# POLITECNICO DI MILANO

Facoltà di Ingegneria dei Processi Industriali Corso di Laurea Specialistica in Ingegneria dei Materiali



# CARATTERIZZAZIONE DI ACCIAI MICROLEGATI AL NIOBIO E VANADIO LAMINATI A SEMICALDO

Relatore: Prof. Carlo MAPELLI

Tesi di Laurea Specialistica di: <u>Silvia Ruth MAZZARON</u> Matr. 711639

Anno accademico 2012/2013

# Indice

INDICE DELLE TABELLE	5
INDICE DELLE FIGURE	6
INTRODUZIONE	12
1- PROCESSI DI PRODUZIONE	13
1.1- CENNI SULLA DEFORMAZIONE PLASTICA DEI METALLI	13
1.2- DEFORMAZIONE PLASTICA A CALDO	16
1.3- LA LAMINAZIONE IN CONTROLLO DI TEMPERATURA	18
1.4- LA LAMINAZIONE A SEMICALDO (WARM ROLLING)	20
2- GLI ACCIAI MICROLEGATI (o HSLA)	22
2.1- INTRODUZIONE	22
2.2- APPLICAZIONI	23
2.3- EFFETTO DEL NIOBIO	25
2.4- EFFETTO DEL VANADIO	26
2.5- EFFETTO CONGIUNTO DI NIOBIO E VANADIO	28

<u>3-</u>	PROCEDURA SPERIMENTALE	29
	3.1- MATERIALI UTILIZZATI	29
	3.2- LAMINAZIONE	30
	3.3- PROVA DI TRAZIONE	32
	3.4- MICROSCOPIA OTTICA E MICROGRAFIE	35
	3.5- TEST DI MICRODUREZZA VICKERS	39
<u>4-</u>	ANALISI DEI DATI	41
	4.1- MICROGRAFIE	41
	4.2- PROVA DI TRAZIONE	57
	4.3- MICRODUREZZE	62
<u>5-</u>	CONCLUSIONI	66
BI	BLIOGRAFIA	<u>68</u>

## **INDICE DELLE TABELLE**

Tab. 2.1 – Tipico intervallo di composizione per un acciaio HSLA	pag. 23
Tab. 3.1 – Composizione chimica dei tre acciai presi in esame	pag. 29
Tab. 3.2 – Misura degli spessori dei 12 campioni esaminati, prima e dopo laminazione	pag. 31
Tab. 4.1 – Valori del parametro G e dimensione media dei grani per i campioni in esame	pag. 56
Tab. 4.2 – Risultati delle prove di trazione	pag. 61
Tab. 4.3 – Microdurezze al cuore e in superficie dei campioni analizzati	pag. 65

## **INDICE DELLE FIGURE**

Fig. 1.1 – Schematizzazione di alcune tipiche operazioni di deformazion a)forgiatura, b)laminazione, c)trafilatura, d)estrusione.	ie plastica:
e)imbutitura, f)stiratura, g)piegatura, h)tranciatura	pag. 13
Fig. 1.2 – Dislocazione a spigolo (a) e dislocazione a vite (b)	pag. 14
Fig. 1.3 – Meccanismo di scorrimento di una dislocazione a spigolo	pag. 15
Fig. 1.4 – Meccanismo di scorrimento di una dislocazione a vite	pag. 15
Fig. 1.5 – Processo di ricristallizzazione dinamica (a) e statica (b) duran laminazione	te pag. 16
Fig. 1.6 – Curve limite di deformabilità in funzione di temperatura, velo di deformazione e massima forza ammissibile sugli utensili di lavorazione	cità pag. 17
Fig. 1.7 – Fasi del processo di ricristallizzazione	pag. 19
Fig. 1.8 – Diagramma di stato Fe-C. Per bassi tenori di carbonio la lam ferritica è possibile se condotta intorno ai 900°C	inazione pag. 20
Fig. 2.1 – Esempi applicativi degli acciai HSLA	pag. 24
Fig. 2.2 – Minerali contenenti niobio	pag. 25
Fig. 2.3 – Esempi di carburi di vanadio di dimensioni nanometriche oss mediante microscopio elettronico a trasmissione (TEM)	ervati pag. 26
Fig. 2.4 – Minerale contenente vanadio e, a destra, polvere di vanadati per pigmenti	pag. 26
Fig. 3.1 – Nastri forniti per le laminazioni	pag. 29

Fig. 3.2	– Laminatoio utilizzato per la produzione dei campioni e particolare dei rulli di laminazione	pag. 30
Fig. 3.3	– Ingresso ed uscita di una billetta dal laminatoi e successivo raffreddamento in aria mossa	pag. 31
Fig. 3.4	– Esempio di diagramma sforzo-deformazioni nominale	pag. 32
Fig. 3.5	– La determinazione dello sforzo di snervamento. A sinistra il metodo "a scostamento", a destra il metodo "autografico"	pag. 33
Fig. 3.6	– Macchina universale elettromeccanica MTS Alliance RT/150	pag. 34
Fig. 3.7	– Dimensioni del provino utilizzato per la prova di trazione	pag. 37
Fig. 3.8	– Immagini relative alla prova di trazione: a sinistra, la macchina pronta per l'esecuzione della prova, a destra, particolare degli afferraggi	pag. 35
Fig. 3.9	– Rappresentazione schematica di un microscopio metallografico	pag. 35
Fig. 3.10	) – Modalità di prelievo dei campioni per analisi metallografiche. Evidenziata in nero la superficie osservata al microscopio	pag. 36
Fig. 3.11	l – Esempio di campione metallico inglobato nella resina	pag. 36
Fig. 3.12	2 – Effetto di una superficie irregolare sul risultato visivo osservabile a microscopio	pag. 37
Fig. 3.13	3 – La spianatura, a sinistra, e la lucidatura ai panni, a destra	pag. 38
Fig. 3.14	4 – Microdurometro FM700	pag. 39
Fig. 3.1:	5 – Foto di un penetratore Vickers, a sinistra; schema di funzionamento della prova e relativa impronta, a destra	pag. 40

Campione di acciaio con NIOBIO – as-received	
Fig. 4.1 – Sezione trasversale, 100x	pag. 41
Campione di acciaio con VANADIO – as-received	
Fig. 4.2 – Sezione trasversale, 100x	pag. 42
Campione di acciaio con NIOBIO-VANADIO – as-received	
Fig. 4.3 – Sezione trasversale, 100x	pag. 42
Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a 800°C	
Fig. 4.4 – Sezione trasversale, 100x	pag. 43
Fig. 4.5 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 43
Fig. 4.6 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 43
Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a 840°C	
Fig. 4.7 – Sezione trasversale, 100x	pag. 44
Fig. 4.8 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 44
Fig. 4.9 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 44
Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a 860°C	
Fig. 4.10 – Sezione trasversale, 100x	pag. 45
Fig. 4.11 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 45
Fig. 4.12 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 45
Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a 1050°C	
Fig. 4.13 – Sezione trasversale, 100x	pag. 46
Fig. 4.14 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 46
Fig. 4.15 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 46

Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a 800°C	
Fig. 4.16 – Sezione trasversale, 100x	pag. 47
Fig. 4.17 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 48
Fig. 4.18 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 48
Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a 840°C	
Fig. 4.19 – Sezione trasversale, 100x	pag. 48
Fig. 4.20 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 49
Fig. 4.21 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 49
Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a 860°C	
Fig. 4.22 – Sezione trasversale, 100x	pag. 49
Fig. 4.23 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 50
Fig. 4.24 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 50
Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a 1050°C	
Fig. 4.25 – Sezione trasversale, 100x	pag. 50
Fig. 4.26 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 51
Fig. 4.27 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 51
Campione di acciaio con NIOBIO-VANADIO – laminazione a 800°C	C
Fig. 4.28 – Sezione trasversale, 100x	pag. 52
Fig. 4.29 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 52
Fig. 4.30 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 52

Campione di acciaio con	NIOBIO-VANADIO	– laminazione a 840°C
-------------------------	----------------	-----------------------

Fig. 4.31 – Sezione trasversale, 100x	pag. 53
Fig. 4.32 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 53
Fig. 4.33 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 53

Campione di acciaio con NIOBIO-VANADIO – laminazione a 860°C

Fig. 4.34 – Sezione trasversale, 100x	pag. 54
Fig. 4.35 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 54
Fig. 4.36 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 54

Campione di acciaio con NIOBIO-VANADIO – laminazione a 1050°C

Fig. 4.37 – Sezione trasversale, 100x	pag. 55
Fig. 4.38 – Sezione trasversale, 500x cuore	pag. 55
Fig. 4.39 – Sezione trasversale, 500x superficie	pag. 55
Fig. 4.40 – Grafico sforzo-deformazione per l'acciaio HSLA con niobio	pag. 57
Fig. 4.41 – Sforzi di snervamento, sforzi di rottura e allungamenti % per i campioni di acciaio HSLA con niobio	pag. 57
Fig. 4.42 – Grafico sforzo-deformazione per l'acciaio HSLA con vanadio	pag. 58
Fig. 4.43 – Sforzi di snervamento, sforzi di rottura e allungamenti % per i campioni di acciaio HSLA con vanadio	pag. 59
Fig. 4.44 – Grafico sforzo-deformazione per l'acciaio HSLA con niobio e vanadio	pag. 60
Fig. 4.45 – Sforzi di snervamento, sforzi di rottura e allungamenti % per i campioni di acciaio HSLA con niobio e vanadio	pag. 60

Fig. 4.46 – Microdurezze al cuore e in superficie dei campioni di acciaio HSLA con niobio	pag. 62
Fig. 4.47 – Microdurezze al cuore e in superficie dei campioni di acciaio HSLA con vanadio	pag. 63
Fig. 4.48 – Microdurezze al cuore e in superficie dei campioni di acciaio HSLA con niobio e vanadio	pag. 64

#### INTRODUZIONE

Gli acciai microlegati, conosciuti anche con la sigla HSLA (High Strength Low Alloy), sono una particolare famiglia di acciai che seppur con un basso tenore di elementi alliganti mostrano elevate caratteristiche resistenziali.

Gli acciai HSLA sono acciai al carbonio-manganese contenenti piccole quantità, solitamente al di sotto dello 0,15% in peso, di vanadio, titanio, niobio, i quali mostrano la spiccata tendenza a combinarsi con il carbonio e l'azoto per formare composti di dimensioni nanometriche. L'introduzione di piccole quantità di microalliganti al fine di incrementare le proprietà meccaniche degli acciai è una tecnica metallurgica che si è ampiamente sviluppata negli ultimi decenni.

Una delle cause per cui si è deciso di puntare sull'utilizzo di questi acciai è la necessità di disporre di materiali con caratteristiche meccaniche sempre più elevate e costi di produzione contenuti.

La scelta dei progettisti di utilizzare questo tipo di acciai come alternativa agli acciai tradizionali è stata resa possibile dalle innovazioni tecnologiche avutesi negli ultimi decenni. I processi produttivi si basano sulla scelta di appropriati dosaggi degli elementi microalliganti e nell'esecuzione di specifici trattamenti termomeccanci, quali la laminazione controllata, condotti con opportuni parametri di processo e seguiti da raffreddamenti accelerati.

La presenza nell'acciaio di bassi contenuti di carbonio e degli elementi microalliganti ha permesso di controllare i fenomeni di ricristallizzazione e ingrossamento del grano durante la laminazione e di ottenere un prodotto con microstruttura particolarmente fine e con buone caratteristiche di resistenza, duttilità, tenacità e saldabilità.

Come conseguenza della diminuzione della mobilità delle dislocazioni si è ottenuto anche un aumento del limite di snervamento.

La tesi in questione si occupa dello studio degli effetti del processo di laminazione a semicaldo (il cosiddetto warm rolling) su campioni di acciai microlegati a basso tenore di carbonio. I campioni in esame sono nastri laminati costituiti da tre differenti tipi di acciaio contenenti niobio, vanadio e niobio e vanadio insieme.

Il lavoro si compone principalmente di tre fasi:

- nella prima fase si è eseguito il processo di laminazione dei campioni a quattro diverse temperature simulando un processo di warm rolling.
- nella seconda parte si è proceduto alla caratterizzazione dei laminati prodotti dal punto di vista meccanico e metallurgico.

Per caratterizzare le proprietà fisiche e meccaniche dei materiali si sono eseguite prove di trazione e microdurezza e l'analisi delle micrografie al microscopio ottico.

 nella terza fase si sono analizzati i dati ottenuti. Si sono confrontate tra loro le caratteristiche dei tre tipi di acciaio laminati per investigare l'effetto degli elementi microalliganti sulla struttura finale e sulle proprietà dei laminati. Si sono successivamente confrontati i risultati ottenuti con le quattro temperature di laminazione per studiarne l'effetto.

## Capitolo 1 PROCESSI DI PRODUZIONE

#### 1.1- CENNI SULLA DEFORMAZIONE PLASTICA DEI METALLI [1],[2]

Le più comuni operazioni mediante le quali si impartisce ad una massa metallica la forma desiderata sono suddivisibili in due categorie:

- i processi di deformazione plastica, nei quali la forma finale è ottenuta deformando in modo permanente e a volume costante una massa metallica imponendo un flusso plastico diversificato nelle varie zone.
- i processi di formatura per rimozione di metallo, nei quali la forma finale è ottenuta asportando materiale a partire da un blocco iniziale di volume maggiore.

Nel presente capitolo tratteremo i processi di deformazione plastica in quanto argomento di studio del lavoro di tesi.

Possiamo classificare la vasta categoria delle deformazioni plastiche in base al tipo di forze esercitate sul pezzo per deformarlo.

Si stabiliscono così 5 principali classi:

- processi per compressione diretta (forgiatura e laminazione)
- processi per compressione indiretta (trafilatura ed estrusione)
- processi per trazione (imbutitura e stiratura delle lamiere)
- processi per flessione (piegatura)
- processi per taglio (tranciatura)



Fig. 1.1 – Schematizzazione di alcune tipiche operazioni di deformazione plastica: a)forgiatura, b)laminazione, c)trafilatura, d)estrusione, e)imbutitura, f)stiratura, g)piegatura, h)tranciatura

Su scala microscopica, la deformabilità dei metalli in campo plastico è governata dal movimento di atomi all'interno del reticolo cristallino in risposta alla sollecitazione applicata. La deformazione plastica di un metallo avviene solitamente per scorrimento di una porzione di cristallo rispetto alla rimanente lungo piani cristallografici ben definiti (piani di scorrimento). Ogni singola azione di scorrimento avviene con entità pari ad un multiplo intero della distanza interatomica sul piano di scorrimento e da un punto di vista teorico lascia quindi geometricamente inalterato il reticolo cristallino, provocandone solo una traslazione. Durante questa operazione i legami atomici vengono interrotti e ripristinati. Se tuttavia la deformazione plastica avvenisse per scorrimento rigido di una parte di cristallo rispetto ad un'altra, la sollecitazione tangenziale necessaria allo spostamento di tale porzione di una distanza interatomica sarebbe molto elevata, ordini di grandezza superiore ai valori

effettivamente riscontrati.

Questa discrepanza è giustificabile grazie alla presenza di particolari difetti: le dislocazioni. Le dislocazioni sono dei difetti lineari e possono essere considerate come piani incompleti di atomi. Intorno ad esse gli atomi non risultano collocati secondo la regolarità prevista dal reticolo cristallino, ma vi è la presenza di una zona di perturbazione locale dell'edificio cristallino.



Fig. 1.2 – Dislocazione a spigolo (a) e dislocazione a vite (b)

Esistono due principali tipologie di dislocazioni: a spigolo e a vite.

Come si può vedere nella figura 1.2, sia in una dislocazione a spigolo che in una a vite solo pochi atomi attorno al piano aggiuntivo della dislocazione sono in posizione distorta, mentre gli atomi ad una certa distanza possono essere considerati in condizioni di equilibrio, secondo una configurazione di minima energia.

E' proprio grazie a questi particolari piani aggiuntivi che è possibile ottenere deformazioni plastiche a sollecitazioni molto inferiori a quelle teoriche.

Applicando una sollecitazione infatti è il solo piano aggiuntivo della dislocazione a compiere una traslazione attraverso il reticolo cristallino.

Nella figura 1.3 viene mostrato il meccanismo di scorrimento delle dislocazioni a spigolo. Mediante questo meccanismo, quando viene applicata una sollecitazione tangenziale, il piano aggiuntivo A viene spinto verso destra e, se la sollecitazione è sufficientemente elevata, i legami atomici tra la parte superiore e quella inferiore del piano B vengono recisi. Il piano A si unisce con la parte inferiore del piano B, mentre la parte superiore di B diventa il semipiano in eccesso.

Questo processo si ripete per gli altri piani, C e D, così che il semipiano in eccesso trasli da destra verso sinistra attraverso ripetute interruzioni di legami atomici e spostamenti relativi di

una distanza interatomica, fino ad arrivare alla situazione illustrata al punto (c), nella quale il risultato netto è la traslazione della parte superiore del reticolo.



Fig. 1.3 – Meccanismo di scorrimento di una dislocazione a spigolo

Le stesse considerazioni valgono anche per le dislocazioni a vite, il cui meccanismo di traslazione è illustrato in figura 1.4.

Nei casi reali questi due tipi di dislocazioni si trovano spesso combinati in configurazioni più complesse, ma in ogni situazione il movimento delle dislocazioni originato da forze tangenziali esterne è comunque in grado di assecondare la traslazione del reticolo in modo da rendere possibile la deformazione plastica con il minor dispendio di energia.

E' ben immaginabile come per produrre spostamenti apprezzabili su scala macroscopica, la deformazione plastica debba comportare lo scorrimento di un numero molto elevato di dislocazioni.



Fig. 1.4 – Meccanismo di scorrimento di una dislocazione a vite

Non tutti i piani risultano ugualmente adatti al movimento delle dislocazioni, esistono infatti dei piani, detti piani di scorrimento, che hanno l'attitudine allo scorrimento delle dislocazioni. Anche i diversi tipi di reticolo cristallino (cubico a facce centrate, cubico a corpo centrato, ...) non presentano la medesima attitudine allo scorrimento e quindi metalli diversi con reticoli cristallini diversi non avranno la stessa attitudine alla deformazione plastica. Su scala microscopica, si devono considerare inoltre tutta una serie di ostacoli microstrutturali che perturbano la continuità del reticolo (bordi di grani, precipitati, atomi interstiziali o

costituzionali, vacanze reticolari) e le interazioni reciproche tra dislocazioni di segno opposto che si oppongono alla sollecitazione esterna incrementandone il valore necessario allo scorrimento del reticolo.

Una caratteristica della deformazione plastica dei metalli è legata all'incrudimento, cioè al fatto che il valore di forza da applicare per produrre uno scorrimento plastico continuo aumenta progressivamente.

L'incrudimento è causato, come già accennato, dall'ostacolo reciproco tra dislocazioni o da barriere microstrutturali. In corrispondenza di tali barriere si vengono a creare impilamenti di dislocazioni e accumuli di tensioni via via crescenti fino a superare un valore di soglia oltre il quale è possibile superare l'ostacolo da parte delle dislocazioni oppure si raggiunge localmente il limite di rottura del cristallo e si innescano microcricche.

L'incrudimento è un fenomeno tipico dei processi di deformazione plastica a freddo poiché nella deformazione plastica a caldo il fenomeno della ricristallizzazione ripristina la struttura cristallina del metallo che risulta quindi priva di tensioni residue.

### **1.2- DEFORMAZIONE PLASTICA A CALDO**

Con il termine deformazione plastica a caldo di identificano quei processi di formatura plastica eseguiti a temperature pari ad almeno 0,6 volte la temperatura di fusione in modo da esaltare le caratteristiche di deformabilità del metallo. Ad esempio per gli acciai sono solitamente eseguite a temperature tra i 900°C e i 1300°C, in modo da raggiungere elevati livelli di deformazione senza eccessive sollecitazioni sulle attrezzature di lavorazione.

In una deformazione plastica a caldo la temperatura e lo stato di sollecitazione imposti al metallo sono tali da portare ad una rapida ricristallizzazione durante il processo

(ricristallizzazione dinamica) o in tempi successivi molto brevi (ricristallizzazione statica) in modo da evitare l'instaurarsi di uno stato di incrudimento nel metallo.

La ricristallizzazione rimpiazza la struttura cristallina a grani deformati con una nuova serie di grani esenti da tensioni e distorsioni.



Fig. 1.5 – Processo di ricristallizzazione dinamica (a) e statica (b) durante laminazione

In un processo di deformazione plastica a caldo i parametri più importanti da tenere in considerazione sono la temperatura e la velocità di deformazione.

[1],[2]

Volendo definire dei limiti qualitativi di temperatura entro i quali praticare la deformazione plastica a caldo, è subito possibile indicare come limite inferiore quella temperatura ancora in grado di provocare un livello di ricristallizzazione sufficiente ad evitare l'incrudimento del materiale.

Per definire il limite superiore invece vanno imposti dei limiti in base a tre considerazioni:

- mantenersi almeno 50°C al di sotto della temperatura di fusione teorica di eventuali composti bassofondenti
- mantenere la dimensione del grano dopo ricristallizzazione entro valori accettabili
- evitare la marcata ossidazione e/o la decarburazione della superficie del prodotto lavorato

Riguardo il primo punto, l'effetto di una temperatura eccessiva sarebbe disastroso. Infatti la presenza, anche in quantità limitate, di composti allo stato fuso porterebbe alla formazione di un sottile film di metallo liquido a bordo grano (liquazione o bruciatura del grano cristallino) che potrebbe portare alla facile frattura del pezzo durante la lavorazione.

Riguardo il secondo punto, è evidente come la permanenza a temperature eccessivamente elevate porta ad ottenere strutture grossolane e quindi poco prestanti in termini di proprietà meccaniche.

Nelle lavorazioni plastiche in più fasi è possibile non rinunciare ai benefici dati dalle alte temperature prediligendo la lavorazione del metallo alle massime temperature possibili durante le prime fasi e lasciando poi calare la temperatura nelle ultime fasi, ottenendo così un affinamento della microstruttura.

Riguardo il terzo e ultimo punto, è importante sottolineare come alle alte temperature la tendenza del metallo a reagire con l'ambiente è decisamente maggiore.

Negli acciai, la perdita di carbonio in superficie comporta un abbassamento della resistenza meccanica che potrebbe rendere necessaria un'asportazione degli starti superficiali per non compromettere la resistenza del prodotto finito.

L'ossidazione invece comporta una perdita di materiale che, soprattutto nel caso delle lamiere dove il rapporto superficie/volume è maggiore, può essere molto elevata.

A causa dell'ossidazione è difficile ottenere finiture superficiali regolari e vi è il rischio di inglobare scaglie di ossido durante le lavorazioni plastiche che costituirebbero delle discontinuità interne nel prodotto finito.



Temperatura del materiale

Fig. 1.6 – Curve limite di deformabilità in funzione di temperatura, velocità di deformazione e massima forza ammissibile sugli utensili di lavorazione

Per quanto concerne la velocità di deformazione è bene ricordare che un aumento della velocità con cui il metallo viene deformato porta ad un peggioramento della lavorabilità a caldo. Si ha in primo luogo un aumento della resistenza imposta dal materiale alla deformazione e di conseguenza una maggiore sollecitazione sugli utensili, inoltre una deformazione in tempi minori offre minori possibilità di dissipare il calore generato e comporta il rischio che l'aumento di temperatura superi la soglia critica.

La figura 1.6 illustra le curve limite di deformabilità in funzione della temperatura e della velocità di deformazione.

La temperatura gioca un ruolo fondamentale sulla massima deformazione imponibile al pezzo (curva di sinistra) e ha un limite massimo alla temperatura di fusione dei composti bassofondenti (retta verticale tratteggiata).

All'aumentare della velocità di deformazione si può vedere come l'area di deformazione ammissibile diminuisce.

### 1.3- LA LAMINAZIONE IN CONTROLLO DI TEMPERATURA [1],[8],[12][14]

La laminazione è il più comune metodo di lavorazione per deformazione plastica ed è caratterizzata da un elevata produttività e uno stretto controllo del prodotto finale. Attraverso questo processo è possibile trasformare un lingotto proveniente da una colata o un semilavorato in lastre, lamiere, nastri, tubi, vergelle e profilati di svariate sezioni. Il processo di laminazione consiste nel deformare plasticamente un metallo forzandolo a

passare tra due cilindri rotanti.

Il metallo è soggetto a sforzi di compressione e a sollecitazioni di taglio dovute all'attrito con le superfici dei cilindri di laminazione.

Proprio questa azione di attrito genera il moto di avanzamento del laminato.

Durante una laminazione il metallo viene fatto passare più volte attraverso una serie di cilindri posti in successione che impongono una progressiva riduzione di spessore, ottenendo un allungamento del prodotto e un allargamento, generalmente di piccola entità.

Per gli acciai destinati ad impieghi meno pregiati o a successivi trattamenti termici, la deformazione viene eseguita più rapidamente possibile e ad alte temperature per consentire un risparmio di energia di deformazione. Si parla quindi di laminazione ordinaria.

Durante una laminazione di normalizzazione, invece, attraverso il controllo delle modalità di riduzione della sezione nelle diverse passate e con una scelta appropriata delle variabili durante l'ultima laminazione si ottiene all'uscita dal laminatoio un materiale con caratteristiche simili a quelle ottenute dopo un trattamento termico di normalizzazione, con un evidente vantaggio dal punto di vista economico.

Esiste poi un terza tipologia di laminazione che rappresenta il processo più spinto dal punto di vista del controllo microstrutturale: la laminazione in controllo di temperatura.

Attraverso la scelta della temperatura e della quantità di deformazione imposta nelle fasi della laminazione oltre ad ottenere la trasformazione geometrica del pezzo, si produce un

affinamento microstrutturale, che risulta in un aumento del carico di snervamento, permettendo ai laminati di essere utilizzati allo stato grezzo di laminazione senza alcun trattamento termico.

Uno dei fondamentali fenomeni responsabili della microstruttura durante la laminazione è la ricristallizzazione.

La ricristallizzazione è definita come la nucleazione di nuovi grani, a seguito dell'immagazzinamento di energia durante il processo di deformazione, i quali consumano e rimpiazzano la struttura cristallina a grani deformati ripristinando una microstruttura esente da tensioni e distorsioni, che non presenti cioè segni di deformazione.

Il ritorno di un metallo deformato alle proprietà di partenza avviene attraverso tre fasi, schematizzate in figura 1.7.

Durante un primo intervallo di tempo, da 0 a  $t_1$ , avviene il fenomeno del recovery (recupero). Il recovery consiste nel recupero parziale delle proprietà e della microstruttura originaria in quanto avviene un ri-arrangiamento delle dislocazioni ed il parziale annullamento di quelle di segno opposto.

Nel secondo intervallo di tempo, da  $t_1$  a  $t_2$ , avviene la vera e propria ricristallizzazione. Nel terzo periodo, dopo il tempo  $t_2$ , il fenomeno della ricristallizzazione è completato e una successiva permanenza alle alte temperature comporta l'ingrossamento del grano.



Fig. 1.7 – Fasi del processo di ricristallizzazione

I parametri in grado di influenzare la quantità di energia che il materiale può immagazzinare e quindi il processo di ricristallizzazione sono:

- le difettosità reticolari (la maggior parte dell'energia immagazzinata è dovuta alla formazione delle dislocazioni)
- la purezza della matrice metallica (l'introduzione di impurezze in un metallo incrementa la quantità di energia immagazzinata, infatti le impurezze ostacolano la mobilità delle dislocazioni e ne causano un intensa moltiplicazione)
- la tipologia di deformazione (processi di deformazione complessi producono una maggior capacità di immagazzinare energia perché attivano più piani di scorrimento nel metallo e le interazioni tra dislocazioni risultano statisticamente più probabili)
- la temperatura (una deformazione a bassa temperatura incrementa l'energia immagazzinata perché a basse temperature è disponibile meno energia termica per favorire il rilascio di energia e ridurre le interazioni tra difetti)
- la dimensione del grano (l'energia immagazzinata cresce con il decrescere della dimensione del grano poiché se si hanno più grani a parità di superficie ci saranno più interazioni tra dislocazioni e bordi grano e verrà favorito il moltiplicarsi di queste ultime)

Nella laminazione in controllo di temperatura vengono impiegati particolari acciai con aggiunte di piccole quantità di elementi quali niobio, vanadio o titanio (microalliganti) che provocano la formazione di carbonitruri stabili ad alta temperatura i quali rallentano la ricristallizzazione e la crescita del grano. Il processo prevede delle iniziali fasi di sbozzatura eseguite in modo convenzionale, lo stazionamento per intervalli di tempo ben definiti per ottenere il desiderato abbassamento della temperatura e una laminazione di finitura a bassa temperatura in modo da non permettere la ricristallizzazione dinamica ma favorire la ricristallizzazione statica della ferrite a partire dai grani di austenite fortemente deformati.

### 1.4- LA LAMINAZIONE A SEMICALDO (WARM ROLLING) [8]-[14]

Il processo del warm rolling, o laminazione a semicaldo, appare come una nuova e promettente pratica di trasformazione dell'acciaio.

Il warm rolling fa parte di una famiglia di lavorazioni intermedie tra quelle a freddo e quelle a caldo (warm working) sviluppate negli ultimi anni con particolare attenzione alla lavorazione dell'acciaio.

Questa tecnologia permette di deformare l'acciaio in campo plastico a temperature superiori a quella ambiente, ma tali da non portare al riassestamento della struttura durante il processo. Essa quindi abbina i vantaggi delle due tecnologie: dalle lavorazioni a caldo si eredita la maggior deformabilità del metallo, i minori carichi sugli utensili e i risparmi per il minor numero di passaggi necessari; delle lavorazioni a freddo si conservano i vantaggi del maggior controllo dimensionale e della migliore qualità superficiale.

I vantaggi economici associati a questa tecnologia sono molteplici e legati principalmente alla minor temperatura di laminazione rispetto ad una laminazione a caldo:

- risparmio di energia
- minore usura dei cilindri di laminazione
- inferiore ossidazione della superficie del laminato
- inferiore portata dell'acqua di raffreddamento
- possibilità di ottenere prodotti di spessore più fine e finitura superficiale migliore, quasi paragonabile a quanto ottenuto con una laminazione a freddo.

La differenza alla base tra hot rolling (laminazione a caldo) e warm rolling è legata alla differente struttura che si va a deformare: per l'hot rolling la sola austenite; per il warm rolling la deformazione avviene in campo bifasico austenite-ferrite.

Da ciò ne consegue l'importanza di conoscere l'intervallo di temperatura nel quale la fase cambia da austenite a ferrite e quindi la % di carbonio in lega gioca un ruolo fondamentale.



Fig. 1.8 – Diagramma di stato Fe-C. Per bassi tenori di carbonio la laminazione ferritica è possibile se condotta intorno ai 900°C

Durante una laminazione a caldo la deformazione è confinata nella regione austenitica, durante una laminazione a freddo nella regione ferritica. Esistono per entrambe dei modelli matematici in grado di simulare la formazione dei flussi di tensione in funzione di velocità di deformazione e temperatura di esercizio.

Nel warm rolling invece la situazione è complicata sia dalla trasformazione di fase, sia dalla presenza di carbonio in soluzione.

Entrambe hanno un notevole impatto sullo sviluppo della struttura e sulla tessitura metallografica.

La percentuale di austenite residua in campo bifasico ha influenza sia sul carico di snervamento sia sull'addolcimento della ferrite.

La laminazione è eseguita in modo che durante le ultime fasi il pezzo sia composto da almeno il 90% di ferrite. La presenza dell'austenite residua ha dei vantaggi sulla formazione della ferrite, la cui ricristallizzazione avviene nelle zone con l'austenite residua deformata dal processo.

Il fatto di avere due fasi comporta però un interferenza tra i due meccanismi di deformazione che necessitano di modelli in grado di poter simulare questo fenomeno.

Il carbonio in soluzione interagisce maggiormente con le dislocazioni ed in modo assai diverso rispetto a quanto avviene nelle deformazioni a freddo o a caldo. Questo provoca un maggior impatto sullo sviluppo della tessitura e sulla ricristallizzazione.

La presenza di carbonio soluto produce bassi livelli di formazione di bande di scorrimento nei grani e di conseguenza produce un'inferiore frammentazione della struttura e un ritardo sui fenomeni di riorganizzazione cristallina, quali la ricristallizzazione.

Poiché in campo ferritico non vi è alcun processo di rigenerazione della struttura, nel warm rolling è presente un orientazione preferenziale dei grani lungo il verso di deformazione. Il warm rolling potrebbe quindi essere usato per sviluppare direzioni preferenziali di tessitura al posto delle deformazioni a freddo.

# Capitolo 2 GLI ACCIAI MICROLEGATI (o HSLA)

### 2.1- INTRODUZIONE

#### [5],[6],[7]

Gli acciai microlegati, spesso indicati con la sigla HSLA (High Strength Low Alloy), sono un'importante categoria di acciai che ricopre circa il 12% della produzione mondiale annua di acciaio.

Essi sono presenti nei maggiori settori di mercato dell'acciaio e il loro sviluppo ha un ruolo di primo piano nell'espansione di alcuni settori chiave dell'industria dei trasporti, delle costruzioni e nel settore energetico.

Gli acciai HSLA sono stati sviluppati negli anni '60, originariamente per la produzione di tubi di grande diametro nel settore petrolifero e di estrazione di gas.

Gli acciai microlegati da stampaggio hanno trovato un crescente utilizzo nel campo dei laminati a basso spessore grazie all'aggiunta di elementi microalliganti e all'introduzione di processi di laminazione controllata, consentendo di ottenere una buona combinazione di proprietà meccaniche, saldabilità e leggerezza a costi di produzione competitivi.

Vi era infatti la richiesta di un acciaio con caratteristiche resistenziali migliori dei normali acciai al carbonio, combinate ad una buona tenacità e saldabilità e ad una più alta resistenza alla corrosione.

Attraverso la precipitazione di carburi/nitruri/carbonitruri degli elementi microalliganti durante i cicli di deformazione, condotti a temperature prestabilite, è possibile controllare i fenomeni di ricristallizzazione e di ingrossamento del grano ferritico.

Questi elementi hanno lo scopo di alterare la microstruttura degli acciai al carbonio, che solitamente è un aggregato ferrite-perlite, per produrre una dispersione molto fine di precipitati in una matrice ferritica a grani molto fini.

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.

Ovviamente è necessario bilanciare correttamente le aggiunte di elementi microalliganti e il processo di produzione (laminazione in controllo di temperatura, incremento velocità di raffreddamento) per ottenere la voluta combinazione di proprietà richieste.

A causa della mancanza di perlite gli acciai HSLA sono anche più resistenti alla ruggine della maggior parte degli acciai al carbonio.

Un tempo la classe degli acciai microlegati non era definita in modo preciso dalla normativa tecnica, essi venivano compresi nella classe degli acciai al carbonio da costruzione e di uso generale poiché gli elementi aggiunti erano in piccole quantità. Inoltre a volte gli stessi elementi microalliganti sono aggiunti, con lo stesso scopo, anche agli acciai speciali da costruzione (acciai da bonifica).

Ora la norma ASTM A568 definisce gli acciai HSLA (*high-strength, low-alloy steel*) come un gruppo specifico di acciai nei quali l'alta resistenza meccanica e in qualche caso una migliore resistenza alla corrosione atmosferica o una formabilità migliore, sono ottenute tramite una quantità moderata di uno o più elementi alliganti. Essi al contrario degli acciai bassolegati non sono prodotti per soddisfare una particolare composizione chimica, ma piuttosto per raggiungere specifiche proprietà meccaniche.

Gli acciai HSLA sono dunque materiali strutturali molto importanti in quanto abbinano alta resistenza meccanica (410 - 550 MPa), tenacità, buona deformabilità e saldabilità ad un basso contenuto di carbonio (valori tipici variano tra lo 0,03% e lo 0,12%, anche se, per particolari applicazioni, è possibile avere tenori di carbonio più elevati).

Questi acciai contengono tipicamente fino al 2% di manganese e piccole quantità, solitamente al di sotto dello 0,15% in peso, degli elementi microalliganti (vanadio, titanio, niobio) in varie combinazioni, i quali mostrano la spiccata tendenza a legarsi con carbonio e azoto a formare composti molto stabili e di dimensioni nanometriche.

Nella composizione chimica viene esplicitamente dichiarata la presenza di almeno uno degli elementi utilizzati per la microalligazione.

Una tipica composizione di un acciaio HSLA è indicata nella tabella 2.1.

Range di composizione (% in peso) di un tipico acciaio HSLA							
С	Mn	Nb	V	Мо			
0.03 - 0.12	< 2	0.02 - 0.05	0 - 0.06	0.2 - 0.35			

	Tab.	2.1 –	Tipico	intervallo	di	composizione	per	un	acciaio	HSL	A
--	------	-------	--------	------------	----	--------------	-----	----	---------	-----	---

La formazione di nitruri, carburi e carbonitruri produce un affinamento dei grani dell'acciaio. Oltre ad affinare il grano, la formazione di tali precipitati comporta l'ancoraggio delle dislocazioni e di conseguenza un incremento del carico di snervamento.

Le dislocazioni, come abbiamo visto nel capitolo 1.1, sono quei difetti del reticolo cristallino che con i loro movimenti favoriscono il flusso plastico del materiale.

L'ancoraggio prodotto dai precipitati provoca quindi un innalzamento del carico oltre il quale inizia il flusso plastico, cioè il carico di snervamento.

Poiché negli impieghi strutturali non è consentito al materiale di entrare nella regione plastica, il carico di snervamento è di fondamentale importanza per il progettista in quanto egli deve progettare in funzione di questo carico, non di quello di rottura.

Se l'affinamento del grano, oltre a portare ad un incremento del carico di snervamento comporta anche un incremento di tenacità, diverso è il caso del rafforzamento per

precipitazione. Esso infatti comporta una diminuzione della tenacità del materiale che va tenuta sotto controllo.

Questo è il principale limite degli acciai microlegati.

#### 2.2- APPLICAZIONI

Gli acciai microlegati sono utilizzati in molte applicazioni ingegneristiche per il loro basso costo, per la resistenza a fatica insieme ad un buon grado di saldabilità.

Anche se le operazioni di saldatura vanno eseguite con particolare cautela, per evitare il prodursi di consistenti infragilimenti nella zona termicamente alterata in prossimità del cordone.

Vengono spesso utilizzati in sostituzione degli acciai da bonifica consentendo spesso di evitare, con ovvi risparmi, il trattamento termico e le successive operazioni di raddrizzatura.

## [5],[6],[7]

Sforzi di snervamento tipici vanno da 350MPa a 650MPa, anche se ultimamente sono stati sviluppati acciai con lo 0,2% di carbonio ed alligati con Nb e V che arrivano fino a 1100MPa al termine del processo di laminazione a caldo.

Ciò li rende adatti alle più diverse esigenze applicative.

Essi però presentano a volte significative limitazioni per quanto concerne la tenacità se non si realizzano adeguati cicli termici.

Sono prodotti dotati di elevata duttilità e alto limite di snervamento e resistenza meccanica, grazie alla loro purezza chimica e a una microstruttura a grano fine. Questa notevole capacità del materiale di dare luogo a deformazioni prima di collassare lo rende idoneo a molteplici tipologie di lavorazione.

Per quanto riguarda l'utilizzo degli acciai microlegati per prodotti piani si fa riferimento alla norma UNI EN 10149-95. Gli HSLA soddisfano contemporaneamente due esigenze: caratteristiche meccaniche più elevate rispetto ai tradizionali acciai da stampaggio e una buona deformabilità a freddo.

I nastri di questa famiglia sono indicati per la fabbricazione di componenti automobilistici (guide sedili, dischi ruota, tubi di rinforzo e componenti automobilistici di sicurezza in genere). Un particolare acciaio siglato 18MCDV6HT viene prodotto per la fabbricazione di telai di biciclette e per il settore corse. Esso raggiunge caratteristiche meccaniche eccezionali, arrivando ad un carico di snervamento di quasi 1400MPa. La sua particolare composizione chimica infatti inibisce i fenomeni di infragilimento e autotempra che potrebbero avvenire durante il periodo di raffreddamento successivo all'assemblaggio dei telai.



Fig. 2.1 – Esempi applicativi degli acciai HSLA

Acciai microlegati rinforzati al rame sono stati appositamente studiati per applicazioni navali. Gli acciai HSLA sono di solito il 20-30% più leggeri di un acciaio al carbonio di pari caratteristiche, sono quindi utilizzati in ambito strutturale dove è necessario gestire grandi quantità di stress e nel contempo è necessario avere un buon rapporto resistenza-peso. Ad esempio vengono utilizzati per produrre travi, anche per strutture antisismiche, gru, tiranti per ponteggi, nervature di container, telai, materiale ferroviario, montagne russe, piattaforme petrolifere.

Un ulteriore applicazione si ha nella produzione di serbatoi e tubazioni di gasdotti e oleodotti. Poiché la necessità di tubi di diametro elevato è in continua crescita, gli acciai microlegati sono stati utilizzati per ottenere pareti di spessore più sottile (10-12,5 mm) evitando l'eccessivo appesantimento strutturale.

Tipiche composizioni di acciai utilizzati a questo scopo sono C0.12% S0.012% Mn1.35% Nb0.03% oppure C0.12% S0.006% Mn1.33% Nb0.02% V0.04%, entrambi raggiungono carichi di snervamento di 410MPa.

Per carichi di snervamento superiori ai 450MPa si incrementa il tenore di elementi in microalliganti. Va comunque sempre tenuto presente che per gli acciai microlegati con elevati carichi di snervamento spesso non è sufficiente il controllo della temperatura al termine della deformazione plastica a caldo, ma vanno realizzati particolari cicli termici supplementari al fine di preservare anche un elevata tenacità.

### 2.3- EFFETTO DEL NIOBIO

### [4],[5],[6],[12]

Gli acciai HSLA contengono tra lo 0,02% e lo 0,05% di niobio.

Il niobio, come titanio e tantalio, appartiene allo stesso gruppo del cromo dal punto di vista del diagramma di stato col ferro. Ha cioè la tendenza a chiudere il campo di esistenza della fase  $\gamma$  ed una spiccata tendenza a formare carburi.

Il niobio aumenta il carico di snervamento degli acciai HSLA mediante il rafforzamento per precipitazione; l'entità di questo rafforzamento (tra 35 e 40 MPa per 0.01%) dipende dalla dimensione e dalla quantità dei carburi di niobio precipitati. La presenza di carburi di dimensioni via via inferiori comporta un incremento dei carichi di snervamento sempre più evidente.

Il niobio introdotto negli acciai microlegati agisce anche come raffinatore del grano con un azione sul carbonio libero che precipita sottoforma di carburo di niobio.

La ricristallizzazione controllata, per ottenere l'affinamento del grano, può essere realizzata senza l'aggiunta di titanio a differenza del caso degli acciai al vanadio.

Il niobio presenta anche un azione di affinamento del grano maggiore di quella del vanadio. Inoltre l'effetto congiunto di affinamento del grano ferritico e indurimento per precipitazione del niobio lo rende un alligante con elevate caratteristiche di rafforzamento e sono sufficienti tenori di niobio di circa un terzo rispetto agli usuali tenori di vanadio (a parità di proprietà richieste).

Il rinforzo per precipitazione è tuttavia accompagnato da un considerevole decadimento di tenacità che può essere evitato solo se il tenore di carbonio è basso, per evitare la formazione di bainite superiore, e seguendo specifici parametri di processo durante la laminazione. Inoltre la presenza di niobio potrebbe dare luogo ad un aumento di fragilità dell'acciaio se l'elemento si combinasse in grande quantità con l'azoto, a formare nitruri, anziché con il carbonio, formando carburi e carbonitruri.



Fig. 2.2 – Minerali contenenti niobio

Brasile e Canada sono i principali produttori di minerali di niobio; in Nigeria, Repubblica Democratica del Congo e Russia vi sono altri siti con consistenti riserve di minerali di niobio. Più dell'85% dei minerali di niobio prodotti ogni anno proviene dal Brasile.

Il consumo mondiale di ferroniobio (Fe-65%Nb), usato come elemento alligante negli acciai, è considerevolmente aumentato negli ultimi decenni.

Esso infatti offre una regolarità di approvvigionamento ed una stabilità di prezzo, garantite dalle società brasiliane, che gli danno un notevole vantaggio sul suo concorrente, il ferrovanadio, che provenendo principalmente da fonti sudafricane ha un approvvigionamento delicato e andamento dei prezzi molto fluttuante.

#### 2.4- EFFETTO DEL VANADIO

### [4],[5],[6],[13],[14]

Gli acciai HSLA contengono fino allo 0.06% di vanadio.

Il vanadio, come il niobio, appartiene allo stesso gruppo del cromo dal punto di vista del diagramma di stato col ferro. Ha cioè la tendenza a chiudere il campo di esistenza della fase  $\gamma$  ed una spiccata tendenza a formare carburi.

Il campo di esistenza della fase  $\gamma$  nelle leghe Fe-V si chiude con solo l'1% di vanadio, tenore che però cresce se in lega vi è il carbonio.

Data la sua tendenza alla formazione di carburi il vanadio diminuisce la temprabilità. Esso aumenta invece la resistenza a caldo e migliora notevolmente le caratteristiche meccaniche alle sollecitazioni dinamiche ripetute. Acciai al vanadio-tungsteno, detti acciai rapidi, e al vanadio-tungsteno-cobalto, detti super-rapidi, sono utilizzati nella produzione di utensili da taglio, grazie alle superiori velocità di taglio che essi possono sopportare. Il vanadio diminuisce inoltre la sensibilità al surriscaldo, rendendo più facili i trattamenti termici, mentre non peggiora sensibilmente né la lavorabilità a caldo né la saldabilità. Nella fabbricazione di acciai al vanadio va considerata la cautela di aggiungere l'elemento solo pochi minuti prima della colata. Essendo un potente disossidante infatti il vanadio ha la tendenza a non restare nel metallo, ma a passare nella scoria portando con se le ultime tracce di ossigeno.

Per quanto riguarda specificamente gli acciai microlegati, il vanadio contribuisce al rafforzamento (tra 5 e 15 MPa per 0.01%) formando precipitati di dimensioni nanometriche (5-100 nm) di carbonitruro di vanadioV(CN) nella ferrite durante il raffreddamento dopo la laminazione a caldo.

Questi precipitati di vanadio sono meno stabili rispetto ai precipitati di niobio e rimangono in soluzione alle usuali temperature di laminazione. Pertanto la loro formazione è strettamente dipendente dal tenore di carbonio, ma soprattutto dalla velocità di raffreddamento dopo l'ultima laminazione.

E' stato dimostrato che con velocità di raffreddamento troppo basse si formano precipitati di vanadio relativamente grossolani e pertanto meno efficaci come rinforzo, mentre con velocità di raffreddamento troppo elevate il vanadio rimane in soluzione e pertanto si ha la precipitazione di meno particelle di carbonitruri, con un minor effetto di rinforzo.

Gli acciai al vanadio, contrariamente agli acciai al niobio, sottoposti a laminazione in controllo di temperatura richiedono aggiunte di titanio per l'affinamento del grano dopo la ricristallizzazione, per mezzo dei nitruri di titanio.



Fig. 2.3 – Esempi di carburi di vanadio di dimensioni nanometriche osservati mediante microscopio elettronico a trasmissione (TEM)

Il vanadio è presente in circa 65 minerali diversi.

E' diffuso in basse concentrazioni in quasi tutte le rocce magmatiche, nel petrolio greggio e in molti minerali del ferro e del titanio, raramente però la sua concentrazione supera il 2%. Esso costituisce lo 0,01% della crosta terrestre ed è il quinto elemento per abbondanza tra gli elementi di transizione dopo ferro, titanio, manganese e zirconio.

Le riserve più vaste di vanadio si trovano in Sud Africa e Russia.

Circa l'80% del vanadio prodotto è usato come ferrovanadio additivandolo agli acciai. Troviamo vanadio negli acciai inossidabili, negli acciai per utensili oltre che negli acciai microlegati.



Fig. 2.4 – Minerale contenente vanadio e, a destra, polvere di vanadati per pigmenti

### 2.5- EFFETTO CONGIUNTO DI NIOBIO E VANADIO [4],[5],[6]

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.

Il vanadio, precipitando sottoforma di carbonitruri di dimensioni nanometriche nella fase ferritica durante il raffreddamento dopo laminazione, contribuisce all'innalzamento delle proprietà resistenziali attraverso il meccanismo di rafforzamento per precipitazione.

Il niobio invece, stabile a temperature più elevate, agisce come affinante del grano provocando una aumento delle proprietà meccaniche sia di resistenza sia di tenacità.

Il rinforzo per affinamento del grano risulta essere tanto più elevato quanto maggiore risulta essere la superficie per unità di volume del grano austenitico di partenza.

I precipitati di niobio limitano la crescita del grano austenitico durante il riscaldamento, ritardando la ricristallizzazione durante la laminazione. Viene così provocato uno stiramento del grano austenitico con conseguente aumento dei siti di nucleazione della ferrite durante il raffreddamento.

La microstruttura risultante sarà caratterizzata da grana particolarmente fine determinando migliori proprietà meccaniche.

Le migliori caratteristiche di resistenza allo snervamento si sono rilevate negli acciai microlegati al Nb-V con contenuti di carbonio inferiori allo 0.1%.

# Capitolo 3 PROCEDURA SPERIMENTALE

### 3.1- MATERIALI UTILIZZATI

Sono stati sottoposti ad indagine sperimentale tre acciai microlegati di diversa composizione chimica, il primo contenente niobio, il secondo vanadio e il terzo niobio e vanadio, allo scopo di indagare gli effetti di tali elementi sulle caratteristiche finali del prodotto a seguito di differenti trattamenti termomeccanici.

La composizione chimica degli acciai è riportata nella tabella sottostante.

		Composizione (% in peso)									
N. coil	Acciaio	С	Mn	Si	Р	S	Al	Nb	V	Cu	N
690650304	HSLA con Nb	0.05	0.23	0.02	0.006	0.003	0.04	0.02	-	0.24	0.005
600671304	HSLA con V	0.045	0.55	0.022	0.01	0.003	0.037	-	0.032	0.24	0.009
600206504	HSLA con Nb-V	0.05	0.56	0.018	0.011	0.003	0.034	0.013	0.02	0.24	0.009



I materiali per lo svolgimento di questo lavoro sono stati forniti sottoforma di nastri lunghi 400mm e di larghezza 40mm.

Lo spessore dei nastri in acciaio al niobio e niobio-vanadio è di 2,5mm, mentre è di 3mm per quelli in acciaio al vanadio.



Fig. 3.1 – Nastri forniti per le laminazioni

Come vedremo nei successivi capitoli, i nastri sono stati laminati a diverse temperature e dopo di che ne sono stati ricavati i campioni per effettuare prove di durezza, di trazione e micrografie.

## **3.2-** LAMINAZIONE

Per studiare l'effetto degli elementi microalliganti durante laminazione a differenti temperature si è scelto di laminare i tre materiali a quattro diverse temperature: 800°C, 840°C, 860°C e 1050°C rimanendo in campo intercritico.

Prima del vero e proprio processo di laminazione i materiali sono stati posti in forno preriscaldato a 1300°C per 10 min, in modo da consentire il riassorbimento dei precipitati. I nastri sono poi stati estratti dal primo forno e inseriti in un secondo forno preriscaldato alla temperatura di laminazione scelta.

I nastri sono stati tenuti nel secondo forno per 5 minuti e poi immediatamente laminati. La luce lasciata tra i cilindri del laminatoio è di 1,75mm, imponendo un rapporto di riduzione pari al 30% per i nastri di acciaio al niobio e niobio-vanadio e del 40% per quelli in acciaio al vanadio.

La velocità di laminazione dei rulli è di 300 giri/minuto.



Fig. 3.2 – Laminatoio utilizzato per la produzione dei campioni e particolare dei rulli di laminazione

La velocità di laminazione e la lunghezza dei campioni di soli 400mm consentono di affermare che la temperatura di laminazione sia rimasta pressoché costante durante tutto il processo. La temperatura a cui è stata laminata la testa del campione, cioè la parte che per prima è entrata nel laminatoio, è quindi uguale a quella a cui è stata laminata la coda del campione. A conferma di ciò, durante la laminazione si è misurata la temperatura della lamina tramite un pirometro e si è notato un abbassamento di pochi gradi tra l'inizio e la fine del processo.

Dopo laminazione i campioni sono stati fatti raffreddare in aria mossa. La tabella 3.2 mostra lo spessore finale dei 12 campioni ottenuto dopo laminazione. Si è verificato lo spessore in testa, al centro e in coda di ogni laminato.



Fig. 3.3 – Ingresso ed uscita di una billetta dal laminatoi e successivo raffreddamento in aria mossa

Un piccolo appunto va fatto in merito alla laminazione del campione di acciaio al vanadio alla temperatura di 840°C. Durante tale processo vi è stato infatti un blocco durante la laminazione, che è stata portata a termine solo fino a circa il 90% della lunghezza. Per questo campione quindi si è analizzata solo la parte che aveva subito la lavorazione, scartando l'ultima parte, non laminata.

			Spessore dopo laminazione -luce tra cilindri 1,75mm- (mm)				
Tipo di acciaio	Temperatura di Iaminazione	Spessore iniziale prima della laminazione (mm)	Testa	Centro	Coda	Riduzione media di spessore (mm)	Rapporto di riduzione
	800°C	2,5	1,3	1,3	1,3	1,20	48%
HSLA con Nb	840°C	2,5	1,26	1,29	1,3	1,22	49%
	860°C	2,5	1,26	1,29	1,32	1,21	48%
	1050°C	2,5	1,22	1,24	1,26	1,26	50%
	800°C	3	1,63	1,62	1,61	1,38	46%
	840°C	3	1,41	1,44	1,45	1,57	52%
HSLA CON V	860°C	3	1,66	1,65	1,67	1,34	45%
	1050°C	3	1,57	1,61	1,67	1,38	46%
	800°C	2,5	1,26	1,26	1,24	1,25	50%
	840°C	2,5	1,28	1,26	1,27	1,23	49%
	860°C	2,5	1,23	1,22	1,26	1,26	51%
	1050°C	2,5	1,18	1,18	1,2	1,31	53%

Tab. 3.2 – Misura degli spessori dei 12 campioni esaminati, prima e dopo laminazione

#### **3.3- PROVA DI TRAZIONE**

[2],[3]

In una prova di trazione il pezzo viene sottoposto ad una sollecitazione statica di trazione agente ortogonalmente alla sezione.

Si crea così uno sforzo puramente assiale, in grado di produrre una deformazione, a velocità costante, uniforme su tutto il tratto utile del campione.

Sotto una condizione di carico di trazione unidirezionale, come in questo caso, è sufficiente misurare due quantità macroscopiche per descrivere il comportamento del materiale: allungamento e carico.

Un diagramma carico-allungamento non sarebbe però rappresentativo del comportamento del materiale, essendo influenzato dalla geometria del provino.

Si procede quindi alla normalizzazione dei dati misurati rispetto alle dimensioni iniziali calcolando sforzi e deformazioni nominali:

$$S = F / A_0$$
  
 $e = \Delta l / l_0 = (1-l_0)/l_0$ 

dove F è il carico,  $\Delta l$  l'allungamento,  $A_0$  la sezione iniziale del provino e  $l_0$  la lunghezza iniziale del tratto utile.



Fig. 3.4 – Esempio di diagramma sforzo-deformazioni nominale

All'interno di un tipico diagramma sforzo-deformazioni nominali, illustrato in figura 3.4, si possono distinguere tre periodi:

- il primo, detto periodo elastico, in cui non si manifestano deformazioni permanenti, si estende per definizione fino al carico in grado di sviluppare deformazioni permanenti non superiori allo 0.2%.

La prima zona mette in luce un comportamento lineare tra sforzi e deformazioni. In questo tratto il materiale ha un comportamento elastico lineare e la deformazione dipende solo dal valore assunto istantaneamente dal carico ed è indipendente dalla storia di applicazione di quest'ultimo.

Entro il periodo elastico è contenuto un periodo di proporzionalità nel quale è applicabile la legge di Hooke ( $\sigma = E\epsilon$ ) definendo il modulo elastico di Young (E) come la pendenza della curva.

- il secondo periodo, detto delle grandi deformazioni, in cui a parità di incremento dello sforzo le deformazioni crescono sempre più rapidamente e si giunge ad un periodo di grandi deformazioni plastiche.

In campo plastico il legame sforzo-deformazione non è più lineare e le deformazioni non sono più univocamente definite dagli sforzi, ma dipendono da tutta la storia di carico.

Lo sforzo in corrispondenza del quale si oltrepassa il tratto elastico e si entra nel secondo periodo è detto sforzo di snervamento.

La transizione elasto-plastica può avvenire in due diversi modi: secondo una variazione di pendenza graduale o secondo un vero e proprio gradino. Ciò comporta che la valutazione dello sforzo di snervamento segua due differenti procedure, presentate nella norma ASTM E8M: il metodo "a scostamento" e il metodo "autografico" (figura 3.5).

Dopo lo snervamento la deformazione procede con un incremento di sforzo minore rispetto a ciò che accade in campo plastico. In questo periodo l'incrudimento aumenta le caratteristiche resistenziali del materiale, ma allo stesso tempo la sezione del tratto utile diminuisce uniformemente e la combinazione di questi due effetti origina la curva risultante.



Fig. 3.5 – La determinazione dello sforzo di snervamento. A sinistra il metodo "a scostamento", a destra il metodo "autografico"

Dallo sforzo di snervamento allo sforzo nominale massimo, sforzo di rottura, l'incrudimento bilancia l'effetto della riduzione di sezione, mentre nel tratto seguente si verifica un fenomeno di instabilità, detto strizione, in cui si ha una riduzione locale di sezione, l'incrudimento non riesce più a bilanciare il restringimento di spessore e il carico nominale subisce un decremento.

Si entra così nel terzo periodo, detto della strizione.

nel terzo periodo, il periodo della strizione, cade l'ipotesi di deformazioni uniformi.
Si genera infatti uno stato di sforzo locale triassiale, rispetto a quello uniassiale agente poco prima, che comporta la localizzazione della deformazione in un breve tratto del provino, mentre tutta la rimanente parte non si deforma ulteriormente.
Questo fenomeno è definito come instabilità plastica, poiché l'aumento di deformazione avviene in concomitanza ad una riduzione del carico necessario a provocarla.

L'interesse applicativo delle curve sforzo deformazione derivate da una prova di trazione è in genere limitato a quanto accade prima della strizione.

Le prove sperimentali di trazione i cui risultati verranno trattati nel capitolo 4.2 sono state eseguite con una macchina universale elettromeccanica MTS Alliance RT/150 in dotazione al Politecnico di Milano.



Fig. 3.6 – Macchina universale elettromeccanica MTS Alliance RT/150

I provini per l'esecuzione del test sono stati ricavati dai 12 nastri precedentemente laminati (tre tipi di acciaio laminato ciascuno a quattro temperature diverse).

Le dimensioni dei campioni sono state scelte seguendo la norma ASTM E8/E8M, come mostrato in figura 3.7, facendo in modo che l'asse longitudinale del provino coincidesse con la direzione di laminazione.



Fig. 3.7 – Dimensioni del provino utilizzato per la prova di trazione

Il test è stato eseguito in controllo di deformazione alla velocità costante di 1mm/min, i dati sono stati campionati alla frequenza di 5 Hz.



Fig. 3.8 – Immagini relative alla prova di trazione: a sinistra, la macchina pronta per l'esecuzione della prova, a destra, particolare degli afferraggi

#### 3.4- MICROSCOPIA OTTICA E MICROGRAFIE

[3]

Il metodo principale per lo studio della struttura di metalli e leghe è l'osservazione di campioni con il microscopio ottico metallografico.

Questo apparecchio differisce dal microscopio comune perché i campioni metallici non possono essere osservati per trasparenza a causa della loro opacità, nemmeno nel caso di sezioni estremamente sottili.

L'obiettivo dell'oculare quindi non raccoglie la luce che passa attraverso il campione, ma bensì quella riflessa dal campione.



Fig. 3.9 – Rappresentazione schematica di un microscopio metallografico

La figura 3.9 schematizza il funzionamento di un microscopio metallografico. Il campione, m, è colpito da una luce generatasi dalla sorgente luminosa in A e riflessa, dopo aver attraversato un sistema di lenti, dal prisma B. La luce, totalmente riflessa da B, attraversa l'obiettivo C, colpisce il campione e viene nuovamente riflessa attraverso l'obiettivo C. Dopo essere passata da C essa viene totalmente riflessa dal prisma D e mandata all'oculare E attraverso il quale si fa l'osservazione.

Sono stati ricavati i campioni dai 12 nastri laminati.

Per ognuna di esse si è preso un campione della sezione trasversale della lamina e una piattina che ne mostrasse la superficie superiore. La modalità di prelievo dei campioni è illustrata in figura 3.10.



Fig. 3.10 – Modalità di prelievo dei campioni per analisi metallografiche. Evidenziata in nero la superficie osservata al microscopio.

Si è preferito inglobare tali campioni nella resina poiché la loro ridotta dimensione avrebbe comportato grandi difficoltà nel maneggiarli tal quali durante la successiva fase di spianatura e lucidatura.

L'inglobamento è stato realizzato mediante un apposita macchina, presente nel laboratorio di metallurgia del Politecnico, che sfrutta l'effetto di temperatura e pressione per far reticolare una resina in granuli attorno al campione metallico.

In una camera viene appoggiato il campione da inglobare, con la faccia da sottoporre ad analisi rivolta verso il basso. Sopra il campione viene posto un quantitativo sufficiente di resina, tale da ricoprire il campione totalmente. La camera viene poi chiusa ermeticamente e l'effetto di pressione e temperatura (170°C) fa solidificare la resina rendendo il contenuto della camera un pezzo unico.

L'intera operazione dura intorno ai 20 minuti per campione.



Fig. 3.11 – Esempio di campione metallico inglobato nella resina

Poiché l'osservazione avviene per riflessione della luce sul campione, è di fondamentale importanza che la superficie di quest'ultimo sia quanto più liscia e perpendicolare possibile alla luce incidente.

Prima di osservare un campione al microscopio metallografico quindi è necessario eseguire una serie di operazioni di lucidatura e pulitura.



Fig. 3.12 – Effetto di una superficie irregolare sul risultato visivo osservabile a microscopio

Ciascuno dei 12 campioni inglobati è stato passato sulla macchina spianatrice, costituita da un foglio di carta abrasiva della grana scelta appoggiato su di un disco rotante.

Si è partiti dalla carta di granulometria più grossolana (120) e con una serie di passaggi successivi si è passati a fogli a grana via via più fine.

La successione delle carte abrasive usate è: 120, 180, 320, 600, 800, 1200, 2500.

Il cambio da una carta a quella di numero superiore si effettua quando sul campione non sono più visibili le righe del passaggio precedente. Per facilitare l'operazione si è soliti ruotare di 90° il campione ogni volta che si cambia la carta abrasiva.

Finita la pulitura su carta smeriglio il campione ha una superficie di qualità tale da poter essere lucidata.

Ciascun campione è stato lucidato per mezzo di panni posti anch'essi su dischi rotanti, come mostrato in figura 3.13.

Su ciascun panno è depositata una pasta diamantata, che costituisce l'abrasivo, a granulometria sempre più fine. I panni presenti nel laboratorio del Politecnico di Milano hanno 3 granulometrie differenti:  $6\mu m$ ,  $3\mu m$  e  $1\mu m$ .

Come nel caso della spianatura, il campione viene tenuto manualmente a contatto con il panno e girato ad intervalli regolari per evitare la formazione di microscopiche scalfitture lungo il senso di rotazione.

Nel passaggio tra carte abrasive e panno e tra due panni si deve porre particolare cautela al lavaggio del campione.

Bisogna infatti evitare che particelle di granulometria maggiore vadano ad intaccare i panni con abrasivo più fine.

Dopo l'ultima carta abrasiva e nel passaggio da panno a panno si deve quindi lavare il campione in una lavatrice ad ultrasuoni prima di passare al panno successivo.



Fig. 3.13 – La spianatura, a sinistra, e la lucidatura ai panni, a destra.

Si insiste con l'operazione di lucidatura fino a che il campione appare perfettamente lucido. Tale campione, se osservato al microscopio, appare come una superficie lucida, sulla quale si possono vedere solo eventuali cricche, inclusioni non metalliche o composti naturalmente colorati.

Per poter osservare gli altri costituenti è necessario effettuare un attacco chimico.

Si immerge quindi il campione nel reattivo selezionato per il tempo necessario.

Nel nostro caso come reattivo è stato utilizzato il Nital 2%, particolarmente adatto per acciai debolmente legati e composto dal 2% di acido nitrico (HNO<sub>3</sub>) e dal restante 98% di etanolo. I campioni sono stati portati sotto la cappa di aspirazione ed immersi nel reattivo precedentemente preparato e posto un contenitore adatto allo scopo.

Il tempo di immersione del campione nel reattivo è di circa 20 secondi.

Dopo l'attacco il provino va accuratamente lavato sotto acqua corrente per eliminare ogni traccia di reattivo, che altrimenti danneggerebbe la superficie.

Dopo il lavaggio in acqua si spruzza sul campione dell'alcol denaturato e si asciuga la superficie con aria calda per evitare la formazione di aloni.

Il campione è ora pronto per essere osservato al microscopio ottico metallografico.

Il microscopio ottico presente nel laboratorio del Dipartimento di Meccanica consente, grazie ad una telecamera posta sopra l'oculare, di visualizzare l'immagine micrografica direttamente sul monitor di un computer.

In questo modo risulta semplice acquisire e memorizzare le micrografie.

Di ogni campione si sono osservate e memorizzate micrografie a 100x, 200x e 500x.

Per i campioni delle sezioni trasversali, le micrografie a 200x e 500x si sono ulteriormente divise tra superficie e cuore del campione.

Le micrografie più significative sono illustrate nel capitolo 4.

Attraverso le micrografie è stato possibile misurare la dimensione media dei grani nei vari campioni

Per fare ciò si è seguita la "general intercept procedure" per la determinazione della dimensione del grano contenuta nella norma ASTM E112.

Tale norma stabilisce di contare il numero di grani intercettati da una retta di 32 mm tracciata su una micrografia a 100x. Tale valore si utilizza come media per calcolare il numero di grani per millimetro. Il numero di grani per millimetro è a sua volta utilizzato per determinare, tramite una tabella di conversione presente nella norma, il valore G, parametro che indica la dimensione del grano e il diametro medio dei grani.

### 3.5- TEST DI MICRODUREZZA VICKERS

I test di microdurezza sono riconosciuti come un valido strumento per il controllo di numerose operazioni di produzione e per scopi di ricerca.

Con tali metodi è possibile infatti la misurazione della durezza: di pezzi anche molto piccoli o di lamine e fili molto sottili, tali da non essere misurabili con i comuni test di durezza; di microcostituenti individuali; vicino alle estremità dei pezzi così da indagare le conseguenze di condizioni superficiali indesiderate quali decarburazione o bruciature.

In questa analisi abbiamo utilizzato il test di microdurezza Vickers.

Tra i vantaggi che offre il metodo Vickers ci sono la precisione della misura, la piccolezza dell'impronta (che permette di saggiare pezzi finiti senza alcun danno), la possibilità di effettuare la misura anche sui metalli più duri (essendo il penetratore di diamante), la possibilità di eseguire il test anche su pezzi di piccolo spessore e di piccole dimensioni. Tra gli inconvenienti ricordiamo invece la necessità di avere superfici dei campioni con finiture molto accurate affinché il penetratore sia perpendicolare alla superficie e l'impronta non risulti deformata invalidando il test. E' quindi consigliabile una lucidatura del campione prima di eseguire il test.

Le misure di durezza sono state eseguite con un microdurometro FM700 in dotazione al laboratorio analisi materiali del Politecnico di Milano.



Fig. 3.14 – Microdurometro FM700

I provini per l'esecuzione del test sono gli stessi usati per le micrografie. Poiché per la prova è richiesta una buona finitura superficiale, essi sono stati accuratamente lucidati prima di effettuare il test.

Il valore di microdurezza Vickers (HV) è determinato facendo penetrare nel pezzo un penetratore di diamante con punta a piramide retta a base quadrata, soggetto ad un carico P, e misurando l'area dell'impronta ottenuta.



Fig. 3.15 – Foto di un penetratore Vickers, a sinistra; schema di funzionamento della prova e relativa impronta, a destra

Il calcolo delle dimensioni dell'impronta è fatto per mezzo di un microscopio ottico. Si misurano le dimensioni delle due diagonali dell'impronta mediante l'allineamento di due linee parallele la cui distanza dovrà corrispondere alla larghezza delle diagonali, il sistema fa una media tra le due misure e calcola automaticamente il valore HV.

Tale valore è calcolabile direttamente con la formula:

HV = P / S = 
$$0.102 \text{ P} / (d^2 / (2 \text{ sen} (\alpha/2))) = 0.1891 \text{ P/d}^2$$

dove:

P = carico applicato al penetratore (da fissare in base alla durezza del pezzo)

S = area dell'impronta ottenuta

 $\alpha$  = angolo compreso tra le due facce della piramide del penetratore (136°)

d = lunghezza media delle due diagonali dell'impronta

Prima di ogni misurazione occorre prendere lo zero di riferimento sovrapponendo le due linee parallele che serviranno per la misura delle diagonali e premendo il tasto reset. Successivamente è possibile scegliere il punto del campione ove misurare la durezza ed eseguire la prova.

Il carico utilizzato per le prove è di 100g.

E' stata misurata la durezza lungo la sezione trasversale delle billette laminate.

Tre misurazioni di durezza sono state eseguite al centro di ogni campione (cuore), ulteriori tre misure sono state eseguite nella zona prossima alla superficie (superficie).

Si è poi effettuata la media delle rispettive tre misurazioni per ottenere il valore medio di durezza al centro e al cuore dei 12 campioni.

Occorre tener presente che la maggior parte degli errori nell'esecuzione del test è dovuta a vibrazioni o urti. Va prestata quindi la massima attenzione.

Se si devono eseguire più prove sullo stesso campione è preferibile che le impronte siano distanti fra loro almeno 3 o 4 volte la lunghezza della diagonale, tale accorgimento permette di evitare che la deformazione plastica dell'impronta vicina ed il conseguente incrudimento del materiale influiscano sulla prova successiva.

## Capitolo 4 ANALISI DEI DATI

### 4.1- MICROGRAFIE

Di seguito sono riportati i risultati ottenuti dall'analisi micrografica effettuata sui campioni in esame.

Sono state osservate le micrografie a 100x, 200x e 500x dei campioni laminati e dei materiali as-received, prima del processo di laminazione.

Si è osservato in particolar modo i campioni della sezione trasversale delle lamine, i quali hanno mostrato una diversa dimensione del grano tra cuore e superficie.

Si sono quindi ulteriormente suddivise le micrografie a 200x e 500x tra superficie e cuore del campione, in modo da mettere in evidenza questo fenomeno.

Nelle pagine successive sono mostrate le micrografie più significative tra quelle raccolte.

Le tre micrografie sottostanti mostrano i materiali as-received, prima del processo di laminazione:



#### Campione di acciaio con NIOBIO - as-received

Fig. 4.1 – Sezione trasversale, 100x

Campione di acciaio con VANADIO - as-received



Fig. 4.2 – Sezione trasversale, 100x

Campione di acciaio con NIOBIO e VANADIO – as-received



Fig. 4.3 – Sezione trasversale, 100x

In tutti i materiali analizzati as-received si nota una struttura a grani omogenei e non vi è alcuna orientazione dei grani. L'omogeneità e adirezionalità dei grani indicano che durante il processo produttivo è avvenuta una ricristallizzazione portando ad una nuova architettura strutturale. I grani sono principalmente ferritici, con qualche traccia di perlite a bordo grano.

Le micrografie successive illustrano la struttura dell'acciaio al niobio formatasi alle diverse temperature di laminazione:



Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a 800°C

Fig. 4.4 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.5 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.6 – Sezione trasversale, 500x superficie



Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a  $840^\circ C$ 

Fig. 4.7 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.8 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.9 – Sezione trasversale, 500x superficie



Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a  $860^{\circ}C$ 

Fig. 4.10 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.11 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.12 – Sezione trasversale, 500x superficie

## Campione di acciaio con NIOBIO – laminazione a $1050^{\circ}C$



Fig. 4.13 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.14 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.15 – Sezione trasversale, 500x superficie

Per quanto riguarda i campioni di acciaio al niobio la dimensione dei grani nel cuore dei campioni risulta pressoché invariata rispetto a quella prima della laminazione, con un lieve ingrossamento nel campione laminato a 800°C ed un lieve affinamento nel campione laminato a 1050°C.

I grani in superficie hanno invece subito un affinamento, maggiore per il campione laminato ad 800°C e via via di minor entità fino al campione laminato a 1050°C.

Probabilmente ciò è dovuto al fatto che nel campione laminato alla temperatura maggiore i grani ottenuti dalla ricristallizzazione hanno avuto più tempo per subire il fenomeno

dell'ingrossamento dei grani dovendo raffreddarsi a partire da una temperatura maggiore. Come si può notare dalle micrografie 100x, benché l'affinamento del grano sia maggiore nel campione laminato a 800°C, lungo la sezione i grani rimangono fini solo per una profondità di un centinaio di micron. Mentre per gli acciai laminati a 840°C e 860°C i grani affinati arrivano ad una profondità anche di 500  $\mu$ m.

Al contrario dei campioni al niobio, per i campioni al vanadio l'affinamento del grano si ha sia in superficie sia nel cuore dei pezzi.

La differenza tra le dimensioni del grano tra superficie e cuore è tuttavia minore che per l'acciaio al niobio.

Le micrografie successive illustrano a seconda della temperatura di laminazione la struttura venutasi a creare nell'acciaio al vanadio:



#### Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a 800°C

Fig. 4.16 – Sezione trasversale, 100x





Fig. 4.17 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.18 – Sezione trasversale, 500x superficie

## Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a 840°C



Fig. 4.19 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.20 – Sezione trasversale, 500x cuore



Fig. 4.21 – Sezione trasversale, 500x superficie

## Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a $860^\circ C$



Fig. 4.22 – Sezione trasversale, 100x





Fig. 4.23 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.24 – Sezione trasversale, 500x superficie

## Campione di acciaio con VANADIO – laminazione a 1050°C



Fig. 4.25 – Sezione trasversale, 100x





Fig. 4.26 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.27 – Sezione trasversale, 500x superficie

Come si è detto, per i campioni con acciaio al vanadio l'affinamento del grano si ha sia in superficie sia nel cuore dei pezzi.

Si può notare come i grani più fini si ottengano laminando a 840°C, mentre a 1050°C la struttura subisce un minor affinamento del grano, sia in superficie, sia nel cuore.

Nel primo caso la causa va sicuramente ricercata nella formazione di carburi di vanadio che da un lato ritardano la ricristallizzazione e dall'altro bloccano il bordo grano che non potendo migrare non può ingrandire il grano stesso.

Nel secondo caso al contrario il vanadio è ancora in soluzione poiché precipita, sottoforma di carburi, a temperature inferiori e quindi la ricristallizzazione avviene prima e i grani hanno poi il tempo di subire un ingrossamento.

Si può notare, soprattutto nel campione laminato a 860°C, la presenza di macchie scure nelle micrografie. Esse sono dei grani di perlite formatisi durante il raffreddamento.

Da ultimo vengono mostrate le micrografie riguardanti l'acciaio al niobio-vanadio. Da notare come sulla superficie di tali campioni si possa riscontrare il maggior affinamento dei grani. Campione di acciaio con NIOBIO e VANADIO – laminazione a  $800^{\circ}C$ 



Fig. 4.28 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.29 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.30 – Sezione trasversale, 500x superficie

Campione di acciaio con NIOBIO e VANADIO – laminazione a 840°C



Fig. 4.31 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.32 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.33 – Sezione trasversale, 500x superficie

Campione di acciaio con NIOBIO e VANADIO – laminazione a 860°C



Fig. 4.34 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.35 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.36 – Sezione trasversale, 500x superficie

Campione di acciaio con NIOBIO e VANADIO – laminazione a 1050°C



Fig. 4.37 – Sezione trasversale, 100x



Fig. 4.38 – Sezione trasversale, 500x cuore

Fig. 4.39 – Sezione trasversale, 500x superficie

Il maggior affinamento del grano tra tutti i campioni in esame compare sulla superficie dei tre campioni di acciaio al Nb-V laminati alle temperature intercritiche, dove i grani presentano una dimensione media di 4  $\mu$ m.

E' interessante notare come le micrografie di questi tre campioni siano molto simili tra loro, ad indicare che hanno avuto luogo gli stessi fenomeni.

Per quanto riguarda i grani nel cuore dei quattro campioni di acciaio al Nb-V è possibile affermare che la loro dimensione è rimasta pressoché invariata o tendente ad un leggero aumento.

Nel provino laminato a 1050°C l'affinamento del grano in superficie è stato minore che per i tre campioni precedenti.

Attraverso le micrografie è stato possibile misurare la dimensione media dei grani nei vari campioni.

Appare subito chiaro come vi sia una notevole differenza tra il cuore e la superficie dei pezzi laminati, questo perché in superficie il raffreddamento è più rapido e i grani non hanno il tempo di accrescere.

Abbiamo quindi calcolato la dimensione media dei grani separatamente per cuore e superficie dei pezzi.

Di seguito viene riportata la tabella con le dimensioni medie dei grani per ciascun campione:

		cuore		su	perficie	
Tipo di acciaio	Temperatura di laminazione	G ottenuto	diametro medio del grano (μm)	G ottenuto	diametro medio del grano (μm)	
	prima della laminazione	10,0	11,2	10,0	11,2	
	<b>℃ 008</b>	9,5	13,3	13,5	3,3	
con Nb	840 °C	10,0	11,2	12,5	4,7	
	860 ℃	10,0	11,2	12,5	4,7	
	1050 ℃	10,5	9,4	11,5	6,7	
con V	prima della laminazione	10,0	11,2	10,0	11,2	
	<b>3</b> °008	11,0	7,9	12,0	5,6	
	840 °C	11,5	6,7	12,5	4,7	
	860 ℃	10,0	11,2	12,5	4,7	
	1050 ℃	10,5	9,4	11,5	6,7	
	prima della laminazione	11,0	7,9	11,0	7,9	
con Nb-V	300 ℃	10,0	11,2	13,0	4,0	
	840 °C	10,0	11,2	13,0	4,0	
	860 ℃	10,5	9,4	13,0	4,0	
	1050 ℃	10,5	9,4	12,0	5,6	

Tab. 4.1 – Valori del parametro G e dimensione media dei grani per i campioni in esame.

Vedremo ora come le caratteristiche osservate nell'analisi micrografica sono riscontrabili anche nelle prove di trazione e microdurezza.

### 4.2- PROVA DI TRAZIONE

Al fine di caratterizzare la resistenza meccanica delle lamine si è eseguita una prova di trazione per ciascuno dei campioni laminati.

La geometria dei provini e la modalità di esecuzione della prova sono state descritte nel capitolo 3.3.

La figura 4.40 mostra l'andamento delle curve sforzo-deformazione per l'acciaio al niobio in funzione della temperatura di laminazione.

Nella figura 4.41 sono riassunte per ogni campione le caratteristiche resistenziali più importanti: sforzo di snervamento, sforzo di rottura e allungamento %.



Fig. 4.40 – Grafico sforzo-deformazione per l'acciaio HSLA con niobio



Fig. 4.41 – Sforzi di snervamento, sforzi di rottura e allungamenti % per i campioni di acciaio HSLA con niobio

Per l'acciaio HSLA con niobio è osservabile un andamento pressoché costante dei valori di resistenza per le laminazioni a temperature intercritiche (800°C, 840°C, 860°C). I valori di sforzo di snervamento e di rottura sono analoghi e si assestano intorno ai 550MPa. Le migliori caratteristiche resistenziali si raggiungono durante la laminazione a 800°C. Al contrario si ha un crollo di più di 100MPa nei valori di resistenza per il campione laminato a 1050°C.

Questo fatto è riconducibile all'incrudimento che subiscono i campioni laminati alle temperature minori, mentre questo effetto è perso a 1050°C a causa della ricristallizzazione, che provocando un riassestamento strutturale porta ad un addolcimento del materiale. Per quanto riguarda gli allungamenti invece non vi è una chiara relazione tra temperatura di laminazione e tenacità del materiale. Essi vanno da un massimo del 20% per l'acciaio laminato

a 860°C ad un minimo del 15% per l'acciaio laminato a 840°C.

La causa del peggioramento delle caratteristiche resistenziali del materiale laminato a 1050°C è probabilmente la presenza di un grano di dimensioni medie maggiori rispetto a quelle dei campioni laminati a temperature intercritiche.

L'acciaio HSLA con vanadio ha un comportamento differente.

La figura 4.42 mostra l'andamento delle curve sforzo-deformazione per l'acciaio al vanadio in funzione della temperatura di laminazione.

Nella figura 4.43 sono riassunte per ogni campione le caratteristiche resistenziali più importanti.



Fig. 4.42 – Grafico sforzo-deformazione per l'acciaio HSLA con vanadio



Fig. 4.43 – Sforzi di snervamento, sforzi di rottura e allungamenti % per i campioni di acciaio HSLA con vanadio

I valori di resistenza migliori si ottengono se laminiamo a 840°C, dove raggiungiamo valori di sforzo di snervamento di 740MPa.

Anche con una temperatura di laminazione di 860°C le caratteristiche resistenziali restano comunque su valori elevati ( $\sigma_{\text{SNERVAMENTO}} = 700$ MPa).

Per quanto riguarda gli allungamenti i valori sono molto maggiori di quelli riscontrati negli acciai al niobio e niobio-vanadio, raggiungendo anche il 50% nel laminato a 1050°C. Il campione laminato a 840°C, che ha raggiunto i valori di resistenza maggiori è per contro quello che presenta un allungamento minore, sintomo che l'aumento della resistenza è avvenuto a scapito della tenacità.

Al contrario il campione laminato a 860°C, nonostante mostri una notevole resistenza ( $\sigma_{\text{SNERVAMENTO}} = 700$ MPa), presenta anche una allungamento percentuale elevato. Questo può essere ricondotto alla presenza di perlite in quantità maggiore rispetto al campione laminato a 840°C.

Un andamento simile a quanto osservato per l'acciaio HSLA con niobio è osservabile nel caso dell'acciaio contenente niobio e vanadio.

La figura 4.44 mostra l'andamento delle curve sforzo-deformazione per l'acciaio al niobiovanadio a seconda della temperatura di laminazione.

Nella figura 4.45 sono riassunte per ogni campione le caratteristiche resistenziali più importanti.



Fig. 4.44 – Grafico sforzo-deformazione per l'acciaio HSLA con niobio e vanadio



Fig. 4.45 – Sforzi di snervamento, sforzi di rottura e allungamenti % per i campioni di acciaio HSLA con niobio e vanadio

Come nel caso dell'acciaio al niobio i valori di resistenza per le laminazioni a temperature intercritiche (800°C, 840°C, 860°C) sono pressoché costanti. Sia sforzo di snervamento, sia sforzo a rottura sono intorno ai 500-550MPa.

Si ha poi il crollo delle caratteristiche resistenziali per il campione laminato a 1050°C, in cui lo sforzo di snervamento scende fino a 340 MPa, il valore in assoluto minore tra tutti i campioni analizzati.

Quest'ultimo fatto non è direttamente associabile ad un fattore metallografico in quanto il campione non presenta grani particolarmente grossolani.

Esso potrebbe essere invece riconducibile alla perdita di incrudimento causata dalla ricristallizzazione avvenuta a 1050°C che ha portato ad un riassestamento strutturale e di conseguenza ad un addolcimento del materiale.

Per quanto riguarda gli allungamenti, anche in questo caso, non vi è una relazione lineare tra temperatura di laminazione e tenacità del materiale. La tenacità migliore si ottiene con le laminazioni a 840-860°C.

Gli allungamenti riscontrati per questo acciaio sono comunque migliori di quelli ottenuti con l'acciaio al solo niobio.

Di seguito riportiamo un riassunto dei risultati ottenuti.

La tabella 4.2 mostra le caratteristiche resistenziali più importanti (sforzo di snervamento, sforzo di rottura e allungamento %) rilevate per ciascuna tipologia di acciaio studiata, in funzione della temperatura di laminazione:

Tipo di acciaio	Temperatura di laminazione	σ <sub>snervamento</sub> (MPa)	σ <sub>rottura</sub> (MPa)	Allungamento (%)
	<b>℃</b> 008	564,1	556,7	18,4%
aan Nib	840 <i>°</i> C	557,9	550,8	15,6%
CONIND	3°068	545,3	539,7	20,7%
	1050 <i>°</i> C	427	468,7	16,0%
con V	<b>℃</b> 008	492,1	518,3	32,8%
	840 <i>°</i> C	740	778,1	17,3%
	3°068	692,3	712,5	44,9%
	1050 ℃	514	644,4	50,0%
con Nb-V	℃ 008	551	557,2	18,7%
	840 <i>°</i> C	506	527,4	28,0%
	860 °C	530,8	554,9	26,4%
	1050 <i>°</i> C	340	396,4	23,4%

Tab. 4.2 – Risultati delle prove di trazione

#### 4.3- MICRODUREZZE

La modalità di esecuzione della prova di microdurezza è stata descritta nel capitolo 3.5. La figura 4.46 illustra l'andamento della microdurezza, al centro e sulla superficie del campione, per l'acciaio al niobio in funzione della temperatura di laminazione.



#### MICRODUREZZA HV acciaio HSLA con NIOBIO

T di laminazione



Dal grafico si può vedere come la microdurezza dei campioni di acciaio al niobio sia direttamente correlabile ai risultati delle prove di trazione.

Nei campioni la microdurezza nel cuore e in superficie decresce all'aumentare della temperatura di laminazione, così come avviene per le proprietà di resistenza alla trazione. E' possibile quindi affermare che si ha un aumento delle proprietà meccaniche al decrescere della temperatura di laminazione.

La microdurezza nel cuore dei campioni è sempre inferire rispetto a quella in superficie, la differenza è comunque molto limitata e rientra nei valori di deviazione standard, quindi si può ritenere costante tra superficie e cuore. La microdurezza infatti dipende dalla composizione chimica e dalla storia termomeccanica del pezzo e non è influenzata dalla dimensione del grano.

Anche nel caso dei campioni con acciaio al vanadio, la microdurezza è correlabile alla resistenza alla trazione dimostrata dai campioni.

La figura 4.47 illustra l'andamento della microdurezza dei campioni in acciaio al vanadio, al centro e sulla superficie, in funzione della temperatura di laminazione.



#### MICRODUREZZA HV acciaio HSLA con VANADIO



Nei campioni di acciaio al vanadio, la microdurezza, come i valori di resistenza alla trazione visti nel capitolo precedente, raggiunge il picco massimo con la laminazione a 840°C. Tale valore è il più alto di tutti i campioni analizzati.

Un valore di microdurezza così elevato è sicuramente in relazione con la perdita di tenacità del campione durante la prova di trazione.

Il valore della microdurezza dei campioni laminati a 800°C e 1050°C invece è simile a quello misurato sul pezzo as-received.

Nel pezzo laminato a caldo la microdurezza è addirittura più bassa, probabilmente perché è avvenuta una ricristallizzazione dopo la laminazione che ha portato ad un addolcimento del materiale. Il campione laminato a 1050°C è infatti quello che, nella prova di trazione, mostra l'allungamento percentuale più elevato (50%).

La figura 4.48 mostra infine l'andamento della microdurezza nel centro e alle estremità della sezione per i campioni di acciaio al niobio-vanadio a seconda della temperatura di laminazione.



#### MICRODUREZZA HV acciaio HSLA con NIOBIO e VANADIO

#### T di laminazione

#### Fig. 4.48 – Microdurezze al cuore e in superficie dei campioni di acciaio HSLA con niobio e vanadio

Dal grafico è subito evidente come l'aumento della durezza nei campioni laminati non sia elevato, raggiungendo al massimo un incremento di 15HV sulla superficie del pezzo laminato a 860°C.

La durezza nel centro dei campioni è uguale o leggermente più bassa di quella del campione as-received.

E' quindi possibile affermare che per l'acciaio al niobio-vanadio la laminazione non abbia portato ad un aumento significativo della durezza rispetto alla condizione pre-laminazione.

Di seguito viene riportata una tabella riassuntiva con i risultati ottenuti divisi per le tre tipologie di acciaio studiate e per la temperatura di laminazione:

Tipo di acciaio	Temperatura di laminazione	HV superficie	HV cuore
	prima della laminazione	131,3	129,3
	<b>3</b> °008	162,4	157,7
con Nb	840 °C	156,8	149,2
	860 °C	143,2	137,1
	1050 <i>°</i> C	137,2	135,0
	prima della laminazione	146,8	135,1
con V	<b>3</b> ° 008	164,2	142,5
	840 °C	197,0	206,6
	860 ℃	183,2	168,5
	1050 <i>°</i> C	140,3	132,6
	prima della laminazione	156,3	153,6
	<b>3</b> ° 008	168,9	147,1
con Nb-V	840 °C	166,3	152,2
	860 ℃	171,0	153,5
	1050 <i>°</i> C	152,9	144,7

Tab. 4.3 – Microdurezze al cuore e in superficie dei campioni analizzati

# Capitolo 7 CONCLUSIONI

L'obiettivo di questo lavoro di tesi è la caratterizzazione di tre tipi di acciai microlegati laminati a semicaldo, in funzione della temperatura di laminazione e dell'elemento microalligante presente (niobio, vanadio o niobio e vanadio insieme). I tre acciai microlegati, forniti sottoforma di nastri, sono stati laminati a quattro diverse temperature (800°C, 840°C, 860°C e 1050°C) e successivamente caratterizzati mediante prove di trazione, test di microdurezza e analisi metallografiche.

Si sono confrontati tra loro i risultati ottenuti per investigare l'effetto degli elementi microalliganti sulla struttura finale e sulle proprietà dei laminati. Si sono successivamente confrontati per ciascun acciaio i risultati ottenuti alle quattro temperature di laminazione.

L'analisi ha mostrato un comportamento analogo degli acciai al niobio e al niobio-vanadio sia in termini di valori resistenziali che di microdurezza:

- per entrambi lo sforzo di snervamento e di rottura ottenuto laminando alle temperature più basse (800°C, 840°C e 860°C) è di circa 500-550 MPa.
   In entrambi vi è un crollo delle caratteristiche resistenziali laminando alla temperatura di 1050°C. L'acciaio al Nb-V presenta la diminuzione più rilevante, arrivando ad avere σ<sub>SNERVAMENTO</sub> = 340 MPa.
   Per contro l'allungamento % e quindi la tenacità hanno valori migliori nell'acciaio al Nb-V.
- i valori di microdurezza sono più alti nell'acciaio al Nb-V, ma a fronte di un valore di partenza, del pezzo as-received, più elevato rispetto all'acciaio al Nb. Se consideriamo l'aumento di microdurezza ottenuto con la laminazione è infatti l'acciaio al niobio a presentare un aumento maggiore ( $\Delta_{MASSIMO} = 30$ HV), mentre per l'acciaio al Nb-V si ha un aumento di microdurezza trascurabile.

Concludendo possiamo affermare quindi che all'aumentare della temperatura di laminazione si assiste ad un decremento delle proprietà meccaniche dei pezzi.

Laminando questi due tipi di acciaio a 1050°C si ha un crollo dello sforzo di snervamento di almeno 100MPa rispetto agli altri campioni studiati.

Laminando acciai al niobio o al niobio-vanadio a temperature più basse (800°C, 840°C e 860°C) è invece possibile ottenere un discreto valore dello sforzo di snervamento (500 MPa), ma occorre prestare attenzione alle possibili perdite di tenacità.

La microdurezza è influenzata in modo marginale dalla temperatura di laminazione e il suo valore non varia se non in modo trascurabile.

I campioni in acciaio al vanadio hanno mostrato invece un comportamento singolare e ben diverso dai due acciai sopraccitati:

 per quanto riguarda le prove di trazione, i valori di resistenza migliori si ottengono nel laminato a 840°C, dove raggiungiamo valori di sforzo di snervamento di 740MPa. Tale valore è però accompagnato da una tenacità che è la più bassa tra i laminati al vanadio.

Al contrario il laminato a 860°C, pur presentando caratteristiche resistenziali elevate ( $\sigma_{\text{SNERVAMENTO}} = 700$ MPa).dimostra di aver mantenuto anche un buon valore di tenacità, l'allungamento % è infatti il più elevato dopo quello ottenuto laminando a 1050°C. Questo può essere ricondotto alla presenza di perlite in quantità maggiore rispetto al campione laminato a 840°C.

I valori di resistenza per i laminati a 800°C e 1050°C sono invece simili a quelli ottenuti alle temperature intercritiche per gli acciai al Nb e al Nb-V e quindi di 200MPa inferiori.

il valore della durezza è concorde con i valori di resistenza alla trazione.
 La microdurezza raggiunge il picco massimo con la laminazione a 840°C (circa 200HV, il valore più alto di tutti i campioni analizzati) mentre nel pezzo laminato a caldo la durezza è più bassa di quella precedente la laminazione.

Il comportamento di questo acciaio è, come si è detto, singolare.

I valori che ci si sarebbe aspettati sono analoghi a quanto visto per gli acciai al Nb o al Nb-V, mentre abbiamo un picco di microdurezza e resistenza a 840°C.

Probabilmente è avvenuto un fenomeno di precipitazione di carburi o carbonitruri di vanadio (che non è avvenuto invece nell'acciaio al Nb-V) che ha portato ad un ulteriore indurimento.

Per quanto riguarda infine la micrografia si può in generale affermare in tutti gli acciai si assiste ad un affinamento del grano in superficie.

Tale affinamento è maggiore laminando a temperature basse, mentre a 1050°C la dimensione media dei grani è di poco superiore a quella dei grani nel cuore del campione.

Le dimensioni minori dei grani si hanno sulla superficie dei campioni con acciaio al niobiovanadio laminati alle temperature intercritiche (800°C, 840°C, 860°C), dove i grani hanno un diametro medio di soli 4  $\mu$ m.

Le dimensioni dei grani nel cuore dei campioni invece restano pressoché invariate rispetto a pezzi as-received.

La micrografia dei campioni è direttamente correlabile alle proprietà meccaniche misurate. Alle alte temperature infatti il fenomeno della ricristallizzazione può avere luogo e generare una struttura libera di difetti e senza tensioni dovute alla deformazione che quindi è più dolce. Alle basse temperature la ricristallizzazione non ha potuto completarsi e quindi la struttura è più incrudita e di conseguenza più resistente. A basse temperature i grani non risultano però fortemente orientati come nel caso di una laminazione a freddo indice del fatto che una riorganizzazione cristallina è avvenuta.

I microalliganti hanno bloccato ulteriormente la ricristallizzazione di tutti i campioni e attraverso il pinning del bordo grano e hanno impedito l'accrescersi dei grani.

## Bibliografia

- [1] W. Nicodemi, M.Vedani, "La metallurgia nelle tecnologie di produzione", AIM, 2004;
- [2] F. Gabrielli, "Appunti di tecnologia meccanica", Pitagora Editrice Bologna, 2005;
- [3] W. Nicodemi, "Metallurgia, Principi Generali", Zanichelli, 2004;
- [4] W. Nicodemi, "Acciai e leghe non ferrose", Zanichelli, 2004;
- [5] Fonte internet: www.presider.it/archivio6\_quadernotecnico\_0\_15\_21\_2.html;

[6] Fonte internet: www.keytometals.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&LN=IT&NM=347;

[7] Fonte internet: www.gruppofrattura.it;

[8] 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, pag. 402-407;

[9] 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;

[10] 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;

[11] J. Majta, A. Bator, "Mechanical behaviour of hot and warm formed microalloyed steels", Journal of Materials Processing Technology 125-126 (2002), Elsevier, pag. 77-83;

[12] A. Abdollah-Zadeh, B. Eghbali, "Mechanism of ferrite grain refinement during warm deformation of a low carbon Nb-microalloyed steel", Materials science and engineering A 457 (2007), Elsevier, pag. 219-225;

[13] C. Garcia-Mateo, B. Lopez and J.M. Rodriguez-Ibabe, "Influence of vanadium on static recrystallization in warm worked microalloyed steels", Scripta Mater, 42 (2000), Pergamon, pag. 137-143;

[14] C. Garcia-Mateo, B. Lopez and J.M. Rodriguez-Ibabe, "Static recrystallization kinetics in warm worked vanadium microalloyed steels", Materials science and engineering A 303 (2001), Elsevier, pag. 216-225;