, 7% nichel) permette all'acciaio di avere un'ottima resistenza alle rotture per tensocorrosione, un elevato grado di passivazione (dato dalla maggiore quantità di cromo in lega) e quindi maggior resistenza ai fenomeni corrosivi di tipo "pitting", buona saldabilità ed un notevole limite di snervamento.

Grazie a queste proprietà l'acciaio superduplex trova largo impiego negli ambiti in cui le componenti strutturali sono soggette a forte corrosione. Nello specifico questo tipo di acciaio va a costituire tubature, pompe, cisterne in pressione e scambiatori di calore in stabilimenti come gli impianti di estrazione del sale (ambiente con un elevato rischio di corrosione dovuto alla presenza di cloro) o le industrie del settore petrolchimico (ambiente con un elevato rischio di corrosione dovuto alla presenza di acido solfidrico).

Tuttavia la marcata presenza di elementi in lega causa un'instabilità microstrutturale del materiale, nel quale si vanno a creare, in un intervallo di temperatura che va indicativamente dai 700 ai 950°C, delle precipitazioni di fasi secondarie  $\sigma$  e  $\chi$  nelle quali vengono inglobate percentuali rilevanti di cromo e molibdeno. La precipitazione di queste fasi avviene in prossimità dei grani di ferrite a causa della loro instabilità termodinamica e maggiore diffusività.

La fase  $\chi$  è la prima delle due a precipitare (anche se poi col proseguire del trattamento si trasformerà a sua volta in fase  $\sigma$ ) e si va a trovare preferibilmente ai bordi grano tra due fasi entrambe ferritiche. In seguito precipita la fase  $\sigma$ , la quale invece si trova soprattutto nelle interfacce tra ferrite ed austenite.

Queste fasi secondarie, vanno a compromettere gravemente la resistenza meccanica (duttilità e durezza) e corrosiva del metallo, in particolare la fase  $\sigma$ .

Diventa dunque di fondamentale importanza ai fini progettuali lo studio delle dinamiche di precipitazione di tali fasi, per poter individuare le particolari condizioni che accentuano la creazione delle fasi  $\sigma$  e  $\chi$ .

Questi studi sono stati effettuati sottoponendo il materiale ad una serie di trattamenti a diverse temperature e per diversi intervalli di tempo, allo scopo di simulare situazioni di stress termico elevato.

In seguito i campioni sono stati sottoposti ad una serie di operazioni di preparazione all'analisi (taglio, inglobatura, lucidatura, ecc.) e successivamente esaminati al microscopio per verificare la presenza di precipitazioni di fase.

La quantificazione di tali fasi è stata eseguita utilizzando un microscopio ottico in abbinata ad un apposito software di riconoscimento grafico, col quale si può condurre uno studio della percentuale di fase  $\sigma$  e  $\chi$  sul volume totale .

Inoltre, con l'ausilio di un microscopio elettronico, è stata ottenuta la percentuale della quantità di fase sul peso e la composizione chimica della stessa.

La comparazione dei dati ottenuti ha portato a stabilire una correlazione tra i trattamenti termici e la precipitazione di fase, in seguito supportata dai risultati delle prove di durezza Vickers, i quali hanno confermato l'infragilimento dell'acciaio a seguito della formazione delle fasi secondarie denotando una proporzionalità diretta tra la percentuale di fase e la fragilità.

# CAPITOLO 2

## Trattazione teorica

### 2.1 Gli acciai inossidabili

Gli acciai inossidabili (cosiddetti acciai inox) sono delle leghe a base di ferro caratterizzate da particolari capacità di resistenza alla corrosione.

L'invenzione degli acciai inox risale al 1913, anno in cui l'inglese Harry Brearly scoprì, durante la sperimentazione di alcuni metalli per la costruzione di armi da fuoco, che un provino di acciaio con il 13–14% di cromo non arrugginiva quando esposto all'aria atmosferica.

Questa peculiarità è data dall'alto tenore di elementi in lega, principalmente cromo, i quali sono in grado di passivarsi, ossia di creare uno strato superficiale di ossidi col quale proteggono il materiale dall'azione di eventuali agenti chimici esterni.

Al giorno d'oggi si identificano col termine di acciai inox gli acciai contenenti in lega una quantità di cromo tra l'11% e il 30%.

Tuttavia ci sono altri elementi che aumentano la resistenza alla corrosione, tra cui il nichel, il molibdeno, il rame, il titanio e il niobio.

Queste caratteristiche rendono dunque l'acciaio inossidabile un ottimo materiale nei vari campi d'utilizzo industriali e civili ed in particolare nel settore petrolifero, petrolchimico, minerario, energetico, nucleare e alimentare.

Per quanto riguarda la loro classificazione, gli acciai si dividono, a seconda della loro struttura microcristallina, in tre grandi famiglie: ferritici, martensitici e austenitici.

Gli acciai ferritici hanno una struttura a corpo centrato, hanno buone caratteristiche di resistenza meccanica e alla corrosione.

Tuttavia sono scarsamente saldabili, hanno un basso limite di snervamento e non sono temprabili.

Gli acciai inossidabili martensitici sono leghe al cromo (dall'11% al 18% circa) con una quantità relativamente elevata di carbonio e con presenza di altri elementi come il manganese, il silicio e il molibdeno.

Sono acciai con notevoli caratteristiche meccaniche, buona lavorabilità e possono aumentare le loro proprietà meccaniche tramite trattamenti termici (tempra).

Sono altamente resistenti allo scorrimento viscoso ma poco saldabili e poco resistenti alla corrosione.

Gli acciai austenitici hanno una struttura cubica a facce centrate e sono caratterizzati elevati tenori di nichel e cromo. Sono acciai parecchio costosi, possiedono un'ottima resistenza a corrosione, buona facilità di lavorazione ed immuni alla transizione duttile-fragile.

Tuttavia, al variare degli elementi in lega, si possono avere anche acciai con struttura mista, come riportato nel diagramma di Scheffler (Fig. 1): è il caso degli acciai duplex.

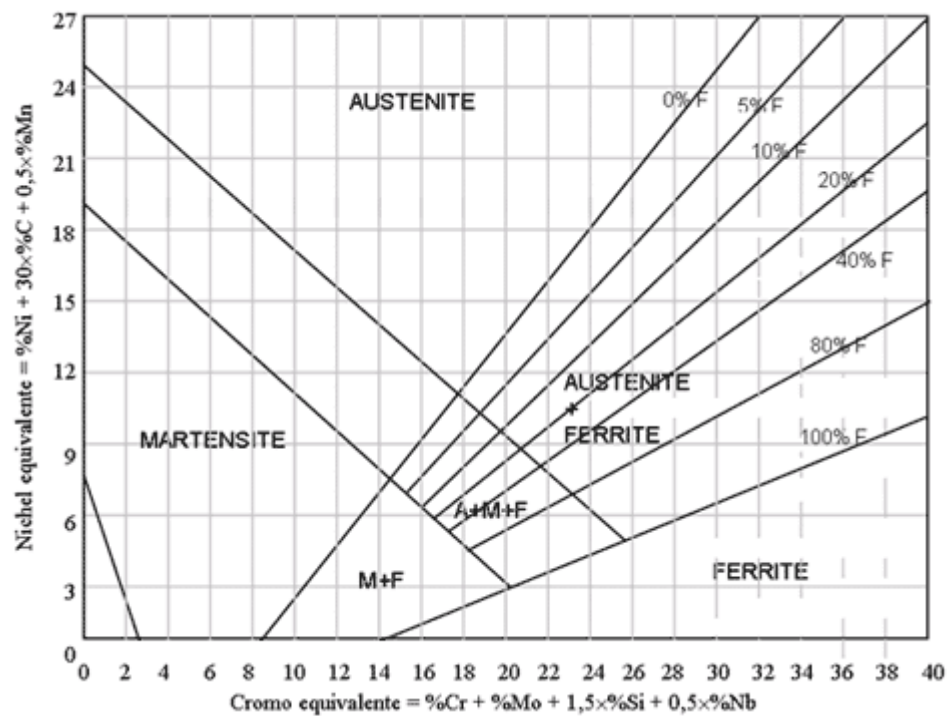


Fig. 1 – Diagramma di Scheffler

## 2.2 Gli acciai duplex

Gli acciai duplex, la cui origine risale agli anni trenta del ventesimo secolo, sono particolari acciai dotati di elevate caratteristiche meccaniche e buona resistenza alla corrosione sotto tensione e per vaiolatura (pitting).

Essi sono caratterizzati da elevati contenuti di cromo, nichel e molibdeno e da una struttura metallografica con isole di ferrite in matrice austenitica.

Il rapporto tra queste due fasi, il quale è normalmente del 50/50% ma può oscillare tra il 30/70% e il 60/40%, influenza, a parità di analisi chimica, le caratteristiche fisiche e meccaniche di questo materiale: aumentando il contenuto di ferrite si ridurranno le caratteristiche meccaniche, aumentando invece l'austenite si riduce la resistenza alla tensocorrosione.

Questo tipo di acciaio presenta inoltre delle interessanti proprietà fisiche ovvero: basso coefficiente di dilatazione termica, elevata conducibilità termica, buon comportamento magnetico.

Gli acciai duplex sono particolarmente indicati per le applicazioni in cui si necessita di buona saldabilità, resistenza alla corrosione anche in ambienti molto aggressivi ed elevate caratteristiche meccaniche. Per quanto riguarda queste ultime, i duplex hanno prestazioni (in condizioni di temperatura ambiente) superiori ai ferritici, resistenza a fatica in alcuni casi superiore agli austenitici di tipo AISI 304, resistenza a caldo intermedia tra acciai ferritici ed austenitici. Nelle applicazioni a caldo tuttavia l'acciaio duplex va incontro al fenomeno della precipitazione di fasi secondarie, in particolare fasi  $\sigma$  e  $\chi$ , le quali sono particolarmente dannose per le proprietà del materiale. Queste fasi sono costituite da degli addensamenti all'interno dell'acciaio di cromo e molibdeno, i quali vanno ad impoverire le restanti zone del materiale di questi stessi elementi. A conseguenza di ciò il pezzo perde tenacità, acquista durezza e diventa molto più debole rispetto agli attacchi corrosivi.

Dal 1980 in poi si ha lo sviluppo e la diffusione di acciai superduplex, la cui tipica composizione chimica ha un tenore di cromo del 25%, di nichel del 7% e di molibdeno del 3%.

Nel corso degli ultimi anni ha trovato una sempre maggiore espansione l'utilizzo degli acciai bifasici nella realizzazione di componenti meccanici.

In particolare i campi d'utilizzo più gettonati sono quelli dove la componentistica va incontro ad ambienti particolarmente corrosivi, e quindi:

- Impianti chimici e petrolchimici;
- Impianti per l'industria cartaria;
- Impianti per l'industria alimentare;
- Strutture off-shore;
- Serbatoi di stoccaggio;
- Recipienti in pressione.

Inoltre gli acciai bifasici risultano essere maggiormente competitivi rispetto agli acciai tradizionali anche sotto l'aspetto economico, se si svolgono delle analisi dei costi a lungo termine che interessino l'intero ciclo di vita del sistema da realizzare.

Gli acciai duplex si possono suddividere principalmente in quattro categorie (come riportato in Fig. 2):

- DSS a basso costo, privi di Mo, del tipo 23Cr-4Ni-0.1N;
- DSS del tipo 22Cr-5Ni-3Mo-0.17N;
- DSS al 25%Cr con contenuti variabili di molibdeno e azoto, talvolta anche con tungsteno e rame;
- Super DSS del tipo 25Cr-7Ni-4Mo-0.27N, talvolta legati con tungsteno.

Standard	Produttore	Sigla	C	Cr	Ni	Mo	N	Cu	W	Note	PREW
UNS S32304	Sandvik* Cr. Loire	SAF 2304 UR 35N	0.03	23	4	0.2	0.1	0.2	-		25
UNS S31803	Sandvik	SAF 2205	0.03	22	5.2	3.1	0.18	-	-	N:0.08-0.20	35
	Avesta-Sheffield	2205									
	Cr. Loire	UR 45N	0.03	22	5.5	3	0.15	-	-		34
	Cr. Loire	UR 45N+	0.03	22.8	6	3.3	0.18	-	-		36
	Krupp Stahl	FALC 223	0.03	22	5.3	3	0.17	-	-		35
DMV	AF22	0.03	22	5.3	3	0.17	-	-		35	
UNS S32205	Sandvik Avesta-Sheffield	SAF 2205 2205	0.03	22	5.2	3.1	0.18			N:0.14-0.20	35
UNS S31500	Sandvik VEW	3RE60	0.03	18.5	5	2.7	0.1	-	-	1.5 Si	29
UNS S32900	Sandvik	5RD58	0.08	25	4.5	1.5	-	-	-		30
UNS S32950	Carpenter	Carp 7Mo+	0.03	27	4.8	1.8	0.25	-	-		35
UNS S32550	Langley	Ferralium 255	0.05	25	6	3	0.18	1.8	-		38
UNS S31250	Sumitomo	DP3	0.03	25	6.5	3.0	0.16	0.5	0.3		38
	VEW	A905	0.03	26	3.7	2.3	0.34	-	-	Mn 5.8	39
	Cr. Loire	UR 47N	0.03	25	6.5	3	0.17	0.2	-		38
	Cr. Loire	UR 52N	0.03	25	6.5	3	0.17	1.5	-		38
	DMV	VS 25	0.03	25	6.5	3	0.18	-	-		38
UNS S32750	Sandvik* Cr. Loire	SAF 2507 UR 47N+	0.03	25	7	4	0.27	-	-		42
UNS S32760	Weir	Zeron 100	0.03	25	7	3.2	0.25	0.7	0.7		41
	Cr. Loire	UR 52N+	0.03	25	6	3.3	0.24	1.5	-		40
UNS S32740	Sumitomo	DP3W	0.03	25	6.7	3.1	0.26	-	2.0		43

\* Prodotto su licenza AB Sandvik Steel anche da Avesta-Sheffield

Fig. 2 – Principali tipologie di acciai inossidabili bifasici

Tutti gli acciai con PREN > 40 (dove il PREN è il Pitting Resistance Equivalent Number, calcolabile con la relazione:  $PREN = 1*(\%Cr)+3,3*(\%Mo)+16*(\%N)$  ) sono denominati superduplex.

In generale si è osservata negli ultimi anni la tendenza dei produttori ad aumentare i tenori di cromo, nichel e molibdeno per aumentare sempre più la resistenza a corrosione, ed inoltre anche il tenore di azoto per aumentare la stabilità della struttura austenitica e di conseguenza la saldabilità <sup>[1]</sup>.

### 2.3 La precipitazione di fasi secondarie

Gli acciai inossidabili bifasici vengono sottoposti, per ottenere la microstruttura desiderata, al trattamento di solubilizzazione.

Tale operazione viene eseguita portando il materiale ad una temperatura tra i 1050 e i 1150 °C. A queste temperature si ottiene l'ottimizzazione del rapporto ferrite-austenite, il quale si avvicina all'unità, e la solubilizzazione delle eventuali fasi secondarie createsi durante la solidificazione primaria.

In seguito l'acciaio viene temprato in acqua per poter "congelare" lo stato interstrutturale del metallo.

Tuttavia gli acciai inossidabili bifasici presentano un intervallo critico di utilizzo: questo intervallo si aggira attorno agli 850 °C ed è interessato da due fenomeni, entrambi deleteri per le caratteristiche del materiale.

Il primo fenomeno è la precipitazione di carburi e/o nitruri nella zona di confine tra grani austenitici e ferritici oppure entrambi ferritici.

Il secondo invece è la creazione di una fase secondaria  $\sigma$  di struttura tetragonale e ricca in cromo, la quale si sviluppa principalmente attorno ai grani ferritici.

Si vanno a formare anche altre fasi intermetalliche ad alta concentrazione di cromo, come ad esempio la fase  $\chi$  a struttura cubica a corpo centrato la quale comincia a nucleare prima della fase  $\sigma$ , oppure le fasi R e le fasi di Laves (entrambe a struttura esagonale) che nucleano a seguito di periodi lunghi di esposizione all'intervallo di temperatura citato.

Un ulteriore problema è rappresentato dalla creazione di austenite  $\gamma_2$  la quale avviene a seguito di un rapido raffreddamento da elevate temperature seguito da una breve permanenza attorno agli 800 °C.

Tra le fasi citate la più importante è sicuramente la fase  $\sigma$  sia per la rilevanza degli effetti negativi da essa indotti nel materiale sia per la sua facilità di formazione.

Questa fase è composta principalmente da cromo, ferro e molibdeno e nuclea in prevalenza nei punti tripli e nei bordi tra i grani di austenite e ferrite per poi accrescersi all'interno della ferrite <sup>[2]</sup>.



All'aumentare della concentrazione di questi elementi all'interno dell'acciaio, in particolare il cromo e il molibdeno, aumenta sia la velocità di precipitazione sia la frazione volumetrica di fase.

Gli effetti negativi dovuti alla fase  $\sigma$  si traducono principalmente in una diminuzione della duttilità sia a temperatura ambiente che a caldo.

Per evitare dunque la precipitazione di fase  $\sigma$  si cerca di solubilizzare l'acciaio a temperature particolarmente elevate, in modo da aumentare la frazione volumetrica di ferrite, e di raffreddarlo con una certa velocità superiore ad una data velocità critica, al di sotto della quale la fase secondaria ha il tempo di cominciare a formarsi.

Altra fase da tenere in particolare considerazione è la fase  $\chi$ : essa è sempre un composto intermetallico ricco in cromo e molibdeno, ma a differenza della fase sigma ha una struttura cubica a corpo centrato e precipita precedentemente rispetto alla fase  $\sigma$ . La formazione della  $\chi$  avviene sempre a bordo grano, impoverendo di molibdeno la ferrite adiacente e sviluppandosi in forma aciculare o globulare.

Addirittura certi studi dimostrano che la fase  $\chi$  sia un precursore della fase  $\sigma$ , trasformandosi da  $\chi$  a  $\sigma$  a seconda della durata della permanenza nell'intervallo di temperatura critica. Per questo motivo queste due fasi non sono ben identificabili al microscopio ottico ma è necessaria una scannerizzazione al SEM per discriminare i vari elementi chimici presenti.

Nel corso della vita del materiale, il raggiungimento dell'intervallo critico di temperatura e quindi la creazione di queste fasi secondarie possono avvenire al verificarsi di diversi eventi: invecchiamento isotermico, saldatura o lento raffreddamento a seguito di un trattamento di solubilizzazione.

La tipologia e/o la cinetica delle precipitazioni può essere differente da acciaio a acciaio (a parità di composizione chimica) a seconda della presenza di diverse storie di trattamento termico, diverse dimensioni dei grani o diverse sequenze di lavorazione.

La temperatura di solubilizzazione influisce sul grado di precipitazione di fasi secondarie: all'aumentare della temperatura infatti si ha una diminuzione della percentuale di fase  $\sigma$  presente nel campione dato che gli elementi in lega come il cromo e il molibdeno sono meglio amalgamati all'interno della matrice ferritica.

Anche i trattamenti a freddo influenzano la precipitazione: ad esempio in un acciaio incrudito la nucleazione di fase  $\sigma$  avverrà più velocemente rispetto ad un acciaio normalizzato.

In ogni caso la presenza di queste fasi secondarie influenza in maniera drastica le proprietà meccaniche del materiale, tanto che al di sopra di una certa percentuale di fase  $\sigma$  (secondo diversi studi si va dal 5% al 10%) la tenacità raggiunge dei valori troppo bassi per permettere un utilizzo pratico dell'acciaio [3].

## 2.4 Il riconoscimento e la quantificazione delle fasi secondarie

Viste e considerate le molteplici complicità indotte dalla presenza di fasi secondarie all'interno degli acciai superduplex, diventa di fondamentale importanza il rilevamento di tali fasi con metodi che siano il più precisi possibile. La modalità di analisi più semplice ed economica avviene tramite l'utilizzo del microscopio ottico e di appositi software di riconoscimento grafico che permettono, tramite una discriminazione cromatica delle varie zone del campione, di calcolare la percentuale volumetrica di fasi secondarie.

Tuttavia questa tipologia di studio è fortemente affetta da errore, visto che è molto difficile impostare la corretta tonalità che corrisponda alla fase cercata, tonalità che tra l'altro cambia da campione a campione. Inoltre i colori della fase  $\sigma$  e della fase  $\chi$  sono troppo simili per permettere di avere una distinzione tra le due.

Per una rilevazione precisa ed inequivocabile delle fasi secondarie presenti si deve dunque ricorrere all'utilizzo del SEM (Scanning Electron Microscope) (Fig. 3).



Fig. 3 – SEM (Scanning Electron Microscope)

Il SEM infatti analizza il campione colpendolo con un fascio di elettroni, il quale va ad eccitare gli atomi degli elementi chimici presenti nel campione (come schematizzato in Fig. 4).

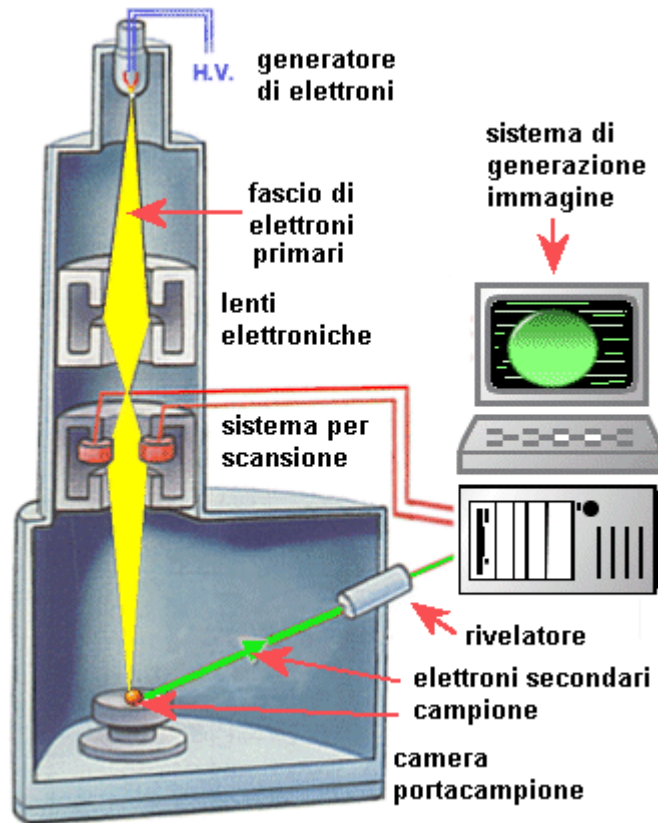


Fig. 4 – Principio di funzionamento del SEM

Quest'ultimo dev'essere tenuto sotto forte vuoto per permettere la creazione del fascio elettronico e dev'essere un conduttore elettrico per evitare la generazione di cariche elettrostatiche che disturberebbero la rilevazione.

Il fascio effettua una scansione del campione, ovvero colpisce con una sequenza di righe una zona rettangolare della superficie da analizzare.

Gli atomi del campione emettono degli elettroni secondari che vengono captati da un rivelatore e convertiti in impulsi elettrici [5].

## 2.5 Curve di Avrami

Le trasformazioni dovute ai trattamenti isotermici molto spesso seguono una curva a profilo sinusoidale nella quale il gradiente di trasformazione è lento all'inizio ed alla fine della trasformazione ma rapido nella fase intermedia (vedi Fig. 5).

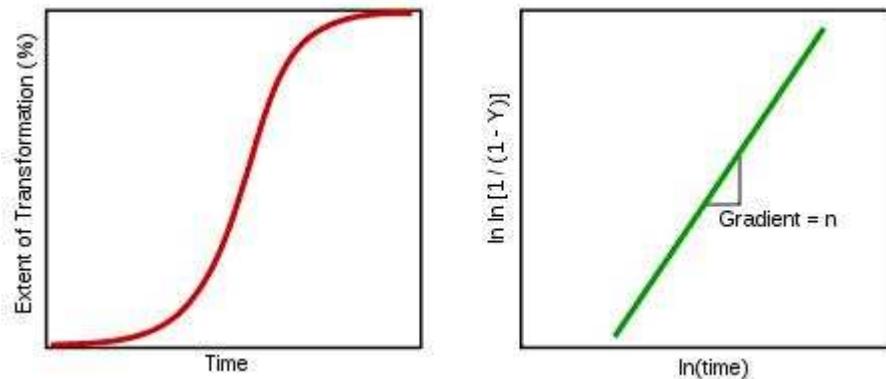


Fig. 5 – Curve standard di Avrami

Questo perché nella fase iniziale è necessario del tempo perché si formino e comincino ad espandersi un numero significativo di nuclei. Durante il proseguo della trasformazione la rapidità di accrescimento aumenta e le precipitazioni si ingrandiscono a scapito della vecchia fase. Verso la fine del processo la vecchia fase è sempre più scarsa di materiale e questo rallenta nuovamente la precipitazione, la quale poi si arresta del tutto nel momento in cui le particelle create si vanno a congiungersi fra loro.

L'equazione di Avrami nella sua forma più semplificata si basa su determinate assunzioni di base:

- La nucleazione avviene in maniera casuale ed omogeneizzata su tutto il materiale;
- Il gradiente di precipitazione non dipende dall'estensione del processo di trasformazione;
- La crescita delle fasi secondarie avviene in ugual modo in tutte le direzioni.

Poste queste condizioni come ipotesi, si può formulare l'equazione di Johnson-Mehl-Avrami:

$$P_i(T,t) = P_m (1 - \exp(-t/\tau)^n)$$

Con  $P_i$  che sta ad indicare il rapporto di fase  $i$  in dipendenza dal tempo  $t$  e dalla temperatura data  $T$ ;  $P_m$  è il rapporto di fase ottenuto dopo un tempo infinito di esposizione al trattamento,  $\tau$  è il ritardo associato alla reazione e  $n$  è un parametro correlato al rapporto di reazione, entrambi dipendenti dalla temperatura <sup>[4]</sup>.

## 2.6 La prova di durezza Vickers

La durezza di un materiale è definita come la resistenza alla deformazione permanente tipica del materiale stesso.

Per misurare sperimentalmente tale valore esistono diverse prove di durezza, tra le quali le principali sono: Brinell, Mohs, Rockwell e Vickers.

Quest'ultima è una delle prove di durezza più utilizzate data la sua precisione e la sua facilità di realizzazione. Inoltre la scala Vickers è molto ampia ed è univoca per tutti i tipi di materiali.

La prova si basa sulla misura dell'area dell'impronta lasciata da un penetratore a forma di piramide retta a base quadrata (vedi Fig. 6).

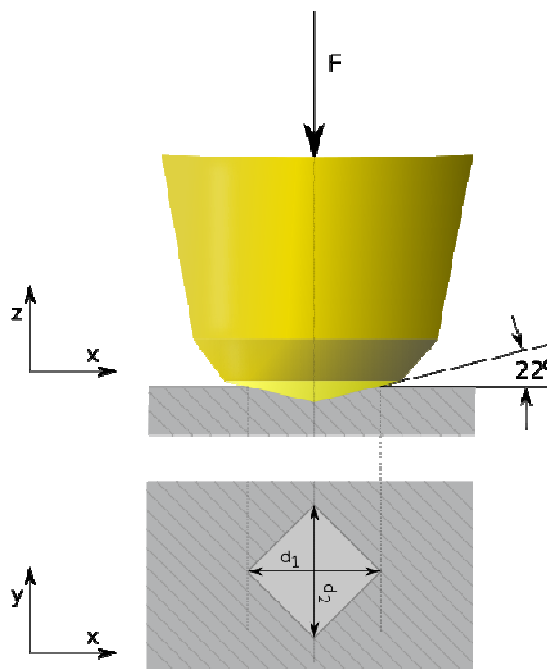


Fig. 6 – Schema di funzionamento del penetratore

Il penetratore è collegato ad una serie di pesi che imprimono una forza che può essere regolata in un intervallo da 1 a 120 Kgf.

Una volta applicato il carico, si misurano le diagonali dell'impronta quadrata creatasi sulla superficie del pezzo in esame e si confrontano i valori rilevati con quelli delle tabelle Vickers per ricavare la durezza del materiale.

# CAPITOLO 3

## Parte sperimentale

### 3.1 Introduzione

Il materiale utilizzato per le esperienze in laboratorio (la cui composizione chimica è espressa in Tab. 1) è stato un acciaio inossidabile superduplex UNS S32750, allo stato laminato e solubilizzato (1060°C per 30 minuti).

	C	Cr	Cu	Mn	Mo	N	Ni	Si	P	Co	V	Ti	Nb	W	S
<b>UNS S32750</b>	0,018	24,8	0,32	0,79	3,85	0,27	6,92	0,22	0,025	-	-	-	-	-	0,001

*Tab. 1 – Composizione Superduplex 2507*

Il trattamento di solubilizzazione è indispensabile per assicurare una corretta omogeneità del materiale, sia sotto l'aspetto della distribuzione delle fasi (austenite e ferrite) sia per quanto riguarda l'assenza di eventuali fasi secondarie.

Il lavoro eseguito in sede di laboratorio si è diviso essenzialmente in due parti: una prima dedicata all'effettuazione di trattamenti isotermi sul materiale e l'identificazione della quantità di fasi secondarie createsi in relazione alla permanenza a determinate temperature, poi una seconda nella quale sono stati eseguiti dei cicli di raffreddamento controllato del materiale, per poter quantificare le fasi secondarie formatesi in relazione a trattamenti anisotermi.



### 3.2 Tecniche di preparazione metallografica

Il lavoro di analisi metallografica dei campioni in laboratorio non può prescindere da un'attenta e minuziosa fase di preparazione del provino.

Questa operazione si divide in diversi stadi:

- *Taglio:*

Una volta estratto dal forno e temprato in acqua, il provino deve essere sezionato in maniera tale da rendere possibile lo studio del materiale anche al cuore del pezzo, visto che le condizioni di riscaldamento sono ovviamente diverse tra il centro del campione e la zona del bordo.

Per fare ciò è stata impiegata una troncatrice manuale ad umido con dischi in carburi di silicio (vedi Fig. 7).



*Fig. 7 – Troncatrice a umido*

E' stata prestata particolare attenzione ad eseguire il taglio sempre sulla stessa faccia, in modo da mantenere una direzione univoca dei grani rispetto alla direzione di laminazione.

- *Inglobatura:*

Una volta tagliato, il pezzo deve essere inglobato per poter aumentare il volume del provino, in modo da rendere più agevole l'operazione di lucidatura e la sistemazione del campione sulla piastrina del microscopio.

Questa operazione è stata eseguita con una inglobatrice a caldo (Fig. 8) utilizzando resina fenolica per inglobatura a caldo a 160°C per un tempo di 9-10 minuti.



Fig. 8 – Inglobatrice a caldo

- *Lucidatura:*

L'ultimo passaggio consiste nella lucidatura del campione, operazione indispensabile al fine di rendere il più liscia e riflettente possibile la superficie del campione. Questo perché eventuali strisci presenti sulla superficie interessata dallo studio micrografico possono influenzare molto sia la qualità delle immagini ricavate sia il riconoscimento di quantità volumetrica delle fasi.

Ogni provino inglobato è stato dunque passato più volte alla lucidatrice (Fig. 9), utilizzando una sequenza di carte abrasive (P220 – P600 – P1200 – P2400) e panni su cui si è applicata una pasta diamantata con granulometria nota (6 micron – 3 micron).



Fig. 9 – Lucidatrice

Concluse queste fasi preliminari di preparazione del campione si passa all'attacco chimico, il quale ha la funzione di risaltare, tramite opportune reazioni chimiche, gli aspetti microstrutturali del campione che si vogliono evidenziare, come appunto nel nostro caso l'eventuale presenza di fasi intermetalliche.

Gli attacchi utilizzati per questa finalità sono principalmente due:

- *Beraha's:*

Il provino viene immerso per un tempo di circa 6 secondi in una soluzione composta da: 80 ml H<sub>2</sub>O, 25 ml HCl, 1 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (bisolfato di potassio). La reazione chimica che ne deriva fa risaltare la fase sigma presente denotandola con un colore bianco luminoso, mentre invece le fasi primarie vengono evidenziate con due colori diversi: marrone chiaro per l'austenite e blu chiaro per la ferrite (esempi di campioni trattati con attacco Beraha's in Fig. 10 e Fig. 11).

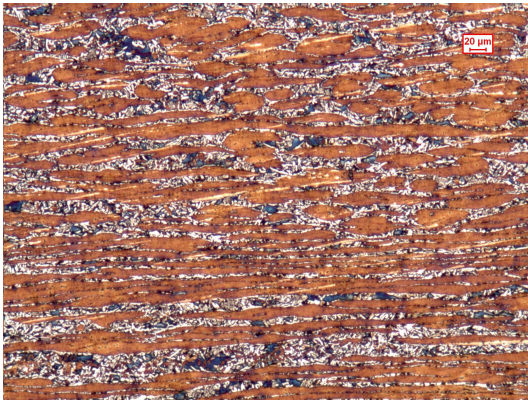


Fig. 10 – 800°C per 30 min, bordo, 100x

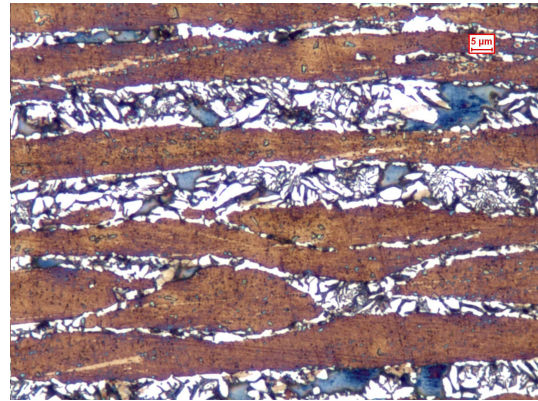


Fig. 11 – 800°C per 30 min, bordo, 500x

- *Elettrolitico:*

Si immerge il campione in una soluzione di 100 ml H<sub>2</sub>O e 50 gr KOH (idrossido di potassio) contenuta in un Becher e si applica una differenza di potenziale di 2 V tramite un generatore elettrico dotato di elettrodi per un tempo di 3 secondi. Questo attacco chimico mette in risalto l'eventuale presenza nel campione di fasi secondarie come la fase  $\sigma$ , facendola risaltare con un colore molto scuro (esempi di campioni trattati con attacco elettrolitico in Fig. 12 e Fig. 13).

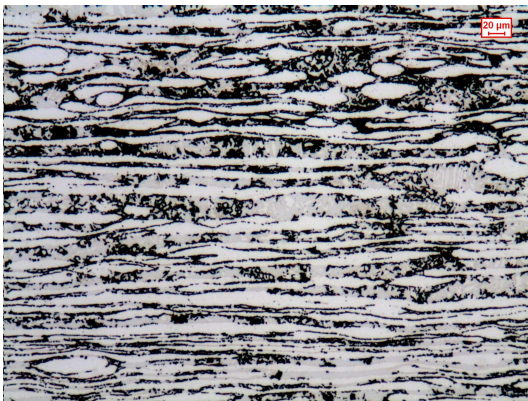


Fig. 12 – 800°C per 30 min, cuore, 100x

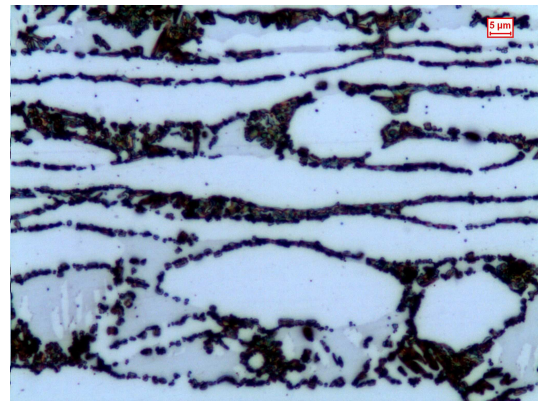
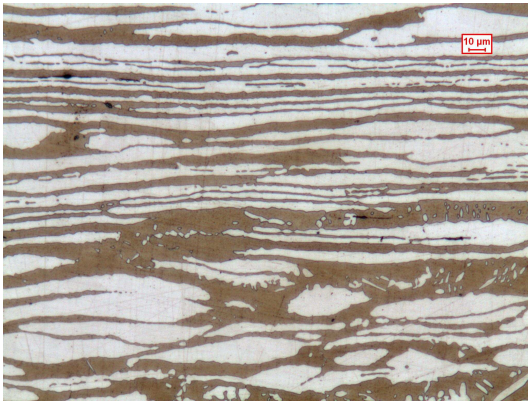


Fig. 13 – 800°C per 30 min, cuore, 500x

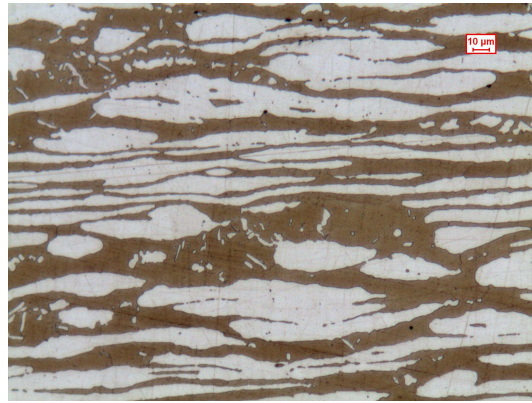
### 3.3 Trattamenti isotermi

Si è cominciato col tagliare una serie di provini delle dimensioni di 20x20x15 (mm), uno dei quali è stato lucidato ed inglobato per poterlo in seguito trattare con un attacco di tipo “Beraha’s”.

Dal provino attaccato sono state ricavate 6 micrografie al microscopio ottico (3 al bordo e 3 al cuore del provino, rispettivamente agli ingrandimenti di 100x, 200x e 500x) nelle quali è possibile distinguere chiaramente le fasi del materiale base, la fase ferritica di colore marrone e la fase austenitica di colore bianco (fig. 14 e 15).



*Fig. 14 – Materiale base, cuore, 200x*



*Fig. 15 – Materiale base, bordo, 200x*

Successivamente si è passato al calcolo delle rampe di riscaldamento, ovvero si è monitorato tramite l'utilizzo di due termocoppie di tipo K interfacciate con un software di acquisizione, sia l'andamento della temperatura dell'aria in prossimità del campione, che della temperatura al cuore del campione per le temperature di 800, 850, 900 e 950 °C. I valori ricavati hanno consentito la realizzazione dei grafici delle curve di riscaldamento (Fig. 16,17,18,19).

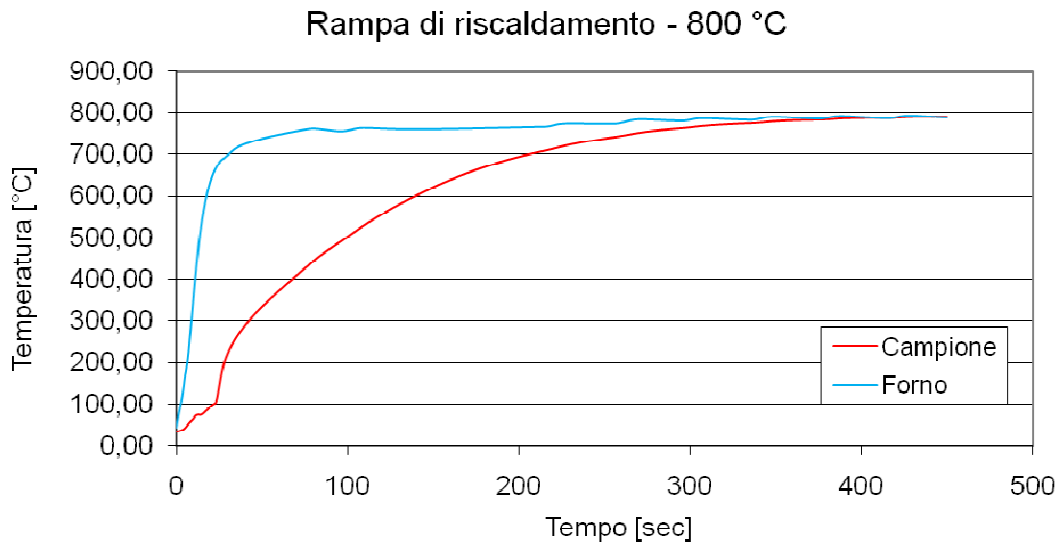


Fig. 16 – Rampa di riscaldamento 800°C

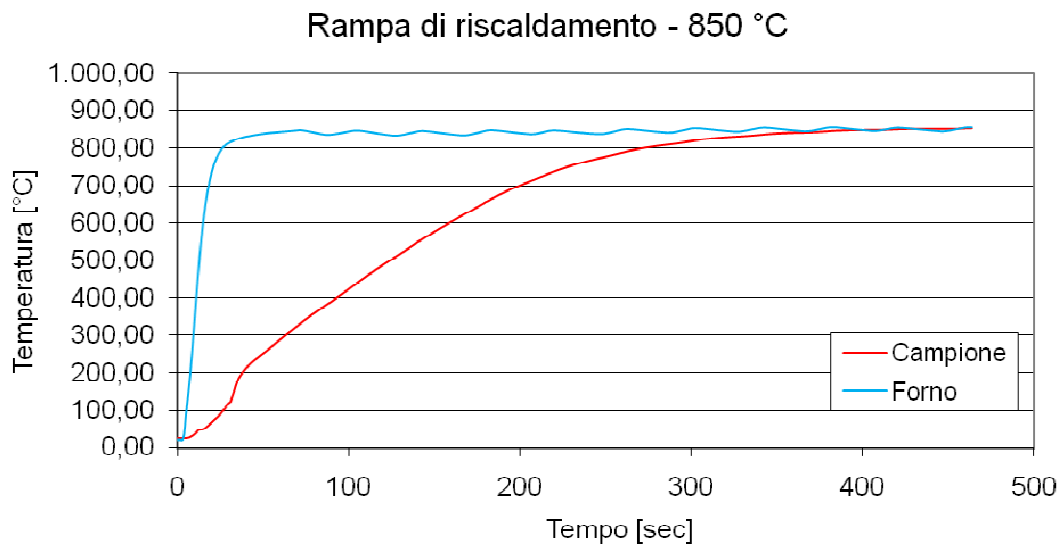


Fig. 17 – Rampa di riscaldamento 850°C

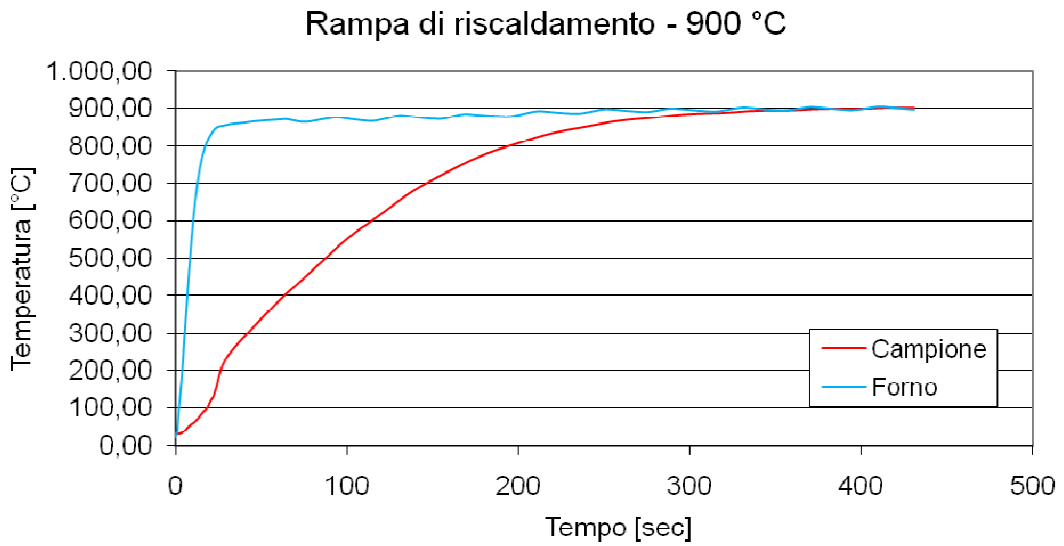


Fig. 18 – Rampa di riscaldamento 900°C

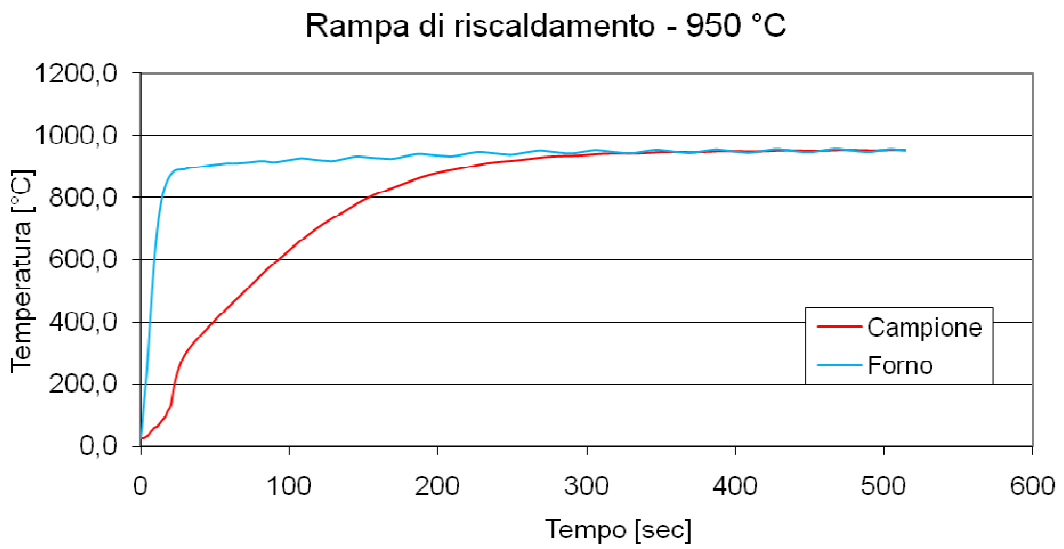
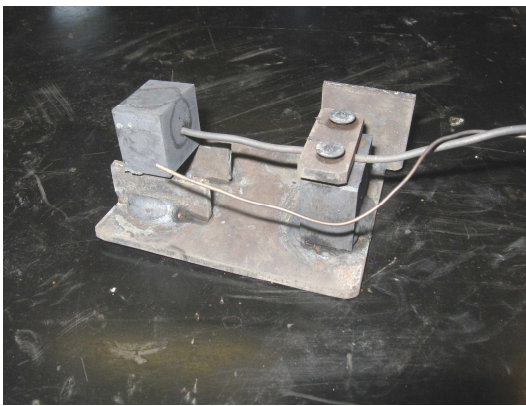


Fig. 19 – Rampa di riscaldamento 950°C

Grazie a tali valori si sono potuti tracciare i grafici delle rampe di riscaldamento, ottenendo le stime dei periodi necessari al materiale in esame per raggiungere stabilmente le diverse temperature alle quali sarebbero poi stati effettuati i trattamenti isotermi.

Per poter realizzare in via pratica queste misurazioni è stato necessario costruire in officina un supporto in acciaio per permettere un facile inserimento in forno del provino e delle termocoppie evitando il distaccamento di queste ultime dal campione (Fig. 20 e Fig. 21).



*Fig. 20 – Supporto*



*Fig. 21 – Supporto*

Terminate queste operazioni preliminari si è passato all'esecuzione dei trattamenti termici veri e propri: sono stati considerati 5 stadi di temperatura (800, 850, 900, 950 e 1000°C) e 6 intervalli temporali di permanenza in forno (1, 5, 10, 30, 180, 420 minuti). Ogni provino è dunque stato identificato da una sigla univoca, indicante il tipo di trattamento termico al quale è stato sottoposto (Tab. 2).



	<b>800 °C</b>	<b>850 °C</b>	<b>900 °C</b>	<b>950 °C</b>	<b>1000 °C</b>
<b>1 min</b>		B0	C0		
<b>5 min</b>	A1	B1	C1	D1	
<b>10 min</b>	A2	B2	C2	D2	
<b>30 min</b>	A3	B3	C3	D3	E3
<b>180 min</b>	A4	B4	C4	D4	E4
<b>420 min</b>		B5	C5		

*Tab. 2 – Nomenclatura provini*

Il procedimento attuato, per ogni campione, è stato il seguente:

Si è inserito il campione in forno, il quale era precedentemente stato portato alla temperatura desiderata e lasciato stabilizzare.

Il tempo di permanenza in forno è stato calcolato tramite un cronometro elettronico ed è stato pari al tempo di trattamento prestabilito più il tempo della rampa di riscaldamento precedentemente calcolato per ogni temperatura.

I tempi dei trattamenti sono riassunti nella Tab. 3.

	<b>800 °C</b>	<b>850 °C</b>	<b>900 °C</b>	<b>950 °C</b>	<b>1000 °C</b>
<b>1 min</b>		8	7		
<b>5 min</b>	13	12	11	11	
<b>10 min</b>	18	17	16	16	
<b>30 min</b>	38	37	36	36	36
<b>180 min</b>	188	187	186	186	186
<b>420 min</b>		427	426		


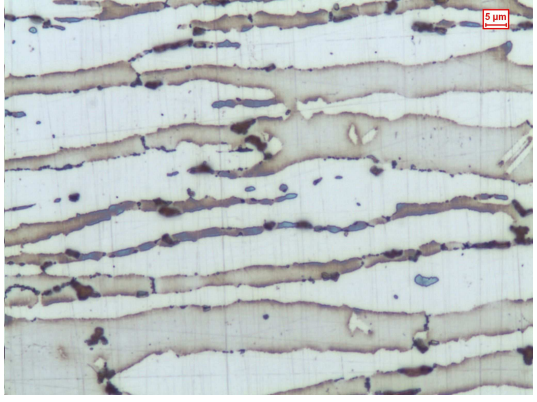
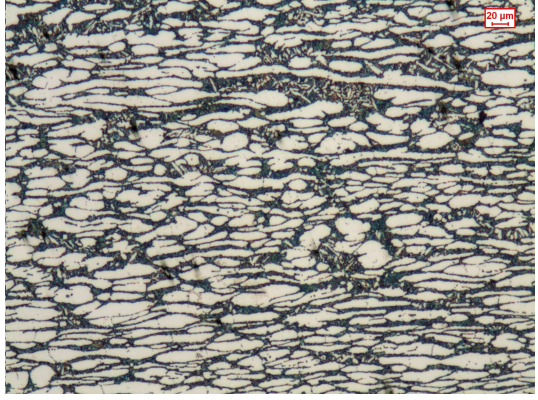
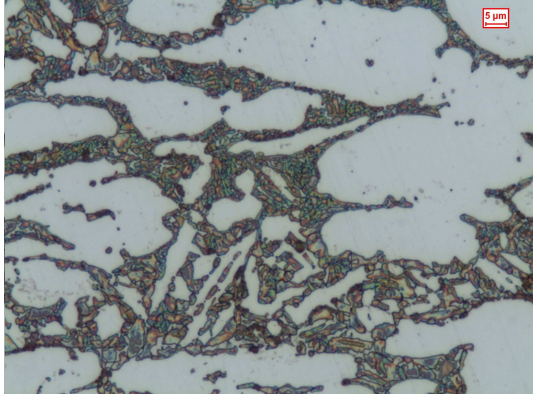
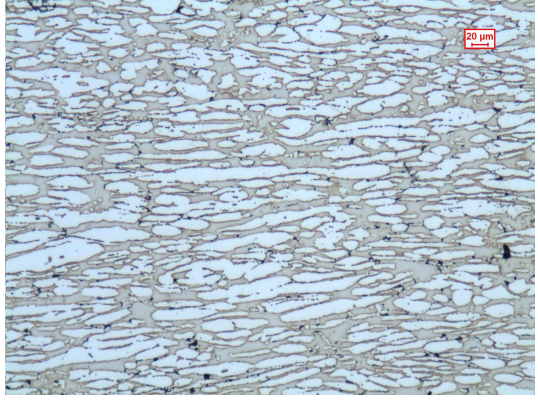
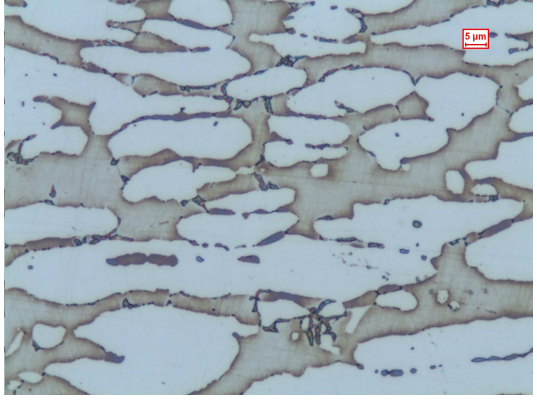
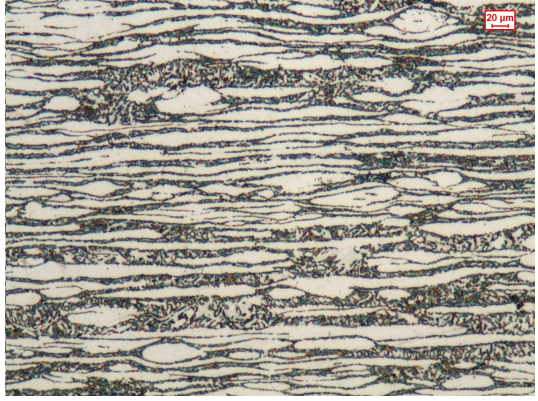
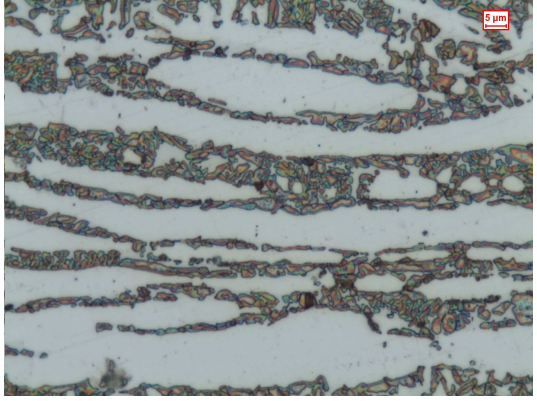
*Tab. 3 – Tempi trattamenti isotermi [min]*

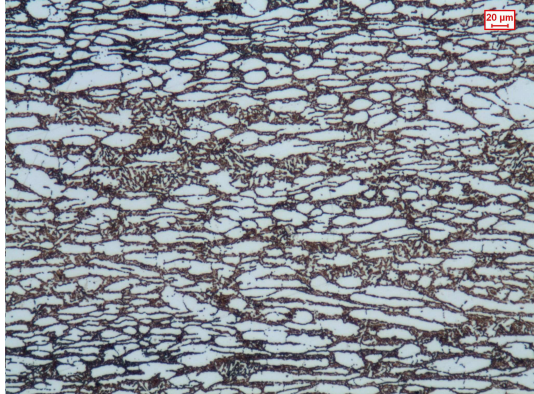
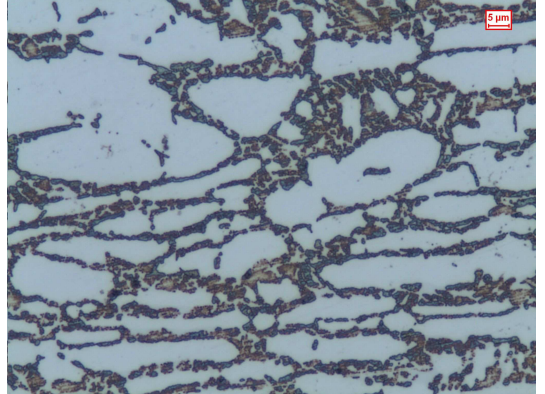
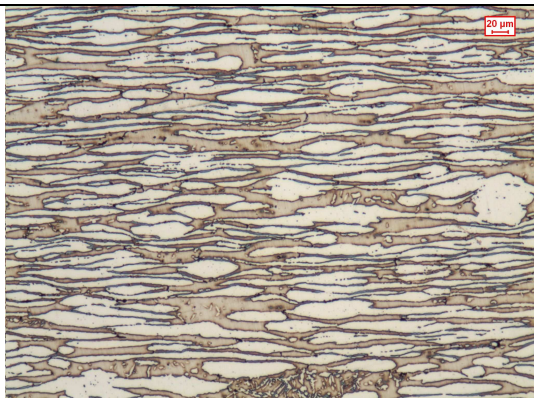
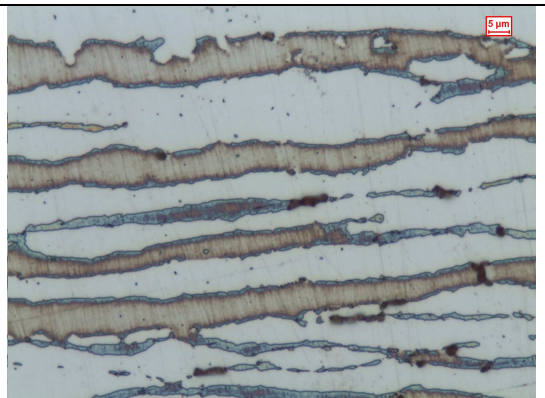
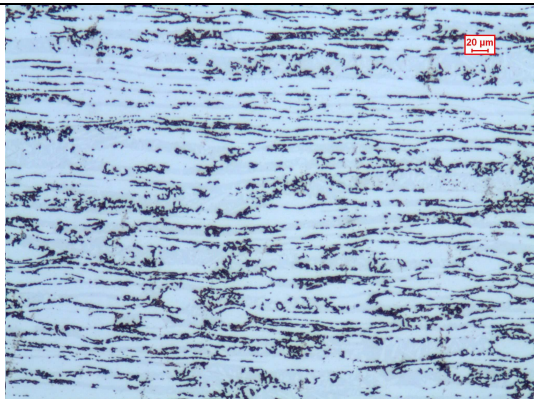
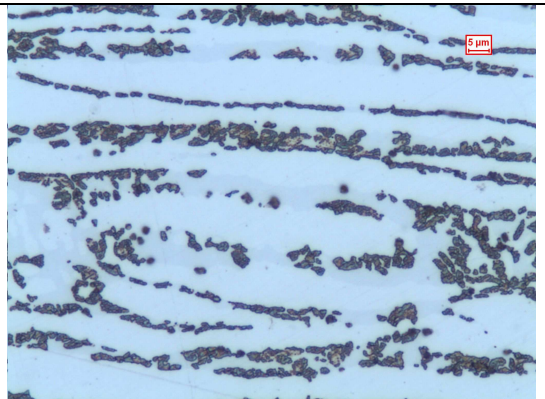
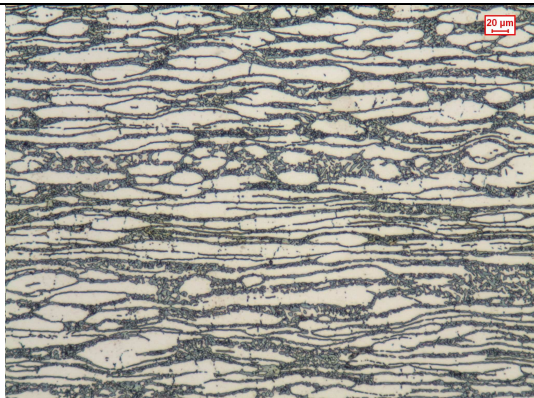
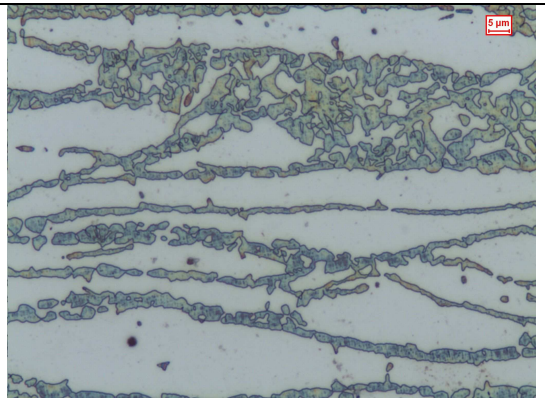
Una volta terminato il trattamento termico si è estratto il provino con delle apposite pinze e lo si è temprato in acqua.


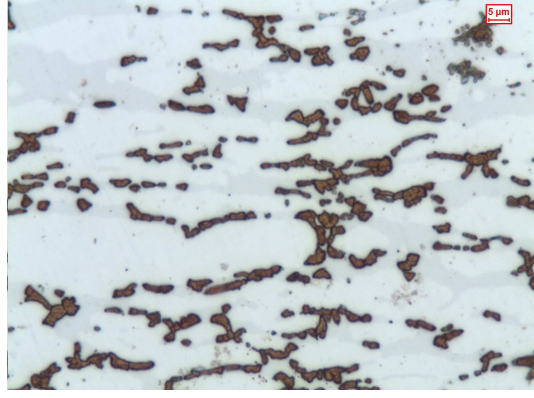
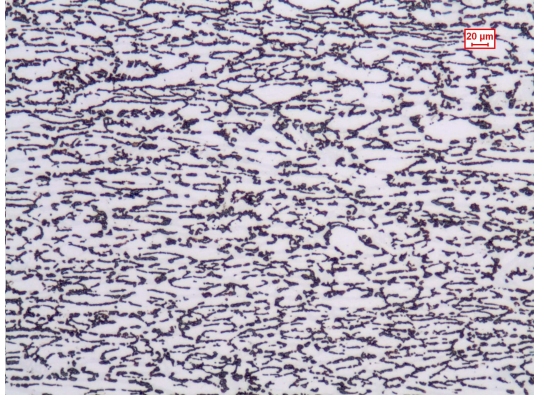
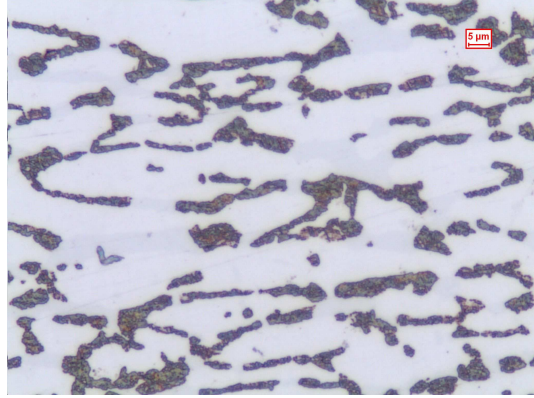

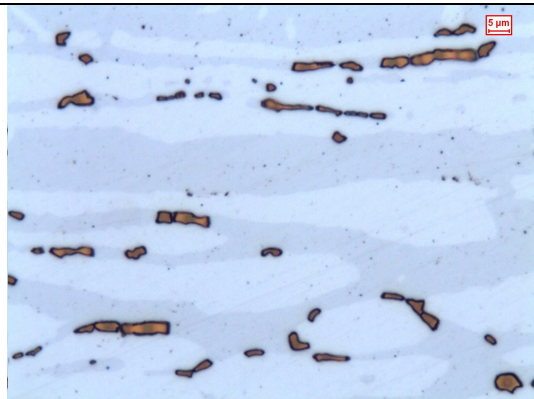
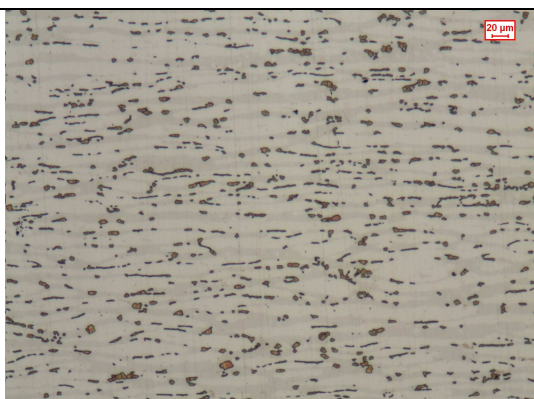
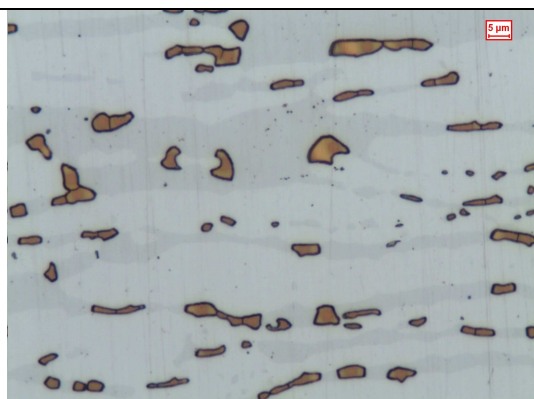
In seguito ogni provino è stato opportunamente tagliato, inglobato e lucidato per permettere un'efficace e corretta analisi micrografica.

Al fine di risaltare le precipitazioni di fasi secondarie eventualmente createsi, si sono effettuati attacchi chimici di tipo elettrolitico su ognuno dei campioni.

Giunti a conclusione di queste operazioni si è passati direttamente all'acquisizione delle immagini dal microscopio ottico, raccogliendo 6 micrografie per ogni campione (3 al bordo e 3 al cuore del provino, rispettivamente agli ingrandimenti di 100x, 200x e 500x), inserite in Tab. 4.

Provino	100x	500x
<p>800°C per 10 min, bordo</p>		
<p>800°C per 180 min, bordo</p>		
<p>850°C per 5 min, bordo</p>		
<p>850°C per 30 min, bordo</p>		

<p>850°C per 420 min, cuore</p>		
<p>900°C per 10 min, bordo</p>		
<p>900°C per 10 min, cuore</p>		
<p>900°C per 420 min, cuore</p>		

<p>950°C per 5 min, cuore</p>		
<p>950°C per 180 min, cuore</p>		
<p>1000°C per 30 min, bordo</p>		
<p>1000°C per 180 min, bordo</p>		

Tab. 4 – Micrografie attacco elettrolitico

Grazie alle micrografie ricavate si è potuto condurre lo studio di quantificazione della fase sigma, avvalendosi di un software di riconoscimento grafico (LEICA QWin Image Analysis) il quale permette la valutazione della quantità percentuale di fase secondaria contenuta in ciascun campione trattato isotermicamente.

Tali conteggi vengono svolti impostando una routine del software che provvede a creare una serie di immagini all'ingrandimento impostato, il quale deve naturalmente rimanere costante per tutte i conteggi svolti.

Nel nostro caso si è optato per un numero di 20 immagini per campione ad un ingrandimento di 200x.

Terminata la raccolta delle immagini la routine prevede l'impostazione dei livelli cromatici di riconoscimento per permettere la discriminazione dei diversi colori corrispondenti alle diverse fasi.

I dati elaborati vengono raccolti all'interno di un foglio di calcolo per permettere poi la determinazione dei dati statistici desiderati, come i valori medi e le deviazioni standard.

Considerato che le diverse zone del campione raggiungono differenti livelli di temperatura durante i trattamenti termici, si è svolto un conteggio distinto per il calcolo della percentuale di fase al cuore (Tab. 5) e al bordo (Tab. 6).

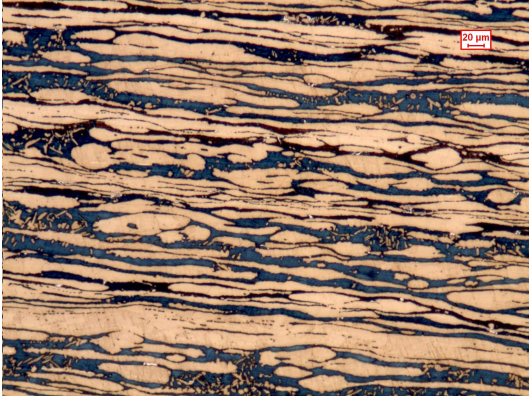
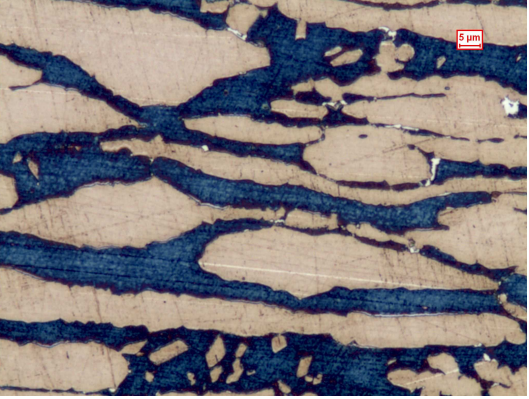
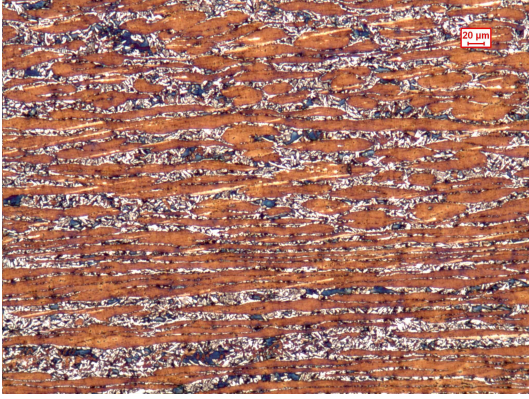
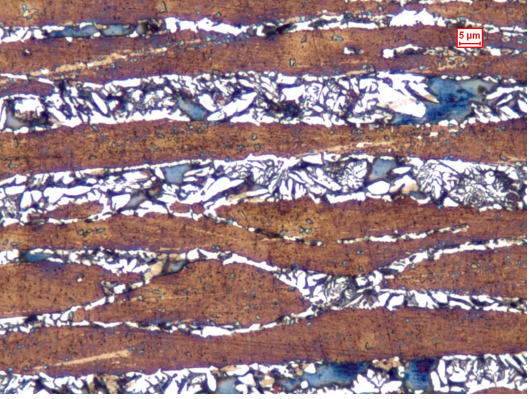
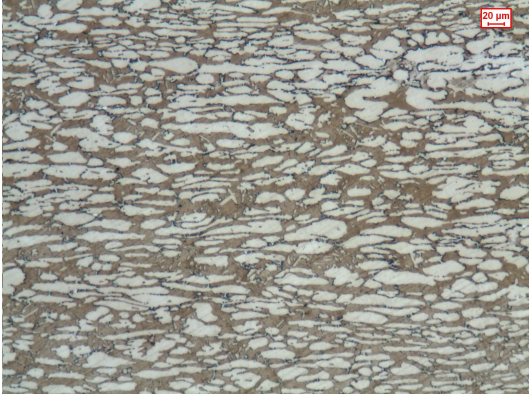
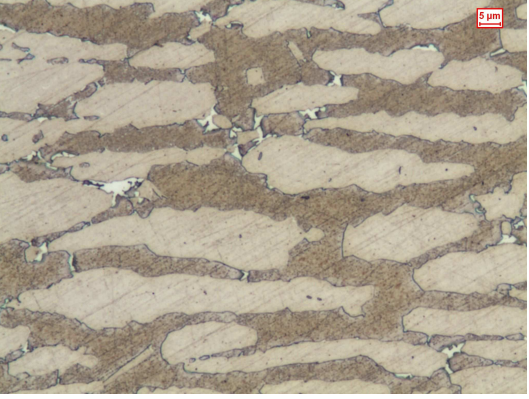
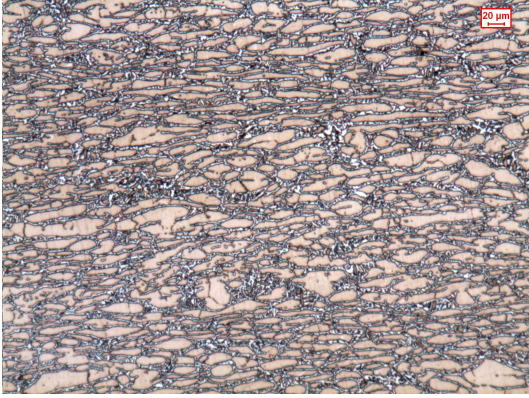
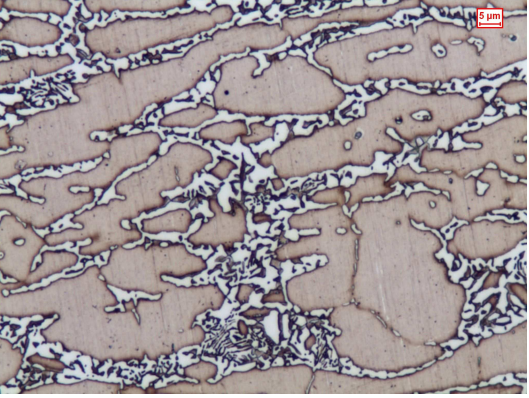
	<b>800</b>	<b>850</b>	<b>900</b>	<b>950</b>	<b>1000</b>
<b>1 min</b>		0,04% ± 0,03%	0,44% ± 0,11%		
<b>5 min</b>	0,19% ± 0,13%	0,47% ± 0,33%	6,97% ± 1,66%	7,20% ± 2,64%	
<b>10 min</b>	8,06% ± 1,51%	13,42% ± 1,68%	19,36% ± 2,89%	10,40% ± 3,73%	
<b>30 min</b>	14,06% ± 1,72%	33,86% ± 2,04%	31,30% ± 1,65%	24,66% ± 1,92%	2,45% ± 0,97%
<b>180 min</b>	36,34% ± 4,92%	35,51% ± 2,87%	38,47% ± 2,20%	27,21% ± 2,16%	8,14% ± 2,03%
<b>420 min</b>		41,12% ± 1,86%	40,10% ± 2,18%		

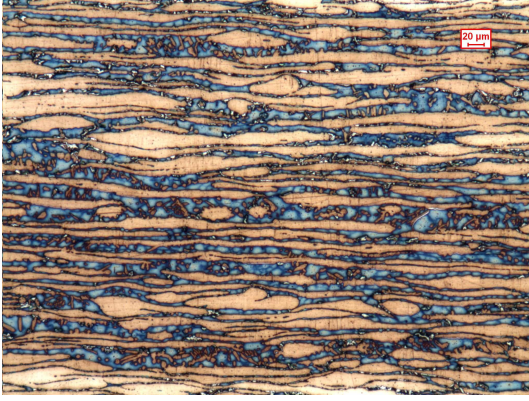
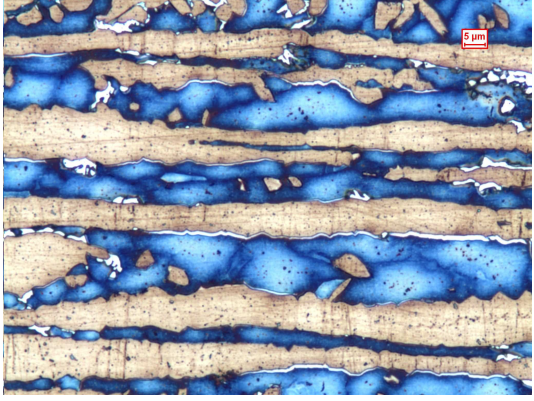
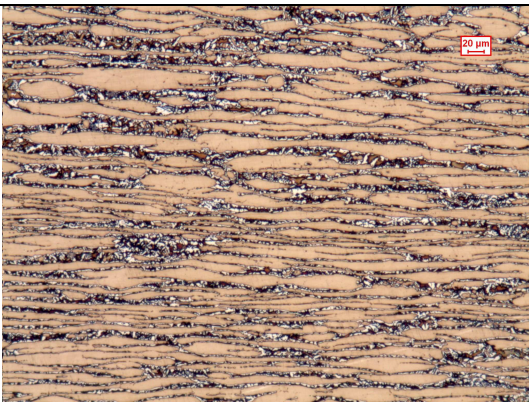
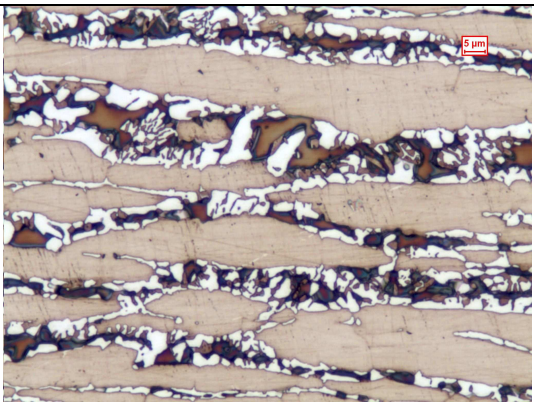
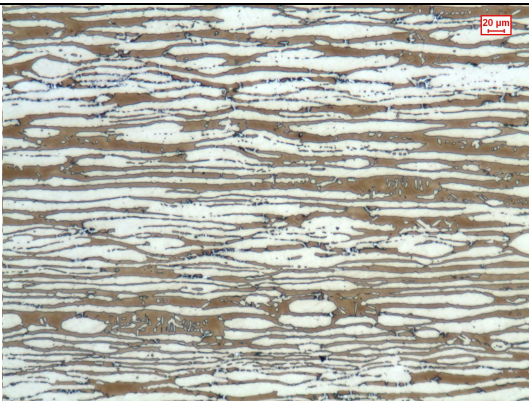
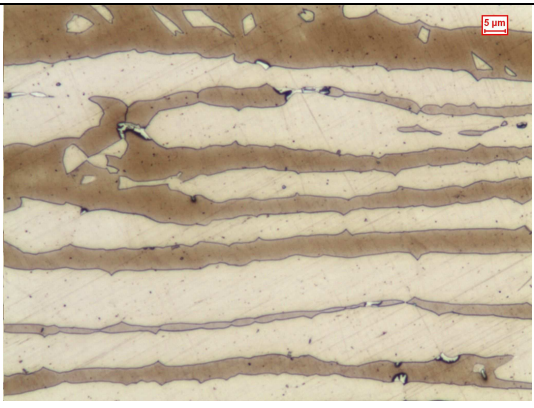
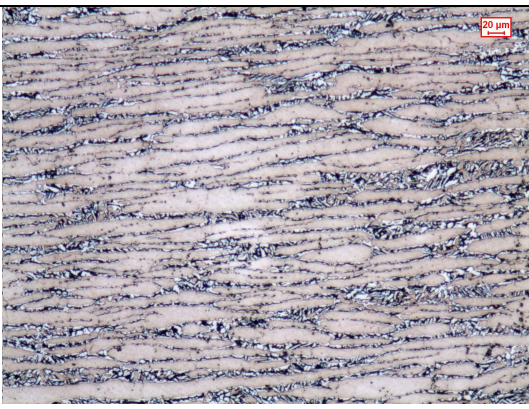
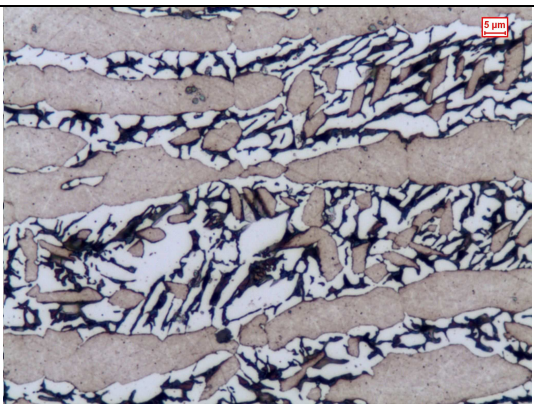
Tab. 5 – Percentuale fase sigma, cuore

	<b>800</b>	<b>850</b>	<b>900</b>	<b>950</b>	<b>1000</b>
<b>1 min</b>		0,06% ± 0,05%	0,99% ± 0,33%		
<b>5 min</b>	0,13% ± 0,15%	0,63% ± 0,10%	10,58% ± 1,08%	11,50% ± 1,07%	
<b>10 min</b>	10,69% ± 2,16%	16,37% ± 1,40%	25,53% ± 2,13%	12,60% ± 0,96%	
<b>30 min</b>	20,25% ± 3,76%	36,22% ± 2,53%	30,04% ± 1,32%	27,68% ± 3,25%	2,57% ± 0,46%
<b>180 min</b>	40,30% ± 2,24%	38,10% ± 1,57%	44,41% ± 2,34%	30,02% ± 1,50%	8,79% ± 0,63%
<b>420 min</b>		43,05% ± 1,87%	43,29% ± 5,39%		

*Tab. 6 – Percentuale fase sigma, bordo*

In seguito alcuni campioni sono stati rilucidati e attaccati chimicamente con un attacco Beraha's: dalle micrografie ricavate (Tab. 7) si può distinguere chiaramente la fase sigma per il suo colore bianco luminoso.

Provino	100x	500x
<p>800°C per 5 min, cuore</p>		
<p>800°C per 30 min, bordo</p>		
<p>850°C per 5 min, cuore</p>		
<p>850°C per 420 min, cuore</p>		

<p>900°C per 5 min, cuore</p>		
<p>900°C per 30 min, bordo</p>		
<p>1070°C raffreddato in forno con aria insufflata, cuore</p>		
<p>1070°C raffreddato in forno, bordo</p>		

Tab. 7 – Micrografie attacco Beraha's



### 3.4 Curve di Avrami

I dati sperimentali ricavati sono stati interpolati tramite un modello numerico che segue la legge di Avrami, la quale viene usata per determinare la cinetica di precipitazione di una fase a seguito di trattamenti isotermi.

I parametri  $\tau$  e  $n$  sono stati calcolati interpolando i valori sperimentali a diversi valori di  $t$  (vedi Tab. 8). Le curve ricavate rispecchiano il tipico andamento sinusoidale delle curve di Avrami (Fig. 22,23,24,25).

T (s)	800 °C	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C
<b>DEV.ST MEDIA</b>	2,07	1,47	1,78	2,61	1,50
<b>Vm</b>	38,00	38,00	38,00	27,00	
<b>k</b>	3,00E-07	1,95E-06	6,30E-06	1,10E-05	
<b>n</b>	1,9	1,84	1,7	1,65	

Tab. 8 – Valori dei parametri dell'equazione di Avrami

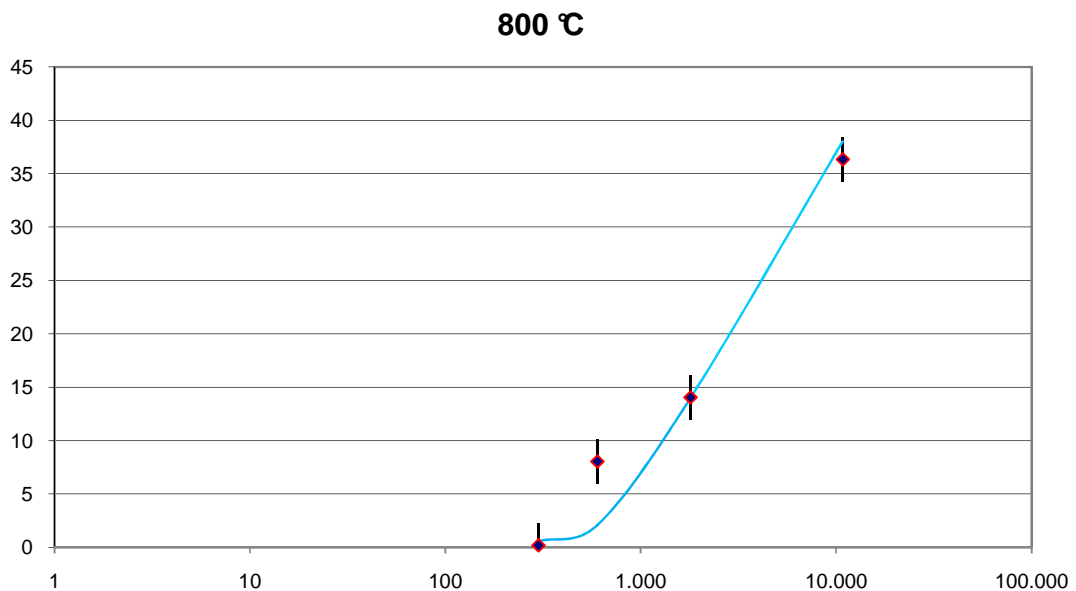


Fig. 22– Curva di Avrami 800°C

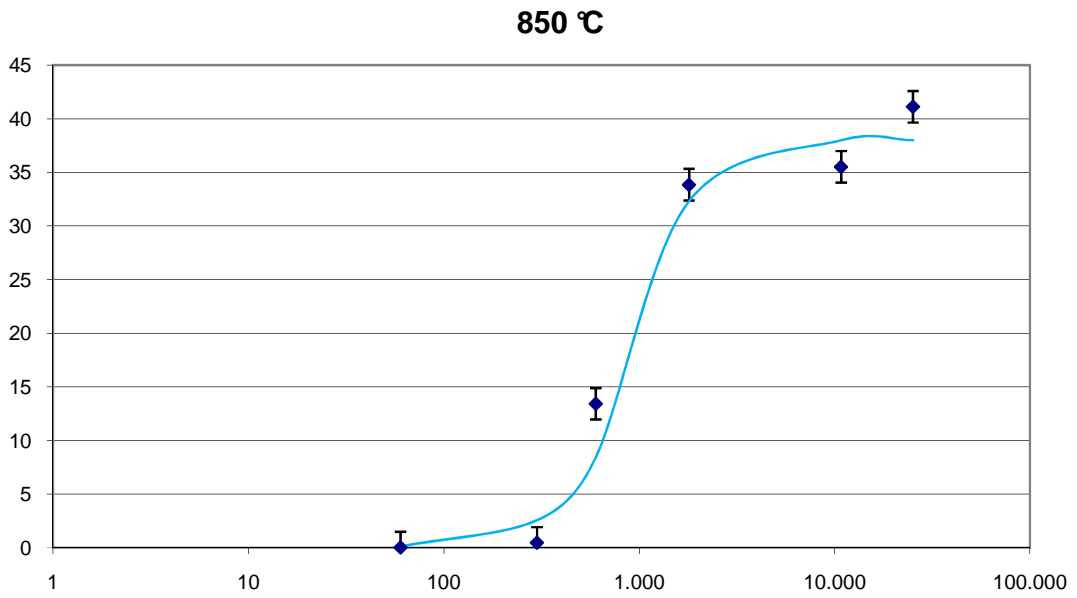


Fig. 23 – Curva di Avrami 850°C

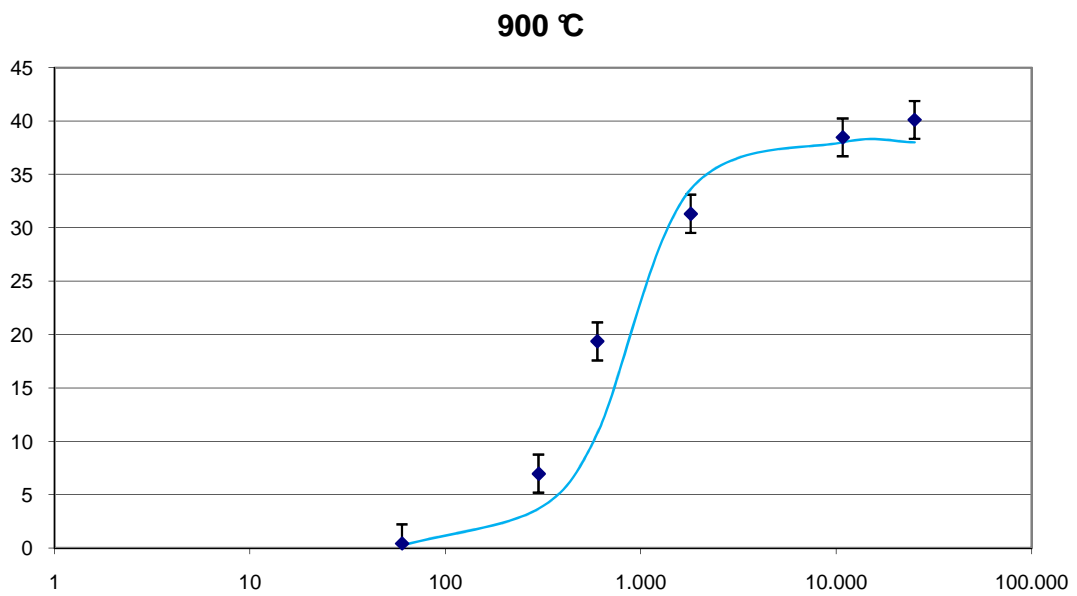
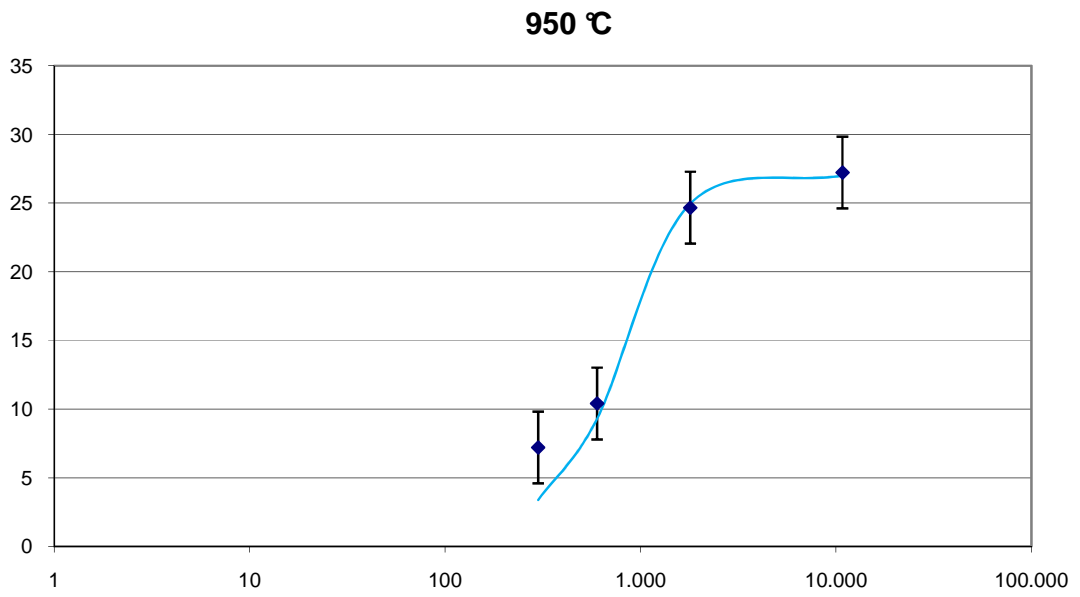


Fig. 24 – Curva di Avrami 900°C



*Fig. 25 – Curva di Avrami 950°C*

### 3.5 Raffreddamenti controllati

Al fine di studiare la cinetica di precipitazione della fase  $\sigma$  sono stati svolti dei trattamenti a raffreddamento controllato.

Questi studi sono particolarmente utili in quanto vanno a simulare situazioni di applicazioni pratiche come ad esempio il raffreddamento di una zona termicamente alterata, la quale può essere stata generata da una lavorazione di saldatura.

Tali esperienze sono state eseguite inserendo in forno i provini ad una temperatura di 1070 °C, ovvero effettuando una sola bilizzazione del materiale, e poi raffreddando i campioni con diverse modalità, mantenendo il più possibile costante la velocità di raffreddamento del pezzo.

Per ottenere diverse velocità di raffreddamento si sono utilizzate due diverse modalità: mantenendo il provino all'interno del forno e variando l'apertura dello sportello (da completamente chiuso a semi-chiuso e infine semi-aperto) oppure insufflando dell'aria compressa all'interno del forno stesso (vedi la legenda provini in Tab. 9).

<b>NOME</b>	<b>TIPO DI RAFFREDDAMENTO (°C/s)</b>
<b>F1</b>	in forno con porta semi aperta (0,46)
<b>F2</b>	in forno con aria insufflata (0,29)
<b>F2.5</b>	in forno con porta semichiusa (0,12)
<b>F3</b>	in forno (0,03)

*Tab. 9 – Nomenclatura provini raffreddamenti controllati*

Tramite l'ausilio di apposite termocoppie collegate ad un sistema di acquisizione è stato possibile ricavare le velocità di raffreddamento dei singoli trattamenti e le relative curve di raffreddamento (Fig. 26). I dati numerici per la creazione delle curve sono stati elaborati sia tramite interpolazione sia tramite integrazione dei singoli valori.

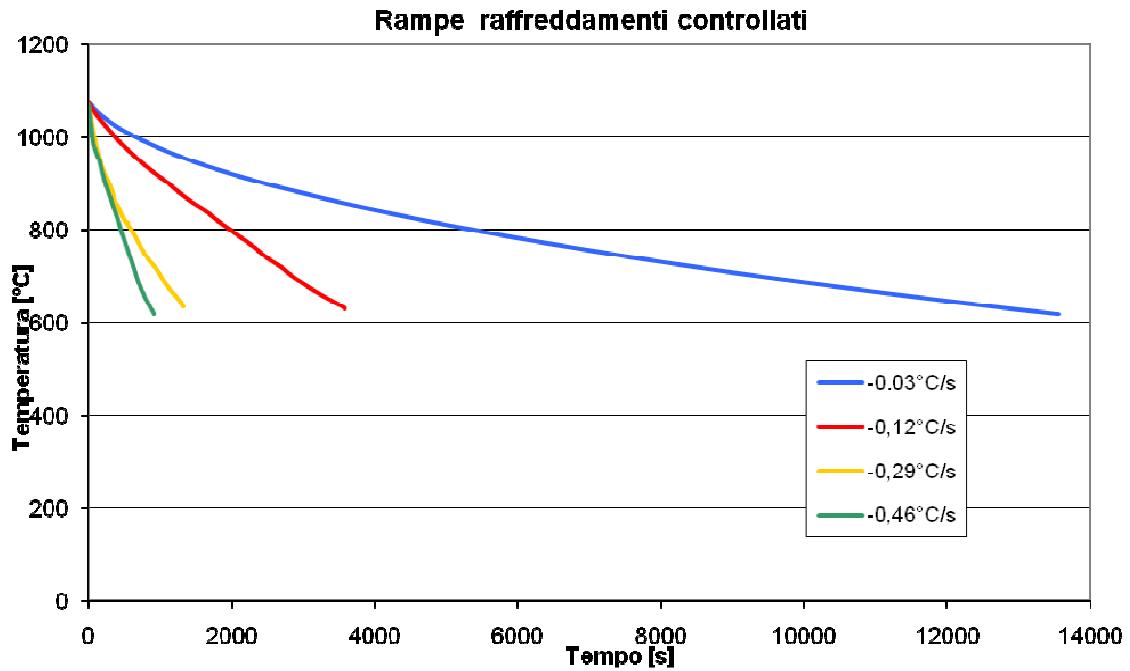


Fig. 26 – Rampe raffreddamenti controllati

Come ci si aspettava il raffreddamento avvenuto in forno chiuso è di gran lunga il più lento di tutti, il raffreddamento con portello semi-chiuso si colloca in una posizione intermedia mentre il raffreddamento con aria insufflata si può equiparare a quello con portello semi-aperto.

Fatto ciò si è proseguito con la determinazione della fase sigma presente in tali campioni tramite la stessa metodologia utilizzata in precedenza: taglio e inglobatura del provino, lucidatura, attacco elettrolitico in soluzione di idrossido di potassio e conteggio per mezzo di un software interfacciato col microscopio ottico. I risultati ottenuti sono riportati in Tab. 10.

NOME	% FASE SIGMA	
	BORDO	CUORE
<b>F1</b>	0,23% ± 0,09%	0,20% ± 0,12%
<b>F2</b>	3,14% ± 0,70%	1,56% ± 0,43%
<b>F2.5</b>	25,74% ± 2,55%	13,95% ± 2,13%
<b>F3</b>	41,56% ± 2,70%	41,51% ± 4,59%

Tab. 10 – Percentuale fase sigma raffreddamenti controllati

I suddetti valori, inseriti e modellati tramite appositi software di simulazione numerica, possono risultare utili nella determinazione della morfologia delle curve CCT (Continuous Cooling Transformation) le quali aiutano a determinare le condizioni ideali di raffreddamento del materiale in esame, allo scopo di evitare la formazione di fasi secondarie.

### 3.6 Micrografie al SEM

Alcuni provini sono stati esaminati al microscopio elettronico a scansione SEM (Scanning Electron Microscope) per poter avere una più accurata rilevazione delle fasi presenti nel materiale (vedi Tab. 11).

Analizzando i risultati del SEM si è constatato che la rilevazione effettuata per via grafica tramite il riconoscimento software è leggermente sovrastimata rispetto all'effettiva quantità di fase secondaria presente nei vari campioni.

La routine di calcolo della percentuale volumetrica di fase una volta effettuata sulle immagini del SEM ha dato dei risultati presumibilmente più precisi, in quanto la strumentazione consente un maggior grado di discriminazione tra la fase sigma ed eventuali altri intermetallici (carburi, nitruri, ecc.)

	<b>% fase sigma mic. ottico</b>	<b>% fase sigma SEM</b>
<b>A2</b>	8,06% ± 1,51%	5,82% ± 1,31%
<b>A3</b>	14,06% ± 1,72%	9,84% ± 1,75%
<b>B3</b>	33,86% ± 2,04%	27,75% ± 3,96%
<b>B4</b>	35,51% ± 2,87%	29,36% ± 4,04%
<b>D2</b>	10,40% ± 3,73%	7,36% ± 3,72%
<b>E3</b>	2,45% ± 0,97%	1,33% ± 0,95%

*Tab. 11 – Percentuale fase sigma, confronto ottico-SEM*

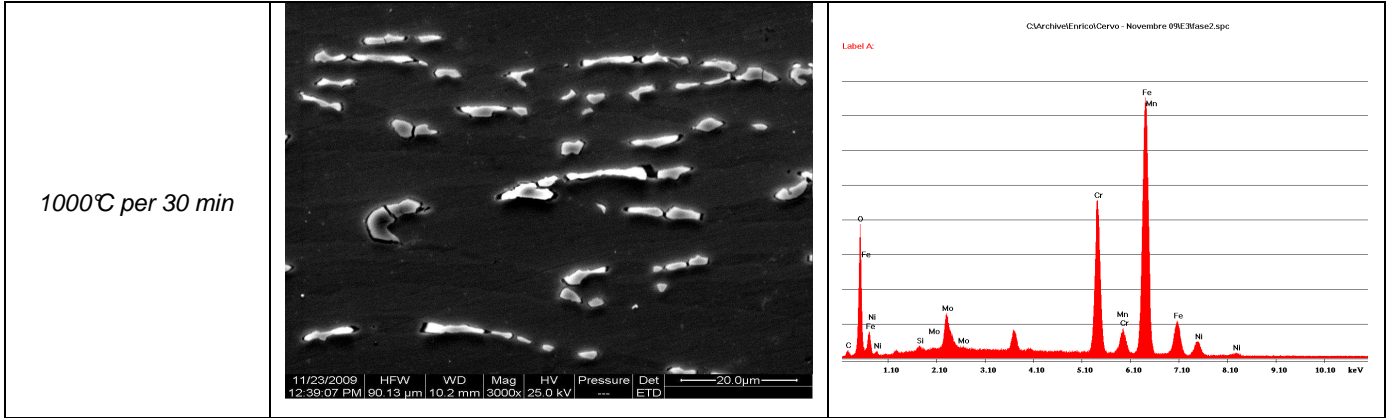
Inoltre la migliore qualità delle immagini prelevate ha reso possibile la distinzione tra le due fasi secondarie create, ovvero la fase  $\sigma$  e la fase  $\chi$ .

Le immagini ricavate ed i relativi grafici indicanti la composizione del materiale sono riportati in Tab. 12.

Provino	Immagine	Grafico composizione
800°C per 10 min		
800°C per 30 min		
800°C per 180 min		
850°C per 30 min		



<p>850°C per 180 min</p>		<p>EDS spectrum for 850°C per 180 min. Peaks are labeled: C, Ni, Fe, O, Si, Mo, Cr, Mn, Fe, Ni. The x-axis is energy in keV from 1.10 to 10.10.</p>
<p>900°C per 30 min</p>		<p>EDS spectrum for 900°C per 30 min. Peaks are labeled: C, Ni, Fe, O, Si, Mo, Cr, Mn, Fe, Ni. The x-axis is energy in keV from 1.10 to 10.10.</p>
<p>950°C per 10 min</p>		<p>EDS spectrum for 950°C per 10 min. Peaks are labeled: C, Ni, Fe, O, Cr, Si, Mo, Cr, Fe, Ni. The x-axis is energy in keV from 1.10 to 10.10.</p>
<p>950°C per 30 min</p>		<p>EDS spectrum for 950°C per 30 min. Peaks are labeled: C, Ni, Fe, O, Si, Mo, Cr, Mn, Fe, Ni. The x-axis is energy in keV from 1.10 to 10.10.</p>



*Tab. 12 – Immagini e grafici composizione SEM*

### 3.7 Prove di durezza

Nell'ultima fase sperimentale di questa Tesi si è cercato di provare empiricamente un'eventuale correlazione tra la frazione volumetrica di fase sigma, ampiamente analizzata negli stadi precedenti, e la variazione di proprietà meccaniche del superduplex.

In particolare questa diminuzione delle prestazioni meccaniche del materiale si rispecchia in maggiore fragilità (dunque scarsa tenacità ed elevata durezza).

Per quantificare la fragilità del materiale affetto da precipitazione di fase sigma, si sono effettuate delle misure di durezza Vickers.

Nel nostro caso si è utilizzato un durometro manuale (vedi Fig. 27) e sono state eseguite 3 prove per ogni campione applicando un pre-carico di 10 Kg ed un carico di 100 Kg.



*Fig. 27 – Durometro*

I risultati delle prove sono riportati in tabella 10.

<b>Campione</b>	<b>% Fase Sigma</b>	<b>Prova 1</b>	<b>Prova 2</b>	<b>Prova 3</b>	<b>Media</b>
<b>MB</b>	0,00%	251	257	257	255
<b>A1</b>	0,19%	251	245	257	251
<b>A2</b>	8,06%	269	269	276	271
<b>A3</b>	14,06%	290	321	313	308
<b>A4</b>	36,34%	389	378	378	382
<b>B0</b>	0,04%	224	257	257	246
<b>B1</b>	0,47%	269	276	263	269
<b>B2</b>	13,42%	297	290	313	300
<b>B3</b>	33,86%	339	348	358	348
<b>B4</b>	35,51%	378	378	368	375
<b>B5</b>	41,12%	378	389	389	385
<b>C0</b>	0,44%	263	269	263	265
<b>C1</b>	6,97%	276	276	283	278
<b>C2</b>	19,36%	290	305	290	295
<b>C3</b>	31,30%	339	348	348	345
<b>C4</b>	38,47%	348	348	368	355
<b>C5</b>	40,10%	358	368	368	365
<b>D1</b>	7,20%	290	283	283	285
<b>D2</b>	10,40%	283	290	290	288
<b>D3</b>	24,66%	283	297	297	292
<b>D4</b>	27,21%	313	313	305	310
<b>E3</b>	2,45%	251	257	269	259
<b>E4</b>	8,14%	269	263	269	267
<b>F1</b>	0,20%	257	251	257	255
<b>F2</b>	1,56%	229	219	240	229
<b>F2.5</b>	13,95%	305	290	305	300
<b>F3</b>	41,51%	348	339	358	348

Tab. 10 – Prove di durezza Vickers

Riportando in un grafico avente sull'asse X la frazione volumetrica di fase sigma e sull'asse Y la rispettiva durezza Vickers misurata (Fig. 28), si è potuta evidenziare una correlazione tra questi due fattori, espressa dall'equazione:

$$y = 283,4 x + 256,5$$

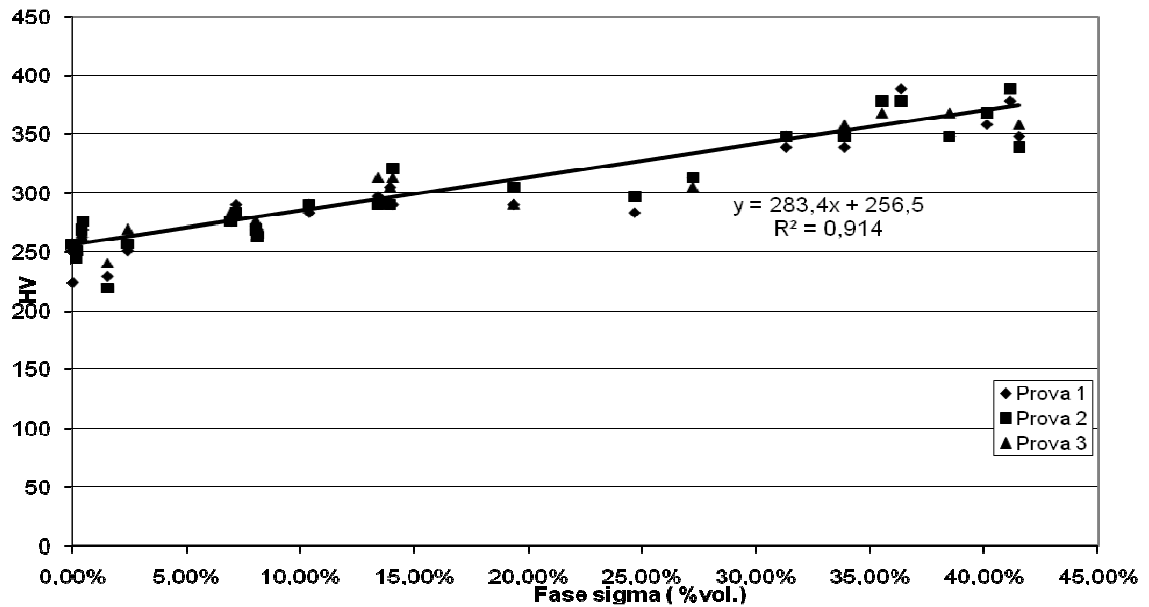


Fig. 28 – Retta durezza e percentuale di fase sigma

## CAPITOLO 4

### Conclusioni

Gli studi e le analisi condotte hanno portato alla conferma della dipendenza tra la precipitazione di fasi secondarie ed i fattori tempo e temperatura dei trattamenti termici effettuati.

In particolare si può affermare con buona precisione che per l'acciaio Superduplex 2507 il naso della curva TTT (di cui ne è un esempio la Fig. 29), ovvero il punto di maggior precipitazione di fase, è attorno alla temperatura di 900 °C.

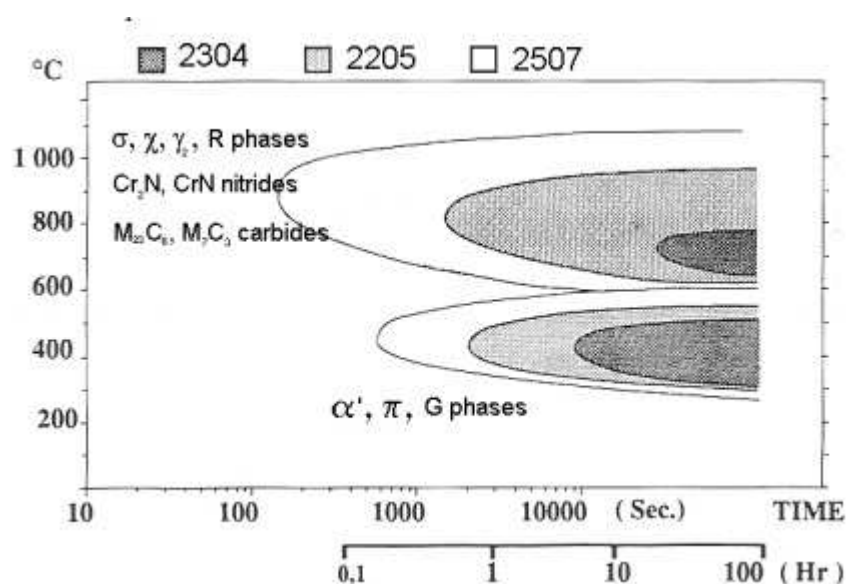


Fig. 29 – Curve TTT

Infatti a parità di tempi di riscaldamento in forno, la precipitazione di fase sigma rilevata a questa temperatura è stata superiore rispetto agli altri intervalli, sia a bordo che a cuore del campione.

In particolare il grado di precipitazione a temperature superiori risulta minore, poiché ci si avvicina alle condizioni di solubilizzazione e quindi le elevate temperature favoriscono il riassorbimento degli elementi in lega all'interno della matrice principale dell'acciaio.

Questo dato è significativo poiché indica quale range di temperatura è opportuno evitare durante la lavorazione del suddetto acciaio per non rischiare la perdita di caratteristiche meccaniche del pezzo.

Infatti tramite i raffreddamenti controllati e le prove di macrodurezza Vickers è stata confermata sperimentalmente la correlazione tra precipitazione di fase secondaria ed infragilimento del materiale, simulando il caso applicativo di un raffreddamento di una zona termicamente alterata (ad esempio dovuta ad un processo di saldatura).

Infine, confrontando i risultati ottenuti con una tesi precedentemente redatta su un acciaio Duplex 2205 si è confermata la maggiore tendenza alla precipitazione del Superduplex (dovuto alla maggiore concentrazione di elementi in lega).

## Bibliografia

1. Gabriele Di Caprio, "Gli acciai inossidabili", Ed. Biblioteca tecnica Hoepli
2. Calliari, M. Pellizzari, E. Ramous, "Precipitation of secondary phases in super duplex stainless steel ZERON100 isothermally aged", Materials Science and Technology (2009)
3. Pardal JM, et al, "Influence of the grain size on deleterious phase precipitation in superduplex stainless steel UNS S32750", Mater Charact (2008), doi:10.1016/j.matchar.2008.08.007
4. P. Ferro, R. Cervo, F. Bonollo, R. Bertelli, "Set up and implementation of a numerical model for the simulation of heat treatment of duplex stainless steels"
5. J. O. Nilsson, A. Wilson, "Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of superduplex stainless steel SAF 2507", the Institute of Materials (1993)