### POLITECNICO DI MILANO

Facoltà di Ingegneria Industriale

Corso di laurea in Ingegneria Meccanica



# Studio circa la laminazione ferritica a caldo di acciai al carbonio e HSLA

Relatore: Prof. Carlo MAPELLI

Co-relatori: Ing. Roberto VENTURINI Ing. Silvia BARELLA

Tesi di Laurea di:

Matteo BERTOLASI Matr.739747

Andrea MAZZOCCHI Matr. 734060

Anno Accademico 2009 - 2010

### Ringraziamenti

Per questo periodo di tesi che abbiamo svolto, vogliamo ringraziare le persone che ci hanno accompagnato fino a questo giorno. I motivi sono tanti, ma ci basta ricordare forse il più semplice: senza il loro supporto, tutto sarebbe stato più difficile. Ringraziamo innanzitutto i nostri genitori, per il sostegno, i sacrifici e la condivisione dei nostri momenti quotidiani. I professori per l'impegno, la disponibilità e la professionalità dimostrataci, in particolare un sincero grazie al professor Carlo Mapelli sempre presente durante lo svolgimento e la stesura di questa tesi.

Un grazie speciale va anche ai dottorandi e a tutto lo staff tecnico dei laboratori CLASD, che ci hanno supportato e sopportato per tutto questo periodo di nostra crescita professionale.

Ringraziamo inoltre i nostri compagni di università, per averci accompagnato in questi anni di comune cammino.

Milano, Luglio 2010

Andrea Mazzocchi Matteo Bertolasi

## Indice

INDICE DELLE TABELLE	VI
INDICE DELLE FIGURE	VII
SOMMARIO	-1-
INTRODUZIONE	- 2 -
OBIETTIVO DELLA TESI	- 3 -
1 PRESENTAZIONE DELL' AZIENDA	- 5 -
2 WARM ROLLING	- 7 -
2.1 CENNI SUL WARM ROLLING	- 7 -
<ul><li>2.1.1 Descrizione</li><li>2.1.2 Trasformazione</li><li>2.1.3 Deformazione</li></ul>	- 7 - - 8 - - 10 -
3 ACCIAI HSLA	- 15 -
3.1 CENNI INTRODUTTIVI SUGLI ACCIAI MICRO LEGATI	- 15 -
3.2 APPLICAZIONI	- 20 -
<b>3.3 EFFETTO DEL NIOBIO</b>	- 22 -
<ul><li>3.3.1 Applicazioni</li><li>3.3.2 Il niobio nell' ambiente</li><li>3.3.3 Effetti del niobio sulla salute</li></ul>	- 22 - - 23 - - 23 -
3.4 EFFETTO DEL VANADIO	- 24 -
<ul><li>3.4.1 Applicazioni</li><li>3.4 2 Il vanadio nell' ambiente</li></ul>	- 24 - - 24 -
3.5 EFFETTO CONGIUNTO DEL NIOBIO E VANADIO	- 26 -

4 FASE SPERIMENTALE	- 27 -
4.1 ANALISI DEI MATERIALI DI PARTENZA UTILIZZATI	- 27 -
4.2 PROVA DSC	- 28 -
<ul><li>4.2.1 Descrizione</li><li>4.2.2 Funzionamento</li></ul>	- 28 - - 29 -
4.3 LAMINAZIONE A CALDO	- 32 -
4.3.1 Cenni teorici	- 32 -
4.4 MICROSCOPIA OTTICA	- 33 -
<ul><li>4.4.1 Preparazione dei campioni</li><li>4.4.2 Inglobamento</li><li>4.4.3 Spianatura e lucidatura</li></ul>	- 35 - - 35 - - 36 -
4.5 PROFILI DI MICRODUREZZA	- 39 -
<ul> <li>4.5.1 Test di microdurezza Vickers</li> <li>4.5.2 Impronte</li> <li>4.5.3 Dispositivo esecuzione del test</li> <li>4.5.4 Misurazioni dell' impronta</li> <li>4.5.5 Preparazione del campione</li> </ul>	- 39 - - 40 - - 41 - - 43 - - 44 -
4.6 PROVA DI TRAZIONE	- 44 -
<ul><li>4.6.1 Funzionamento</li><li>4.6.2 Coefficiente di anisotropia</li></ul>	- 44 - - 46 -
4.7 MICROSCOPIO A SCANSIONE ELETTRONICA (SEM)	- 48 -
<ul><li>4.7.1 Funzionamento</li><li>4.7.2 Caratteristiche tecniche dello strumento</li><li>4.7.3 Analisi della tessitura</li></ul>	- 48 - - 52 - - 52 -

5 ANALISI DEI DATI	- 54 -
5.1 PROVA DSC	- 54 -
<ul><li>5.1.1 Determinazione dei punti critici A1 ed A3</li><li>5.1.2 Fase sperimentale</li><li>5.1.3 Analisi dei dati</li></ul>	- 54 - - 55 - - 56 -
5.2 LAMINAZIONE A CALDO	- 57 -
5.2.1 Fase sperimentale	- 57 -
5.3 MICROSCOPIA OTTICA	- 61 -
5.3.1 Analisi dei campioni	- 61 -
5.4 PROFILI DI MICRODUREZZA	- 87 -
5.4.1 Applicazioni del test di microdurezza nel controllo dello stato superficiale dei laminati ed analisi delle microdurezze	- 87 -
5.5 PROVA DI TRAZIONE	- 96 -
<ul><li>5.5.1 Esecuzione prova</li><li>5.5.2 Coefficiente di anisotropia</li></ul>	- 96 - - 100 -
5.6 MICROSCOPIO A SCANSIONE ELETTRONICA (SEM)	- 102 -
<ul><li>5.6.1 Esito delle prove EBSD</li><li>5.6.2 Risultati tessiture analizzate (Selected phase is Iron Alpha)</li><li>5.6.3 Riepilogo delle tessiture analizzate</li></ul>	- 102 - - 111 - - 114 -

CONCLUSIONI	- 117 -
BIBLIOGRAFIA	- 146 -

APPENDICE A	- 120 -
A.1 ODF MEDIATI	- 120 -
A.2 RISULTATI DEI CARICHI DI SNERVAMENTO E ROTTURA OTTENUTI DALLA PROVA DI TRAZIONE	- 138 -
A.3 ROLLING DIRECTION- DIMENSIONI GRANI	- 139 -
A.4 ANDAMENTO MEDIO MICRODUREZZE VS T° DI LAMINAZIONE	- 143 -

### Indice delle tabelle

Tabella 2.1: Benefici portati dalla tecnologia warm rolling	- 13 -
Tabella 4.1: Materiali in esame	- 27 -
Tabella 5.1: Punti critici determinati con analisi DSC	- 57 -
Tabella 5.2: Riduzione spessore dei laminati	- 60 -
Tabella 5.3: Temperatura di inizio e fine laminazione	- 60 -
Tabella 5.4: Dimensione dei grani ottenuti alle diverse T° di laminazione	e - 83 -
Tabella 5.5: Valori di durezza con carico 300g del laminato 690642205 mild steel	- 87 -
Tabella 5.6: Valori di durezza con carico 300g del laminato 690650304 con Nb	- 88 -
Tabella 5.7: Valori di durezza con carico 300g del laminato 600206504 con Nb-V	- 89 -
Tabella 5.8: Valori di durezza con carico 300g del laminato 600671304 con V	- 90 -
Tabella 5.9: Valori di durezza con carico 300g dei 4 campioni laminati a differenti temperature	- 92 -
Tabella 5.10: Valori di durezza con carico 50g dei 4 campioni laminati a differenti temperature	- 93 -
Tabella 5.11: Valori di Rp0,2%, Rm e allungamento percentuale dei tre campioni laminati a differenti temperature di laminazione	- 97 -
Tabella 5.12: Valori del coefficiente di anisotropia dei quattro campioni laminati a differenti temperature di laminazione	- 100 -
Tabella 5.13: Orientazioni in direzione parallela alla direzione di laminazione	- 109 -
Tabella 5.14: Orientazioni e ricristallizzazione	- 115 -

# Indice delle figure

Figura 1.1: Fotografia che rappresenta un esempio dei campioni laminati forniti dall' azienda Arvedi	- 2 -
Figura 1.2: Vista dall'alto dello stabilimento Acciaieria Arvedi	- 5 -
Figura 1.3: Impieghi degli acciai prodotti	- 6 -
Figura 2.1: Andamento della resistenza del materiale al variare della temperatura di laminazione	- 7 -
Figura 2.2: Laminazione ferritica possibile se condotta sotto i 900°C e co basso tenore di carbonio presente nel materiale	n un - 9 -
Figura 2.3: Esempio di isole di austenite in una struttura ferritica	- 10 -
Figura 2.4: Densità delle dislocazioni in funzione della T° di deformazione	- 11 -
Figura 3.1 Esempi di carburi di vanadio di dimensioni nanometriche osse mediante microscopio elettronico a trasmissione (TEM)	ervati - 17 -
Figura 3.2: Utilizzo degli acciai alto resistenziali nel corso del tempo	- 19 -
Figura 4.1 : Esempio di un moderno calorimetro a scansione: a) fornace; b) particolare delle coppelline in allumina	- 29 -
Figura 4.2 : Disposizione dei campioni all'interno di un calorimetro differenziale	- 30 -
Figura 4.3 : Tipico termogramma DSC di un materiale che effettua una transizione con calore latente	- 31 -
Figura 4.4: Deformazione dei grani durante la laminazione	- 32 -
Figura 4.5: Percorso del raggio di luce in un microscopio ottico	- 34 -
Figura 4.6: Dispositivo per il montaggio in resina termoindurente di camp metallografici	oioni - 36 -

Figura 4.7: Preparazione manuale dei campioni metallografici: a) spianat b) lucidatura	ura; - 37 -
Figura 4.8: Schema dell' azione dei granuli abrasivi durante la lucidatura	- 37 -
Figura 4.9: a) Schema di funzionamento della prova Vickers; b) particola di un penetratore Vickers	re - 40 -
Figura 4.10: Strumento definito	- 42 -
Figura 4.11: Microdurometro FM700	- 43 -
Figura 4.12: Schema della macchina universale per la prova di trazione	- 45 -
Figura 4.13: Macchina universale elettromeccanica MTS AllianceRT/150	<b>-</b> 46 <b>-</b>
Figura 4.14: a) Esempio di un comune SEM; b) Schema di funzionament di un SEM	o - 49 -
Figura 4.15: Esempio di uno schema di difrazione ottenuto con analisi El per un reticolo BCC: a)EBSP; b)schema reticolare dell' EBSP identificato	BSD - 51 -
Figura 5.1: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio mild steel	- 55 -
Figura 5.2: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio con Nb	- 55 -
Figura 5.3: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio con Nb-V	- 56 -
Figura 5.4: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio con Nb-V	- 56 -
Figura 5.5: Forno di riscaldo utilizzato per i campioni	- 58 -
Figura 5.6 - 5.7: Laminatoio utilizzato e particolare dei rulli di laminazione	- 58 -
Figura 5.8 - 5.9: Ingresso e uscita del laminato	- 59 -
Figura 5.10: Raffreddamento laminati	- 59 -

Figura 5.11: Immagine dei campioni prodotti per l'analisi al microscopio ottico	- 61 -
Figura 5.12: Campione mild steel_Arvedi lato frontale 200x	- 62 -
Figura 5.13: Campione mild steel_Arvedi lato longitudinale 200x	- 62 -
Figura 5.14: Campione mild steel_Arvedi lato trasversale 200x	- 62 -
Figura 5.15: Campione mild steel_laminato a 800°C lato frontale 200x	- 63 -
Figura 5.16: Campione mild steel_laminato a 800°C lato longit. 200x	- 63 -
Figura 5.17: Campione mild steel _laminato a 800°C lato trasv. 200x	- 63 -
Figura 5.18: Campione mild steel _laminato a 840°C lato frontale 200x	- 64 -
Figura 5.19: Campione mild steel _laminato a 840°C lato longit. 200x	- 64 -
Figura 5.20: Campione mild steel _laminato a 840°C lato trasv. 200x	- 64 -
Figura 5.21: Campione mild steel _laminato a 860°C lato frontale 200x	- 65 -
Figura 5.22: Campione mild steel _laminato a 860°C lato longit. 200x	- 65 -
Figura 5.23: Campione mild steel _laminato a 860°C lato trasv. 200x	- 65 -
Figura 5.24: Campione mild steel _laminato a 1050°C lato frontale 500x	- 66 -
Figura 5.25: Campione mild steel _laminato a 1050°C lato longit. 500x	- 66 -
Figura 5.26: Campione mild steel _laminato a 1050°C lato trasv. 500x	- 66 -
Figura 5.27: Campione con Nb_Arvedi lato frontale 200x	- 67 -
Figura 5.28: Campione con Nb_Arvedi lato longitudinale 200x	- 67 -
Figura 5.29: Campione con Nb_Arvedi lato trasversale 200x	- 67 -
Figura 5.30: Campione con Nb_laminato a 800°C lato frontale 200x	- 68 -
Figura 5.31: Campione con Nb_laminato a 800°C lato longit. 200x	- 68 -

IX

Figura 5.32: Campione con Nb_laminato a 800°C lato trasv. 200x	- 68 -
Figura 5.33: Campione con Nb_laminato a 840°C lato frontale 200x	- 69 -
Figura 5.34: Campione con Nb_laminato a 840°C lato longit. 200x	- 69 -
Figura 5.35: Campione con Nb_laminato a 840°C lato trasv. 200x	- 69 -
Figura 5.36: Campione con Nb_laminato a 860°C lato frontale 200x	- 70 -
Figura 5.37: Campione con Nb_laminato a 860°C lato longit. 200x	- 70 -
Figura 5.38: Campione con Nb_laminato a 860°C lato trasv. 200x	- 70 -
Figura 5.39: Campione con Nb_laminato a 1050°C lato frontale 200x	- 71 -
Figura 5.40: Campione con Nb_laminato a 1050°C lato longit. 200x	- 71 -
Figura 5.41: Campione con Nb_laminato a 1050°C lato trasv. 200x	- 71 -
Figura 5.42: Campione con Nb-V_Arvedi lato frontale 500x	- 72 -
Figura 5.43: Campione con Nb-V _Arvedi lato longitudinale 500x	- 72 -
Figura 5.44: Campione con Nb-V_Arvedi lato trasversale 500x	- 72 -
Figura 5.45: Campione con Nb-V_laminato a 800°C lato frontale 200x	- 73 -
Figura 5.46: Campione con Nb-V_laminato a 800°C lato longit. 200x	- 73 -
Figura 5.47: Campione con Nb-V_laminato a 800°C lato trasv. 200x	- 73 -
Figura 5.48: Campione con Nb-V_laminato a 840°C lato frontale 200x	- 74 -
Figura 5.49: Campione con Nb-V_laminato a 840°C lato longit. 500x	- 74 -
Figura 5.50: Campione con Nb-V_laminato a 840°C lato trasv. 500x	- 74 -
Figura 5.51: Campione con Nb-V_laminato a 860°C lato frontale 500x	- 75 -
Figura 5.52: Campione con Nb-V_laminato a 860°C lato longit. 500x	- 75 -
Figura 5.53: Campione con Nb-V_laminato a 860°C lato trasv. 500x	- 75 -

esame sul lato longitudinale

Figura 5.54: Campione con Nb-V_laminato a 1050°C lato frontale 500x	- 76 –
Figura 5.55: Campione con Nb-V_laminato a 1050°C lato longit. 500x	- 76 -
Figura 5.56: Campione con Nb-V_laminato a 1050°C lato trasv. 500x	- 76 -
Figura 5.57: Campione con V_Arvedi lato frontale 500x	- 77 -
Figura 5.58: Campione con V _Arvedi lato longitudinale 500x	- 77 -
Figura 5.59: Campione con V_Arvedi lato trasversale 500x	- 77 -
Figura 5.60: Campione con V_laminato a 800°C lato frontale 200x	- 78 -
Figura 5.61: Campione con V_laminato a 800°C lato longit. 200x	- 78 -
Figura 5.62: Campione con V_laminato a 800°C lato trasv. 200x	- 78 -
Figura 5.63: Campione con V_laminato a 840°C lato frontale 200x	- 79 -
Figura 5.64: Campione con V_laminato a 840°C lato longit. 200x	- 79 -
Figura 5.65: Campione con V_laminato a 840°C lato trasv. 200x	- 79 -
Figura 5.66: Campione con V_laminato a 860°C lato frontale 200x	- 80 -
Figura 5.67: Campione con V_laminato a 860°C lato longit. 200x	- 80 -
Figura 5.68: Campione con V_laminato a 860°C lato trasv. 200x	- 80 -
Figura 5.69: Campione con V_laminato a 1050°C lato frontale 500x	- 81 -
Figura 5.70: Campione con V_laminato a 1050°C lato longit. 500x	- 81 -
Figura 5.71: Campione con V_laminato a 1050°C lato trasv. 500x	- 81 -
Figura 5.72: Andamento della dimensione del grano per i quattro materia esame sul lato frontale	li in - 84 -
Figura 5.73: Andamento della dimensione del grano per i quattro materia	li in

- 84 -

Figura 5.74: Andamento della dimensione del grano per i quattro materia esame sul lato trasversale	ali in - 85 -
Figura 5.75: Metamorfosi dei grani	- 86 -
Figura 5.76: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio mild steel	- 88 -
Figura 5.77: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio con Nb	- 89 -
Figura 5.78: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio con Nb-V	- 90 -
Figura 5.79: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio con V	- 91 -
Figura 5.80: Andamento medio nella sezione longitudinale dei quattro la con carico 300g	minati - 92 -
Figura 5.81: Andamento medio nella sezione trasversale dei quattro lami con carico 300g	inati - 93 -
Figura 5.82: Andamento medio nella sezione frontale dei quattro lamina con carico 50g	ti - 94 -
Figura 5.83: Andamento medio nella sezione longitudinale dei quattro la con carico 50g	minati - 94 -
Figura 5.84: Andamento medio nella sezione trasversale dei quattro lami con carico 50g	inati - 95 -
Figura 5.85: Andamento del carico unitario di snervamento relativo ai qu materiali laminati	1attro - 97 -
Figura 5.86: Andamento del carico unitario di rottura relativo ai quattro materiali laminati	- 98 -
Figura 5.87: Andamento dell' allungamento percentuale A%	- 98 -
Figura 5.88: Andamento di r relativo ai tre materiali laminati	- 101 -
Figura 5.89: Rappresentazione della figura polare inversa	- 102 -
Figura 5.90: Figura polare inverse per un cavo di rame	- 103 -

Figura 5.91: Polare inversa per campione mild steel a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 104 -
Figura 5.92: Polare inversa per campione mild steel a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 104 -
Figura 5.93: Polare inversa per campione con Niobio e Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 105 -
Figura 5.94: Polare inversa per campione con Niobio e Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 105 -
Figura 5.95: Polare inversa per campione con Niobio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 106 -
Figura 5.96: Polare inversa per campione con Niobio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 106 -
Figura 5.97: Polare inversa per campione con Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 107 -
Figura 5.98: Polare inversa per campione con Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C	- 107 -
Figura 5.99:Camp. mild steel_Arvedi	- 111 -
Figura 5.100: Camp. mild steel_840°C	- 111 -
Figura 5.101: Camp. con b_840°C	- 111 -
Figura 5.102: Camp. con V_Arvedi	- 111 -
Figura 5.103: Camp. con V_840°C	- 112 -
Figura 5.104: Camp. con Nb_Arvedi	- 112 -
Figura 5.105: Camp. con Nb-V_Arvedi	- 113 -
Figura 5.106: Camp. con Nb-V_840°C	- 113 -
Figura 5.107: Camp. con Nb-V_1050°C	- 113 -
Figura 5.108: Camp. con Nb_1050°C	- 113 -

Figura 5.109: Camp. mild steel_1050°C	- 114-
Figura 5.110: Camp. Con V_1050°C	- 114-
Figura 5.111: Mappa interpretativa a tre dimensioni della ODF	- 116 -
Figura A1.1: Campione mild steel_Arvedi a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 121 -
Figura A1. 2: Campione mild steel_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 122 -
Figura A1. 3: Campione mild steel_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 124 -
Figura A1. 4: Campione con Nb_Arvedi a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 125 -
Figura A1. 5: Campione con Nb_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 127 -
Figura A1. 6: Campione con Nb_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 128 -
Figura A1. 7: Campione con Nb-V_Arvedi a)phi2=0-2; b) phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 130 -
Figura A1. 8: Campione con Nb-V_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 131 -
Figura A1. 9: Campione con Nb-V_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 133 -
Figura A1. 10: Campione con V_Arvedi a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 134 -
Figura A1. 11: Campione con V_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 136 -
Figura A1. 12: Campione con V_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90	- 137 -

Figura A2. 1: Andamento del carico di snervamento dei quattro materiali

laminati alle diverse temperature	- 13	8 -
Figura A2. 2: Andamento del carico di rottura dei quattro materiali		
laminati alle diverse temperature	- 13	8 -
Figura A3. 1: Campione mild steel a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C	- 13	i9 -
Figura A3. 2: Campione con Nb-V a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C	- 14	0 -
Figura A3. 3: Campione con Nb a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C	- 14	-1 -
Figura A3. 4: Campione con V a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C	- 14	-2 -
Figura A4. 1: Andamento medio delle microdurezze dei tre materiali nelle varie sezioni esaminate con carico 50g	e - 14	4 -
Figura A4. 2: Andamento medio delle microdurezze dei tre materiali nelle varie sezioni esaminate con carico 300g	- 14	-5 -

#### Sommario

Gli acciai denominati HSLA (high-strength low-alloy), sono acciai microlegati, che pur con un basso tenore di elementi aggiunti in lega mostrano elevate caratteristiche resistenziali.

Le caratteristiche meccaniche, di questi acciai, sono dovute sia alla composizione chimica che ad un particolare trattamento termomeccanico, che viene di solito eseguito semplicemente mediante uno stretto controllo della temperatura e del percorso di raffreddamento al termine delle operazioni di deformazione plastica a caldo senza l'onere di eseguire successivi e specifici trattamenti termici. In ogni caso per acciai microalligati destinati ad alcune applicazioni critiche, vengono comunque eseguiti particolari cicli termici. Dal momento che la microstruttura degli HSLA sottoposti ai trattamenti termomeccanci di laminazione controllata è il risultato di gruppi di grani ferritici molto fini, derivanti dai vari momenti e parametri del processo, è stato osservato che le proprietà meccaniche sono influenzate non solo dalle caratteristiche risolvibili al microscopio ottico, ma anche dalle caratteristiche fini della ferrite, quali la struttura dei subgrani e la struttura delle dislocazioni.

Una delle cause per cui si è deciso di puntare sull' utilizzo di questi microalliganti, è stata la necessità di disporre di materiali con caratteristiche meccaniche sempre più elevate con costi di produzione contenuti. Per questo si è portato allo sviluppo degli acciai basso legati ad alto limite di snervamento definiti HSLA, che, con l'aggiunta di alliganti, bene si prestano ad avere ottime caratteristiche meccaniche.

Sono stati studiati e posti a confronto tre acciai a diversa composizione chimica laminati a differenti temperature, per verificare gli effetti degli elementi quali niobio e vanadio, sulle caratteristiche finali dei prodotti.

#### Introduzione

La tesi in questione si occupa dello studio dei parametri di processo per la fabbricazione di laminati a caldo, al variare della temperatura di laminazione, utilizzando il processo del warm rolling, su campioni di acciai a basso tenore di carbonio che si differenziano dalla presenza o meno di elementi microalliganti (quali niobio e vanadio) all' interno della loro composizione chimica.

I campioni in esame provengono dall' Acciaieria Arvedi.

In primo luogo la tesi si occupa di caratterizzare i differenti laminati forniti, per capire le differenze nel processo produttivo.



Figura 1.1: Fotografia che rappresenta un esempio dei campioni laminati forniti dall' azienda Arvedi

Per effettuare questo studio si sono utilizzati differenti strumenti per caratterizzare sia le proprietà fisico-meccaniche del materiale che la sua struttura cristallina.

Le attrezzature utilizzate sono: microscopio ottico, l'apparecchiatura per la scansione della calorimetria differenziale, durometro, laminatoio, macchina universale per la prova di trazione, ed il microscopio a scansione elettronica.

Successivamente i dati ricavati sono stati analizzati per poter dare un contributo al miglioramento del processo produttivo.

#### Obiettivo della tesi

Il lavoro portato avanti si compone principalmente in quattro fasi, qui sotto schematicamente descritte:

- Eseguire il processo di laminazione dei materiali in esame, mettendo a punto il processo produttivo in funzione delle problematiche legate alla lavorazione e all'utilizzo degli acciai, ed in relazione alle attrezzature disponibili presso i laboratori del Politecnico di Milano.
- Condurre un' analisi calorimetrica dei materiali in esame, al fine di determinare il campo intercritico entro cui stazionare per eseguire le laminazioni imposte.
- Caratterizzare i laminati prodotti, sia dal punto di vista meccanico sia da quello metallurgico, eseguendo i più importanti test, distruttivi e non, con l'obiettivo di definire una prima serie di caratteristiche proprie di questi materiali. Oltre alle classiche prove di trazione e di microdurezza, sono stati eseguiti degli studi cristallografici per determinare la tessitura della struttura, e le orientazioni cristallografiche dei differenti grani dei campioni in esame ottenuti.
- Confrontare tra loro le caratteristiche dei tre tipi di acciai laminati ottenuti, per investigare l' effetto degli elementi microalliganti sulla struttura finale e sulle proprietà dei laminati.

#### **Capitolo 1**

#### 1.1 Presentazione dell' azienda

L' acciaieria Arvedi[1] è la più recente delle aziende del Gruppo Arvedi, ed è quella che da sola rappresenta oltre il 50% del fatturato dell' intero gruppo.



Figura 1. 2: Vista dall'alto dello stabilimento Acciaieria Arvedi

Sorta agli inizi degli anni '90, è un insediamento industriale modernissimo, primo esempio in Europa di mini-mill ed il secondo al mondo per la produzione di laminati piani in acciaio.

Il processo produttivo si basa sull' innovativa tecnologia ISP (In line Strip Production), la più avanzata tra le moderne tecnologie compatte, realizzando volumi di oltre 1 milione di ton di coils neri, decapati e zincati. Tale tecnologia, consente in unico ciclo, di trasformare l'acciaio, elaborato in acciaieria, in coils laminati a caldo della migliore qualità ed in spessori ultrasottili.

Come già detto, questo insediamento è all' avanguardia per concezione tecnologica, economica ed ergonomia, e può essere definito come un nuovo sistema per produrre acciaio.

La particolare dotazione impiantistica rende i prodotti speciali producibili in modo flessibile ed economico facendone il punto di forza dello stabilimento.

Il coil laminato a caldo viene ulteriormente finito tramite decapaggio e zincatura, che insieme a linee di taglio processano una quota rilevante della produzione, fornendo un servizio tempestivo agli utilizzatori finali.

La produzione è orientata agli acciai speciali (in particolare agli alto resistenziali e Dual Phase), e agli spessori sottili ed ultrasottili che sono in grado di sostituire per molte applicazioni i prodotti rilaminati a freddo.

Le società che fanno parte del Gruppo Arvedi, sono state concepite nell' ottica di specializzazione, e sono state ottimizzate per quanto riguarda organizzazione, strutture ed impianti al fine di migliorare costantemente qualità, flessibilità, efficienza nella produzione, e rapidità di risposta al mercato.

L' acciaieria Arvedi ha assunto sia in Italia che in Europa un ruolo da protagonista nel settore degli acciai alto resistenziali – HSLA (High Strength Low Alloy).

Dal 2006 la gamma degli acciai alto resistenziali costituisce il nucleo ampiamente maggioritario del prodotto venduto. Gli acciai alto resistenziali sono rivolti principalmente al settore dell' autoveicolo, il quale si mostra sempre più impegnato nella realizzazione di automobili più sicure, leggere ed ecologiche.

Tale posizione di eccellenza, è stata conseguita grazie ad un preciso orientamento strategico a partire dall' investimento nella linea integrata di colata e laminazione, basata sulla tecnologia d' avanguardia – ISP – ha visto la decisione di perseguire l' obiettivo qualità specificamente indirizzato al segmento degli acciai alto resistenziali che, combinando ottim caratteristiche di lavorabilità ed elevata saldabilità ai costi ridotti per il basso contenuto di ferroleghe trovano enormi spazi applicativi nella costruzione dei mezzi semoventi, ed in particolare nell' automobile.



Figura 1.3: Impieghi degli acciai prodotti [2]

#### **Capitolo 2**

#### WARM ROLLING

#### 2.1 Cenni sul warm rolling [3,4,5,6,7]

Il processo del warm rolling (laminazione a semicaldo), sta guadagnando popolarità tra i produttori di acciaio come un mezzo di riduzione dei costi di produzione, e si sta ponendo come una delle più innovative forme di processo nell' ambito della laminazione.

In questa prima trattazione di questa tecnologia, verranno illustrati tutti quegli aspetti metallurgici che porta tale processo, ben descritti e definiti in letteratura . Questi sono stati evidenziati in una serie di studi di laboratorio che sono stati condotti nel corso degli ultimi anni, in cui sono stati affrontati aspetti pratici nell' ambito industriale.

#### 2.1.1 Descrizione

L' obiettivo di tale trattazione, è quello di presentare una panoramica sulle qualità metallurgiche derivanti dal warm rolling, di un acciaio a medio- basso tenore di carbonio LC (0,01% - 0,1%) e di un acciaio con un valore molto basso di carbonio IF (definito con ppm, parti di milioni).

Un acciaio IF (interstizial free steel) è possibile ottenerlo attraverso l' operazione di degassamento sottovuoto, e possiede buona duttilità. È utilizzato soprattutto nelle tecnologie dell'automotive.

Passando da una laminazione a caldo a semicaldo, si ha la possibilità di poter andare a studiare le differenti caratteristiche fisiche del materiale.

A supporto di tale affermazione è possibile andare a visionare il grafico in Figura 2.1 in cui si nota la resistenza del materiale al variare della temperatura di laminazione.



Figura 2.1: Andamento della resistenza del materiale al variare della temperatura di laminazione

Si può notare come il flusso aumenta velocemente con il diminuire della temperatura. È possibile notare comunque, che nella zona di warm rolling, l'andamento dei flussi è abbastanza instabile. Questo dunque rappresenta l'inizio della variazione dei fenomeni metallurgici che si manifestano nel range indicato.

Uno degli aspetti più importanti che riguardano il warm rolling, è il fatto che questo processo viene anche definito laminazione ferritica, perché durante la laminazione, il pezzo subisce una trasformazione di fase dall'austenite alla ferrite. Questa trasformazione, naturalmente ha un impatto sulle proprietà metallurgiche del materiale sia durante che dopo la laminazione.

Il vantaggio di laminare in questa fase un materiale, è il fatto di avere delle forze di laminazione contenute e delle proprietà meccaniche finali del pezzo molto buone.

Di conseguenza la deformazione e la successiva ricristallizzazione della ferrite è perciò fondamentale per assicurarsi delle ottime proprietà con tale processo.

Di tale processo, dunque, si andranno ad approfondire quelle tematiche legate alla trasformazione, deformazione e alla ricristallizazione del pezzo in esame. Più avanti vedremo come con tale processo è possibile ottenere aspetti unici.

#### 2.1.2 Trasformazione

Siccome il warm rolling comporta una deformazione in campo ferritico, la temperatura alla quale la fase cambia da austenite a ferrite deve essere definita in un certo range.

È evidente che la differenza fondamentale e primaria tra hot rolling e warm rolling è la temperatura di laminazione.



Figura 2.2: Laminazione ferritica possibile se condotta sotto i 900°C e con un basso tenore di carbonio presente nel materiale

Evidentemente la %C in lega ha un ruolo fondamentale nella determinazione di tale temperatura. È considerato un parametro critico per la determinazone della temperatura di laminazione.

La quantità di austenite residua in campo bifasico ha fondamentale importanza sia sullo snervamento sia sull' addolcimento della ferrite.

La differenza che sta alla base, dunque, tra hot forming e warm rolling, è anche legata alla differente struttura che si va a deformare:

- Hot rolling: deformazione della sola austenite
- Warm rolling: deformazione in campo bifasico

La situazione durante la laminazione diviene complessa dalla velocità di raffreddamento e dalla microstruttura dell' austenite. Questa deve essere presa in considerazione, quando dobbiamo definire la temperatura di trasformazione. È consuetudine affermare che la laminazione è eseguita in modo tale che durante le ultime passate il pezzo debba essere composta da almeno il 90% di ferrite. Comunque la presenza dell' austenite durante la laminazione, crea dei vantaggi sulla nascita delle tensione e sollecitazioni e sulla formazione della ferrite.

Altri studi condotti, hanno evidenziato come la ricristallizzazione del grano di ferrite, si forma preferenzialmente nelle zone in cui è presente del residuo dell' austenite. Alcuni studiosi affermano però, che le stesse tessiture metallografiche possono essere ottenute anche i assenza dell' austenite; ciò nonostante è probabile però che isole di austenite in una struttura di ferrite, portino ad una accrescimento del grano cristallino in fase ferritica.



Figura 2.3: Esempio di isole di austenite in una struttura ferritica

Le regioni più scure presenti nella foto, altro non sono che zone di austenite presenti alla temperatura di deformazione.

Le isole austenitiche fanno da centro di enucleazione per la ferrite in formazione che poi coalesce con quella precedentemente formatasi.

A volte l'assenza di queste strutture globulari e la presenza di strutture più fini è dovuta agli esigui tempi necessari al processo di coalescenza.

#### 2.1.3 Deformazione

È ovvio che una buona conoscenza sulla formazione delle tensioni e sollecitazioni, durante la laminazione è necessaria per poter ottenere proprietà ottimali del materiale in esame.

Nel caso della laminazione a caldo, il lavoro principale negli ultimi tempi, è quello di andare a simulare attraverso modelli matematici, la formazione dei flussi di tensione in funzione delle velocità di deformazioni, temperature di esercizio e altro ancora. Come detto però nell' introduzione attraverso l' analisi della Figura 2.1, nel warm rolling la situazione è complicata sia dalla trasformazione di fase sia dalla presenza di carbonio soluto ma anche dalla presenza delle deformazioni dinamiche agenti sul materiale (Dynamic Strain Aging – Invecchiamento dinamico in deformazione).

La presenza di carbonio e delle DSA, dunque hanno un ruolo ed un influenza nella warm rolling. È dimostrato che queste hanno un notevole impatto sullo sviluppo della struttura, così come sulla tessitura metallografica durante la ricottura del pezzo in esame.

La microstruttura che viene a formarsi dopo la deformazione, è costituita prevalentemente da grandi zone con presenza di dislocazioni, dovute alla laminazione subita dal pezzo.

Gli studi che si sono susseguiti su questa materia, hanno portato alla luce un metodo per poter definire la densità di queste dislocazioni nella struttura laminata a semicaldo, usando delle tecniche che includono, tra le altre, misure sulla durezza del campione, raggi X e analisi TEM.

Uno dei risultati più importanti ottenuti da tali studi, è stato quello della scoperta che i DSA portano un apprezzabile incremento della densità delle dislocazioni.



Figura 2.4: Densità delle dislocazioni in funzione della T° di deformazione

La presenza di C in soluzione produce alte sensibilità al tasso di deformazione e bassi livelli di formazione di bande di scorrimento nei grani se non a temperature inferiori rispetto agli acciai con C ultrabasso. La relativa assenza di bande di scorrimento interne produce un'inferiore frammentazione della struttura ed un ritardo dei fenomeni di riorganizzazione cristallina.

Come detto precedentemente, molta importanza copre il ruolo della tessitura metallografica , in quanto è possibile andare a definire la ricristallizzazione del materiale.

Gli effetti dell' attrito tra i rulli di laminazione e il materiale deformato hanno grande influenza sull' orientazione preferenziale dei grani al termine della laminazione, poiché non vi è nessun processo di rigenerazione della struttura caotica.

Il warm rolling potrebbe essere usato come metodo alternativo per sviluppare le direzione preferenziali di tessitura, che sono tipiche della formatura profonda a freddo.

Qui sotto, e nella tabella successiva, vengono elencati i vantaggi generali del processo del warm rolling.

- Inferiore utilizzo di energia
- Inferiore ossidazione della superficie
- Inferiore usura degli utensili
- Inferiore portata dell'acqua di raffreddamento

È naturale che il processo del warm rolling, durante gli anni, è stato studiato ed analizzato sempre con l'obiettivo di andare a ricercare tutti quei vantaggi, che tuttora lo fanno preferire alle tipiche lavorazioni di laminazioni a caldo o a freddo.

Gruppi di studiosi hanno dunque scoperto, attraverso prove sperimentali, che questa tecnologia ha molti vantaggi, e porta ad avere invece pochi svantaggi.

Un vantaggio da tenere in considerazione è il fatto che con questo processo è possibile laminare differenti prodotti proprio per la facilità di poter andare a variare le forze in gioco durante la deformazione.

Molti altri benefici sono descritti nella tabella sottostante.

Warm Rolling	
-	Comments
increased furnace throughput	only if using low reheat temperatures
less energy usage	
less scale loss	8
less damage to slabs	
reduced roll wear	less roll changes, higher productivity
less water on run-out table	only for high coiling temperatures

#### Tabella 2.1: Benefici portati dalla tecnologia warm rolling

Il warm rolling, dunque, viene utilizzato in sostituzione della tradizionale laminazione a caldo, in quanto il prodotto una volta laminato secondo il warm rolling, a cui fa seguito una laminazione a freddo e una ricottura finale, tende ad avere delle proprietà meccaniche che sono simili o addirittura più elevate, rispetto ad una laminazione a caldo seguita anch' essa da una laminazione a freddo e una ricottura.

Questo beneficio si ripercuote quindi sull' aspetto economico e sulla produzione.

Naturalmente questo processo, come detto prima, presenta delle problematiche da tenere sotto osservazione come il controllo della lubrificazione, temperatura di riscaldo e il controllo dei parametri di laminazione.

Tutta questa breve trattazione ha evidenziato come questo processo può offrire delle proprietà metallurgiche che differiscono da quelle fornite sia dalla laminazione a caldo che a freddo. Questa osservazione è la conseguenza di diversi fattori che contraddistinguono questo processo, ed in particolare:

- Il processo del warm rolling spesso comporta deformazioni in due differenti fasi austenite e ferrite. La laminazione a caldo è confinata nella regione austenitica, mentre quella a freddo lavora principalmente nel campo ferritico. Il fatto di avere due fasi comporta una interferenza sui meccanismi di deformazione dell' altra e viceversa. Questo fatto anche in letteratura è ancora poco affrontato, e necessita sicuramente di modelli in grado di poter simulare questo fenomeno.
- Il carbonio soluto interagisce con le dislocazioni durante la laminazione in modo assai diversa da come avviene nella laminazione a caldo e a freddo.

Questo accade perché c'è una forte interazione delle dislocazioni con gli atomi di carbonio, che accompagnano anche la presenza del carbonio soluto. Di conseguenza questo provoca un maggior impatto sullo sviluppo della tessitura e sulla ricristallizzazione.

Le problematiche metallurgiche derivanti da queste caratteristiche, pongono serie difficoltà per i produttori di acciaio; tuttavia questo processo può aprire nuove opportunità di lavorazione di una vasta gamma di prodotti nell' ambito tecnologico.

#### **Capitolo 3**

#### ACCIAI HSLA [8,9,10]

#### 3.1 Cenni introduttivi sugli acciai micro legati

Gli acciai microalligati o microlegati sono acciai che pur con un basso tenore di elementi aggiunti in lega mostrano elevate caratteristiche resistenziali. Essi sono spesso indicati con la sigla HSLA (acronimo di high-strength low-alloy). La classe di acciai microlegati non è definita in modo preciso all'interno della normativa tecnica e vengono compresi nella classe degli acciai al carbonio da costruzione e di uso generale, in quanto gli elementi aggiunti in lega sono presenti in piccole quantità. Va comunque segnalato che a volte i microleganti possano essere aggiunti per gli stessi scopi anche in acciai speciali da costruzione, come gli acciai da bonifica. I microalligati possono comunque esplicitamente dichiarata la presenza di almeno uno degli elementi generalmente usati per la microalligazione, tra i quali possiamo ricordare tra gli altri: titanio (Ti),vanadio (V), niobio (Nb) e boro (B).

Vengono normalmente utilizzati in sostituzione degli acciai da bonifica (trattamento termico che si compone di una tempra e di un successivo rinvenimento), consentendo spesso, con ovvi risparmi, di evitare il trattamento termico e le operazioni di raddrizzatura conseguenti ad esso. Le caratteristiche meccaniche, degli acciai microlegati o HSLA, sono dovute sia alla composizione chimica che ad un particolare trattamento termomeccanico, che viene di solito eseguito semplicemente mediante uno stretto controllo della temperatura e del percorso di raffreddamento al termine delle operazioni di deformazione plastica a caldo senza l'onere di eseguire successivi e specifici trattamenti termici. In ogni caso per acciai microalligati destinati ad alcune applicazioni critiche, vengono comunque eseguiti particolari cicli termici.

Come detto, gli HSLA sono acciai al carbonio-manganese contenenti piccole quantità, di solito al di sotto dello 0.15% in peso, di vanadio, titanio, niobio che mostrano una spiccata tendenza a combinarsi con carbonio (C) e all'azoto (N) a generare composti di dimensioni nanometriche.

L' introduzione di alliganti in piccole concentrazioni, al fine di incrementare le proprietà meccaniche degli acciai, è una tecnica metallurgica che si è ampiamente sviluppata negli ultimi decenni.

Come già accennato, i microalliganti utilizzati con maggiore frequenza sono rappresentati da titanio, niobio, vanadio e zirconio come si può facilmente intuire dalle sempre più ricorrenti analisi chimiche che caratterizzano gli acciai da costruzione di uso generale. Infatti, gli elementi microalliganti entrano ormai di consuetudine a far parte delle composizioni chimiche caratterizzanti un' ampia gamma di acciai per applicazioni strutturali e meccaniche nei più svariati settori (industria dei trasporti, applicazioni civili, condutture, costruzione di manufatti impiantistici di grandi dimensioni ecc...), poiché le prestazioni di queste leghe sono paragonabili a quelle che un tempo erano di esclusiva pertinenza degli acciai speciali da costruzione.

L' incremento delle proprietà meccaniche mediante l' introduzione di microalliganti ha riscosso un indiscusso successo, dato che esso può essere realizzato in termini economicamente assai vantaggiosi. D' altra parte una scelta non opportuna della composizione chimica per leghe destinate a particolari applicazioni o una scorretta procedura di micro-alligazione oppure un erroneo processo di lavorazione possono comportare anche pesanti rischi, il più delle volte legati a drastici ed imprevisti abbassamenti della tenacità e della duttilità dell' acciaio. Questo è dovuto al fatto che gli acciai microalliganti raggiungono le desiderate caratteristiche meccaniche in seguito alla formazione di alcuni composti di dimensioni sub-micrometriche che possono produrre diversi ed auspicabili effetti: dall' affinamento del grano all' incremento del carico di snervamento, dall' innalzamento della tenacità e formabilità dell' acciaio all' induzione di strutture ferritiche aciculari caratterizzate da un particolare combinato di prestazioni ecc..., ma questi effetti positivi possono essere accompagnati da ricadute negative nel caso si realizzi uno sviluppo non controllato ed abnorme dei composti formati dai micro-alliganti, che possono distribuirsi ed ingrossarsi nella lega in modo incontrollato e dannoso.

Una delle cause per cui si è deciso di puntare sull' utilizzo di questi microalliganti, è stata la necessità di disporre di materiali con caratteristiche meccaniche sempre più elevate con costi di produzione contenuti. Per questo si è portato allo sviluppo degli acciai basso legati ad alto limite di snervamento definiti HSLA, che, con l' aggiunta di alliganti, bene si prestano ad avere ottime caratteristiche meccaniche.

Questi acciai, che consentono anche un alleggerimento delle strutture, si sono dimostrati particolarmente adatti per la realizzazione di carrozzerie e di componenti per veicoli, nelle applicazioni navali, per la costruzione di ponti, autogrù, gasdotti,ecc. La scelta dei progettisti di utilizzare gli acciai basso legati ad alto limite di snervamento come alternativa agli acciai tradizionali, è stata resa possibile dalle innovazioni tecnologiche avutesi nelle acciaierie durante l 'ultimo decennio. I processi produttivi trovano il loro fondamento nella scelta di appropriati dosaggi degli elementi microleganti e nell' esecuzione di specifici trattamenti termomeccanici (TTM), quali la laminazione controllata, condotti con opportuni parametri di processo e seguiti da innovative modalità di raffreddamento accelerato. La presenza nell' acciaio di bassi tenori di carbonio e di minute quantità di elementi alliganti (niobio, vanadio, titanio), che precipitano nella fase austenitica come carburi, nitruri o carbonitruri, ha permesso di controllare i fenomeni di ricristallizzazione e dell' ingrossamento del grano durante le fasi della laminazione in controllo, ottenendo un prodotto finale con una microstruttura particolarmente fine e con specifiche combinazioni di resistenza, duttilità, tenacità e saldabilità. In conseguenza della diminuzione di mobilità delle dislocazioni in prossimità dei precipitati, si è ottenuto anche un incremento del limite elastico.

Al fine di migliorare la saldabilità e la tenacità degli HSLA, sono stati recentemente sviluppati acciai con tenori di carbonio particolarmente ridotti (0,05% in peso), nei quali l' effetto di rinforzo è dato dall' aggiunta di Nb e V, in tenori variabili, che compensano la riduzione di resistenza dovuta al basso carbonio

Le aggiunte di azoto negli acciai contenenti vanadio hanno assunto grande importanza commerciale in quanto tali aggiunte innalzano sensibilmente il rinforzo mediante precipitazione, talvolta a scapito della tenacità; per tale motivo si è rilevato efficace un ulteriore abbassamento del tenore di carbonio.

Numerosi studi sono stati eseguiti in microscopia ottica (OM) ed elettronica a scansione (SEM) e trasmissione (TEM), ai fini di conoscere il comportamento dei carburi/carbonitruri durante la precipitazione e valutare le loro differenti dimensioni, in funzione dei parametri di deformazione e di raffreddamento.



Figura 3.1 Esempi di carburi di vanadio di dimensioni nanometriche osservati mediante microscopio elettronico a trasmissione (TEM) [11]

Sono state in particolare indagate le densità di precipitazione, in funzione delle diverse velocità di raffreddamento, dopo l' ultima deformazione plastica. È stato inoltre osservato che i fenomeni di coalescenza dei precipitati avvengono seguendo, come via preferenziale, il cammino delle dislocazioni: si ha in questo modo una più veloce diffusione degli atomi interstiziali. Le analisi mediante microsonda EDS hanno permesso di ottenere la composizione chimica dei precipitati; in ogni caso è stata evidenziata la complessa natura dei precipitati formati dagli elementi microalliganti. Sebbene in questa classe di acciai non siano state osservati pronunciati allineamenti dei costituenti strutturali lungo la direzione di laminazione, è stato rilevato che le proprietà resistenziali in direzione longitudinale e trasversale presentano talvolta significative differenze. Questo può essere associato a diverse tessiture cristallografiche.

Dal momento che la microstruttura degli HSLA sottoposti ai trattamenti termomeccanci di laminazione controllata è il risultato di gruppi di grani ferritici molto fini, derivanti dai vari momenti e parametri del processo, è stato osservato che le proprietà meccaniche sono influenzate non solo dalle caratteristiche risolvibili al microscopio ottico, ma anche dalle caratteristiche fini della ferrite, quali la struttura dei subgrani e la struttura delle dislocazioni.

Oltre ad affinare il grano, la formazione dei precipitati a partire dai microalliganti comporta l'ancoraggio delle dislocazioni, che sono quei difetti del reticolo cristallino che con il loro movimento favoriscono il flusso plastico del materiale. L'ancoraggio prodotto dai precipitati provoca un innalzamento del carico di snervamento, cioè il carico oltre il quale comincia il flusso plastico del materiale. Si badi e si ricordi che il carico di snervamento ha un'importanza fondamentale per qualsiasi progettista, in quanto egli progetta in funzione di questo carico e non in funzione di quello di rottura, poiché negli impieghi strutturali non è consentito al materiale di entrare nella regione di plasticità.

Il principale scopo dell'aggiunta di microleganti è di poter realizzare la affinamento del grano e/o il rafforzamento per precipitazione con ancoraggio delle dislocazioni. Comunque, se l'affinamento del grano è un meccanismo di rafforzamento che comporta pure un incremento della tenacità (capacità di resistere agli urti e sopportare i difetti), il rafforzamento per precipitazione se da un parte comporta l'innalzamento del carico di snervamento, dall'altra comporta una diminuzione della tenacità del materiale e questo è il più grave limite degli acciai microalligati.

Come detto gli acciai alto resistenziali presentano un limite di snervamento di gran lunga superiore, rispetto agli acciai convenzionali.

Questo implica il fatto di poter aver prodotti finali più leggeri con costi minori sia di produzione che di trasporto.

Una regola empirica afferma che raddoppiando la resistenza, è possibile ridurre di un terzo la sezione dell' acciaio.



È evidente che ridurre il peso totale, ad esempio di un auto, comporta grandi risparmi sia di materie prime che di emissioni nell' atmosfera e la riduzione peso si può ottenere con nuovi materiali che avendo maggiore resistenza, permettono di contenere gli spessori e quindi i pesi delle strutture dei veicoli, come richiesto dalle normative.





#### **3.2. Applicazioni**

Gli acciai microlegati sono usati in molte applicazioni ingegneristiche per il loro basso costo, per la resistenza a fatica, insieme con una buona capacità di essere saldabili anche se per le operazioni di saldatura di consiglia cautela, in quanto potrebbero prodursi consistenti infragilimenti nella zona termicamente alterata in prossimità del cordone. La temperatura ed il ciclo termico realizzato influenzano la microstruttura dei materiali. L'intervallo degli sforzi di snervamento varia generalmente tra 350MPa a 550 MPa, anche se sono stati recentemente sviluppati gradi con lo 0.2% C ed alligati con niobio e vanadio che arrivano a 1100MPa al termine del processo di laminazione a caldo, ma a volte presentano significative limitazioni circa la tenacità se non si realizzano adeguati cicli termici.

Gli acciai HSLA da stampaggio hanno trovato un crescente utilizzo grazie all'aggiunta di elementi microalliganti e all'introduzione di processi di colaggio in sottile e laminazione controllata, consentendo di ottenere una buona combinazione di proprietà meccaniche, saldabilità e leggerezza a costi competitivi di produzione. Attraverso la precipitazione di carburi/nitruri/carbonitruri degli elementi microalliganti durante cicli di deformazione condotti a temperature prestabilite, è possibile controllare i fenomeni di ricristallizzazione e di ingrossamento del grano ferritico. In tal modo si riesce ad ottenere un materiale rinforzato con una microstruttura particolarmente fine e con le proprietà meccaniche richieste, rendono l'acciaio microlegato con tali elementi di interesse strategico.

Un acciaio dalle caratteristiche eccezionali viene prodotto per le tubazioni speciali per le biciclette e utilizzato nei reparti corse. Si tratta di un particolare materiale microlegato siglato 18MCDV6HT che ha innalzato il carico di rottura "all'incredibile" soglia di 1400MPa, attraverso particolari trattamenti termici. La sua particolare combinazione chimica inibisce nel periodo di raffreddamento, successivo all'assemblaggio dei telai, i fenomeni di infragilimento e autotempra. Questo consente al progettista di diminuire la sezione resistente delle strutture e quindi alleggerirle notevolmente.

Tali elevatissimi valori meccanici si uniscono ad una notevole capacità del materiale di dare luogo a deformazioni prima di collassare, caratteristica che permette la realizzazione di strutture particolarmente affidabili e sicure. Per quanto riguarda l'utilizzo dei microlegati per prodotti piani si fa riferimento alla norma UNI EN 10149-95 "Prodotti piatti laminati a caldo di acciaio ad alto limite di snervamento per formatura а freddo" soddisfano e contemporaneamente due esigenze: caratteristiche meccaniche più elevate rispetto ai tradizionali acciai da stampaggio, ottenibili con l'aggiunta di elementi
microleganti come niobio e vanadio, e una buona deformabilità a freddo. In particolare questi acciai presentano: elevati valori di carichi di snervamento, ottima saldabilità, elevata tenacità, buona deformabilità a freddo e buona resistenza a fatica. Esistono differenti gradi di acciai con carico unitario di snervamento da 280MPa a 650 MPa in grado di soddisfare le più diverse esigenze applicative. I nastri di questa famiglia sono particolarmente indicati per la fabbricazione di componenti automobilistici come particolari per cinture di sicurezza, guide sedili, dischi ruota, tubi di rinforzo e comunque in tutti i casi dove si voglia ottenere un prodotto da realizzarsi mediante stampaggio o formatura a freddo che presenti elevate caratteristiche resistenziali. Ci sono nastri con composizione chimica e caratteristiche meccaniche differenti. Acciai microlegati rinforzati al rame sono stati sviluppati per applicazioni nelle strutture navali che richiedevano alta resistenza e durezza insieme con un miglioramento della saldabilità. Le travi in microlegato, dato che è possibile diminuire la sezione resistente grazie ad un incremento del carico di snervamento, possono divenire più leggere (con notevoli vantaggi anche in tutte le applicazioni antisismiche) e meno ingombranti consentendo di ampliare gli spazi abitativi.

Un ulteriore applicazione, si ha nelle tubazioni per il trasporto dei gas naturali e degli oli; dove la migliorata saldabilità è dovuta soprattutto al più basso contenuto di elementi leganti e al più basso livello del carbonio. Inoltre, siccome la necessità di tubi di diametro elevato è cresciuta, gli acciai microallegati sono stati utilizzati per ottenere pareti di spessore più sottile, evitando dunque l'eccessivo appesantimento strutturale. Uno spessore di 10-12.5 mm è risultato il più conveniente per queste applicazioni. Una tipica composizione di questi acciai con sforzi di 410 MPa è data da:C 0.12% S 0.012% Mn 1.35% Nb 0.03% oppure C 0.12% S 0.006% Mn 1.33% Nb 0.02% V 0.04%. Per carichi di snervamento superiori a 450 MPa si incrementano i tenori degli elementi microalliganti. Comunque va sempre tenuto presente che gli acciai microlegati se da una parte consentono la diminuzione delle sezioni resistenti dall'altra possono presentare forti problemi dal punto di vista della tenacità e della resistenza a fatica quando non siano applicati particolari accorgimenti relativi alla composizione chimica e al ciclo termico. Per cui per gli acciai microalligati con elevati carichi di snervamento spesso non è sufficiente il controllo della temperatura al termine della deformazione plastica a caldo ma, vanno realizzati altri cicli termici supplementari al fine preservare anche una elevata tenacità.

Gli acciai HSLA hanno trovato un crescente utilizzo nel campo dei laminati a basso spessore, da stampaggio, grazie all'introduzione di processi di colaggio in sottile e di laminazione controllata in combinazione con l'aggiunta di elementi microleganti quali Niobio e Vanadio. Ciò ha permesso di ottenere elevate caratteristiche meccaniche, saldabilità e, talvolta, tenacità partendo da acciai a basso costo sottoposti ad un ciclo tecnologico economico e di alta produttività oraria consentendo la sostituzione di acciai legati altoresistenziali più costosi con acciai meno cari, ma non per questo meno resistenti.

## **3.3 EFFETTO DEL NIOBIO**

Il niobio è un metallo raro, morbido, malleabile, duttile, grigio-bianco con una struttura cristallina cubica a facce centrate. Nelle sue proprietà fisiche e chimiche assomiglia al tantalio. Reagisce velocemente ad alte temperature con ossigeno, carbonio, gli alogeni, azoto e zolfo; deve essere disposto in un atmosfera protettiva se trattato persino a moderate temperature. Il metallo è inerte a acidi, anche all'acqua regia a temperatura ambiente, ma è attaccato da acidi caldi e concentrati e specialmente da alcali e da agenti ossidanti.

## 3.3.1. Applicazioni

Il niobio e' importante nella produzione di leghe resistenti ad alte temperature e di acciai inossidabili speciali; grandi quantità di niobio sono usate nel programma spaziale degli Stati Uniti. I piccoli importi di niobio conferiscono maggiore forza ad altri metalli, soprattutto a quelli esposti a basse temperature.

Il carburo di niobio è usato nelle leghe di acciaio inossidabile per i reattori nucleari, missili, utensili per il taglio, condutture, super magneti ed in canne per saldatura.

Le leghe niobio-titanio e niobio-stagno sono usate come cavi per magneti superconduttori in grado di produrre campi magnetici enormemente forti. Il niobio è anche usato nella sua forma pura per fare strutture acceleranti superconduttive per gli acceleratori di particelle. Le leghe di niobio sono usate negli impianti chirurgici perché non reagiscono con il tessuto umano.

Il niobio aumenta il carico di snervamento dell' acciaio, mediante indurimento per precipitazione; tale incremento è funzione delle dimensioni e dalla quantità dei precipitanti di NbC: per una stessa percentuale di niobio, la precipitazione di carburi di dimensioni via via inferiori, comporta un incremento dei carichi di snervamento sempre più evidente. Il niobio presenta anche un' azione di affinamento del grano maggiore di quella del vanadio, pertanto l' effetto combinato di rinforzo per precipitazione e di affinamento del grano ferritico rende il niobio un alligante con elevate caratteristiche di rafforzamento. Il tenore di niobio usualmente presente negli acciai HSLA varia tra 0,02 e 0,04%, circa un terzo della percentuale ottimale di vanadio.

Dai risultati presenti in letteratura si rileva che il rinforzo apportato da aggiunte di Nb può contribuire per circa 30-40 MPa ogni aggiunta del 0,01%; tale rinforzo era tuttavia accompagnato da una considerevole decadimento della tenacità, fino a quando non furono sviluppati specifici parametri del processo di laminazione e non venne ulteriormente abbassato il tenore di carbonio, per evitare la formazione di bainite superiore.

## 3.3.2. Il niobio nell'ambiente

Le piante mostrano generalmente soltanto tracce di niobio e molte non ne contengono affatto, anche se alcuni muschi e licheni possono contenere 0,45 ppm. Tuttavia, le piante che si sviluppano vicino a giacimenti di niobio possono accumulare il metallo in livelli superiore a 1 ppm.

Il niobio viene estratto principalmente da due materiali:

- dalla columbite, precedentemente noto come colombio (Cb). Questo materiale però non è più utilizzato;
- dal pirocloro. Questo materiale ora è il più importante.

Le zone estrattive principali del mondo sono il Brasile, che produce più dell'85% di niobio, lo Zaire, la Russia, la Nigeria ed il Canada. La produzione mondiale è intorno alle 25,000 tonnellate all'anno. La quantità di riserve non estratte non e' conosciuta, ma esistono vasti depositi di pirocloro.

## 3.3.3. Effetti del nobio sulla salute

Il niobio ed i relativi composti possono essere tossici (la polvere di nobio causa irritazioni a occhi e pelle), ma non ci sono casi di esseri umani avvelenati da esso. Oltre a misurare la sua concentrazione, non e' stata realizzata nessuna ricerca su niobio in esseri umani.

Il niobio, una volta inalato, è trattenuto pricipalmente nei polmoni e secondariamente nelle ossa. Interferisce con il calcio come attivatore dei sistemi di enzimi. Negli animali da laboratorio, l'inalazione del nitruro di niobio e/o il pentosside conduce allo sfregio dei polmoni ai livelli di esposizione di 40 mg/m3.

## **3.4 EFFETTO DEL VANADIO**

Il vanadio è un elemento grigio-bianco raro, morbido, duttile trovato legato in certi minerali e' usato principalmente per produrre determinate leghe. Il vanadio resiste alla corrosione grazie ad una pellicola protettiva di ossido sulla superficie. I comuni stati di ossidazione del vanadio includono +2, +3, +4 e +5.

## 3.4.1 Applicazioni

Circa l'80% del vanadio prodotto è usato come ferrovanadio o come additivo per l'acciaio. Mescolato con l'alluminio in leghe di titanio è usato nei motori a propulsione e nei profili aerei ad alta velocità. Le leghe acciaio-vanadio sono usate in assi, in alberi a gomito, in ingranaggi ed in altri componenti critici. Le leghe del vanadio sono anche usate nei reattori nucleari, in quanto il vanadio ha una bassa capacita' di assorbimento dei neutroni e non si deforma di crepe a temperature alte.

L'ossido del vanadio  $(V_2O_5)$  è usato come catalizzatore nella produzione di acido solforico ed anidride maleica e per fare la ceramica. Viene aggiunto al vetro per tingerlo di verde o di blu. Il vetro rivesitto di diossido del vanadio  $(VO_2)$  può bloccare la radiazione infrarossa ad una certa temperatura.

## 3.4.2 Il vanadio nell'ambiente

Il vanadio non si trova mai non legato in natura ma si presenta in circa 65 minerali differenti, fra cui la patronite, la vanadinite ed la carnotite. Il vanadio è inoltre presente in bauxite ed in carbone contente depositi quali petrolio greggio, carbone, argillite petrolifera, e alcuni tipi di sabbia denominati sabbie bituminose.

Sono noti vari minerali del vanadio ma nessuno viene estratto per tale metallo,

che è ottenuto generalmente come sottoprodotti di altri minerali. Le riserve piu' vaste di vanadio si trovano in Sud Africa ed in Russia. La produzione mondiale del minerale del vanadio si aggira intorno alle 45.000 tonnellate all'anno. La produzione del metallo nel panorama mondiale, e' stimata in circa 7000 tonnellate all'anno. L'erosione è uno dei modi principali in cui il vanadio è ridistribuito nell'ambiente perché i venadati sono generalmente molto solubili.

Il vanadio è abbondante nella maggior parte dei terreni, in quantita' variabili, ed e' assunto dalle piante in livelli che riflettono la relativa disponibilità.

In biologia, un atomo di vanadio è un componente essenziale di alcuni enzimi, specialmente il nitrogenasi del vanadio usato da alcuni microorganismi in grado di fissare l'azoto.

È stato in molti studi evidenziato, che il vanadio contribuisce al rafforzamento del materiale mediante la precipitazione nella ferrite, durante il raffreddamento dopo la laminazione a caldo, di particelle di V con dimensioni nanometriche.

Questi precipitati di vanadio, che sono meno stabili rispetto ai precipitati di niobio, rimangono in soluzione alle usuali temperature di laminazione e pertanto la loro formazione è strettamente dipendente dalla velocità di raffreddamento. I precipitati di niobio, invece, sono stabili a temperature più alte, e pertanto producono un maggior affinamento del grano ferritico. Il rinforzo apportato dal vanadio varia tra 5 e 15 MPa per ogni 0,01% in peso di vanadio, in funzione del tenore di carbonio e della velocità di raffreddamento dalla temperatura dell' ultima laminazione (e pertanto è in funzione dello spessore finale). È stato sperimentalmente dimostrato che con velocità di raffreddamento troppo basse si formano precipitati di V relativamente grossolani e pertanto meno efficaci come rinforzo. Se invece la velocità di raffreddamento è troppo elevata i V rimangono in soluzione, e pertanto si ha la precipitazione di una minor frazione di particelle di V, con un minor effetto di rinforzo. Per un determinato spessore e mezzo di raffreddamento, le velocità possono essere aumentate o diminuite aumentando o diminuendo, rispettivamente, le temperature di inizio raffreddamento.

Aumenti di temperatura comportano un grano austenitico di maggiori dimensioni, mentre una diminuzione di temperatura rende il processo di laminazione più difficoltoso. Più elevate caratteristiche di resistenza e tenacità all' impatto si possono ottenere con acciai al niobio, a basso tenore di carbonio, sottoposti a laminazioni in controllo.

## **3.5 EFFETTO CONGIUNTO DEL NIOBIO E VANADIO**

Le migliori caratteristiche di resistenza allo snervamento sono state riscontrate negli acciai microlegati al Nb-V contenenti tenori di carbonio inferiori allo 0,10%; in tal modo la microstruttura, caratterizzata da una bassa percentuale di perlite, garantiva elevate caratteristiche di tenacità, duttilità e saldabilità. Anche la presenza di azoto influenza sensibilmente i processi di precipitazione e quindi le caratteristiche microstrutturali dell' acciaio, combinandosi più stabilmente con il vanadio rispetto al niobio; i precipitati di V agiscono anch' essi come affinanti del grano.

Gli acciai microlegati al Niobio e Vanadio sono stati oggetto di particolare interesse per il differente e sinergico aumento delle proprietà meccaniche che tali elementi apportano precipitando in diversi campi di temperature come carburi-nitruri-carbonitruri di Vanadio e Niobio. Come reperibile in letteratura il Vanadio, precipitando sottoforma di V(C, N) di dimensioni nanometriche nella fase ferritica durante il raffreddamento dopo laminazione controllata, tende a contribuire all'innalzamento delle proprietà resistenziali del materiale attraverso un meccanismo di rinforzo per precipitazione. Il Niobio, invece, stabile in un range di temperatura più elevato, agisce principalmente come affinante del grano provocando pertanto un aumento delle proprietà meccaniche sia di resistenza che di tenacità. Il rinforzo per affinamento del grano ferritico è tanto più evidente quanto maggiore risulta essere la superficie per unità di volume del grano austenitico di partenza durante trasformazione  $\gamma \longrightarrow \alpha$ , resa possibile da cicli di laminazione controllata. I precipitati degli elementi microleganti limitano la crescita del grano austenitico durante il riscaldamento e, ritardando la ricristallizzazione durante la laminazione, provocando uno stiramento del grano austenitico stesso, con conseguente aumento dei siti di nucleazione della ferrite al raffreddamento. La microstruttura risultante a termine trattamento sarà pertanto caratterizzata da grana particolarmente fine determinando migliori proprietà meccaniche.

# **Capitolo 4**

## FASE SPERIMENTALE

## 4.1 Analisi dei materiali di partenza utilizzati

Nella tabella sottostante sono elencati le composizioni chimiche dei quattro materiali in esame.

N. coil	acciaio	analisi chimica %									
		С	Mn	Si	Р	S	Al	Nb	V	Cu	N
690642205	Mild steel	0,05	0,2	0,016	0,005	0,002	0,035	-	-	0,20	0,006
690650304	Con Nb	0,05	0,23	0,02	0,006	0,003	0,04	0,02	-	0,24	0,005
600206504	Con Nb-V	0,05	0,56	0,018	0,011	0,003	0,034	0,013	0,020	0,24	0,009
600671304	Con V	0,045	0,55	0,022	0,01	0,003	0,037	-	0,032	0,24	0,009

## Tabella 4. 1: Materiali in esame

I materiali per lo svolgimento di questo lavoro sono stati forniti sotto forma di billette lunghi 400mm, spessore di 2,5mm per tutti i materiali, per una larghezza di 40mm.

## 4.2 Prova DSC

### **4.2.1 Descrizione** [12,13,14]

La **calorimetria differenziale a scansione**, nota anche con l'acronimo **DSC** (dall'inglese *differential scanning calorimetry*) è, insieme all'analisi termica differenziale (DTA), la principale tecnica di analisi termica utilizzabile su un ampio range di materiali: dai polimeri ai metalli alle ceramiche. Il principio di base di queste tecniche è di ricavare informazioni sul materiale riscaldandolo o raffreddandolo in maniera controllata. In particolare il DSC si basa sulla misura della differenza di flusso termico tra il campione in esame e uno di riferimento mentre i due sono vincolati ad una temperatura variabile definita da un programma prestabilito.

Il sistema registra le variazioni di entalpia del materiale in esame in funzione della temperatura o in funzione del tempo a temperatura fissata. La sua versatilità trae origine dal fatto che la maggior parte delle trasformazioni fisiche o delle reazioni chimiche producono variazioni di energia nel sistema. La DTA misura invece la differenza di temperatura che si instaura tra un campione ed un riferimento inerte, al variare del tempo. Questa informazione viene riportata su un grafico in cui in ascissa si riporta la temperatura o il tempo, ed in ordinata la differenza di una trasformazione chimico – fisica, nel campione si registra un picco. La DTA è in grado di fornire informazioni qualitative sul campione come:

- temperatura alla quale avvengono eventi termici;
- natura dell' evento termico (endotermico o esotermico).

Non è invece possibile ottenere informazioni quantitative sui calori scambiati nella trasformazione, poiché i sensori di temperatura sono immersi nel campione e nel riferimento, generalmente realizzato in allumina, che fanno quindi parte del percorso di trasferimento del calore nel corso della misurazione. Poiché la risposta dipende dalla conducibilità termica del campione e del riferimento, che sono tra loro differenti e che variano al variare della temperatura, si rende

necessario la costruzione di una curva di calibrazione, sfruttando delle sostanze dette *standard*, di cui si conosce perfettamente il comportamento. La misura differenziale del sistema è estremamente importante, sia dal lato teorico sia da quello pratico, perché il segnale risultante può essere studiato indipendentemente da tutti quegli effetti termici esterni al sistema che si ripercuotono in modo eguale sui due campioni, permettendo di conoscere il comportamento proprio del materiale, o della porzione di materiale, indipendentemente dalle condizioni di prova.

## 4.2.2 Funzionamento

La macchina, un calorimetro isolato termicamente dall' ambiente esterno (figura 4.1a), viene predisposta mettendo sugli alloggiamenti due crogioli identici (detti coppelline, figura 4.1b), fissati in posizione simmetrica, scelti in modo da resistere alle temperature di prova senza interagire con il campione in esame.



Figura 4.1 : Esempio di un moderno calorimetro a scansione: a) fornace; b) particolare delle coppelline in allumina

Uno dei due crogioli rimarrà vuoto in quanto servirà come riferimento per la misura differenziale (figura 4.2) [15].

Se la macchina a disposizione è fornita di bilancia è meglio caricare il materiale solo dopo aver tarato la bilancia con il peso dei crogioli vuoti in modo da avere una misura precisa della massa inserita del campione.

Tramite l'unità di controllo si chiude ermeticamente la fornace in modo da isolare l'ambiente di prova dall'esterno, ed una volta inserito il programma termico (solitamente una rampa lineare di temperatura), all'interno della camera contenente il materiale da analizzare viene creata un'atmosfera inerte con un flusso continuo ed uniforme di argon o azoto. Una volta iniziata la prova, il calore ceduto dalla fornace riscalda sia il campione che il provino di riferimento in egual modo. Ogni variazione di temperatura tra i due è dovuta a fenomeni che insorgono nel materiale da analizzare e se dovesse avvenire una reazione endotermica si dovrà innalzerà la temperatura del campione, mentre una trasformazione esotermica determinerà l'opposto.



Figura 4.2: Disposizione dei campioni all'interno di un calorimetro differenziale

Durante tutto l'arco dell'esperimento un sistema di termocoppie raccoglie i dati di temperatura e li invia ad un elaboratore che mediante un apposito *software* li elabora per generare *l'output* per l'utente.

Lo spettro DSC in funzione della temperatura presenta degli andamenti caratteristici che dipendono da ciò che accade all' interno del materiale in analisi.

Ad esempio, prima di una transizione, la differenza di energia tra campione e riferimento al variare della temperatura è costante (tratto A della figura 4.3) mentre non appena il campione subisce una transizione, il calorimetro deve fornire ulteriore energia termica al campione se la trasformazione è endotermica, o viceversa nel caso esotermico, per mantenere coincidenti la temperatura del campione e del riferimento. Questa variazione di differenza di energia viene evidenziata come picco nella curva (tratto B della figura 4.3) e alla fine della transizione la variazione di energia torna ad essere costante (tratto C figura 4.3). Tuttavia le curve DSC non duplicano esattamente la funzione calore specifico ma sono influenzate da fattori connessi sia al tipo di apparato (fattori strumentali quali velocità di riscaldamento, capacità termiche del porta campioni e delle termocoppie) sia con la natura fisica e chimica del campione utilizzato (dimensione del campione, storia termica del campione). Bisogna quindi porre grande attenzione nella standardizzazione del metodo e nella determinazione dei fattori che possono alterare la curva.



Figura 4. 3 : Tipico termogramma DSC di un materiale che effettua una transizione con calore latente

Una volta terminata la prova il sistema di raffreddamento permette all'operatore di aprire la macchina e rimuovere i crogioli.

Introducendo delle opportune approssimazioni, è possibile analizzare quantitativamente il meccanismo di funzionamento del calorimetro dimostrando che il *flusso termico differenziale* (dato dalla differenza tra il flusso di calore che dovrebbe essere erogato dallo strumento al campione ed al provino di riferimento in modo da mantenerli in equilibrio termico secondo lo schema di temperature impostato per la prova) è direttamente proporzionale alla differenza di temperatura tra campione di riferimento e campione in analisi.

È quindi giustificato il principio di funzionamento dello strumento che misura tramite termocoppie la differenza di temperatura tra il campione e il riferimento per stimare il flusso termico delle reazioni che avvengono all'interno del materiale in quanto direttamente proporzionali tra loro.

## 4.3 Laminazione a caldo

### 4.3.1 Cenni teorici

La laminazione è un procedimento tecnologico che consiste nell' obbligare un massello o una barra metallica a passare attraverso due cilindri, lisci o sagomati, previo riscaldamento oppure anche a freddo, in modo che si verifichi un allungamento del massello o della barra, un allargamento ed una riduzione di altezza, nel caso di laminazione fra cilindri lisci, oppure una progressiva modificazione della forma della sezione e delle sue dimensioni, nel caso di cilindri sagomati.



Figura 4. 4: Deformazione dei grani durante la laminazione

La laminazione conferisce al materiale una struttura caratterizzata da un' accentuata fibrosità, orientata secondo la direzione di laminazione. A tale struttura corrisponde un sensibile miglioramento delle proprietà meccaniche, nei confronti di quelle originarie della barra cilindrica non laminata, a condizione che la temperatura di laminazione sia appropriata.

Una temperatura eccessiva provoca infatti una struttura a grana grossolana con proprietà meccaniche scadenti; al contrario, una temperatura insufficiente (inferiore all' intervallo critico di trasformazione) facilita fenomeni di incrudimento che, accompagnandosi a microstrutture all' interno dei grani, rendono il materiale particolarmente fragile.

Gli effetti della deformazione possono creare delle incurvature sul laminato in uscita dai cilindri.

Per le prove, si è utilizzato il laminatoio presente in laboratorio.

La parte più importante dell' impianto di laminazione è il treno di laminazione, che si compone degli organi di trasmissione e dell' equipaggiamento elettrico.

Il laminatoio che è stato utilizzato è costituito da una robusta incastellatura formata da due montanti di acciaio fuso; dentro la gabbia sono sistemati i cilindri di laminazione ruotanti entro dei cuscinetti, i quali sono posizionati dentro apposite sedi che prendono il nome di guarniture. La distanza dei cilindri di laminazione e la loro regolazione è manuale, e avviene attraverso un dispositivo a volante, posto sopra i cilindri stessi.

Nel cilindro di laminazione possiamo distinguere diverse parti tra cui la tavola, cioè la porzione di cilindro destinata alla laminazione, i colli, cioè i perni sistemati dentro i cuscinetti delle guarniture ed i trefoli, sorta di manicotti che ricevono il moto di rotazione dalle allunghe e lo trasmettono al cilindro.

Il problema principale che può sorgere in questi tipi di macchine è la presenza di piccole vibrazioni che possono andare a variare i parametri di lavoro.

Da questo punto di vista si è dovuto intervenire, usando dei piccoli pesi sulla macchina al fine di eliminare tali disturbi presenti.

Durante il processo di laminazione è possibile attraverso un piccolo monitor, controllare in tempo reale la percentuale della coppia motore applicata sui cilindri, che nasce dal passaggio del materiale attraverso i cilindri stessi.

## 4.4 Microscopia ottica [16]

Lo studio sperimentale della microstruttura si avvale di micrografie ottenute mediante un microscopio che permette di investigare più a fondo la struttura del materiale, prestando attenzione però che tanto maggiore è l'ingrandimento utilizzato, tanto più è difficile essere sicuri che ciò che si osserva sia una corretta descrizione del tutto. Per limitare tale effetto si sceglie di effettuare scatti a più ingrandimenti. Il metodo principale per lo studio della struttura dei materiali è l'osservazione di campioni, accuratamente preparati, con il microscopio metallografico. Questo apparecchio differisce dal microscopio comune perché il campione metallico non può essere osservato per trasparenza a causa della sua opacità anche nel caso di sezioni estremamente sottili. Il principio con cui avviene l'osservazione è pertanto quello della riflessione: l'oculare del microscopio raccoglie, cioè, non la luce che ha attraversato il campione, bensì quella che la superficie osservata riflette. In generale la luce viene mandata sul campione attraverso lo stesso obiettivo che la raccoglie dopo la riflessione, interponendo tra l'obiettivo e l'oculare una lastra di vetro o un prisma che invia all'obiettivo un fascio di luce proveniente lateralmente, come schematizzato in figura.



Figura 4. 5: Percorso del raggio di luce in un microscopio ottico

Il campione viene posizionato sul piatto di appoggio con la faccia da analizzare perpendicolare all'asse ottico del microscopio ed è illuminato da un fascio di luce proveniente dalla fonte collocata posteriormente. La luce è messa a fuoco dalla lente del condensatore in un fascio che è reso approssimativamente parallelo all'asse ottico del microscopio dallo specchio inclinato a 45° (*half-silvered mirror*). La luce viene, dunque, riflessa dalla superficie del campione e giunge così all'oculare dell'operatore.

Se, per effetto della non ortogonalità della superficie rispetto al fascio incidente, la luce non è riflessa lungo il percorso di incidenza, sarà diffusa verso l'esterno, facendo sì che l'immagine, che si vede nell'oculare, presenti delle parti scure dovute proprio a questo effetto. Queste zone scure in un'immagine bianca circostante sono visibili, per esempio, quando si guarda la qualità della lucidatura dei campioni ai panni, dove tali sfregi microscopici devono essere totalmente assenti ai fini della qualità della successiva analisi dei costituenti presenti. Il microscopio ottico presente nei laboratori del Dipartimento di Meccanica, consente di visualizzare l'immagine dell'oculare sul monitor di un computer grazie alla presenza di una telecamera posta al di sopra dell'oculare.

E' in tal modo possibile acquisire e memorizzare le immagini relative alla struttura del materiale.

#### 4.4.1 Preparazione dei campioni

Per poter analizzare i campioni al microscopio ottico, è necessario ottenere una superficie piana che possa riflettere la luce, ed inoltre, per riflettere al meglio la stessa, il grado di rugosità delle superfici da analizzare deve essere molto basso. Per ottenere queste caratteristiche dai campioni si è deciso di inglobarli prima della lucidatura. Per tutti i tipi di campione, provenienti da differenti step di laminazione, si è creato un provino unico nel quale sono state inserite una sezione frontale, trasversale e longitudinale del campione laminato.

#### 4.4.2 Inglobamento

L'inglobamento viene realizzato mediante l'apposita macchina mostrata in figura 4.6, che sfrutta l'effetto di temperatura e pressione, le quali agendo su una resina permettono di inglobare i campioni.

Essa è costituita da una camera dove viene alloggiato il campione con la faccia da analizzare orientata verso il fondo. Si riempie la camera cilindrica con granuli di resina in quantità sufficiente da ricoprire il campione, ma non eccessiva da danneggiare la pressa, viene chiusa la camera ed impostata la pressione (30 MPa) e la temperatura (170°C), dopodiché la procedura avviene in modo automatico.

L' intera operazione richiede un tempo che oscilla dai 20 ai 30 minuti.



Figura 4. 6: Dispositivo per il montaggio in resina termoindurente di campioni metallografici

#### 4.4.3 Spianatura e lucidatura

I campioni inglobati, passano alla fase successiva di spianatura. Questo passo vede l'utilizzo della macchina spianatrice costituita da un piatto rotante sul quale vengono poste le carte vetrate. Durante l'asportazione del materiale la carta abrasiva viene costantemente bagnata con acqua al fine di evitare, da un lato, il surriscaldamento del pezzo, dall'altro di allungare la vita utile della carta allontanando lo sfrido. Si inizia con la carta di granulometria maggiore, definita dal grado 120, e si passa alla carta successiva avente minore granulosità solo quando ogni passo abradente rimuove le rigature del precedente. Per ottenere una superficie particolarmente piana la consuetudine vuole che si ruoti i campioni di 90° ad intervalli regolari; ciò consente di eliminare le rigature lasciate dalla precedente passata migliorando l'appiattimento ottenibile. La sequenza adottata, che coinvolge i formati di granulosità 120, 180, 320, 600, 800, 1200 e 2500, porta all'ottenimento di una superficie di qualità elevata, potendo così passare alla successiva fase di lucidatura. Essa è la fase finale della preparazione dei campioni e ha lo scopo di creare una superficie "a specchio", esente da graffi, necessaria alla successiva analisi.

La tecnica di lucidatura non deve introdurre difettosità superficiali, per questo i panni di lucidatura devono essere usati con cautela e chiusi dagli appositi coperchi successivamente all'utilizzo. La macchina è costituita da una serie di piatti rotanti su cui sono fissati panni a basso pelo che vengono caricati con pasta diamantata, l'abrasivo di lucidatura. I piatti presenti nel laboratorio del Dipartimento di Meccanica sono tre, con granulometrie rispettivamente di 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m.

Il campione viene tenuto manualmente a contatto con il panno, e spostato continuamente fra centro e bordo disco, al fine di avere un'uniforme distribuzione dell'abrasivo e del panno di lucidatura.

Viene inoltre ruotato ad intervalli regolari per evitare la formazione di microscopiche scalfiture. Particolare cautela deve essere posta, inoltre, nel passaggio dalle carte abrasive ai panni e da un panno all'altro, perché è desiderabile evitare che le particelle di granulometria maggiore vadano ad intaccare i panni via via con abrasivo più fine; ciò viene evitato pulendo i provini mediante una lavatrice ad ultrasuoni.



Figura 4. 7: Preparazione manuale dei campioni metallografici: a) spianatura; b) lucidatura



Figura 4. 8: Schema dell' azione dei granuli abrasivi durante la lucidatura

Una volta terminata la lucidatura si passa all' attacco chimico delle superfici metalliche lucidate che viene eseguito direttamente sulla superficie lucida del provino al fine di evidenziarne la struttura metallografica. Si lascia agire il tempo necessario (da 5 a 30 sec.) e poi si lava in acqua corrente, si passa un velo di alcool e si asciuga la superficie con aria calda (phon).

L'attacco chimico o elettrochimico delle superfici metalliche lucidate, permette di evidenziare la

struttura cristallina per effetto della corrosione selettiva operata da soluzioni chimiche su zone superficiali dotate di maggiore energia. La composizione dei reattivi chimici è formulata in base alla natura della lega metallica o delle fasi cui dedicare maggior risalto. Ogni specie strutturale da far risaltare richiede un reattivo specifico. In ogni caso, il reattivo d'attacco svolge una duplice funzione: 1) ossidante e nei confronti di zone superficiali con maggiore contenuto energetico

come bordi di grano, fasi non coerenti, zone incrudite, inclusioni, etc.

2) lisciviante verso i prodotti d'ossidazione, allo scopo di staccarli ed allontanarli dai bordi di grano

o dalle superfici corrose.

L'azione lisciviante è svolta dai solventi come l'acqua, l'alcool etilico, gli alcoli superiori, etc. utilizzati nella preparazione dei reattivi chimici in concorso con i composti intermedi derivati dall'interazione fra ossidante e solvente. L'attacco delle superfici può essere realizzato anche a secco, producendo la loro ossidazione in aria, a caldo in un forno, come sarà meglio specificato

in seguito. L'attacco chimico o elettrochimico delle superfici lucidate rappresenta la fase finale della preparazione prima dell'osservazione con microscopi ottici.

L'uso di microscopi elettronici può richiedere ulteriori e/o differenti preparazioni secondo la tipologia dello strumento.

In questo caso si è utilizzato come attacco chimico per i campioni il Nital, che è una sostanza adatta per acciai debolmente legati. Il Nital è composto da acido nitrico in diverse percentuali di etanolo. Ad esempio il Nital 2% è composto da 2% di  $HNO_3 + 98\%$ Etanolo [17,18].

Il tempo di attacco necessario è di circa 15 secondi.

Un'avvertenza importante riguarda la preparazione e l'uso dei reattivi chimici ed elettrochimici, che esigono tutte le precauzioni previste per la manipolazione di sostanze tossico-nocive.

Infatti per ogni campione che ho attaccato, sono dovuto andare sotto cappa al fine di evitare la fuoriuscita di fumi.

Terminato il tempo di attacco, si deve accuratamente lavare la superficie con acqua corrente per eliminare ogni traccia di acido che poi danneggerebbe e renderebbe la superficie troppo attaccata e di difficile visione al microscopio. Dopo l'acqua, si spruzza dell'alcool denaturato che va asciugato con aria calda, per evitare la formazione di aloni.

Dopo aver preparato ogni campione la qualità della lucidatura viene valutata al microscopio ottico, il quale deve mostrare immagini nitide ed esente da alcun genere di graffio non individuato ad occhio nudo.

Per l'analisi al microscopio elettronico SEM, che seguirà nelle operazioni, la lucidatura finale, invece, è stata realizzata mediante silice colloidale per conseguire la finitura superficiale necessaria all'esecuzione dell'analisi.

## 4.5 Profili di microdurezza

Il termine microdurezza è usualmente riferito ai test di durezza che vengono effettuati con carichi che non eccedono 1 Kg. Alcuni di essi sono eseguiti con carichi molto leggeri come 1g, sebbene la maggior parte dei test sono effettuati con carichi compresi tra 100 e 500g.

Per i laminati, si è utilizzato un carico di 300-50g, per poter discriminare al meglio le dimensioni dei grani.

#### 4.5.1 Test di microdurezza Vickers [19]

Nel test di microdurezza Vickers il valore della durezza è determinato tramite la misurazione delle dimensioni dell'impronta lasciata dal penetratore attraverso un opportuno microscopio ed usando formule prestabilite di conversione così come stabilito dalla norma ASTM E384. Il test è capace di fornire informazioni sulle caratteristiche di durezza dei materiali che non possono essere ottenute con i test convenzionali (Brinell, Rockwell, ecc.). Il test di microdurezza è riconosciuto come un valido strumento per controllare numerose operazioni di produzione e per scopi di ricerca.

Campi specifici includono:

- misurazione della durezza di un pezzo di precisione talmente piccolo da non essere misurabile con i comuni test di durezza
- misurazione della durezza di prodotti a forma di lamine o fili che sono così sottili o così piccoli nel diametro da non essere misurabili con gli altri metodi

- misurazione della durezza di microcostituenti individuali
- misurazione della durezza vicino alle estremità dei pezzi così da scoprire conseguenze di condizioni superficiali indesiderabili come bruciature di rettifica e decarburazione

## 4.5.2 Impronte

Il test di microdurezza Vickers è realizzato con una punta di diamante a forma di piramide quadrata. L'impronta Vickers (figura 4.9) usata ha la stessa forma geometrica di quella utilizzata nella convenzionale prova di durezza omonima. La profondità dell'impronta è approssimativamente pari ad 1/7 della sua diagonale. Generalmente, le impronte devono essere distanti fra di loro almeno 3 o 4 volte la lunghezza della diagonale; questo per evitare che la deformazione plastica dell'impronta vicina ed il conseguente incrudimento del materiale, influiscano sull'impronta successiva. Nel caso sia necessario effettuare le impronte a distanze minori di quelle indicate, queste devono essere eseguite sfalsate secondo un percorso zig-zag.



Figura 4. 9: a) Schema di funzionamento della prova Vickers; b) particolare di un penetratore Vickers

L' area dell' impronta ottenuta sulla superficie del pezzo è correlata al valore di HV e viene stabilita mediante la determinazione, attraverso il microscopio ottico, della lunghezza delle diagonali che caratterizzano l' indentazione. Il valore di durezza viene determinato attraverso l' equazione (4.1)

$$HV = 0,102 \frac{F}{S} = 0,102 \frac{2F\sin\theta}{d^2} = 0,1891 \frac{F}{d^2}$$
(4.1)

dove,

F =carico impiegato nel test [N];

S = area superficiale corrispondente all' indentazione [mm2];

 $\theta$  = angolo compreso tra le facce dell'indentatore piramidale [°];

*d* = lunghezza media della diagonale dell' impronta [mm].

Affinché il test sia valido e l' impronta non risulti deformata, è importante che la forza applicata sia perpendicolare alla superficie del campione, la quale dovrà quindi essere il più parallelo possibile al piano di lavoro. È quindi consigliabile una lucidatura della superficie per renderla maggiormente omogenea.

#### 4.5.3 Dispositivo esecuzione del test

Attualmente molti sono i tipi di apparecchi utilizzati per le misure di microdurezza. I più operano tramite la diretta applicazione del carico mediante un apposito sistema a pressione che è in grado di variare il carico applicato a seconda delle necessità. Lo schema di un apparecchio per l'esecuzione del test è mostrato in figura 4.10. Questo è essenzialmente costituito da un microscopio dotato delle attrezzature opportune per eseguire e misurare la larghezza delle impronte. Il microscopio è fornito di 2 obiettivi con ingrandimenti compresi tra i 100 e i 1000 diametri. Le principali cause di errore nell'esecuzione del test sono da attribuirsi a vibrazioni, urti o inopportuna progressione del carico applicato, errata stima del carico, scorretta durata del periodo di applicazione ed impatto. Importante è anche utilizzare la macchina in modo delicato in quanto è possibile

anche incidentalmente andare a danneggiare il penetratore di diamante.

Il vantaggio di questa macchina è che non è molto ingombrante e può essere anche facilmente trasportabile.

L' apparecchio inoltre può dare in diretta il valore corrispondente della durezza Vickers in Rockwell C.



Figura 4. 10: Strumento definito da:

- 1) lente ingrandimento
- 2) tastatore microdurezza
- 3) campione
- 4) piattaforma mobile
- $5)\ micrometro$
- 6) obiettivi ingrandimento

Una piattaforma mobile per reggere il pezzo è un componente essenziale del tester. In molte applicazioni l'impronta deve essere su un'area selezionata, generalmente limitata a pochi millimetri quadrati (ed anche meno); per questo, durante il test, prima di tutto l'area prescelta per la misura è individuata al microscopio, di seguito il penetratore è spostato sulla giusta posizione per eseguire l'impronta. La punta, in questi test, può essere mossa con sufficiente precisione, in modo tale che la penetrazione cada proprio nella zona prescelta con l'obiettivo. Dopo che l'impronta è stata fatta, il penetratore viene rimesso nella sua posizione originaria, cosicché le dimensioni dell'impronta stessa possono essere misurate con l'obiettivo. Per fare ciò la piattaforma che regge il campione può essere spostata usando due viti micrometriche posizionate ai lati della piattaforma stessa; inoltre, tramite lo spostamento di altre due viti micrometriche poste sulla testa dell' apparecchiatura, è possibile misurare la larghezza dell' impronta a mezzo di due linee parallele la cui distanza può essere letta sulle viti stesse.

La macchina in dotazione al Politecnico di Milano è una *Microhardness Tester* FM 700, (figura 4.11).



Figura 4. 11: Microdurometro FM700

## 4.5.4 Misurazioni dell' impronta

Innanzitutto prima di ogni misurazione deve essere preso lo zero di riferimento tramite le due viti micrometriche. Questa operazione molto importante al fine della misura finale consiste nell' accostare le due linee che si vedono nell' obiettivo; una volta allineate si schiaccia il pulsante reset che porta le coordinate a zero. Una volta fatta questa operazione si effettua la prova. La prova consiste nel fatto che il penetratore entra a contatto con il materiale per circa 15 secondi. Al termine di questa operazione il penetratore si alza e si può quindi procedere alla misurazione dell' impronta. La misurazione avviene registrando la lunghezza delle diagonali dell'impronta. Il valore della microdurezza appare direttamente sullo schermo sia in HV che in HRC. Quando l'impronta è troppo piccola per ottenere una lettura sicura, il carico deve essere aumentato; al contrario se l'impronta e eccessivamente ed ingiustificatamente larga, il carico deve essere diminuito. Quando un nuovo tipo di materiale, alcune sperimentazioni con carichi diversi sono spesso richieste per individuare le condizioni di carico ottimali.

#### 4.5.5 Preparazione del campione

Per l'esecuzione della misura è spesso richiesta una buona finitura della superficie da testare. Per permettere un'accurata misurazione della lunghezza delle diagonali dell'impronta, quest'ultima deve essere chiaramente definita; in generale, al decrescere del carico, la finitura della superficie deve essere la più spinta possibile.

## 4.6 Prova di trazione

#### 4.6.1 Funzionamento

Eseguire una prova di trazione significa sottoporre una determinata provetta ad una sollecitazione statica applicata nel baricentro della sezione del materiale e agente secondo la direzione dell' asse del corpo.

Questa sollecitazione viene incrementata lentamente e gradatamente, fino a pervenire alla rottura completa del provino stesso.

Vengono preparati dei provini i quali devono essere unificati, perché devono rispondere ad un determinato proporzionamento, in cui si distingue la lunghezza utile  $L_0$  del provino.

Per meglio individuare la zona di rottura del provino e procedere in seguito alle relative osservazioni, si esegue la tracciatura del provino; di norma si tracciano delle tacche che suddividono il tratto  $L_0$  in 10 parti perfettamente uguali.

L' energia per produrre lo sforzo nella macchina di prova, schematizzata in figura 4. 12, viene fornita da una pompa ad alta pressione accoppiata ad un motore elettrico; variando la corsa della pompa è possibile una regolazione pressoché continua entro ampi limiti della portata dell' olio e quindi della velocità di applicazione del carico.



#### Figura 4. 12: Schema della macchina universale per la prova di trazione

La macchina universale è costituita da un incastellatura che comprende un basamento(1), due colonne di sostegno(2), una traversa fissa(3), un cilindro(4), ricavato sopra la traversa fissa, uno stantuffo(5) dentro il cilindro(4), una traversa solidale allo stantuffo, due aste montanti(7), e una traversa di lavoro. In figura 4.13, è rappresentata invece la macchina universale elettromeccanica

che è stata utilizzata per eseguire le prove di trazione.

Le prove sono state svolte in controllo di deformazione, con velocità della traversa mobile pari a 2 mm/min, mentre i dati sono stati campionati alla frequenza di 10Hz.



Figura 4. 13: Macchina universale elettromeccanica MTS Alliance RT/150

#### 4.6.2 Coefficiente di anisotropia [20]

Se il test di trazione viene condotto su di un provino ricavato da una lastra metallica risulta molto importante l'orientazione con cui è sottoposto a trazione. Le lavorazioni per deformazione plastica, modificano la forma dei grani cristallini e tale forma dipende essenzialmente dalla direzione di scorrimento durante la lavorazione.

Oltre a questo si verifica una sostanziale distorsione dei grani con creazione di bande ad alta densità di dislocazioni. Le deformazioni del reticolo cristallino risultano sostanzialmente anisotropiche, come anisotropiche saranno le proprietà

del materiale lavorato. Un parametro utilizzato per valutare l'anisotropia di un lastra di metallo è il rapporto di deformazione plastica  $\mathbf{r}$ , definito come il rapporto delle deformazioni di contrazione misurate in un provino posto a trazione:

$$\mathbf{r} = (\mathbf{e}_{w} / \mathbf{e}_{t}) = (\mathbf{Ln} (w / w_{0})) / (\mathbf{Ln} (t / t_{0}))$$

Dove  $\mathbf{e}_{\mathbf{w}}$  è la deformazione in larghezza e  $\mathbf{e}_{\mathbf{t}}$  è quella lungo lo spessore. Il valore di  $\mathbf{r}$  risulta unitario in caso di materiale isotropico.

Per provini di spessore molto ridotto una misura di una sua variazione può risultare difficile. Ci si basa allora sulla conservazione del volume:

$$\mathbf{e}_{\mathbf{t}} = -\mathbf{e}_{\mathbf{w}} - \mathbf{e}_{\mathbf{l}}$$

Dove  $\mathbf{e}_{\mathbf{l}}$  è la deformazione lungo l'asse di caricamento del provino. Sostituendo si può ottenere:

$$\mathbf{r} = (-\mathbf{e}_{\mathbf{w}} / (\mathbf{e}_{\mathbf{w}} + \mathbf{e}_{\mathbf{l}}))$$

Per evitare l'influenza da parte delle estremità del provino serrate sulla macchina, le deformazioni devono essere misurate ad una certa distanza rispetto alle spalle del campione, pari ad almeno la sua larghezza.

Il valore di  $\mathbf{r}$  dipende molto dalla direzione in cui viene tagliata la lamiera. In tal caso si tiene conto di un valore medio di  $\mathbf{r}$ , e tale valore viene definito come anisotropia normale:

$$\mathbf{r}_{m} = (\mathbf{r}_{0} + \mathbf{r}_{90} + 2 \mathbf{r}_{45}) / 4$$

I pedici si riferiscono all'angolo tra l'asse di trazione nella prova e la direzione di rullatura.

Il grado di anisotropia nel piano, definito come anisotropia planare, della lamiera viene descritto dal parametro:

$$\Delta \mathbf{r} = (\mathbf{r}_0 + \mathbf{r}_{90} - 2 \mathbf{r}_{45}) / 2$$

Il coefficiente di anisotropia definisce e misura la resistenza nello spessore di un materiale sottoposto a deformazione plastica.

Ad esempio, un valore basso di r che si ottiene quando si piega una lamiera attraverso un punzone, sta a significare che lo spessore di tale lamiera si sta riducendo, e questo non è ritenuto accettabile.

## 4.7 Microscopio a scansione elettronica (SEM) [21,22]

#### 4.7.1 Funzionamento

La diffrazione di elettroni retrodiffusi (EBSD, Electron BackScatter Diffraction) è basata sull'acquisizione di figure di diffrazione da campioni massivi in un microscopio elettronico a scansione (SEM). L'automazione di questo metodo ha permesso di mettere a punto una tecnica affidabile per la caratterizzazione quantitativa dei materiali cristallini. Questo studio vuole focalizzare l'attenzione sulle possibilità dell'analisi EBSD nell'affiancare in modo rapido ed esaustivo le tradizionali prove metallografiche meccaniche, in particolare quelli legati all' orientazione cristallografica e ai bordi grano, portando con l'indagine della tessitura ulteriori argomenti per la conoscenza dell'influenza delle variabili del processo produttivo (parametri termomeccanici e composizione chimica) sulle prestazioni meccaniche finali, soprattutto riguardanti la formabilità, dei laminati. Tale fenomeno, tipico del processo di laminazione, rende necessario determinare i contributi delle diverse zone sulla base delle componenti maggiormente presenti, verificandone l'apporto in senso positivo o negativo.

La tessitura ottenuta e riscontrata, che si va ad analizzare, non è particolarmente marcata; tuttavia in funzione dei risultati ottenuti è possibile ottimizzare i diversi parametri in gioco al fine di migliorare le caratteristiche desiderate; inoltre tramite lo studio dei risultati si può conoscere come avviene l' orientazione del cristallo dell' elemento, e come cambia da un passo all' altro.

L'uso della sonda EBSD permette una caratterizzazione più dettagliata delle caratteristiche dei grani e in particolare può essere determinata una relazione tra la dimensione dei grani e dei subgrani e la loro orientazione cristallografica. Le orientazioni in un materiale policristallino che ha subito processi termomeccanici, quali la laminazioni a caldo in controllo di temperatura, sono in genere lontane dall'essere casuali e data la dipendenza delle proprietà meccaniche e fisiche dei materiali dalla tessitura, è presente un grande interesse circa il loro controllo durante i processi produttivi.

Il SEM (fig. 4.14a) è un microscopio che consente di osservare un campione ad elevatissimo ingrandimento grazie alla tecnologia che lo contraddistingue. Un fascio di elettroni, emesso da una sorgente dedicata che utilizza un filamento di tungsteno o di esaboruro di lantanio (LaB6), dopo essere passato dapprima tra una serie di lenti elettromagnetiche e quindi tra le bobine di deflessione che generano la scansione, va ad impattare sul campione che si vuole osservare, il quale risponde emettendo una serie di particelle fra le quali i cosiddetti elettroni secondari che vengono captati da uno speciale rivelatore e convertiti in impulsi elettrici (fig. 4.14b). Il fascio emesso non è fisso ma viene fatto "scandire", cioè viene fatto passare sul campione in una zona rettangolare, riga per riga, in sequenza. Il segnale elettrico generato dall' elaborazione degli elettroni secondari viene mandato ad un monitor dove viene eseguita una scansione analoga. Il risultato è un'immagine in bianco e nero che ha caratteristiche simili a quelle di una normale immagine fotografica e quindi immediatamente intelligibile ed intuitiva da comprendere. Sono immagini dotate di un'elevata profondità di campo che consente di osservare la superficie del provino nei minimi particolari, riuscendo ad identificare anche i più piccoli difetti metallurgici o individuare fasi precipitate non previste.



Figura 4. 14: a) Esempio di un comune SEM; b) Schema di funzionamento di un SEM

Il potere di risoluzione di un comune microscopio elettronico a catodo di tungsteno si aggira intorno ai 5 nm, mentre le tensioni di accelerazione degli elettroni variano da 0,5 a 30 kV.

La preparazione mediante lucidatura della superficie del campione che si vuole osservare è di fondamentale importanza e deve seguire tutte le fasi descritte nel paragrafo precedente.

La preparazione mediante lucidatura della superficie del campione che si vuole osservare è di fondamentale importanza. La sistemazione dei provini nella macchina richiede molto tempo perché il campione deve essere portato sotto vuoto spinto, ad una pressione di circa 10<sup>-5</sup> Torr, e deve essere conduttivo, oppure opportunamente metallizzato, poiché in caso contrario, il pezzo non è in grado di emettere gli elettroni secondari. Tra gli altri segnali emessi dal provino in seguito all'eccitazione del fascio sono presenti elettroni riflessi (fenomeno di backscattering), elettroni channelling, raggi X, catodoluminescenza, correnti indotte dal fascio e per alcuni tipi di campioni, anche elettroni trasmessi. Questi segnali possono essere rivelati da apposite sonde e sono usati in numerose tecniche di misura, come catodoluminescenza, Electron Beam Induced Current (EBIC), spettroscopia EDX (Energy Dispersive X – ray microanalisys). Grazie all' emissione di raggi X è possibile fare un' analisi quantitativa degli elementi chimici che costituiscono il materiale del pezzo in esame. In questo studio, le immagini raccolte al SEM hanno potuto fornire varie informazioni sulla struttura dei laminati, soprattutto per indagare la formazione di alcune strutture. Inoltre è stato possibile investigare l' orientamento dei grani cristallini dopo la

Inoltre è stato possibile investigare l'orientamento dei grani cristallini dopo la deformazione plastica subita dai laminati, e la tessitura dei cristalli che si è formata a seguito del processo di ricristallizzazione durante i successivi passaggi.

Questi ultimi due aspetti vengono esaminati tramite l' analisi con sonda EBSD (*Electron BackScattered Diffraction*), che consiste in una fotocamera con schermo al fosforo la quale è in grado di captare una particolare emissione del provino in esame quando investito dal fascio di elettroni. Tale emissione eccita lo schermo al fosforo della fotocamera a difrazione facendolo diventare fosforescente. Attraverso una fotocamera CCD è possibile captare la fluorescenza e riprodurla come una immagine in cui si mette in evidenza lo schema di difrazione, identificato solitamente con l' acronimo EBSP (*Electron BackScatter Pattern*) (figura 4.15).



Figura 4. 15: Esempio di uno schema di difrazione ottenuto con analisi EBSD per un reticolo BCC: a) EBSP; b) schema reticolare dell' EBSP identificato

Il metodo sperimentale per ottenere la descrizione della tessitura da un campione mediante EBSD (fig.1) è di tipo diretto: il campione viene preparato nel piano RD-ND (Rolling Direction-Normal Direction, poiché nei laminati questa sezione presenta una microstruttura più significativa rispetto al piano di laminazione, e le figure di diffrazione vengono ottenute analizzando una sua porzione. Per ottenere una tessitura rappresentativa del materiale è importante che siano considerati i dati provenienti da tutta la microstruttura. Il numero dei punti analizzati deve essere tale da produrre una distribuzione delle orientazioni statisticamente significativa: sperimentalmente si è individuato che è necessario determinare un numero di orientazioni compreso tra 500 e 1500. Ottenere un risultato di questo tipo richiede tempi, che, a seconda dei parametri impostati, del tipo di microscopio elettronico, della finitura superficiale del campione, sono nell'ordine delle decine di minuti, con un notevole risparmio di tempo.

L'EBSD, inoltre, permette di ricavare le relazioni che sussistono tra forma, dimensione dei grani e le loro orientazioni, fornendo ad esempio informazioni dettagliate e utili nel valutare e nell'interpretare il comportamento dei laminati, deformati plasticamente.

L'obiettivo finale consiste nel chiarire con precisione le variazioni microstrutturali e cristalline per analizzare la relazione oggetto della ricerca e rendere efficaci i parametri operativi che possono essere modificati, al fine di garantire adeguate caratteristiche meccaniche sui laminati, in modo da massimizzare l'efficienza e consentire l'alleggerimento delle strutture appropriate.

Interesserà dunque maggiormente eseguire il controllo sistematico delle tessiture cristallografiche in funzione della temperatura di inizio e fine laminazione, della velocità di raffreddamento e della velocità di laminazione dei rulli per osservare come variano gli elementi analizzati.

## 4.7.2 Caratteristiche tecniche dello strumento

Per le analisi delle tessiture cristallografiche è stato utilizzato il microscopio elettronico a scansione (SEM), in modalità pressione variabile estesa, modello LEO "EVO 50XVP-M", della ditta ZEISS (D), collegato ad un sistema di microanalisi, modello INCA Energy 250, della ditta Oxford Analytical Instruments Ltd. (UK). Le caratteristiche più importanti di questo strumento sono costituite da:

- modalità di operazioni in alto vuoto (HV) ed in pressione variabile estesa (XVP) nel range da 1 a 750Pa, per analizzare campioni non conduttivi
- rivelatore di elettroni secondari in alto vuoto (ET-SE), e rivelatore di elettroni retrodiffusi (4QBSE)
- risoluzione di 3 nm ed intervallo di ingrandimenti da 7x a 1.000.000x
- software per analisi elementare qualitative e quantitative, con standard
- software per la mappatura chimica degli elementi e per i profili di concentrazione

### 4.7.3 Analisi della tessitura [23,24,25]

Con il termine tessitura si vuole indicare la tendenza di un sistema di grani cristallini, costituenti un policristallo, ad orientarsi secondo particolari direzioni. Rappresenta dunque la distribuzione media non uniforme dell' orientazione cristallografica di un materiale policristallino ed è costituita da una distribuzione di punti nello spazio delle orientazioni. La tessitura riflette la simmetria del campione, causata da deformazioni plastiche imposte o ad altri fenomeni metallurgici che lo hanno interessato, e che sono in grado di condizionare l' orientazione dei cristalli, come ad esempio i processi di solidificazione. La tessitura può essere determinata utilizzando vari metodi [26], tra i quali alcuni consentono di eseguire un'analisi qualitativa della trama mentre altri solo quantitativa. Tra le tecniche quantitative, la più diffusa è la diffrazione di raggi X seguita dall' analisi con sonda EBSD all' interno di un microscopio SEM. Nella descrizione della tessitura a livello macroscopico, o macrotessitura, i grani di un materiale policristallino sono considerati come un' unica popolazione statistica. Durante l'osservazione con sonda EBSD, vengono scansionati ed analizzati un numero molto elevato di grani in grado di dare una rappresentazione statisticamente significativa delle orientazioni presenti nel campione. Quanto maggiore è il numero di grani che sono orientati approssimativamente in una particolare direzione, tanto maggiore sarà l' intensità della tessitura. Sperimentalmente è stato ricavato che è necessario determinare un numero di orientazioni compreso tra 500 e 1500 per avere una distribuzione statisticamente significativa [27].

Esistono tre fondamentali modalità per la descrizione grafica della tessitura, tutte attraverso la creazione di una "figura polare":

- mediante la determinazione, in corrispondenza di diversi angoli, dell' intensità della diffrazione operata da alcune particolari famiglie di piani reticolari presenti all' interno del cristallo. Questa grandezza verrà espressa attraverso una figura polare, la quale da informazioni circa l' orientazione di una particolare famiglia di piani (indicata generalmente come **{hkl}**) rispetto a un sistema di riferimento fisso;
- mediante la figura polare inversa, con cui si rappresenta la quantità di direzioni del cristallo (indicate generalmente come <**uvw**>) che sono parallele a quelle del sistema di riferimento fisso;
- mediante la misura di più figure polari per differenti famiglie di piani {hkl} e la loro combinazione per produrre una funzione di distribuzione dell' orientazione (ODF = *Orientation Distribution Function*). Questa modalità fornisce l' informazione più completa, poiché rappresenta la densità statistica dei piani e delle direzioni nello spazio dei tre angoli fondamentali (angoli simmetrici di Eulero) rispetto ad un sistema di riferimento fisso.

Tutti e tre i metodi si basano sulla rappresentazione della direzione cristallografica sulla superficie di una sfera unitaria, che risulta particolarmente conveniente quando si hanno molti cristalli in un campione policristallino, poiché la loro posizione relativa è immediatamente evidenziabile e la densità locale dei punti, individuabili attraverso gli angoli di Eulero  $\Phi$ ,  $\varphi 1 \in \varphi 2$ , riflette esattamente il numero di grani in un dato intervallo di direzioni, determinando così la distribuzione. Per ogni figura polare vengono tracciate delle assi cristallografiche (o poli) sottoforma di proiezioni stereografiche, unitamente alle direzioni relative alle deformazioni subite dal materiale. Queste direzioni definiscono il cosiddetto schema di riferimento del campione e, sono la direzione di laminazione RD (Rolling Direction), la direzione trasversale TD (Traverse Direction) e la direzione normale ND (Normal Direction). Se si usano i primi due stereogrammi precedentemente presentati, ossia la figura polare o la figura polare inversa, si potranno verificare due situazioni differenti. Per vedere se c'è una certa distribuzione preferenziale dei grani, si fa uso di una scala colorata. Se ad esempio quindi, non si evidenzia alcuna distribuzione preferenziale dei grani, il corrispondente stereogramma risulterà del tutto uniforme di colore, mentre se si dovesse riscontrare un' orientazione preferenziale, ci saranno delle zone che presenteranno dei picchi di intensità, immediatamente individuabili grazie all' utilizzo della scala colorata.

# **Capitolo 5**

# ANALISI DEI DATI

## 5.1 Prova DSC

In questa sezione vengono esposti e commentati i risultai ottenuti dalle esecuzioni delle varie prove atte a definire e caratterizzare le proprietà dei laminati prodotti. La conduzione dell' analisi seguirà il medesimo schema di presentazione utilizzato nel capitolo 4 per descrivere i test di riferimento e al termine del lavoro si otterrà un quadro generale riassuntivo sulle caratteristiche delle dei campioni laminati a diverse temperature di laminazione.

## 5.1.1 Determinazione punti critici A1 ed A3

Le temperature che rappresentano i punti critici, poiché dipendono dalla composizione chimica dell' acciaio, non sono univocamente determinate, ed è quindi necessario determinarle di volta in volta attraverso l' analisi DSC. L' analisi termica eseguita sui quattro acciai utilizzati ha interessato quattro campioni di materiale ricavati dai lingotti grezzi forniti dall'azienda Arvedi. Il ciclo termico imposto ai campioni per poter cogliere le variazioni di fase ha previsto il seguente percorso:

- Riscaldamento da 20 a 25°C alla velocità di 20°C/min;
- Assestamento a 25°C per 5 minuti;
- Riscaldamento da 25 a 950°C alla velocità di 7°C/min;
- Stazionamento a 950°C per 15 minuti;
- Raffreddamento da 950 a 300°C alla velocità di 7°C/min;
- Stazionamento a 300°C per 5 minuti;
- Raffreddamento da 300 a 20°C alla velocità di 20°C/min.

La prova è stata eseguita in atmosfera protetta costituita da argon con crogioli in allumina. Per eliminare eventuali problemi di deriva della macchina ed ottenere una curva migliore del *heat flow* per ogni campione analizzato, si è sottratto punto a punto l' andamento dedotto da una prova a vuoto, eseguita cioè con entrambi i crogioli vuoti.

### 5.1.2 Fase sperimentale

I risultati ottenuti sono rappresentati nei grafici successivi:



Figura 5. 1: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio mild steel



Figura 5. 2: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio con Nb



Figura 5. 3: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio con Nb-V



Figura 5. 4: Flusso termico vs temperatura per l'acciaio con V

#### 5.1.3 Analisi dei dati

Al termine dello studio, come possibile dedurre dalle curve riportate nelle figure sovrastanti, sono state dedotte le diverse temperature critiche per i quattro tipi di acciaio esaminati, riportate in tabella 5.1.

A titolo di confronto è possibile andare a calcolare le medesime temperature con delle equazioni empiriche che tengono conto dell' effetto dei diversi elementi di lega sulla posizione delle curve di trasformazione austenitica.

Nella fattispecie possono essere utilizzate le equazioni di Andrews [28].
DETERMINAZIONE PUNTI CRITICI			
	Analisi DSC		
	Ac1 [°C] Ac3 [°C]		
Campione mild steel	~740 ~908		
Campione con Nb	~739 ~906		
Campione con Nb-V	~736 ~896		
<b>Campione con V</b> ~740 ~890			

Tabella 5.1: Punti critici determinati con analisi DSC

## 5.2 Laminazione a caldo

### 5.2.1 Laminazione - Fase sperimentale

In questa fase si sono effettuate le operazioni di laminazione, sottoponendo i campioni a differenti cicli di laminazione:

- 1. Laminazione a caldo alla temperatura intercritica di 800°C
- 2. Laminazione a caldo alla temperatura intercritica di 840°C
- 3. Laminazione a caldo alla temperatura intercritica di 860°C
- 4. Laminazione a caldo alla temperatura austenitica di 1050°C



Figura 5. 5: Forno di riscaldo utilizzato per i campioni



Figura 5. 6 – 5. 7: Laminatoio utilizzato e particolare dei rulli di laminazione



Figura 5. 8– 5. 9 : Ingresso e uscita del laminato

In tutte le prove eseguite, i materiali sono stati scaldati in un forno fino alla temperatura di riferimento, e successivamente raffreddati in aria, alla fine di ogni ciclo completo di laminazione.



Figura 5. 10 : Raffreddamento laminati

Per evitare problemi di adesione della billetta ai cilindri di laminazione, oltre che per facilitarne l'imbocco, si è scelto di effettuare più riduzioni di sezione nel laminatoio (Tabella 5.2 e 5.3), ottenendo così una laminazione completa in più passate.

Come detto, per arrivare allo spessore prefissato, si è deciso di eseguire più riduzioni invece che una singola, per evitare sia problemi legati all' adesione

della billetta ai cilindri, sia perché i campioni stessi all' ingresso della gabbia di laminazione tendono a bloccarsi contro i cilindri per il loro spessore troppo elevato. I nastri laminati, dunque sono stati ridotti fino ad uno spessore di 1mm, partendo dai 2,5mm iniziali. Le passate che sono state eseguite sono di seguito riportate nella tabella sottostante:

Materiale	<b>N° passate</b>	Riduzione di spessore [mm]
690642205 - Mild steel	3	0,5
690650304 - con Nb	3	0,5
600206504 - con Nb-V	3	0,5
600671304 - con V	3	0,5

#### Tabella 5. 2: Riduzione spessore dei laminati

	T° inizio laminazione	T°fine
	[3]	laminazione [℃]
Materiale 690642205 Mild		
steel	800	779
п	840	818
п	860	835
"	1050	1029
Materiale 690650304 con		
Niobio	800	779
"	840	816
"	860	834
"	1050	1028
Motoriala 600206504 aan		
Nichio e Vanadio	800	780
	840	816
"	860	837
II.	1050	1026
Materiale 600671304 con		
Vanadio	800	780
П	840	818
11	860	836
п	1050	1030

Tabella 5. 3: Temperatura di inizio e fine laminazione

Una volta terminati i cicli di laminazione, si è passati alla preparazione dei provini dei campioni laminati attraverso le micrografie ottenute con un microscopio ottico, in modo tale da poter studiare le microstrutture definendo cosi le caratteristiche meccaniche dei vari campioni.

Dunque per l'analisi da eseguire, la prima fase consiste nel preparare i campioni sui quali svolgere le diverse prove programmate per potere successivamente attuare una valutazione incrociata dei risultati, dapprima più qualitativi, come quelli ottenibili con micrografie e microdurezze, poi più accurati, come quelli forniti dalle tessiture cristallografiche.

## 5.3 Microscopia ottica

## 5.3.1 Analisi dei campioni

Per ogni materiale laminato, si sono eseguite le analisi metallografiche con lo scopo di andare a caratterizzare le varie strutture ottenute sui campioni, mostrando lo strato superficiale del materiale.

Dalle immagini prodotte possiamo vedere con chiarezza le varie strutture dei campioni.

Di seguito sono riportate le varie micrografie dei campioni presi in esame, a differenti ingrandimenti.



Figura 5. 11: Immagine dei campioni prodotti per l'analisi al microscopio ottico

# CAMPIONE 690642205 MILD STEEL laminato da Arvedi



Figura 5. 12: lato frontale 200x

Figura 5. 13: lato longitudinale 200x



Figura 5. 14: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690642205 MILD STEEL laminato a 800°C



Figura 5. 15: lato frontale 200x

Figura 5. 16: lato longitudinale 200x



Figura 5. 17: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690642205 MILD STEEL laminato a 840°C





Figura 5. 18: lato frontale 200x

Figura 5. 19: lato longitudinale 200x



Figura 5. 20: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690642205 MILD STEEL laminato a 860°C





Figura 5. 21: lato frontale 200x

Figura 5. 22: lato longitudinale 200x



Figura 5. 23: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690642205 MILD STEEL laminato a 1050°C





Figura 5. 24: lato frontale 500x

Figura 5. 25: lato longitudinale 500x



Figura 5. 26: lato trasversale 500x

# CAMPIONE 690650304 con Niobio laminato da Arvedi



Figura 5. 27: lato frontale 200x

Figura 5. 28: lato longitudinale 200x



Figura 5. 29: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690650304 con Niobio laminato a 800°C



Figura 5. 30: lato frontale 200x



Figura 5. 31: lato longitudinale 200x



Figura 5. 32: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690650304 con Niobio laminato a 840°C



Figura 5. 33: frontale 200x

Figura 5. 34: lato longitudinale 200x



Figura 5. 35: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690650304 con Niobio laminato a 860°C



Figura 5. 36: lato frontale 200x

Figura 5. 37: lato longitudinale 200x



Figura 5. 38: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 690650304 con Niobio laminato a 1050°C





Figura 5. 39: lato frontale 200x

Figura 5. 40: lato longitudinale 200x



Figura 5. 41: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 600206504 con Niobio e Vanadio laminato da Arvedi



Figura 5. 42: lato frontale 500x

Figura 5. 43: lato longitudinale 500x



Figura 5. 44: lato trasversale 500x

# CAMPIONE 600206504 con Niobio e Vanadio laminato a 800°C



Figura 5. 45: lato frontale 200x

Figura 5. 46: lato longitudinale 200x



Figura 5. 47: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 600206504 con Niobio e Vanadio laminato a 840°C



Figura 5. 48: lato frontale 200x

Figura 5. 49: lato longitudinale 500x



Figura 5. 50: lato trasversale 500x

# CAMPIONE 600206504 con Niobio e Vanadio laminato a 860°C





Figura 5. 51: lato frontale 500x

Figura 5. 52: lato longitudinale 500x



Figura 5. 53: lato trasversale 500x

# CAMPIONE 600206504 con Niobio e Vanadio laminato a $1050^{\circ}\mathrm{C}$



Figura 5. 54: lato frontale 500x



Figura 5. 55: lato longitudinale 500x



Figura 5. 56: lato trasversale 500x

# CAMPIONE 600671304 con Vanadio laminato da Arvedi



Figura 5. 57: lato frontale 500x

Figura 5. 58: lato longitudinale 500x



Figura 5. 59: lato trasversale 500x

# CAMPIONE 600671304 con Vanadio laminato a 800°C



Figura 5. 60: lato frontale 200x



Figura 5. 61: lato longitudinale 200x



Figura 5. 62: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 600671304 con Vanadio laminato a 840°C



Figura 5. 63: lato frontale 200x



Figura 5. 64: lato longitudinale 200x



Figura 5. 65: lato trasversale 200x

## CAMPIONE 600671304 con Vanadio laminato a 860°C





Figura 5. 66: lato frontale 200x

Figura 5. 67: lato longitudinale 200x



Figura 5. 68: lato trasversale 200x

# CAMPIONE 600671304 con Vanadio laminato a 1050°C





Figura 5. 69: lato frontale 500x

Figura 5. 70: lato longitudinale 500x



Figura 5. 71: lato trasversale 500x

Da una prima osservazione generale, delle micrografie sopra riportate, è evidente come in tutti i materiali esaminati la struttura dominante nei grani sia la ferrite. Questo di fatto conferma quanto detto in letteratura.

È possibile notare come in alcuni casi sembra che ci sia una leggera presenza, a bordo grano, della perlite, che si manifesta con una struttura scura soprattutto nei campioni laminati a bassa temperatura.

La presenza della perlite pare essere comunque solamente accennata, in virtù del fatto che la percentuale di carbonio dei tre campioni in esame è confinata ad uno 0,05%, che quindi corrisponde ad un valore basso. Per questo motivo, è difficoltoso notare con intensità la presenza appunto della perlite.

In generale, dunque, andando a laminare alle temperature intercritiche di 800°C, 840°C e 860°C, e lasciando raffreddare i campioni in aria, la struttura che si viene a creare, è fondamentalmente la ferrite.

Di conseguenza la vera differenza tra una laminazione e l'altra risiede nel fatto che si ottiene una maggior affinazione del grano all'aumentare della temperatura di laminazione.

Questo fenomeno, come è possibile vedere dalle immagini, è tanto più marcato nei campioni che presentano all' interno i microalliganti Nb e V. Di fatti si nota come in questi materiali, l'affinazione dei grani, e di conseguenza un miglioramento delle proprietà meccaniche degli stessi, avvenga in modo più intenso rispetto al materiale mild steel, ossia quello che non contiene i microalliganti.

Da notare che nelle figure è inoltre possibile visionare la morfologia dei grani cristallini, i quali tendono a seguire la direzione di laminazione.

Non sempre però la direzione di laminazione è uniforme per tutti i grani.

Anche nel caso della laminazione in campo austenitico a 1050°C, si può notare come la struttura dominante ancora una volta sia la ferrite; inoltre nei campioni con microalliganti sono visibili i precipitati del Nb e V, che provocano carburi e nitruri i quali precipitano al bordo grano in forma nanometrica e che quindi vanno ad affinare il grano.

In generale i precipitati, che sono di materiale ceramico, bloccano il movimento delle dislocazioni, ed è per questa ragione che le dislocazioni non riescono a passare in un reticolo cristallino diverso dal loro.

Bisogna inoltre aggiungere che i precipitati nel momento in cui si trovano dispersi e in piccole quantità, non recano nessun danno alla struttura.

Come sottolineato in precedenza, si può notare come i grani passando dalla temperatura di laminazione intercritica a quella austenitica, tendono ad affinarsi; questo fatto è dovuto anche al fenomeno della ricristallizzazione. Dalla letteratura sappiamo che più piccolo è il grano, più il materiale è propenso a ricristallizzare. Allo stesso tempo è noto che più microalliganti si hanno nel campione, maggiore è il tempo di ricristallizzazione del campione stesso.

Dopo aver effettuato le micrografie, si è condotta un' analisi della dimensione dei grani per ogni campione, per avere ulteriore conferma dell' affinazione del grano nel processo di laminazione.

I risultati ottenuti sono riportati nelle tabelle e nei grafici seguenti

			LATO	LATO
	Tomporatura di	LATO	LONGITUDINA-	TRASVERSA-
		FRONTALE	LE	LE
		Diametro medio	Diametro medio	Diametro medio
		del grano [µm]	del grano [µm]	del grano [µm]
Campione				
mild steel	800	44,02	47,63	40,96
Campione				
mild steel	840	40,00	43,93	38,64
Campione				
mild steel	860	35,50	38,76	34,66
Campione				
mild steel	1050	14,09	17,56	19,60
Campione				
con Nb	800	40,53	44,32	38,60
Campione				
con Nb	840	34,87	37,16	34,09
Campione				
con Nb	860	31,84	33,30	31,78
Campione				
con Nb	1050	12,89	12,56	16,91
Campione				
con Nb-V	800	36,63	39,91	34,18
Campione				
con Nb-V	840	33,71	34,00	32,43
Campione				
con Nb-V	860	28,32	30,83	28,86
Campione				
con Nb-V	1050	10,73	11,89	13,56
Campione				
con v	800	41,86	46,01	38,87
Campione				
con v	840	37,02	40,31	36,87
Campione				
con v	860	34,97	36,35	32,06
Campione				
con v	1050	11.55	11.27	10.56

Tabella 5. 4: Dimensione dei grani ottenuti alle diverse T° di laminazione



Figura 5. 72 Andamento della dimensione del grano per i quattro materiali in esame sul lato frontale



Figura 5. 73 Andamento della dimensione del grano per i quattro materiali in esame sul lato longitudinale



#### Andamento dimensioni grani vs T° di laminazione lato trasversale

Figura 5. 74 Andamento della dimensione del grano per i quattro materiali in esame sul lato trasversale

Dai grafici si può osservare che il materiale con una minor dimensione del grano, mediata sulle quattro temperature di laminazione, è quello contenente i microalliganti niobio e vanadio, mentre quello che in assoluto presenta la dimensione minore è il microalligato al vanadio, laminato a 1050°C.

Inoltre come ci si poteva aspettare, la dimensione del grano decresce all' aumentare della temperatura di laminazione, in quanto si ha un maggior effetto dovuto alla ricristallizzione (fenomeno del recovery dinamico) [29].

La ricristallizzazione è definita come nucleazione di nuovi grani, dovuta all'energia immagazzinata dalla matrice durante il processo di deformazione, con la conseguenza di un successivo ripristino di una microstruttura che non presenta segni di deformazione, a causa della crescita di questi stessi grani.

I metalli quando subiscono una forte deformazione plastica vedono comparire un fenomeno di allungamento del grano. Se si mantiene una temperatura pari a circa la metà di quella di fusione si può notare una trasformazione della struttura del materiale, come mostrato in figura 5.75.



Figura 5. 75: Metamorfosi dei grani

- T1 = tempo dopo il quale nuovi grani iniziano a nucleare
- T2 = tempo necessario perché si completi il fenomeno precedente
- T3 = tempo in cui viene raggiunta la dimensione finale del grano

Nei processi di lavorazione a caldo, a causa della presenza contemporanea di elevate deformazioni ed elevate temperature, il processo di ricristallizzazione risulta essere favorito.

La ricristallizzazione genera nuovi grani caratterizzati da una bassa densità di dislocazioni, impedendo così il meccanismo di incrudimento (immobilizzazione delle dislocazioni).

## 5.4 Profili di microdurezza

# 5.4.1 Applicazioni del test di microdurezza nel controllo dello stato superficiale dei laminati ed analisi delle microdurezze

Effettuando le misurazioni di microdurezza sui laminati, si sono ottenuti valori differenti per ogni provino, oltre che per ogni sezione analizzata del laminato (ossia la sezione frontale, longitudinale e trasversale).

In primis si sono esaminati i nastri laminati provenienti dall' azienda.

Di seguito, vengono mostrati i valori ottenuti e i rispettivi grafici degli andamenti delle microdurezze.

posizione: lato frontale	HV prima lettura	HV seconda lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	140,9	140,4	
2	142,3	142,8	
3	142,9	143,3	
media	142,03	142,17	142,10

	HV prima	HV seconda	Media
posizione: lato trasversale	lettura	lettura	HV
	HV	HV	HV
1	153,1	152,6	
2	148,3	147,8	
3	148,1	147,6	
media	149,83	149,33	149,58

posizione: lato longitudinale	HV prima lettura	HV seconda lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	144,0	145,2	
2	138,7	139,7	
3	139,4	139,9	
media	140,70	141,60	141,15

Tabella 5. 5: Valori di durezza con carico 300g del laminato 690642205 mild steel



#### Andamento medio microdurezze campione mild steel

Figura 5. 76: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio Mild steel

posizione: lato frontale	HV prima lettura	HV seconda lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	137,7	138,2	
2	133,4	133,9	
3	135,7	134,8	
media	135,60	135,63	135,62

	HV prima	HV seconda	
posizione: lato trasversale	lettura	lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	131,5	130,4	
2	138,3	137,9	
3	134,6	134,9	
media	134,80	134,40	134,60

lettura	lettura	Madia IIV
	Ittuiu	Media HV
HV	HV	HV
132,5	133,8	
133,0	131,2	
129,4	128,9	
131,63	131,30	131,47
	HV 132,5 133,0 129,4 131,63	HV HV   132,5 133,8   133,0 131,2   129,4 128,9   131,63 131,30

Tabella 5. 6: Valori di durezza con carico 300g del laminato 690650304 con Nb



#### Andamento medio microdurezze con Nb

Figura 5. 77: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio con Nb

posizione: lato frontale	HV prima lettura	HV seconda lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	182,9	183,9	
2	196,5	194,5	
3	189,4	190,1	
media	189,60	189,50	189,55

	HV prima	HV seconda	
posizione: lato trasversale	lettura	lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	164,5	165,3	
2	167,6	164,2	
3	164,2	165,9	
media	165,43	165,13	165,28

	HV prima	HV seconda	
posizione: lato longitudinale	lettura	lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	156,3	163,2	
2	157,5	158,1	
3	159,6	160,3	
media	157,80	160,53	159,17

Tabella 5. 7: Valori di durezza con carico 300g del laminato 600206504 con Nb-V



Andamento medio microdurezze con Nb e V

Figura 5. 78: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio con Nb-V

posizione: lato frontale	HV prima lettura	HV seconda lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	125,9	130,2	
2	131,7	132,7	
3	135,9	128,8	
media	131,16	130,56	130,86

	HV prima	HV seconda	
posizione: lato trasversale	lettura	lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	144	146,2	
2	147,5	140,1	
3	139,7	145,3	
media	143,73	143,86	143,81

	HV prima	HV seconda	
posizione: lato longitudinale	lettura	lettura	Media HV
	HV	HV	HV
1	140,9	139,3	
2	139,5	138,9	
3	137,5	140	
media	139,3	139,4	139,35

Tabella 5. 8: Valori di durezza con carico 300g del laminato 600671304 con V



### Andamento medio microdurezze

Figura 5. 79: Andamento medio nelle tre sezioni dell' acciaio con V

Dai grafici si può riscontrare che i livelli di durezza più elevati appartengono al materiale che presenta come alliganti il niobio e il vanadio, seguito a sua volta da quello del vanadio e poi niobio, confermando quello che ci si poteva aspettare.

Inoltre per il laminato con e senza niobio, si può notare un certo andamento della durezza rispetto alle sezioni visionate; in particolare la sezione longitudinale presenta un valore di durezza inferiore rispetto alle altre due sezioni, così come per quanto riguarda il laminato con niobio e vanadio. Per quest'ultimo materiale in generale si riscontrano valori di durezza mediamente più alti rispetto agli altri due.

Per l'acciaio al vanadio invece il trend è differente, in quanto la sezione frontale presenta un valore di durezza inferiore rispetto alle altre.

Di seguito si riportano le tabelle e i relativi grafici riguardanti le prove di microdurezza eseguite sui campioni laminati in laboratorio.

MICRODUREZZA HV CARICO 300g per 15 s				
Temperatura (°C) di laminazione	℃008	840℃	<b>℃038</b>	1050℃
Campione 5> Mild steel				
misura media HV lato longitudinale	269,2	255,4	261,7	285,6
misura media HV lato trasversale	258,75	259,5	249,1	267
Campione 4>SI Niobio				
misura media HV lato longitudinale	286,95	262,45	260,05	286,05
misura media HV lato trasversale	274,7	262,7	258,8	280,4
Campione 600> SI Niobio e Vanadio				
misura media HV lato longitudinale	285,35	271,95	265,25	290,65
misura media HV lato trasversale	270,65	270,8	252,95	286,7
Campione 4>SI Vanadio				
misura media HV lato longitudinale	240,47	275,2	280,63	249,23
misura media HV lato trasversale	242,5	262,8	279,76	256,36

Tabella 5. 9: Valori di durezza con carico 300g dei 4 campioni laminati a differenti temperature



Figura 5. 80: Andamento medio nella sezione longitudinale dei quattro laminati con carico 300g


Figura 5. 81: Andamento medio nella sezione trasversale dei quattro laminati con carico 300g

MICRODUREZZA HV CARICO 50g per 15 s						
Temperatura (°C) di laminazione	<b>℃008</b>	840℃	<b>360℃</b>	1050℃		
Campione 5> Mild steel						
misura media HV lato frontale	253,4	273,1	257,4	284,05		
misura media HV lato longitudinale	261,2	267,65	247,1	278,9		
misura media HV lato trasversale	206,15	250,4	245,35	254,7		
Campione 4>SI Niobio						
misura media HV lato frontale	247,3	276,85	260,8	298,8		
misura media HV lato longitudinale	278,95	265,4	272,95	297,35		
misura media HV lato trasversale	242,75	271,75	268,35	276,85		
Campione 600> SI Niobio e Vanadio						
misura media HV lato frontale	264,3	281,9	258,1	291,35		
misura media HV lato longitudinale	274,8	270,6	255,5	290,45		
misura media HV lato trasversale	229,7	271,45	249,9	271,45		
Campione 7> SI Vanadio						
misura media HV lato frontale	229,56	250,36	257,56	226,66		
misura media HV lato longitudinale	223,46	244,1	261,7	225,76		
misura media HV lato trasversale	222,4	257,53	251,56	236,46		

Tabella 5. 10: Valori di durezza con carico 50g dei 4 campioni laminati a differenti temperature



Figura 5. 82: Andamento medio nella sezione frontale dei quattro laminati con carico 50g



Figura 5. 83: Andamento medio nella sezione longitudinale dei quattro laminati con carico 50g



Figura 5. 84: Andamento medio nella sezione trasversale dei quattro laminati con carico 50g

Dai grafici sopra riportati si può notare un certo andamento che si ripete in tutte le analisi effettuate nelle varie sezioni che vanno a caratterizzare i campioni laminati, tranne che per il campione alligato col vanadio.

Importante annotare il fatto che in ogni grafico sono presenti i valori medi della microdurezza; questa operazione è necessaria in quanto è opportuno eseguire più prove in una stessa zona, in modo da evitare l'introduzione di errori nella misura come urti o vibrazioni della macchina. Inoltre, bisogna far presente anche che le misure sono state effettuate sia nella zona centrale del campione sia sul contorno, cosi da avere una visione generale dell' intera sezione da esaminare.

I grafici, in generale, mostrano che vi è un certo trend tra le varie sezioni dei materiali mild steel, con noiobio e con niobio-vanadio, ed in particolare i valori ottenuti con carico 300g, evidenziano che i valori maggiori di durezza, per questi tre materiali si hanno avuti in prossimità dei campioni laminati a 1050°C, ossia in campo austenitico.

Da notare che, come si poteva intuire, i campioni con valori più elevati di durezza sono quelli che presentano gli elementi microalliganti.

Differenti sono le considerazioni per quanto riguarda l'acciaio col vanadio. Questo acciaio infatti presenta un trend differente dai precedenti materiali, causato principalmente dalla precipitazione del vanadio a temperature più basse rispetto agli altri microalliganti. Queste considerazioni valgono anche per i valori ottenuti con carico di 50g.

I dati ottenuti per i materiali: mild steel, con Nb, con Nb-V rappresentano inoltre un andamento lineare.

### 5.5 Prova di trazione

#### 5.5.1 Esecuzione prova

Sono state eseguite le prove di trazione su tutti i campioni laminati, al fine di caratterizzare la resistenza meccanica degli stessi.

Dopo aver tracciato il provino, con distanza tra una tacca e l'altra di 10mm, si è definito il tratto utile  $L_0=50$ mm e il tratto a sezione costante  $L_c=70$ mm.

Per eseguire la prova, bisogna in seguito inserire il provino nelle ganasce della macchina, facendo attenzione al fatto che l'asse del provino deve essere parallelo a quello della macchina stessa.

Successivamente si agisce sulla mandata della pompa che regola la salita e discesa del pistone, il quale a sua volta manda in pressione l'olio nel circuito idraulico.

Prima di avviare la prova si installano sulla provetta degli estensimetri, i quali hanno il compito di misurare l'allungamento del provino stesso.

Una volta avviata la prova, attraverso un software, è possibile seguire l' andamento in tempo reale del carico applicato e dell' allungamento che si ottiene.

Il carico avanzando gradatamente produce degli allungamenti, e quando la provetta non sarà più in grado di resistere alla forza impressa dalla macchina, produce una sorta di strizione, ossia una diminuzione della sezione resistente, che provocherà la rottura del provino.

Al termine della prova abbiamo riscontrato i seguenti valori:

	Temperatura di laminazione	Rp0,2%	Rm	A 0/		
	[0]	נוארמן	[ivipa]	A 70		
	800	591	626	4,8		
Campione con Nichio	840	680	741	9,6		
	860	643	686	15,2		
	1050	692	746	16,8		
	800	539	590	4,8		
Compiono mild stool	840	671	717	6,4		
Campione mild steel	860	619	651	14,4		
	1050	681	742	16		
	800	654	688	13,6		
Campione con Niobio-	840	703	743	16		
Vanadio	860	693	715	17,6		
	1050	715	789	20		
	800	641	736	3,2		
Campiono con Vanadio	840	728	754	4,8		
	860	746	788	16		
	1050	670	713	20		

 Tabella 5. 11: Valori di Rp0,2%, Rm e allungamento percentuale dei quattro campioni laminati a differenti temperature di laminazione



Figura 5. 85: Andamento del carico unitario di snervamento relativo ai quattro materiali laminati



#### Andamento carico unitario di rottura Rm

Figura 5. 86: Andamento del carico unitario di rottura relativo ai quattro materiali laminati





Figura 5. 87: Andamento dell' allungamento percentuale A%

Dagli andamenti sopra riportati si evince che il campione che presenta una maggiore resistenza a trazione, indipendentemente dalla temperatura di laminazione, è quello contenente i microalliganti niobio e vanadio.

Inoltre si può notare come il materiale che presenta mediamente un carico di rottura e di snervamento più elevato, è quello ottenuto laminando a 1050°C, grazie al fatto che si ottiene un' affinamento del grano cristallino all' aumentare della temperatura di laminazione e quindi un aumento delle proprietà meccaniche, anche se il valore di resistenza assoluto piu elevato è quello dell'acciaio al vanadio, laminato alla temperatura di 860 °C.

Dal grafico riguardante l' andamento di A%, si nota un certo andamento lineare crescente. Il materiale che presenta valori di allungamento più elevati è quello contenente i microalliganti Nb-V e V. Questo fatto può essere riconducibile sia alla presenza di elementi microalliganti, sia al fenomeno di ricristallizzazione che con l' aumentare della temperatura di laminazione tende ad intensificarsi.

#### 5.5.2 Coefficiente di anisotropia

Di seguito si riportano le tabelle e i relativi grafici riguardanti i valori ottenuti del coefficiente di anisotropia dai vari campioni laminati.

	Temperatura di laminazione	
	[℃]	r
	800	0,869
Compions con Nh	840	0.887
Campione con ND	860	0.923
	1050	0.957
	800	0,861
Compiono mild stool	840	0,877
Campione mild steel	860	0,919
	1050	0,947
	800	0,875
Campiona con Nh-V	840	0,896
Campione con ND-V	860	0,931
	1050	0,967
	800	0,867
Campione con V	840	0,878
	860	0,92
	1050	0,963

 Tabella 5. 12: Valori del coefficiente di anisotropia dei quattro campioni laminati a differenti temperature di laminazione



#### Andamento di r

Figura 5. 88: Andamento di r relativo ai quattro materiali laminati

Da come si può notare dai risultati ottenuti, i valori di "r" sono quasi tutti situati in prossimità dell'unità, questo sta ad indicare il fatto che tutti i campioni esaminati soddisfano i parametri di formabilità.

Inoltre i valori più altri riscontrati si sono ottenuti, ancora una volta, per il laminato contenente i microalliganti Nb-V.

Come si vedrà successivamente, la causa di valori elevati di r, può essere ricondotta al tipo di tessiture e fibre che si vengono a creare dopo la laminazione nel materiale. In particolare la presenza della tessitura Goss e della fibra  $\gamma$ , implicano un coeff. di anisotropia alto e dunque una migliore deformabilità.

Per concludere si può inoltre affermare che l'andamento dei valori di r, rispecchia quello dell'allungamento percentuale.

## 5.6 Microscopio a scansione elettronica (SEM)

#### 5.6.1 Esito delle prove EBSD [30,31]

Per l'osservazione della morfologia superficiale, si fissano i campioni, in maniera del tutto reversibile, ad un apposito supporto metallico che viene inserito all'interno del SEM.

Si Ricorda che l'analisi è stata effettuata sui quattro campioni laminati in azienda, e quelli laminati in laboratorio rispettivamente a 840°C e 1050°C.

Le strutture che sono state riscontrate in tutti i campioni analizzati, sono state esclusivamente la ferrite (iron alpha), e in piccoli percentuali l'austenite (iron gamma).

Naturalmente i valori ottenuti delle due strutture sono risultati differenti, sia al variare dei campioni esaminati, sia al variare della temperatura di laminazione.

Di seguito vengono messi in esame i valori ottenuti per ogni analisi effettuata. Per ogni prova sono illustrate le immagini secondo la disposizione denominata polare inversa di ogni campione, che permettono di mostrare l' intensità della struttura presente.

Come esempio, si vogliono rappresentare gli assi esterni (Figura 5.71) di un gruppo di campioni cilindrici formati da singoli cristalli, nei termini dei loro assi cristallografici. Questa è chiamata una *figura polare inversa*. A volte questa viene definita anche una proiezione stereografica dell' asse di trazione.



Figura 5. 89: Rappresentazione della figura polare inversa

Nel caso in cui si abbiano processi di deformazione ad alta simmetria, che determinano la creazione di un solo asse preferenziale, può bastare una sola figura polare inversa per caratterizzare compiutamente lo stato del materiale. Se invece la deformazione produce più assi di simmetria, sono necessarie più figure polari per determinare la tessitura, ovvero una per ogni asse. Un esempio di una tipica figura polare inversa è quello che si può visionare in Figura 5.73, che rappresenta l'analisi di un cavo di rame. Sapendo che il rame presenta una struttura cubica a facce centrate, si può mostrare come la medesima quantità di informazioni potrebbe essere mantenuta anche rappresentando solo la porzione di diagramma al di sotto della bisettrice del quadrante, e all'interno di una circonferenza di raggio pari alla metà del cerchio completo. In questo caso quindi, visto che la simmetria del cristallo è nota a priori, non è necessario rappresentare tutto il cerchio per la figura polare inversa. La tessitura può essere descritta come una sovrapposizione di due componenti: una attorno alla direzione <111> e una attorno alla <001>.



Figura 5. 90: Figura polare inverse per un cavo di rame

### CAMPIONE 690642205 Mild steel

#### Selected phase is Iron Alpha.cif



Figura 5. 91: Polare inversa per campione mild steel a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

### Selected phase is Iron Gamma.cif



Figura 5. 92: Polare inversa per campione mild steel a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

### CAMPIONE 600206504 con Niobio e Vanadio

#### Selected phase is Iron Alpha.cif



Figura 5. 93: Polare inversa per campione con Niobio e Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

#### Selected phase is Iron Gamma.cif



Figura 5. 94: Polare inversa per campione con Niobio e Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

#### 105

### CAMPIONE 690650304 con Niobio

#### Selected phase is Iron Alpha.cif



Figura 5. 95: Polare inversa per campione con Niobio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

#### Selected phase is Iron Gamma.cif



Figura 5. 96: Polare inversa per campione con Niobio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

## CAMPIONE 600671304 con Vanadio

#### Selected phase is Iron Alpha.cif



Figura 5. 97: Polare inversa per campione con Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

#### Selected phase is Iron Gamma.cif



Figura 5. 98: Polare inversa per campione con Vanadio a) Arvedi; b) laminato a 840°C; c) laminato a 1050°C

Campione	Orientazioni parallele alla direzione di laminazione	Intensità
Mild steel	<1 0 1>	4;5
Arvedi	<1 0 3>	2
Aiveai	<1 1 3>	2
	<1 0 1>	2;3
Nb Arvedi	<1 0 3>	2
	<1 1 3>	2
	<1 0 1>	2;3
Nb-V Arvedi	<2 0 3>	2
	<3 1 3>	2
	<1 0 1>	4
V Arvedi	<1 0 3>	2
	<1 1 3>	2
Mild steel	<1 1 1>	2
840℃	<1 1 2>	4
	<1 1 1>	2;3
	<0 1 1>	2
Nb 840℃	<1 1 3>	2
	<2 0 3>	2
	<3 1 3>	2
		•
	<1 0 1>	6
Nb-V 840℃	<2 0 3>	2;3
	<3 1 3>	2;3
	<0 1 1>	2
V 040°C	<1 1 3>	2
V 840 C	<2 0 3>	2
	<3 1 3>	2
		•
	<1 1 1>	2
	<1 1 2>	2
Mild steel	<1 1 3>	2
1050℃	<0 0 1>	2
	<1 0 3>	2
	<2 1 3>	2

	<1 1 1>	7;8
Nb 1050℃	<1 1 2>	4;5
	<2 1 2>	2;3
	<0 0 1>	4;5
	<1 1 3>	2
	<1 1 1>	2;3
Nb-V 1050℃	< 2 1 2>	2
	<1 1 0>	2
	<1 1 2>	2;3
	<1 1 1>	3;4
V 405090	< 2 1 2>	2
V 1050 C	<1 1 0>	2
	<1 1 2>	2;3

 Tabella 5. 13: Orientazioni in direzione parallela alla direzione di laminazione

In tabella 5.13 sono state riportate le orientazioni parallele alla direzione di laminazione con le varie intensità delle strutture presenti.

Dalle figure polari inverse, si può notare che in alcuni casi è possibile osservare delle tessiture preferenziali, ovvero delle tessiture che tendono a distribuirsi lungo orientazioni che collegano le componenti tipiche, e che per tale ragione prendono il nome di fibre. Come si vedrà nello studio delle tessiture, le fibre che si vengono a creare sono la fibra  $\beta$ , la fibra  $\alpha$ , e la fibra  $\gamma$ .

In particolare è possibile notare che il materiale mild steel tende, con l'aumento della temperatura di laminazione, ad avere una riorientazione della ferrite, che inizialmente era orientata lungo la direzione principale, parallela alla direzione di laminazione, < 1 0 1 >, e che successivamente si è portata in direzione < 1 1 1 > e < 1 1 2>, presentando inoltre una notevole intensità.

Lo stesso effetto lo si nota nel campione contenente il niobio e con vanadio, mentre per quanto riguarda il campione con all' interno sia niobio che vanadio, avviene ancora lo stesso fenomeno, ma con un' intensità meno pronunciata.

La presenza degli elementi microalliganti, Nb e V, sembra comportare la formazione di una tessitura meno concentrata su singole componenti dove è possibile notare come la dispersione delle componenti di tessitura sia principalmente da attribuire alla presenza del V, al cui contenuto sono associate anche le migliori proprietà di formabilità. Al Nb viene associata la capacità di ritardare le cinetiche del processo di ricristallizzazione. Negli acciai in esame,

che presentano Nb in lega, questo effetto risulta meno evidente, sia per il tipo di impianto che utilizzato per la laminazione in linea, il quale induce nel laminato una temperatura più alta al centro dello spessore, sia perché la percentuale di questo elemento alligante risulta molto limitata. È comunque evidente il fatto che in tutti gli acciai studiati la ricristallizzazione avviene, seppur in modo parziale negli acciai microalligati.

Nel caso dei campioni con Nb laminati a 840°C e a 1050°C, è possibile notare tramite le polari inverse una notevole ed intensa ricristallizzazione. L' intensità della ricristallizzazione nelle polari inverse, la si nota dalla direzione parallela alla direzione di laminazione, definita dalla direzione <111> . Questo fenomeno è maggiormente visibile nel campione laminato a 1050°C, dove vi è un' intensità molto marcata. Al contrario nello stesso materiale ma laminato dall'azienda Arvedi, non vi è nessuna presenza del fenomeno di ricristallizzazione. Stesse considerazioni le si possono ottenere anche per il materiale senza Nb: vi è un fenomeno di ricristallizzazione ed accrescimento del grano più o meno intenso nei campioni laminati a 840°C e a 1050°C, mentre come per il materiale precedente, nel campione laminato in azienda non si riesce ad intravedere questo fenomeno.

Per quanto riguarda il materiale alligato con Vanadio non vi è la presenza di ricristallizzazione nei campioni laminati da Arvedi e a 840°C. E' invece presente questo fenomeno alla temperatura di laminazione di 1050°C.

Infine per il materiale che presenta i microalliganti Nb-V, le considerazioni possono essere le medesime dei materiali mild steel e con Nb. In aggiunta si può affermare che in questo caso la ricristallizzazione sembra aver interessato maggiormente il campione laminato a 1050°C. Così come per i precedenti, anche in questo caso, il campione laminato in azienda non ha portato a nessun fenomeno di ricristallizzazione. Questo vuol dire che il materiale non ha immagazzinato sufficiente energia per dare inizio alla ricristallizzazione.

#### 5.6.2 Risultati tessiture analizzate (Selected phase is Iron Alpha)

Di seguito sono riportati i risultati delle tessiture raggruppati in funzione della fibra che è presente nel materiale:

1. Fibra  $\beta$  – Fibra  $\gamma$ 





Figura 5. 99:Camp. mild steel\_Arvedi



Figura 5. 101: Camp. con Nb\_840°C

Figura 5. 100: Camp. mild steel\_840°C



Figura 5. 102: Camp. con V\_Arvedi



Figura 5. 103: Camp. con V\_840°C

## 2. Fibra $\alpha$ – Fibra $\gamma$

÷.	
Phi2=0-10	Phi2=10-20 Phi2=20-30 Phi2=30-40
2-4	
Phi2=40-50	Phi2=50-60 Phi2=60-70 Phi2=70-80
Phi2=80-90	PHI 90
Contour Lev	els: 11 12 13 14 15 16 17 18

Figura 5. 104: Camp. con Nb\_Arvedi

## 3. Fibra $\alpha$ – Fibra $\beta$ – Fibra $\gamma$



Figura 5. 105: Camp. con Nb-V\_Arvedi Figura 5. 106: Camp. con Nb-V\_840°C



Figura 5. 107: Camp. con Nb-V\_1050°C Figura 5. 108: Camp. con Nb\_1050°C





Figura 5. 109: Camp. mild steel\_1050°C

Figura 5. 110: Camp. Con V\_1050°C

				Fibre	Osservazioni
Campione	Fe-α	Orientazione	Intensità	presenti	
	{1 0 0} <1 0 0>	Cube	5;6	fibra β	Cube e
Mild steel	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	5;6	fibra γ	Brass molto
	{1 2 3} <4 1 -2>	S	5		intense in
Aiveai	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	4		pniz=20-22 e
	{0 1 1} {1 -1 0}	Goss Rotated	4		44-40
	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	7	fibra γ	fibra γ
	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	5;6	fibra α	intensa in
ND Arveal	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	6,7		pniz=20-22
					fibra ß
	1				
	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	6;7	fibra γ	fibra γ molto
ND-V Arvedi	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass - S	5;6	fibra β	intensa in
Alveui	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	6	fibra α	phi2=67-69
	{1 0 0} <1 0 0>	Cube	5	fibra β	Cube e
	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	5	fibra γ	Brass
V Arvedi	{1 2 3} <4 1 -2>	S	4;5		intense in
	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	4		20-22 e 44-46
	(				
	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	5;6	fibra β	fibra γ
	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	5	fibra γ	intensa in
Mild steel	{0 1 1} {1 -1 0}	Goss Rotated	5		phi2=44-46
840℃	{1 2 3} <4 1 -2>	S	5;6		Kotated Cube intensa in phi2=20-22
	1	1			

J.U.J MEDHUZU UCHE LESSILUI E AHAHZZA	5.6.3	Riepilogo	delle	tessiture	analizzat
---------------------------------------	-------	-----------	-------	-----------	-----------

	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	5;6	fibra β	fibra β
	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	7	fibra γ	intensa in
ND 640 C	{1 2 3} <4 1 -2>	S	7		phi2=20-22
	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	6		
	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	5;6	fibra β	Goss e S
Nb-V	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	5;6	fibra γ	intense in
840℃	{1 2 3} <4 1 -2>	S	7	fibra α	phi2=88-90 e
	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	6		67-69
				·	
	{1 0 0} <1 -1 0>	Rotated Cube	5	fibra β	fibra β
N 0 4 0 70	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	7	fibra y	intensa in
V 840°C	{1 2 3} <4 1 -2>	S	7	•	phi2=20-22
	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	5		
	{0 0 1} <0 1 -2>	Rotated Cube	6	fibra α	fibra γ
Mild steel	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	6;7	fibra β	debole in
1050℃	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	5;6	fibra γ	phi2=44-46
	{1 2 3} <4 1 -2>	S	5;6		
	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	6;7	fibra β	fibra γ
	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	6;7	fibra γ	intensa in
NIL 405000	{1 2 3} <4 1 -2>	S	6;7	fibra α	phi2=44-46
ND 1050 C	{1 0 0} <1 0 0>	Cube	7		accenno in phi2=88-90
	{1 0 0} <1 0 0>	Rotated Cube	5;6	fibra β	fibra γ
Nb-V	{1 1 0} <1 -1 2>	Brass	7	fibra γ	accenno in
1050℃	{1 1 0} <0 0 1>	Goss	6;7	fibra α	phi2=44-46
	{1 2 3} <4 1 -2>	S	7		
	{100} <100>	Rotated Cube	5	fibra β	fibra y
V 1050℃	$\{1 \ 1 \ 0\} < 1 \ -1 \ 2>$	Brass	6;7	fibra y	accenno in
	$\{1 \ 1 \ 0\} < 0 \ 0 \ 1>$	GOSS	6;7	tibra α	pmz=44-46
	{   2 3} <4 1 -2>	5	0,7		1

Tabella 5	. 14:	Orientazioni	e	ricristallizzazione
-----------	-------	--------------	---	---------------------

I dati riguardanti le tessiture dei cristalli dei campioni laminati, attraverso l'esame EBSD, identificano come nelle varie zone esaminate la ricristallizzazione avvenga in modo preferenziale e con una certa intensità, inoltre è possibile vedere come le fibre si sono orientate grazie ai processi di laminazione subiti.



Figura 5. 111: Mappa interpretativa a tre dimensioni della ODF

In quasi tutti i campioni si registrano la presenza delle tessiture *Cube*, *Rotated Cube*, *Brass e Goss* particolarmente intense (indice da 5 a 7 secondo la scala di riferimento), caratterizzate rispettivamente dagli indici:

 $\{100\} < 100 > \{110\} < 1 - 1 2 > e \{100\} < 001 >.$ 

In generale si possono riconoscere:

- una fibra  $\beta$  persistente, che va da Brass a S, con una pronunciata componente di Brass
- una fibra  $\alpha$  che va da Goss a Brass presente in quasi tutte le analisi con differente intensità
- tessitura Cube, che conferisce elevata deformabilità
- tessiture Goss e fibra  $\gamma$ , le quali conferiscono resistenza alla deformazione e dunque un elevato coefficiente di anisotropia

## **Capitolo 6**

### CONCLUSIONI

L' obiettivo di questo lavoro di tesi è la determinazione delle caratteristiche di formabilità di prodotti laminati, in funzione della temperature di laminazione e della composizione chimica degli acciai studiati.

Con un laminatoio sperimentale sono stati progettati diversi trattamenti termomeccanici, in grado di simulare alcune situazioni industrialmente interessanti. I materiali ottenuti sono stati completamente caratterizzati mediante indagini meccaniche, metallografiche e cristallografiche, al fine di individuare gli effetti dei diversi parametri operativi (composizione chimica, riduzione imposta, temperatura) sulle proprietà resistenziali e di formabilità.

Lo studio del materiale, con la presenza di microleganti Nb e V, ha portato ad avere:

- ✓ un affinamento del grano cristallino, che implica un aumento delle caratteristiche meccaniche;
- ✓ una tendenza all' aumento generale dei valori di microdurezza e di tenacità, conseguenza anch' essa dell' affinamento del grano cristallino;
- ✓ una minore tendenza alla formazione di strizioni localizzate durante il processo di deformazione plastica, in virtù della formazione di tessiture cristallografiche maggiormente resistenti a fenomeni di instabilità plastica localizzata;
- ✓ un incremento dell'allungamento del materiale alla frattura, grazie all'intensificarsi del fenomeno della ricristallizzazione, che conferisce una migliore deformabilità del materiale laminato;
- ✓ una tendenza all' aumento delle proprietà resistenziali (snervamento e rottura) per il campione Nb-V trattato a 1050°C, grazie all' affinamento del grano cristallino;
- ✓ una tendenza all' aumento del coefficiente di anisotropia r, rispetto agli altri materiali considerati: materiale avente solo Nb e acciaio mild steel;

I diversi cicli di laminazione sono stati operati in campo austenitico ed in campo austenitico-ferritico con differenti livelli di temperature iniziali: 800°C - 840°C - 860°C - 1050°C. Si riporta per semplicità il percorso termico subito in corrispondenza di ogni temperatura iniziale di laminazione.

	T°inizio	T°fine
	laminazione [℃]	laminazione [℃]
Materiale Mild steel	800	779
п	840	818
11	860	835
11	1050	1029
Materiale con Niobio	800	779
"	840	816
"	860	834
"	1050	1028
Materiale con Niobio e		
Vanadio	800	780
"	840	816
"	860	837
"	1050	1026
Materiale con Vanadio	800	780
"	840	818
"	860	836
п	1050	1030

L'effetto del parametro termico sulla microstruttura ottenuta può essere così sintetizzato:

- ✓ i valori maggiori di durezza si sono ottenuti per i materiali contenenti gli elementi micro leganti Nb e Nb-V, a seguito dei trattamenti termo meccanici eseguiti a partire da 1050°C, ossia in campo completamente austenitico, a causa del maggior affinamento del grano cristallino finale corrispondente a tale condizione; differente è invece l'andamento del microalligato al vanadio che precipita a temperature inferiori e quindi provoca dei picchi di durezza in campo interferritico.
- ✓ l'allungamento percentuale del laminato cresce al crescere della temperatura di inizio laminazione. Il materiale che presenta valori di allungamento alla frattura più elevati è quello contenente i microalliganti

Nb-V e V, sintomo che l'affinamento da essi indicato produce degli effetti favorevoli;

 ✓ il coefficiente di anisotropia r, aumenta al crescere della temperatura di inizio laminazione. A questo è correlato anche un maggiore allungamento alla frattura del materiale;

Infine l'analisi delle tessiture tramite tecnica EBSD ha permesso di chiarire il comportamento dei materiali durante la deformazione plastica:

- ✓ l' insorgere di tessiture di tipo *Goss*, e la presenza della fibra  $\gamma$ , nel materiale avente i microleganti Nb-V e V laminato a 1050°C, conferiscono resistenza alla deformazione e dunque un elevato coefficiente di anisotropia;
- ✓ la tessitura *Goss* e la fibra  $\gamma$ , sorgono con più intensità in corrispondenza dei materiali Nb-V e V laminati alle alte temperature;
- I' insorgere della fibra β, che va da una tessitura Brass ad una a S, è maggiormente pronunciata nei materiali con Nb-V e V laminati ad alte temperature, in testimonianza dell' aumento del fenomeno della ricristallizzazione.

È possibile affermare come sia favorevole, in questo ambito, l' utilizzo del materiale contenente i microleganti Nb-V, rispetto a quello che presenta il solo Nb o V, o il semplice acciaio mild steel.

L' effetto della temperatura, sta ad indicare come sia più soddisfacente eseguire una laminazione in campo austenitico, in termini di proprietà finali del prodotto, senza entrare in campo austenitico-ferritico, perchè la precipitazione del microalligante che si ha nel campo austenitico permette un miglior controllo del grano durante la deformazione e quindi produce un aumento delle proprietà meccaniche.

Concludendo il materiale con la presenza di Nb-V consente di ottenere grani più fini e tessiture maggiormente favorevoli, grazie alla presenza della tessitura Goss e della fibra  $\gamma$  presenti alle alte temperature di laminazione.

# **Appendice** A

## A.1 ODF MEDIATI

In questa sezione verranno riportate le figure delle odf mediate sulle diverse posizioni angolari di  $\varphi_2$ .



## Campione mild steel\_Arvedi



Figura A1. 1: Campione mild steel\_Arvedi a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

## Campione mild steel\_laminato a $840^{\circ}C$







Figura A1. 2: Campione mild steel\_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90



## Campione mild steel \_laminato a 1050°C





Figura A1. 3: Campione mild steel\_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90



## Campione con Nb\_Arvedi





Figura A1. 4: Campione con Nb\_Arvedi a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

## Campione con Nb\_laminato a 840°C







Figura A1. 5: Campione con Nb\_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

## Campione con Nb\_laminato a 1050°C







Figura A1. 6: Campione con Nb\_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90
# Campione con Nb-V\_Arvedi







Figura A1. 7: Campione con Nb-V\_Arvedi°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

## Campione con Nb-V\_laminato a 840°C









Figura A1. 8: Campione con Nb-V\_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

# Campione con Nb-V\_laminato a 1050°C





6	PHI J90	90
Phi2=67-69		
Contour Levels: 1 2 3	4 5 6 7 8	



Figura A1. 9: Campione con Nb-V\_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

## Campione con V\_Arvedi









Figura A1. 10: Campione con V\_Arvedi°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90



# Campione con V\_laminato a 840°C





Figura A1. 11: Campione con V\_840°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

## Campione con V\_laminato a 1050°C





200		Phi1 90
Phi2=88-90	PHI 190	
Contour Levels: 11 12 13	4 5 6	7 8

Figura A1. 12: Campione con V\_1050°C a)phi2=0-2; b)phi2=20-22; c)phi2=44-46; d)phi2=67-69; d)phi2=88-90

#### A.2 RISULTATI DEI CARICHI DI SNERVAMENTO E ROTTURA OTTENUTI DALLA PROVA DI TRAZIONE



Figura A2. 1: Andamento del carico di snervamento dei quattro materiali laminati alle diverse temperature



Figura A2. 2: Andamento del carico di rottura dei quattro materiali laminati alle diverse temperature

#### Andamento carico di snervamento Fp

### A.3 ROLLING DIRECTION - DIMENSIONI GRANI

In questa sezione verranno riportate le immagini raffiguranti i grani dei diversi materiali in cui è possibile notare il fenomeno della ricristallizzazione (colore blu).

## **Campione mild steel**



**Rolling Direction** 

**Rolling Direction** 



**Rolling Direction** 

Figura A3. 1: Campione mild steel a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C

# **Campione con Nb-V**



**Rolling Direction** 

olling Direction



**Rolling Direction** 

# Figura A3. 2: Campione con Nb-V a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C

# **Campione con Nb**



**Rolling Direction** 

**Rolling Direction** 



Figura A3. 3: Campione con Nb a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C

# Campione con V



**Rolling Direction** 

**Rolling Direction** 



Rolling Direction

#### Figura A3. 4: Campione con V a)Arvedi; b)laminato a 840°C; c) laminato a1050°C

#### A.4 ANDAMENTO MEDIO MICRODUREZZE VS T° DI LAMINAZIONE

In questa sezione di appendice vengono riassunti graficamente gli andamenti delle microdurezze dei tra materiali in esame, al variare della temperatura di laminazione.



Andamento medio microdurezze vs T° laminazione CAMPIONE Mild steel









Andamento medio microdurezze vs T° laminazione CAMPIONE Mild steel









Andamento medio microdurezze vs T<sup>o</sup> laminazione CAMPIONE con V



Figura A4. 2: Andamento medio delle microdurezze dei quattro materiali nelle varie sezioni esaminate con carico 300g

# Bibliografia

- [1] Fonte internet http://www.arvedi.it;
- [2] Fonte internet acciaieria\_arvedi\_pdf ;
- [3] M. R. Barnett, J. J. Jonas, "Distinctive Aspects of the Physical Metallurgy of Warm Rolling", *ISIJ International*, 9,(1999);
- [4] A. Haldar, R. K. Ray, "Microstructural and textural development in a extra low carbon steel during warm rolling", Materials science and engineering A 391 (2005), Elsevier, pagg.402-407;
- [5] S. Serajzadeh , J.M. Akhgar, "A study on strain ageing during and after warm rolling of a carbon steel", Materials Letters 62 (2008) 946–948
- [6] S. Serajzadeh, "A model for prediction of flow behavior and temperature distribution during warm rolling of a low carbon steel", Materials and Design 27 (2006) 529–534
- [7] S. Serajzadeh, "Modelling the warm rolling of a low carbon steel", Materials Science and Engineering A 371 (2004) 318–323
- [8] A. Tiziani, "Materiali metallici principali tipologie di acciai";
- [9] P. Ferro, "la ricerca di materiali innovativi per migliorare le prestazioni dei prodotti";
- [10] W. Nicodemi, "Metallurgia, Principi Generali", Zanichelli, 2004;
- [11] Fonte internet http://www.presider.it/archivio6\_quadernotecnico\_0\_15\_21\_2.html;
- [12] Fonte internet http://it.wikipedia.org/wiki/Calorimetria\_differenziale\_a\_scansione;
- [13] Fonte internet http://it.wikipedia.org/wiki/Analisi\_termica\_differenziale;

- [14] Fonte internet http://www.df.unipi.it/~andreozz/notes/DSC.pdf;
- [15] Fonte internet http://www.evitherm.org/Files/982/TherAna\_Depository\_MeasurementM ethods\_DiffPowerScanCalorimeter.jpg;
- [16] Gaggia Massimo, Giori Fabrizio, Sartori Kristian, "Principi di funzionamento del microscopio", maggio 2006;
- [17] G. Sambogna, "Laboratorio di metallurgia-analisi metallografiche";
- [18] Fonte internet www.aimnet.it/allpdf/pdf\_pubbli/11\_06/Dimatteo.pdf;
- [19] Fonte internet http://it.wikipedia.org/wiki/Scala\_Vickers;
- [20] Fonte internet http://www.campanologia.it/it/it-H-campanologia/H3-Ingegneria/it-h308b-MeccanicaDellaFrattura.htm;
- [21] C. Mapelli, R. Venturini, R. Riva, La Metallurgia Italiana,
  "Determinazione mediante analisi EBSD della tessitura cristallografica di acciaio basso carbonio prodotti per laminazione a caldo", (2005);
- [22] Fonte internet http://en.wikipedia.org/wiki/Scanning\_electron\_microscope;
- [23] Fonte internet http://en.wikipedia.org/wiki/Crystallography;
- [24] Fonte internet http://en.wikipedia.org/wiki/Electron\_backscatter\_diffraction;
- [25] Fonte internet http://en.wikipedia.org/wiki/Texture\_%28crystalline%29;
- [26] Texture and anisotropy, H.-R. Wenk and P. Van Houtte, *Rep. Progr. Phys.* 67, (2004), pagg.1367–1428;
- [27] Journal of Materials Science 36, F.J. Humphreys, (2001), pagg. 3833-3854;
- [28] Empirical Formulae for the Calculation of Some Transformation Temperatures, Andrews K.W., Journal of the Iron and Steel Institute, 203, part. 7, (1965), pagg.721-727;

- [29] FJ Humphreys, M Hatherly, "Recrystallisation and related annealing phenomena", 2004;
- [30] Fonte internet eps.berkeley.edu/~wenk/TexturePage/Publications/TexRevRPP.pdf;
- [31] Texture and anisotropy, Preferred Orientation in Polycrystals and their effect on Material Properties, U. F. Kocks, Carlos Norberto Tomé, Hans-Rudolf Wenk, H. Mecking, 08/2000, Cambridge University Press;