POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali



Tesi di Laurea Magistrale

Studio del ciclo di trattamento termico per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean® al fine di ottimizzarne durezza e tenacità

Relatore Prof. Marco ACTIS GRANDE Correlatore Prof. Federico GOBBER Candidato Antonio PENNACCHIO

Sommario

Gli acciai, da sempre di grande interesse per l'industria, sono oggetto di continua ricerca scientifica per meglio comprenderne le potenzialità e le caratteristiche. Obiettivo dell'industria è quello di utilizzare le conoscenze scientifiche al fine di: ottenere vantaggi tecnici ed economici, ottimizzare i processi industriali allo scopo di una produzione efficiente, avere prodotti sempre più performanti.

Tramite la ricerca e lo sviluppo di nuovi materiali, mediante la sempre maggior comprensione dei fenomeni fisici (ad esempio il meccanismo di guasto) si è assistito ad un sorprendente incremento nella durata dei prodotti.

La comprensione e la caratterizzazione dei costituenti microstrutturali dei materiali e la loro evoluzione durante i processi produttivi sono pertanto uno dei motori principali dello sviluppo.

Di assoluta rilevanza è la comprensione del legame tra la microstruttura e le proprietà meccaniche al fine di poter prevedere il comportamento dei materiali in esercizio. Nel caso delle leghe metalliche ed in particolar modo per gli acciai, il trattamento termico risulta essere uno dei processi più critici, essendo la fase produttiva in cui si vanno ad impartire al materiale le proprietà meccaniche che questi avrà in esercizio. Un trattamento termico non ottimizzato, o mal eseguito, può contribuire significativamente al guasto precoce del componente.

Questo lavoro di ricerca si pone come obbiettivo quello di individuare il trattamento termico più idoneo da eseguire per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (acciaio da utensili per lavorazioni a freddo ottenuto da metallurgia delle polveri) prodotto dalla Böhler Edelstahl, al fine di ottimizzarne la durezza e la tenacità. È stata studiata l'influenza delle temperature e dei tempi di trattamento sulla microstruttura e su alcune proprietà meccaniche. Si è inoltre voluta verificare la fattibilità di eseguire trattamenti su lotti misti contenenti sia l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] che l'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2).

Per ultimo si sono fatte considerazioni circa l'impiego dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] in sostituzione dell'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) nella realizzazione di utensili creatori per la rullatura industriale di viti in superleghe a base di nichel (Inconel[®]).

Indice

Elenco delle tabelle V			
\mathbf{El}	enco	delle figure VI	11
1	Gli 1.1 1.2 1.3	Acciai da utensili Definizione di acciaio da utensili Classificazione degli acciai da utensili 1.2.1 Gli acciai da utensili per lavorazioni a freddo 1.2.1 Gli acciai da utensili per lavorazioni a freddo 1.2.1 Gli acciai da utensili per lavorazioni a freddo 1.3.1 Modalità di produzione degli acciai da utensili 1.3.2 Produzione degli acciai da utensili attraverso la metallurgia delle polveri	$ \begin{array}{c} 1 \\ 1 \\ 3 \\ 4 \\ 5 \\ 6 \\ 5 \end{array} $
2	Il tr 2.1 2.2	attamento termico degli acciai da utensili24Trattamenti termici eseguiti in acciaieria242.1.1 Il trattamento termico di normalizzazione242.1.2 Il trattamento termico di ricottura24Trattamenti termici finali sugli utensili semifiniti342.2.1 La tempra342.2.2 Il rinvenimento34	$ \begin{array}{c} 4 \\ 5 \\ 5 \\ 7 \\ 1 \\ 5 \end{array} $
3	Mat 3.1	eriali, metodi e strumenti impiegati 3' Proprietà dell'acciaio BÖHLER K110 [®]	7 8 9 9
	3.2	 Proprietà dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]	5 5 46 7
	3.3	 Metodi sperimentali e strumenti applicati	- 4 5 5

		3.3.4	Modalità di misurazione dell'austenite residua	56
		3.3.5	Produzione dei provini per la prova di resilienza mediante	
			pendolo di Charpy	58
		3.3.6	Strumentazione per l'esecuzione dei cicli di trattamento	
			termico: forno a vuoto TAV	60
		3.3.7	Modalità di identificazione dei provini sottoposti a tratta-	
			mento termico nel forno a vuoto TAV	61
		3.3.8	Forni a muffola impiegati nello studio preliminare per il	
			trattamento termico di doppia austenitizzazione	64
		3.3.9	Modalità di determinazione della composizione chimica	64
		3.3.10	Calorimetria a scansione differenziale (DSC) $\ldots \ldots \ldots$	64
4	Ana	lisi del	l danno sull'utensile per la rullatura delle viti realizzato	
-	in A		2	65
	4 1	Gli ute	– ensili per la rullatura delle viti	66
	4.2	Danno	al filetto dell'utensile e inotesi sulle possibili motivazioni	67
	1.2	Damo		01
5	Rist	ultati s	sperimentali	72
	5.1	Caratt	erizzazione degli acciai	
		BOHL	ER K490 Microclean [®] e	
		BOHL	$ER K110^{\mathbb{R}}$ allo stato di fornitura	72
		5.1.1	Caratterizzazione dell'acciaio	
			BOHLER K490 Microclean [®] allo stato di fornitura \ldots	73
		5.1.2	Caratterizzazione dell'acciaio BÖHLER K110 [®] allo stato di	
			fornitura	79
	5.2	Panora	amica generale dei cicli di trattamento termico attuati sugli	
		acciai	BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER K110 [®]	84
		5.2.1	Schema riassuntivo dei cicli di trattamento termico eseguiti	84
		5.2.2	Valutazione delle velocità di raffreddamento nel corso delle	
			varie tempre eseguite nel forno a vuoto TAV	86
		5.2.3	Studio preliminare per il trattamento termico di doppia	
			austenitizzazione	87
	5.3	Valori	di durezza ottenuti nelle varie fasi di ciascun trattamento	
		termic	o eseguito nel forno a vuoto TAV	91
		5.3.1	Durezza BÖHLER k110 [®] e K490 Microclean [®] nelle varie fasi	
			dei trattamenti termici di singola austenitizzazione condotti	
			nel forno a vuoto TAV	91
		5.3.2	Durezza BÖHLER k110 [®] e K490 Microclean [®] nelle varie fasi	
			dei trattamenti termici di doppia austenitizzazione condotti	
			nel forno a vuoto TAV	92
		5.3.3	Analisi risultatati durezza BÖHLER k110 [®] e K490 Microclean [@]	® 93
	5.4	Misura	azione del tenore di austenite residua nelle varie fasi di ciascun	
		ciclo d	li trattamento termico eseguito nel forno a vuoto TAV	95
		5.4.1	Austenite residua BÖHLER k110 [®] e K490 Microclean [®] a	
			tutta tempra	95
		5.4.2	Austenite residua BÖHLER k110 [®] e K490 Microclean [®]	
			dopo il secondo e terzo rinvenimento	96
		5.4.3	Analisi risultatati del tenore di austenite residua	97
	5.5	Misura	a della resilienza dopo il secondo e il terzo rinvenimento	98
		5.5.1	Resilienza provini SEP 1314 di BÖHLER k110 [®] e BÖHLER	
			K490 Microclean [®] dopo il secondo e terzo rinvenimento	99
			-	

		5.5.2	Analisi dei risultati dei valori di resilienza ottenuta	102
		5.5.3	Superfici di frattura BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖ-	
			HLER K110 [®]	104
	5.6	Analis	i delle microstrutture ottenute dopo i trattamenti termici	
		esegui	ti nel forno a vuoto TAV	106
		5.6.1	Micrografie ottenute al microscopio ottico dell'acciaio BO-	
			HLER K490 Microclean [®] e BOHLER k110 [®]	106
		5.6.2	Dimensione media del grano austenitico rilevata in funzione	
			della temperatura di austenitizzazione	111
		5.6.3	Micrografie ottenute al microscopio elettronico SEM dell'ac-	
			ciaio BOHLER K490 Microclean [®] e BOHLER k110 [®] nei	
			casi di singola austenitizzazione	112
		5.6.4	Caraterizzazione di dei carburi presenti nell'acciaio BÔ-	
			HLER K490 Microclean [®] e BOHLER K110 [®]	114
G	Car			101
0	COL	CIUSIOI	(II Obbiettivi principali del lavere di teci	121
		60.1	Trattamenti termici più idenci per l'accieio	121
		0.0.2	\vec{P}	
			duregge e le tenesità	100
		602	Considerazioni gulla nagoggità por l'accipio DÖHLED K400	122
		0.0.5	Considerazioni suna necessita per l'acciato DOILLER R490 Miero de \mathbb{R} di accertino a mono il terro trattamento termico	
			di vinvonimente	199
		604	Valutazione della possibilità di eseguire il trattamente ter	125
		0.0.4	valutazione della possibilità di eseguire il trattamento ter- mico dell'accisio $\mathbb{R}OHI \mathbb{F}\mathbb{P}$ $K_{110}^{\mathbb{R}}$ (AISI D2) all'interno del	
			mico dell'accialo DOILLER KIIO [•] (AISI D2) all'interno del madagima latta dall'acciaia PÖULER K400 Microalaan [®]	194
		605	$\mathcal{R}^{\mathbb{R}}$	124
		0.0.5	in sostituzione all'accisio $B\ddot{O}HI FR K110^{\mathbb{R}}$ (AISLD2), nella	,
			realizzazione di utonsili per la rullatura industriale di viti	
			in superleghe	196
		606	Spunti por possibili ultoriori studi	$120 \\ 197$
		0.0.0		141
\mathbf{A}	Apr	oendice	2	128
		A.0.1	Resilienza provini SEP 1314 di BÖHLER K110 [®] e BÖHLER	
			K490 Microclean [®] dopo il secondo e terzo rinvenimento	128
		A.0.2	Tabella conversione valori di durezza Rockwell C Vickers in	
			base alla normativa ASTM A370	130
Bi	Bibliografia 131			

Elenco delle tabelle

1.1	Classificazione ASTM degli acciai da utensili [4]	3
1.2	I vantaggi degli acciai da utensili ottenuti attraverso la metallurgia delle polveri [10]	16
		10
3.1	Composizione chimica media percentuale dell'acciaio BÖHLER	
	$K110^{\mathbb{R}}$ indicata dal produttore Böhler Edelstahl [6]	38
3.2	Proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K110 [®] , rilevate a 20°C per	
	il materiale allo stato temprato e rinvenuto [6]	39
3.3	Coefficiente di espansione termica lineare dell'acciaio BÖHLER	
	$K110^{\mathbb{R}}$ in funzione della temperatura [6]	39
3.4	Composizione chimica media percentuale dell'acciaio BÖHLER	
	K490 Microclean [®] indicata dal produttore Böhler Edelstahl [19]	45
3.5	Proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] , rilevate	
	a 20°C per il materiale allo stato temprato e rinvenuto [19]	45
3.6	Coefficiente di espansione termica lineare dell'acciaio BÖHLER	
	K490 Microclean [®] in funzione della temperatura [19]	46
3.7	Correlazione tra marcatura applicata ad un dato provino con il	
	relativo trattamento termico di singola austenitizzazione	61
3.8	Correlazione tra marcatura applicata ad un dato provino con il	
	relativo trattamento termico di doppia austenitizzazione	62
3.9	Correlazione tra marcatura applicata ad un dato provino con il	
	relativo trattamento termico criogenico	63
51	Composizione chimica media dell'acciaio BÖHLEB K490 Microclean® e	esnressa
0.1	in % in peso, rilevata attraverso spettrofotometro ad emissione ottica.	73
5.2	Contenuto medio di carbonio e di zolfo rilevati nell'acciaio BÖHLEB	
0.2	K490 Microclean [®] attraverso LECO CS744. \dots \dots \dots \dots	74
5.3	Durezza Vickers (HV-50) dell'acciaio BÖHLEB K490 Microclean [®]	
0.0	allo stato di fornitura.	74
5.4	Composizione chimica media dell'acciaio BÖHLER K110 [®] , espressa	
	in % in peso, rilevata attraverso spettrofotometro ad emissione ottica.	79
5.5	Contenuto medio di carbonio rilevato nell'acciaio BÖHLER K110 [®]	
	mediante analizzatore LECO CS744.	79
5.6	Durezza Vickers (HV-50) dell'acciaio BÖHLER K110 [®] allo stato	
	di fornitura.	80
5.7	Valori medi di durezza Vickers (Hv-50) rilevati internamente ai	
	provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER k110 [®]	
	a seguito delle varie tempre condotte dalle diverse temperature di	
	austenitizzazione	89

5.8	Valori medi di durezza Vickers (Hv-50) rilevati internamente ai provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER k110 [®] a	
5.9	seguito dell'esecuzione dei due rinvenimenti alle diverse temperature. Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] rilevati nelle varie fasi di trattamento termico di singola	90
5.10	austenitizzazione condotte impiegando il forno a vuoto TAV Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K110 [®] rilevati nelle varie fasi di trattamento termico di singola austenitiz-	91
5.11	zazione condotte impiegando il forno a vuoto TAV Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER K110 [®] rilevati dopo la prima austenitiz-	91
5.12	zazione e il rinvenimento intermedio	92
5.13	rinvenimenti associati	93
5.14	associati	93
5.15	di tempra, eseguito nel forno a vuoto TAV, dalle varie temperature di austenitizzazione	95
5.16	Microclean [®] e BÖHLER K110 [®] a seguito della seconda austenitiz- zazione condotta rispettivamente da 920°C e da 1020°C Tenore di austenite residua rilevata per l'acciaio BÖHLER k490	96
F 17	Microclean [®] a seguito del trattamento termico di tempra da 1100°C e dopo l'esecuzione del trattamento criogenico a -196°C per 16h.	96
5.17	di acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER K110 [®] per i vari trattamenti termici di singola e doppia austenitizzazione eseguiti	
5.18	nel forno a vuoto TAV	102
	forno a vuoto.	111
6.1	Valori esterni di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER K110 [®] rilevati nelle varie fasi di trat- tamento termico di singola austenitizzazione condotte impiegando il forno a vuoto TAV	125
A.1	Conversione valori di durezza Rockwell C - Vickers in base alla normativa ASTM A370 [31]	130

Elenco delle figure

1.1	Schema generale di produzione per l'acciaio da utensili [7]	5
1.2	Schema forno ad arco elettrico (EAF) [3]	6
1.3	Schema del forno siviera. Didascalia: (1) Elettrodi di grafite, (2) Siviera, (3) Porta di scorifica, (4) Coperchio superiore, (5) Sistema	
	addizione ferro-leghe e (6) Carro di trasferimento [3]	8
1.4	Schema impianto di degasaggio sottovuoto (VD). Didascalia: (1)	
	Dispositivo campionamento e rilevazione temperatura, (2) Siviera,	
	(3) Alimentazione a filo ferro-leghe, (4) Contenitore per il vuoto e	
	(5) Sistema di addizione panni di ferro-leghe [3]	9
1.5	Nell'immagine (a) è possibile osservare la modalità di colata dall'al-	
	to, mentre nell'immagine (b) è proposto uno schema della colata in	
	sorgente [3]	10
1.6	Schema impianto di rifusione PESR. Didascalia: (1) Sistema di	
	movimentazione dell'elettrodo, (2) Cella di carico del sistema, (3)	
	Viti a ricircolo di sfere, (4) Camera inferiore, (5) Stampo, (6)	
	Lingotto rifuso, (7) Contatti elettrici e (8) Elettrodo da fondere [8].	12
1.7	Schema riassuntivo delle diverse possibili modalità di produzione	
	dell'acciaio da utensili mediante la metallurgia tradizionale [7]	14
1.8	Evoluzione tecnologica degli impianti industriali di atomizzazione	. –
	a gas [3]	17
1.9	Distribuzione granulometrica delle polveri ottenute attraverso pro-	
	cesso PM tradizionale e quello di terza generazione impiegato	10
1 10	dall'azienda Bonier Edeistani [11]	19
1.10	Il grafico sulla sinistra mostra la dimensione delle inclusioni non-	
	metalliche presenti negli acciai della serie BOHLER MICROCLEAN®,	20
1 1 1	mentre il granco suna destra ne mette in evidenza la vita a latica [12].	20
1.11	[14]	91
1 19	Soziono HID (gulla ginistra) impianto industriale HID (gulla dogtra)	21
1.12	[15]	22
1 1 2	Schema riassuntivo dell'intero ciclo di produzione attraverso la	
1.10	metallurgia delle polveri, adottato dalla Böhler Edelstahl [11]	23
	incontrigit dene porven, adoutato dana Donier Edelstam [11].	20
2.1	Rappresentazione schematica del trattamento di ricottura isotermi-	
	ca per un generico acciaio ipoeutettoidico [17]	27
2.2	Schematizzazione del trattamento di ricottura globulare di "pen-	
	dolamento" con oscillazioni \pm 5°C attorno al punto critico A _{c1}	
	[17]	28
2.3	Rappresentazione schematica del trattamento di ricottura completa	22
	per un generico acciaio ipoeutettoidico [17]	29

2.4	Trasformazione dell'austenite (γ reticolo cristallino C.F.C.) in ferrite (α reticolo cristallino C.C.C.) o in martensite (α ' reticolo cristallino T.C.C.) (immagine di sinistra); Schematizzazione secondo Bain della trasformazione austenite-martensite. Due celle C.F.C. adiacenti (fase γ): all'interno si osserva la cella T.C.C. (fase α ') che si origina al raffreddamento per mancata diffusione del carbonio e movimento coordinato degli atomi di ferro del reticolo (immagine di destra) [17].	32
3.1	Ciclo di trattamento termico consigliato dalla Böhler Edelstah per	
<u>२</u> २	l'acciaio BOHLER K110 [®] [6]	40
0.2	tizzazione a 1080°C per 30'(λ è il parametro che indica la severità del raffreddamento valutato tra 800°C e 500°C), mentre la figura in basso è relativa alla temperatura di austentizzazione di 1020°C; i relativi valori di durezza Vickers sono riportati all'interno dei cerchi che compaiono in basso. Didascalia: K Curva inizio precipitazione dei carburi nel corso del raffreddamento post-austenitizzazione, M Martensite, B Bainite, P Perlite, F Ferrite [6]	41
3.3	Percentuali delle diverse fasi ottenibili in funzione della velocità di	
	raffreddamento (indicata attraverso il parametro λ) per l'acciaio BÖHLER K110 [®] . L'immagine in alto fa riferimento all'acciaio BÖ- HLER K110 [®] austenetizzato a 1080°C per 30', mentre l'immagine in basso è relativa all'austenizzazione a 1020°C per 30'. Didascalia: RA Austenite residua, M Martensite, B Bainite, P Perlite, LK	
	Carburi ledeburitici [6]	43
3.4	Curve di rinvenimento dell'acciaio BÖHLER K110 [®] per due diverse	
	temperature di austenitizzazione, rispettivamente 1030°C (linea	
25	continua) e 1070°C (linea tratteggiata) [6]	44
5.0	l'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] [19]	47
3.6	Curve CCT dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] austenitiz- zato a 1080°C per 30'(λ è il parametro che indica la severità del raffreddamento valutato tra 800°C e 500°C). Didascalia: k2 Curva inizio precipitazione dei carburi nel corso del raffreddamento post- austenitizzazione, M Martensite, B Bainite, P Perlite, F Ferrite e	
	M Martensite [19]. \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots	48
3.7	Percentuali delle diverse fasi ottenibili in funzione della velocità di raffreddamento (indicata attraverso il parametro λ) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] . Didascalia: k1 Carburi non disciolti nel corso dell'austenitizzazione, RA Austenite residua, M	
	Martensite, B Bainite, P Perlite e F Ferrite [19]. \ldots	49
3.8	Curve di rinvenimento (3×2h) dell'acciaio BOHLER K490 Microclean [®]	
	per tre diverse temperature di austenitizzazione: 1030 C, 1050 C e 1080° C [19]	50
39	Resistenza all'abrasione dell'acciaio RÖHLER K490 Microclean [®]	51
3.10	Prova di resilienza dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] eseguita	ΟT
0.10	con provini non intagliati $10 \times 7 \times 55$ mm e trattati termicamente	
	con austenitizzazione a 1080°C e rinvenimento $3 \times 2h$ a 560°C [19].	52
3.11	Comparazione dei costi di lavorazione meccanica finale per l'acciao BÖHLER K490 Microclean [®] , PM23/M4 e AISI D2 (BÖHLER	
	$K110^{\textcircled{B}}$) [19]	53

3.12	Sezione billetta di acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] (sulla destra)	
	e relativo stato superficiale (sulla sinistra)	54
3.13	Vista esterna del diffrattometro a raggi X μ -X360s e provino inglo-	
	bato sul quale si sta eseguendo la misura dell'austenite residua; il	
	diametro dello spot laser è di 2mm	56
3.14	A sinistra viene proposta una rappresentazione tridimensionale del	
	anello di Debye relativo a un campione di acciaio BOHLER K110 [®]	
	temprato da 1080°C, mentre sulla destra viene proposto il grafico	
	associato al medesimo campione in cui è possibile distinguere il picco	
	ferritico a sinistra mentre e sulla destra compare il caratteristico	
	picco associato alla presenza dell'austenite residua.	57
3.15	A sinistra viene proposta una rappresentazione tridimensionale del	
	anello di Debye relativo a un campione di acciaio BÖHLER K110 [®]	
	temprato da 1030°C e rinvenuto 3 volte a 540°C, mentre sulla destra	
	viene proposto il grafico associato al medesimo campione in cui è	
	possibile unicamente il picco ferritico	57
3.16	Provino test impatto Charpy secondo la normativa SEP 1314 [27].	58
3.17	Provino test impatto secondo la normativa ASTM A370-21 [31].	58
3.18	Porzione di billetta di acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] sulla	
	quale è delimitata centralmente la zona di prelievo di una serie di	
	provini per le prove di resilienza	59
3.19	Vista esterna del forno a vuoto e provini caricati con relativa ter-	
	mocoppia per il controllo della temperatura all'interno del provino	
	di riferimento.	60
3.20	La stampigliatura della lettera K identifica che quel provino è di	
	acciaio BOHLER K490 Microclean [®] , nelle immagini in basso è	
	invece proposta la sequenza che identifica le varie fasi di un dato	
	trattamento termico.	63
3.21	Vista esterna del forno a muffola della Nabertherm modello LH	
	60/14 e vista della camera interna ove si può apprezzare la disposi-	
	zione delle resistenze	64
11	Nell'immerine di sinistre è nessibile esservere il processo di filette	
4.1	tura mediante rullatrice a due rulli mentre nell'immagine di destra	
	ne viene proposto uno schema [39]	66
12	Nell'immagine di sinistra è possibile osservare la porzione di rullo	00
1.4	sulla quale à stata condotta l'analisi, mentre nell'immagine di destra	
	viene proposto in dettaglio il danno al creatore delle viti realizzato	
	in acciaio AISI D2 danneggiatosi nel corso della filettatura di viti	
	in Inconel	67
4.3	Immagine acquisita al microscopio ottico che mostra la presenza di	01
1.0	cricca nucleata sul profilo di valle del filetto dell'utensile in AISI D2	68
4.4	Distribuzione sul profilo di valle del filetto dei macro-carburi primari	00
1.1	di AISI D2 disposti in direzione longitudinale rispetto all'asse	
	dell'utensile di rullatura (immagine in alto) ingrandimento di un	
	macro-caburo presente sul profilo della valle della filettatura	69
45	Immagine acquisita al SEM della cresta del filetto dell'utensile per	05
1.0	la rullatura delle viti in acciaio AISI D2	70
4.6	Immagine acquisita al SEM della valle del filetto dell'utensile	.0
2.0	per la rullatura delle viti in acciaio AISI D2 (immagine in alto)	
	ingrandimento della cricca proposta nell'immagine in alto	71

5.1	Nell'immagine di sinistra è riportata una micrografia al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] allo stato di forni-	
	tura mentre nell'immagine di destra ottenuta al SEM si possono	
5.2	osservare dei difetti interni al materiale	75
0	di fornitura: nell'immagine di sinistra è proposta una panoramica	
	sulla distribuzione dei carburi, mentre nell'immagine di destra è	
	possibile osservare la morforlogia dei carburi la cui composizione	
	dello spettro 8 è esposta nel grafico di figura 5.3	76
5.3	Grafico analisi spettro 8 di figura 5.2 mediante sonda EDS dell'ac-	
	ciaio BÖHLER K490 Microclean [®] allo stato di fornitura.	76
5.4	Micrografia SEM con sonda EDS dell'acciaio BÖHLER K490 Microclea	n®
	allo stato di fornitura: nell'immagine di sinistra è proposta una	
	panoramica sul contenuto di solfuri di manganese, mentre nel-	
	l'immagine di destra è osservabile la dimensione di tali solfuri di	
	manganese.	77
5.5	Grafico analisi composizionale dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean®)
	allo stato di fornitura mediante sonda EDS relativo allo spettro 3	
	di figura 5.4	77
5.6	Andamento del flusso di calore [mW/mg] registrato nel corso	
	dell'analisi DSC per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®]	78
5.7	Micrografia al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110 $^{\mathbb{R}}$ allo	
	stato di fornitura; sezione longitudinale	81
5.8	Caratteristica morfologia e distribuzione dei macro carburi pri-	
	mari presenti nella sezione longitudinale (immagine a sinistra) e	
	trasversale (immagine a destra) dell'acciaio BÖHLER K110 [®] , che	
	permangono anche a seguito di una austenitizzazione eseguita a	
	1050°C.	81
5.9	Comparazione dell'andamento del flusso di calore [mW/mg] regi-	
	strato nel corso dell'analisi DSC per l'acciaio BOHLER K110 [®] e	
	BOHLER K490 Microclean [®] .	82
5.10	Curva CCT dell'acciaio BOHLER K490 Microclean [®] a cui sono	
	state sovrapposte le curve di raffreddamento delle varie fasi di	
	tempra adottate sperimentalmente.	86
5.11	Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini	
	di acciaio BOHLER K490 Microclean [®] temprati da 1080°C×30',	
	$1050^{\circ}\text{C} \times 30'$, $1030^{\circ}\text{C} \times 30'$ e rinvenuti due e tre volte rispettivamente	00
F 10	a $560^{\circ}\text{C} \times 2h$ 15', $555^{\circ}\text{C} \times 2h$ 15' e $540^{\circ}\text{C} \times 2h$ 15' nel formo a vuoto.	99
5.12	Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini	
	di acciato BOHLER KI10 ^{\odot} temprati da 1080 C×30, 1050 C×30, 1020 ^{\circ} C×30, 1020 ^{\circC×30, 1020^{\circ}C×30, 1020^{\circC×30, 1020^{<math>\circC×30, 1020<math>\circC×30, 1020$\circC×3$</math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math></math>}}}</sup></sup></sup></sup></sup></sup></sup></sup></sup></sup>	
	15°_{\circ} 555°C x 2h 15' a 540°C x 2h 15' pol forma a mieto	100
5 1 2	Bogistrazione della forza nel corso dell'impatto per i tra provini di ac	100
0.10	cipio \dot{BOH} ER K400 Microcloan [®] tomprati da 1080°C × 30' o ripyo	
	nuti a $530^{\circ}C \times 2h$ 15' ritemprati da $020^{\circ}C \times 15'$ a da $1020^{\circ}C \times 15'$ a rin	
	venuti due e tre volte rispettivamente e $560^{\circ}C \times 2h$ 15' e $510^{\circ}C \times 2h$	
	15'	101
5.14	Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini	101
0.14	di acciajo BÖHLEB K110 [®] temprati da 1080°C×30' e rinvenuti a	
	$530^{\circ}C \times 2h$ 15' ritemprati da $920^{\circ}C \times 15'$ e da $1020^{\circ}C \times 15'$ e rinvenuti	

due e tre volte rispettivamente a 560°C×2h 15' e 510°C×2h 15'.
. 101

	5.15	Comparazione tra la superficie di frattura di un provino non in- tagliato normato SEP 1314 di acciaio BÖHLER K110 [®] (sulla si- nistra) e BÖHLER K490 Microclean [®] (sulla destra) temprati da 1080°C e rinvenuti tre volte a 560°C×2h 15' nel forno a vuoto TAV (trattamento termico n°2 di tabella 3.7)	104
	5.16	Comparazione tra la superficie di frattura ingrandita 2500 volte, di un provino non intagliato normato SEP 1314 di acciaio BÖHLER K110 [®] (sulla sinistra) e BÖHLER K490 Microclean [®] (sulla destra) temprati da 1080°C e rinvenuti tre volte a 560°C×2h 15' nel forno a vuoto TAV (trattamento termico n°2 di tabella 3.7)	104
	5.17	Superficie di frattura di un provino non intagliato normato SEP 1314 di acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] temprato da 1030°C e rinvenuto tre volte a 540°C×2h 15' (trattamento termico n°3 di tabella 3.7); a sinistra la microstruttura a 2500 ingrandimenti, mentre a destra è possibile visionare la zona di nucleazione della frattura	105
ļ	5.18	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490 [®] temprato nel forno a vuoto da 1100°C dopo un periodo di	100
ŗ	5.19	incubazione di 2h 10' (trattamento termico 7T di tabella 3.9) Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLEB Microclean	106
		K490 [®] temprato nel forno a vuoto da 1080°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 1T di tabella 3.7)	106
ļ	5.20	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490 [®] temprato nel forno a vuoto da 1050°C dopo un periodo di	107
ļ	5.21	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490 [®] temprato nel forno a vuoto da 1030°C dopo un periodo di in sub agiana di 20' (trattamento tempina 277 di tabella 2.7)	107
ļ	5.22	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490 [®] temprato nel forno a vuoto da 1020°C dopo un periodo di	107
,	5.23	incubazione di 15' (trattamento termico T14T di tabella 3.8) Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean	108
		K490 [®] temprato nel forno a vuoto da 920°C dopo un periodo di incubazione di 15' (trattamento termico T12T di tabella 3.8)	108
,	5.24	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110 [®] tem- prato nel forno a vuoto da 1080°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 1T di tabella 37)	100
ļ	5.25	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110 [®] tem- prato nel forno a vuoto da 1050°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 5T di tabella 3.7).	109
ļ	5.26	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110 [®] tem- prato nel forno a vuoto da 1030°C dopo un periodo di incubazione	110
ļ	5.27	Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110 [®] tem- prato nel forno a vuoto da 1020°C dopo un periodo di incubazione	110
ļ	5.28	di 15 [°] (trattamento termico T14T di tabella 3.8)	110
		di 15' (trattamento termico T12T di tabella 3.8)	111

5.29	Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] (a destra) e BÖHLER K110 [®] (colonna a sinistra) per tempre attuate da: 1080°C 1050°C e 1030°C (dall'alto verso il basso trattamenti	colonna
5.30	termici 1T, 5T e 3T di tabella 3.7)	112 immagini
5.31	920°C (in basso, trattamento di T12T di tabella 3.8) Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K110 [®] temprato nel forno a vuoto da 1030°C (trattamento termico 3T di tabella 3.7).	113
5.32	Grafici analisi spettro 34 e 42 di figura 5.31 mediante sonda EDS dell'acciaio BÖHLER K110 [®] .	114
5.33	Micrografia SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] temprato nel forno a vuoto da 1030°C (trattamento termico T14T di tabella	
5.34	3.8)	115
5.35	ciaio BÖHLER K490 Microclean [®]	115
5 36	a vuoto da 1020°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8) Grafici analisi spettro e di figura 5.35 mediante sonda EDS dell'ac-	116
5.37	ciaio BÖHLER K110 [®]	116
0.01	nel forno a vuoto da 1020°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8)	117
5.38	Grafici analisi spettro e di figura 5.37 mediante sonda EDS dell'ac- ciaio BÖHLEB K490 Microclean [®]	117
5.39	Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] temprate de 1020°C (trattamente termice T14T di tabelle 3.8	110
5.40	Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K110 [®] temprato da 1020°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8	190
A.1	Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini di	120
	acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER K110 [®] temprati da 1030°C×30' e rinvenuti quattro volte a 540°C×2h 15'	128
A.2	Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] e BÖHLER K110 [®] temprati de 1080°C×20' e riproputi e 520°C×20 15' ritemprati de 1020°C×15'	
Λ 2	e rinvenuti due volte a 520° C×2h 15'	129
п.э	acciaio BÖHLER K490 Microclean [®] temprati da 1100°C×30', sot- toposti a un trattamento griegonico a 106°C per 16h prime di	
	eseguire il successivo triplo rinvenimento a $580^{\circ}C \times 2h 55'$	129

Capitolo 1

Gli acciai da utensili

1.1 Definizione di acciaio da utensili

Gli acciai da utensili non sono fondamentalmente diversi da altri tipi di acciai ovvero sono leghe di ferro e carbonio.

Ciò che li rende unici è che in essi vine utilizzata un'ampia gamma di elementi di lega, necessaria per fornire all'acciaio le caratteristiche ottimali in termini di durezza, resistenza a trazione, tenacità e resistenza all'usura [1].

Non è possibile tuttavia, reperire in letteratura una definizione completa attribuibile agli acciai da utensili, poiché ad essi non corrisponde una specifica composizione chimica o un insieme specifico di proprietà o applicazioni.

Una delle definizioni più complete per descrivere gli acciai da utensili è reperibile all'interno del testo " Tool Steel " di G.Roberts [1] in cui si definiscono tali acciai come:

"Acciai al carbonio, legati o ad alta velocità, in grado di essere temprati. Usualmente la loro produzione inizia con la fusione in forni elettrici e successiva colata in lingottiera a cui fanno seguito specifiche procedure, al fine di soddisfare requisiti speciali.

Possono essere utilizzati per realizzare strumenti manuali o in attrezzature meccaniche per taglio, sagomatura, formatura e tranciatura di materiali, operazioni eseguibili a temperature normali o elevate.

Gli acciai da utensili sono inoltre utilizzati in un'ampia varietà di altre applicazioni in cui sono richieste un'elevata resistenza all'usura, unitamente a buoni valori di tenacità". All'interno di tale definizione è possibile individuare tre peculiarità degli acciai da utensili:

- 1. La prima è relativa alla possibilità degli acciai da utensili di possedere un'ampia gamma di composizioni chimiche, a partire da percentuali in peso molto basse, fino a composizioni con quantità estremamente elevate di elementi in lega [2]. Una caratteristica comune a tutte le tipologie di acciai da utensili è quella di variare significativamente le proprietà meccaniche a seguito del trattamento termico.
- 2. La seconda peculiarità degli acciai da utensili è relativa alle metodologie di produzione degli stessi. Il volume produttivo degli acciai da utensili rappresenta circa lo 0,1% di quello globale dell'acciaio, che corrisponde quindi a circa due milioni di tonnellate all'anno di acciaio da utensili [3]. Il basso volume produttivo globale, rende possibile l'adozione di metodologie di produzione che sono differenti da quelle che caratterizzano gli altri acciai. Inoltre, le proprietà superiori richieste agli acciai da utensili rendono necessario effettuare un controllo accurato dell'intero processo produttivo e, nella maggior parte dei casi, l'aggiunta di specifiche operazioni di produzione, che non sono comuni in altri acciai.
- 3. L'ultima peculiarità che si ritrova all'interno della definizione degli acciai da utensili riguarda il loro campo di applicazione. Essi vengono comunemente impiegati per sagomare, formare o tagliare leghe ferrose, altre leghe metalliche e altri materiali non metallici, a temperatura ambiente o ad alte temperature (normalmente fino a 1200°C) [3].

Il campo di applicazione degli acciai da utensili risulta quindi essere molto ampio, come diretta conseguenza della proprietà degli stessi di variare sensibilmente le loro caratteristiche in funzione della composizione chimica, delle metodologie di produzione, delle condizioni di trattamento termico, oltre che alla progettazione meccanica dell'utensile.

1.2 Classificazione degli acciai da utensili

Esistono molte designazioni differenti per gli acciai da utensili, in funzione dei diversi standard applicati nei vari paesi (ad es. Stati Uniti, Cina, Europa/Germania, Giappone) e anche denominazioni commerciali basate su composizioni proprietarie (come nel caso degli acciai BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] prodotti dalla Böhler Edelstahl), o semplicemente differenti nominativi per scopi di marketing.

Uno dei principali metodi di classificazione degli acciai da utensili è quello definito dalla l'ASTM (American Society for Testing and Materials) [4], dove ogni tipologia di acciaio viene identificata da una lettera seguita da un numero (la designiazione ASTM riprende il precedente sistema di classificazione proposto dall'American Iron and Steel Institute AISI).

Ciascuna lettera fa riferimento a una specifica caratteristica dell'acciaio da utensili.

Nella tabella 1.1 sottostante sono riportate le designazioni corrispondenti a ciascuna lettera della classificazione secondo ASTM.

ASTM Classification of Tool Steels

Classification ASTM	Symbol
Water-hardening tool steels	W
Shock-resisting tool steels	S
Oil-hardening cold work tool steels	0
Air-hardening, medium-alloy cold work tool steels	А
High-carbon, high-chromium cold work tool steels for Dies	D
Plastic mold steels	Р
Hot work tool steels, chromium, tungsten	Η
Tungsten high-speed tool steels	Т
Molybdenum high-speed tool steels	Μ

 Tabella 1.1: Classificazione ASTM degli acciai da utensili [4].

Dalla consultazione della tabella 1.1 si può constatare come gli acciai da utensili sono organizzati in base alla loro composizione in lega (lettere T e M), alla modalità di trattamento termico (lettere O, A e W), alle proprietà meccaniche (lettera S) o per area di applicazione (lettere H, P e D).

Il numero, solitamente in ordine sequenziale, denota l'evoluzione di un dato acciaio (anche in termini di variazione della composizione chimica).

In aggiunta alla classificazione ASTM, nella fase iniziale del loro sviluppo, gli acciai da utensili sono stati identificati anche attraverso le designazioni numeriche nel sistema di numerazione unificato per metalli e leghe UNS (Unified Numbering System), istituito nel 1975 da ASTM e dalla SAE (Society of Automotive Engineers).Tuttavia, questo sistema è stato fuso nel sistema AISI (attuale ASTM) dove l'ultima, o la penultima cifra della designazione AISI hanno origine dal precedente codice UNS [5].

Ad esempio nel caso dell'acciaio AISI D2, la designazione UNS risulta essere T30402.

Un'altra importante classificazione standard degli acciai da utensili è quella basata sulla normativa BS EN ISO 4957:2018 [2].

Questa classificazione prevede una designazione basata sulla composizione chimica e anche un codice numerico per ogni grado.

L'AISI D2 viene identificato in accordo alla normativa BS EN ISO 4957:2018 in X153CrMoV12 (o alternativamente dallo standard DIN/EN in X155CrMoV12-1) o attraverso il codice numerico 1.2379 [2].

La denominazione commerciale dell'acciaio AISI D2 prodotto dalla Böhler Edelstahl è BÖHLER K110[®] [6].

1.2.1 Gli acciai da utensili per lavorazioni a freddo

Gli acciai da utensili per lavorazioni a freddo vengono impiegati per realizzare utensili che vengono utilizzati in applicazioni industriali, dove la temperatura è inferiore a 200°C.

Le proprietà meccaniche caratteristiche degli acciai da utensili per lavorazioni a freddo sono l'elevata durezza, l'elevata resistenza all'usura unitamente ad una buona tenacità e resistenza alla compressione [1].

Il contenuto di carbonio varia tipicamente da 0,5% a 2% in peso.

I principali elementi di lega degli acciai da utensili sono elementi formatori di carburi come Cr, Mo, V e W, il cui tenore varia dall'1% al 13% in peso.

Gli acciai da utensili per lavorazioni a freddo convenzionali (tipo A e D) possono essere suddivisi in tre categorie in funzione del contenuto di Cr:

- 1. acciai da utensili per lavorazioni a freddo contenenti il 12% in peso di Cr $(1,5\text{-}2,2\%~\mathrm{di}~\mathrm{C});$
- 2. acciai da utensili per lavorazioni a freddo contenenti l'8% in peso di Cr $(0.5\text{-}1.5\%~\mathrm{di~C});$
- 3. acciai da utensili per lavorazioni a freddo contenenti il 5% in peso di Cr $(0.5\text{-}1.5\%~\mathrm{di~C}).$

L'acciaio AISI D2(BÖHLER K110[®]) ricade all'interno della prima categoria, mentre l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] all'interno della terza.

1.3 La modalità di produzione degli acciai da utensili

In generale, la composizione chimica degli acciai da utensili è caratterizzata da un elevato contenuto di vari elementi: carbonio tra 0,4% e 2,1% (nel caso di acciai prodotti attraverso la metallurgia delle polveri fino a 3%C), cromo e molibdeno fino al 12%, tungsteno fino al 18%, vanadio fino al 4% (nel caso della metallurgia delle polveri fino al 2%).

Il contenuto di zolfo e fosforo è usualmente molto basso (inferiore per norma al valore 0.030% [2]), ad eccezione di alcuni acciai denominati risolforati (con percentuali di zolfo comprese tra lo 0,01% e lo 0,05% per gli acciai micro-risolforati e con percentuali tra lo 0,05% e lo 0,10% per gli acciai risolforati, in base alla normativa BS EN ISO 4957:2018 [2]) nei quali lo zolfo viene aggiunto volontariamente per migliorare le caratteristiche di lavorazione meccanica (lo zolfo imprime un marcato effetto fragilizzante che si manifesta sotto le sollecitazioni di taglio che facilitano la rottura e il distacco del truciolo) [3].

Esistono due percorsi per la produzione di acciai da utensili, che hanno in comune lo stato fisico iniziale dell'acciaio, ossia quello fuso:

- 1. la via tradizionale, che prevede la fusione dell'acciaio e la sua raffinazione, attraverso varie modalità e la successiva colata in lingottiera;
- 2. la produzione attraverso la metallurgia delle polveri.

Il controllo della composizione chimica e la rimozione dei costituenti indesiderati, vengono attuati quando l'acciaio si trova in fase liquida.

All'interno dell'acciaio in fase liquida sono infatti presenti ossidi, solfuri o qualsiasi altra fase non metallica, formata dalla reazione dell'acciaio liquido con l'atmosfera o derivanti della materia prima. Tali inclusioni non metalliche sono dannose per le proprietà dell'acciaio. All'interno della figura 1.1 è possibile individuare la due principali vie di produzione degli acciai da utensili.



Figura 1.1: Schema generale di produzione per l'acciaio da utensili [7].

1.3.1 Modalità di produzione convenzionali

La modalità di produzione convenzionale prevede, la fusione mediante forno ad arco elettrico (EAF: Electric Arc Furnace), i successivi processi di raffinazione e la fase finale di colata in lingottiera. Tale modalità risulta essere il processo mediante il quale viene prodotto il maggior quantitativo di acciaio da utensili [1]. Il processo di produzione dell'acciaio mediante modalità convenzionale può essere quindi suddiviso in tre fasi:

- 1. la prima consiste essenzialmente nella sola fusione attraverso EAF, durante la quale vien attuata poca o nessuna raffinazione del fuso metallico;
- 2. nel corso della seconda fase l'acciaio fuso viene trasferito dal forno ad arco elettrico al forno siviera dove ha luogo la maggior parte della raffinazione;
- 3. il processo di produzione si conclude con la colata in lingottiera.

I principali vantaggi associati all'esecuzione del processo di raffinazione in un secondo momento sono la riduzione del tempo di permanenza del materiale all'interno dell'EAF, l'incremento della produttività e della qualità dell'acciaio prodotto, nonché la maggiore riproducibilità in termini di composizione chimica e grado inclusionale [1].

Fusione mediante forno ad arco elettrico

La prima fase nella produzione di acciai da utensili è la fusione dei rottami di acciaio, opportunamente selezionati, in un forno ad arco elettrico.

Degli elettrodi di grafite vengono utilizzati per formare gli archi elettrici che fondono il rottame. Un flusso di ossigeno viene soffiato nel forno per favorire l'ossidazione delle impurità e gli elementi ossidati, che per via della minor densità, si portano a galleggiare sulla parte superiore del bagno e vengono inclusi nella scoria. Tale scoria viene successivamente rimossa quando l'acciaio fuso viene versato all'interno di una siviera.

La composizione chimica del fuso è opportunamente bilanciata dall'aggiunta di ferro-leghe.

Nella figura 1.2 viene proposto una schema del forno ad arco elettrico.



Figura 1.2: Schema forno ad arco elettrico (EAF) [3].

Nel caso della produzione degli acciai da utensili i rottami selezionati,rappresentati da scarti di semilavorati, barre e billette, o sfridi di lavorazioni meccaniche, devono avere una composizione chimica analoga al prodotto finale desiderato. Occorre prestare particolare attenzione nell'evitare l'impiego di rottami con un alto tenore inclusionale, soprattutto da parte di elementi indesiderabili quali nichel, cobalto e rame, che non possono essere ossidati nella massa fusa [1].

Dal punto di vista metallurgico, la fusione mediante EAF determina un'ossidazione degli elementi quali ad esempio carbonio, silicio e manganese. In generale, il contenuto di carbonio a seguito del processo fusorio si attesta nell'intorno dello 0,08% e, oltre agli elementi di lega richiesti, vi è la presenza anche di elementi come rame, antimonio, arsenico, zolfo e fosforo.

La pratica fusoria mediante EAF degli acciai da utensili non è la medesima impiegata per gli acciai basso legati [3].

Ci sono diversi fattori che influenzano la "marcia" del forno EAF:

- la composizione chimica della materia prima, ossia del rottame selezionato;
- il contenuto finale di elementi quali Cr, Mo e W;
- la densità della materia prima.

Un altro aspetto da monitorare è l'utilizzo dell'ossigeno durante il processo fusorio, poiché il suo impiego è fortemente correlato al contenuto di carbonio finale desiderato, alla presenza di cromo nella carica e all'eventuale necessità attuare la defosforizzazione del fuso metallico.

Per ottenere elevate percentuali di cromo nell'acciaio vengono fusi rottami selezionati ad alto tenore di cromo e aggiunte ferroleghe a base Cr.

In caso di trattamento di defosforizzazione è necessario l'uso di un'atmosfera ossidante.

Al contrario, se nell'acciaio fuso è richiesto un elevato tenore di cromo, la quantità di ossigeno all'interno del processo deve essere mantenuta a un livello molto basso [3].

Processo di raffinazione del acciaio fuso

Il tipico percorso nel trattamento metallurgico secondario degli acciai da utensile consiste nel sottoporre il materiale a raffinazione tramite il forno siviera (LF: Ladle Furnace) e al degasaggio sottovuoto (VD: Vacuum Degassing); a seguito di tali operazioni l'acciaio può essere colato in lingottiera [3].

In figura 1.3 viene proposto uno schema costruttivo del forno siviera.



Figura 1.3: Schema del forno siviera.

Didascalia: (1) Elettrodi di grafite, (2) Siviera, (3) Porta di scorifica, (4) Coperchio superiore, (5) Sistema addizione ferro-leghe e (6) Carro di trasferimento [3].

Il fuso viene raffinato in un forno siviera riscaldando lentamente mediante l'ausilio di elettrodi di grafite.

Un flusso di argon viene insufflato nella massa fusa per garantirne un'agitazione e la raffinazione avviene mediante disossidazione e desolforazione.

La composizione chimica viene verificata e ulteriormente regolata mediante l'aggiunta delle opportune ferro-leghe.

La siviera viene quindi portata ad un'unità di degasaggio sottovuoto per eseguire un'ulteriore raffinazione.

Nella figura 1.4 viene proposto uno schema dell'impianto di degasaggio in vuoto.



Figura 1.4: Schema impianto di degasaggio sottovuoto (VD).
Didascalia: (1) Dispositivo campionamento e rilevazione temperatura, (2) Siviera,
(3) Alimentazione a filo ferro-leghe, (4) Contenitore per il vuoto e (5) Sistema di addizione panni di ferro-leghe [3].

In questo processo, viene introdotto gas argon a basse pressioni per favorire il rimescolamento del fuso. L'agitazione continua a bassa pressione rimuove la CO dall'acciaio fuso insieme a idrogeno, azoto e zolfo [3].

Esiste la possibilità di produrre gli acciai da utensile tramite la seguente sequenza di processi: decarburazione con argon-ossigeno (AOD: Argon Oxygen Decarburization), LF e quindi colata (come proposto nello schema generale di figura 1.1).

Questa modalità non è comunemente impiegata nella produzione di acciai da utensili e solo in alcuni produttori di acciai speciali adottano tale pratica produttiva (ad esempio la Böhler Edelstahl) [7].

Colata in lingottiera

Dopo aver terminato la preparazione dell'acciaio fuso mediante trattamento metallurgico secondario, l'acciaio opportunamente disossidato e desolforato viene colato in lingottiere aventi geometrie e pesi definiti.

La colata di lingotti è oggi utilizzata soprattutto per quanto segue:

- lingotti piccoli, solitamente inferiori a 5 tonnellate, da sottoporre a processi di deformazione a caldo mediante laminazione [3];
- lingotti di dimensioni maggiori, fino a 100 tonnellate, sui quali viene attuato il processo di forgiatura libera [3].

In generale le tipiche geometrie dei lingotti sono le seguenti:

- lingotti quadrati o rettangolari, usualmente impiegati nel caso di successivo processo di laminazione;
- lingotti ottagonali o poligonali, abitualmente impiegati nel caso di successivo processo di forgiatura;
- lingotti tondi per la produzione di tubi o come elettrodi per la rifusione di elettroscorie (ESR) e rifusione sottovuoto (VAR).

I parametri critici per la progettazione dello stampo sono il rapporto tra altezza e diametro (noto come rapporto H:D) e la conicità dello stampo. Nel caso degli acciai da utensili, la conicità è il principale fattore che influenza l'assenza di macro porosità all'interno del lingotto solidificato.

In termini di segregazione, il design e la geometria della lingottiera sono aspetti cruciali per ottenere un lingotto che minimizzi quanto più possibile tale indesiderato fenomeno.

Esistono due differenti modalità attraverso le quali è possibile effettuare la colata dell'acciaio in lingottiera:

- 1. la colata dall'alto;
- 2. la colata in sorgente.

Nella figura 1.5 è possibile osservare una schema in cui sono messe a confronto la colata dall'alto con la colata in sorgente.



Figura 1.5: Nell'immagine (a) è possibile osservare la modalità di colata dall'alto, mentre nell'immagine (b) è proposto uno schema della colata in sorgente [3].

Nel processo di colata dall'alto, le lingottiere vengono riempite dalla loro sommità, direttamente mediante lo sversamento dell'acciaio fuso contenuto nella paniera. A causa degli schizzi di colata, che aderiscono sulla superficie della lingottiera, la superficie di un lingotto colato dall'alto è generalmente poco liscia. Inoltre, il contatto prolungato con l'ossigeno nell'aria porta ad un aumento dei livelli di inclusioni non metalliche.

Per tali motivazioni la modalità di colata dall'alto non viene impiegata nella produzione degli acciai da utensili.

Nel caso di colata in sorgente invece il riempimento della lingottiera avviene in modo omogeneo attraverso il fondo dello stampo, e permette la produzione di lingotti da 0,5 tonnellate fino a 100 tonnellate [3].

Il riempimento dal basso consente non solo di colare singoli lingotti, a seconda della dimensione, ma anche attuare la colata di lingotti multipli mediante un singolo sversamento della paniera.

Per ottenere una qualità adeguata, il controllo della velocità di colata e della reazione dell'acciaio fuso con il materiale refrattario della lingottiera, sono fattori importanti per la qualità interna e superficiale dei prodotti.

Il materiale refrattario utilizzato per dovrebbe essere di alta qualità, ad esempio 60% di Al_2O_3 , per prevenire gravosi effetti erosivi dello stesso con conseguente generazione di inclusioni esogene nell'acciaio [3].

In termini di velocità di colata, nella colata dal basso degli acciai da utensili, l'acciaio liquido deve salire lentamente e costantemente nello stampo ed è sempre ricoperto superiormente da uno strato di polvere di colata per evitare il contatto con l'atmosfera ossidante.

Nel corso della solidificazione, la parete dello stampo si trova a una temperatura inferiore a quella dell'acciaio fuso. Il liquido a contatto con la parete della lingottiera solidifica più velocemente rispetto che al centro, dando origine a diversi tipi di struttura all'interno del lingotto.

Come conseguenza della segregazione l'ultimo fuso che solidifica ha una composizione diversa rispetto alla prima frazione solidificata, il che si traduce in variazioni di composizione rispetto al lingotto idealmente colato.

 $\dot{\mathbf{E}}$ quindi una pratica standard eseguire un trattamento termico di omogeneizzazione sul lingotto.

Il trattamento termico di omogeneizzazione viene comunemente effettuato al di sopra di 1200°C per 15 ore o più. Nel caso di acciai sottoposti a trattamenti di rifusione sotto scoria, il trattamento termico di omogeneizzazione viene effettuato dopo ESR [3].

Rifusione sotto scoria elettroconduttrice

I gradi di acciaio che richiedono un elevato controllo del contenuto inclusionale, vengono sottoposti a processo di rifusione sotto scoria elettroconduttrice (ESR: Electro Slag Remelting).

In questo processo l'estremità di un lingotto (contenuto all'interno di un apposito contenitore in rame raffreddato ad acqua) è immersa all'interno di una specifica scoria elettro-conduttrice e viene progressivamente rifusa dal calore generato per mezzo del passaggio di corrente alternata [1].

A causa dell'elevata resistività elettrica della scorie, questa arriva a fusione prima dell'acciaio.

Le goccioline di acciaio fuso essendo più dense della scoria la attraversano, andando a raccogliersi in un ridotto bacino che solidifica uniformemente grazie al calore sottratto dallo stampo in rame raffreddato ad acqua.

La scoria altamente reattiva utilizzata nell'ESR rimuove le inclusioni di ossido e riduce sensibilmente il contenuto di zolfo (almeno del 70%) [1].

Nella figura 1.6 è possibile osservare una schema di un impianto di rifusione sotto scoria elettroconduttrice (PESR).



Figura 1.6: Schema impianto di rifusione PESR.

Didascalia: (1) Sistema di movimentazione dell'elettrodo, (2) Cella di carico del sistema, (3) Viti a ricircolo di sfere, (4) Camera inferiore, (5) Stampo, (6) Lingotto rifuso, (7) Contatti elettrici e (8) Elettrodo da fondere [8].

Il raffreddamento induce anche la solidificazione di una porzione di scoria adiacente alla parete dello stampo, che rappresenta un isolante sia termico che elettrico.

Lo spessore di tale strato, che è influenzato principalmente dalla composizione chimica della scoria, dalla velocità di rifusione e dalla profondità di immersione dell'elettrodo, ha impatto rilevante sulla qualità superficiale del lingotto rifuso.

La qualità superficiale di un lingotto rifuso via ESR è, in generale, liscia e consente direttamente di applicare un'operazione di lavorazione a caldo, senza alcuna precedente operazione di condizionamento superficiale [9].

La velocità di solidificazione più rapida dell'ESR, rispetto alla colata in sorgente, porta ad un miglioramento nell'uniformità della macrostruttura, riduce il fenomeno della segregazione, la dimensione dei carburi primari e la dimensione del grano cristallino.

Queste peculiarità, a loro volta, comportano una serie di vantaggi significativi, tra cui migliore lavorabilità a caldo, la duttilità e le proprietà a fatica [3].

Lo stato dell'arte prevede impianti ESR dotati di un sistema di protezione dell'atmosfera di fusione mediante miscele di argon e azoto; tali impianti sono denominati PESR (Protective electroslag remelting plant).

In tale modo è possibile evitare l'ossidazione superficiale dell'elettrodo che può comportare livelli di pulizia scadenti [8].

Dopo l'ESR, il lingotto viene tipicamente sottoposto a processi di deformazione plastica, operazione condotta ad una temperatura superiore a quella di ricristallizzazione, mediante forgiatura o laminazione. Attraverso tali operazioni è possibile affinare ulteriormente la microstruttura.

Nonostante i significativi miglioramenti indotti dalla rifusione ESR, il suo impiego nella produzione di acciai da utensili è piuttosto limitato a causa del elevato costo. Per tale ragione il processo di rifusione sotto scoria elettroconduttrice viene impiegato unicamente nel caso in cui l'acciaio debba essere successivamente applicato in impieghi specifici, tali da richiedere un incremento delle prestazioni del materiale anche a discapito del costo dello stesso (l'acciaio BÖHLER K110[®] può essere fornito dalla Böhler Edelstahl con o senza l'esecuzione del processo di rifusione sotto scoria ESR) [1]. Esiste oltre al processo ESR un'altra alternativa per attuare la rifusione dei lingotti, rappresentata dalla rifusione ad arco sottovuoto (VAR: Vacuum Arc Remelting).

Nel processo VAR, un arco elettrico scoccato in alto vuoto sostituisce la scoria elettroconduttrice del ESR come fonte di calore.

Come per l'ESR nel processo di rifusione VAR viene realizzata una progressiva solidificazione che si traduce in un affinamento della micro e macrostruttura, nell'assenza di macroporosità e garantisce l'ottenimento di eccellente uniformità chimica.

La rifusione mediante VAR, a differenza di quella ESR, induce una ridotta affinazione chimica e nessuna riduzione del contenuto di zolfo, ma O_2 , N_2 e elementi volatili (quali Mn, Pb e Bi) possono essere rimossi.

L'impiego del processo di rifusione attraverso VAR per gli acciai da utensili è limitato ad applicazioni specializzate [1].

Nella figura 1.7 viene proposto uno schema riassuntivo delle diverse possibili modalità della metallurgia tradizionale, mediante le quali è possibile produrre l'acciaio da utensili.



Figura 1.7: Schema riassuntivo delle diverse possibili modalità di produzione dell'acciaio da utensili mediante la metallurgia tradizionale [7].

1.3.2 Produzione degli acciai da utensili attraverso la metallurgia delle polveri

I vantaggi apportati dalla metallurgia delle polveri alla produzione degli acciai da utensili

La metallurgia delle polveri (PM: Powder Metallurgy) è diventata un importante processo nella produzione degli acciai da utensili, per lavorazioni a freddo e ad alta velocità (HSS: High Speed Steel), sotto forma di billette e semilavorati [3].

La qualità dell'acciaio prodotto attraverso la metallurgia della polveri è il risultato degli sforzi congiunti in ogni fase di lavorazione, dalla selezione della materia prima per la fusione, al consolidamento e alla valutazione finale del prodotto.

Come conseguenza della microstruttura più raffinata, se comparata a quella ottenibile mediante la produzione convenzionale di acciai altamente legati, gli acciai da utensili prodotti attraverso la metallurgia delle polveri presentano una maggiore tenacità, duttilità e durata a fatica.

Inoltre, l'elevata flessibilità in termini di contenuto di elementi in lega degli acciai da utensili, prodotti attraverso la metallurgia delle polveri, consente la produzione di nuovi acciai, che non possono essere prodotti mediante i processi tradizionali di colata in lingottiera [10].

Essendo gli acciai alto-legati inclini allo svilupparsi del fenomeno della segregazione durante la solidificazione in lingottiera, la loro produzione mediante il metodo convenzionale di colata presenta alcuni limiti, che ne impediscono un ulteriore incremento delle proprietà.

Negli acciai ad alta velocità e negli acciai da utensili ad alto tenore di carbonio, i carburi precipitano nel corso della solidificazione nella lingottiera andando a generare una rete intergranulare grossolana. Queste reti di carburi primari vengono successivamente rotte attraverso la lavorazione a caldo dell'acciaio, che induce un affinamento microstrutturale. Gli effetti della segregazione non sono mai comunque del tutto eliminati.

Di fatto, indipendentemente dal grado di riduzione applicato mediante la forgiatura, gruppi non uniformi di carburi persistono nella microstruttura [3].

La macro-segregazione può dare luogo a particelle di carburo di grandi dimensioni che possono influenzare negativamente le proprietà meccaniche dell'acciaio.

Più elevato è il contenuto di elementi leganti e carbonio e maggiori sono gli effetti dannosi indotti della segregazione sulle proprietà meccaniche del prodotto finito. Anche il processo che segue la via della metallurgia delle polveri inizia dalla generazione di un bagno fuso omogeneo, in modo analogo alla metodologia di produzione convenzionale (tipicamente mediante fusione attuata con forni ad induzione).

Invece di essere colato all'interno della lingottiera, il metallo fuso, situato in un apposita paniera (che fa parte della struttura dell'atomizzatore a gas, come è possibile osservare dallo schema di figura 1.11), viene fatto fluire attraverso un piccolo ugello, dove il gas ad alta pressione (azoto) genera, a partire dal flusso di metallo fuso, minuscole goccioline sferiche, aventi diametro medio di 50-100 µm [10].

Tali goccioline di acciaio solidificano rapidamente e si raccolgono come particelle di polvere nel fondo della torre di atomizzazione. La polvere è caratterizzata da una morfologia prevalentemente sferica e da una composizione uniforme.

La rapida solidificazione, che ha caratterizzato la generazione di ciascuna particella, ha inibito il fenomeno della segregazione e inoltre ha determinato la precipitazione di carburi primari di piccola dimensione.

La dimensione media di carburi primari negli acciai da utensili prodotti seguendo la via convenzionale è di circa 6 μ m, con dimensioni che possono arrivare fino a circa 35 μ m, mentre la dimensione dei carburi primari negli acciai da utensili ottenuti attraverso PM è inferiore a 3 μ m [10].

La polvere viene successivamente vagliata e caricata direttamente in capsule di acciaio che vengono poi evacuate e sigillate per evitare la contaminazione.

I contenitori sigillati vengono pressati isostaticamente a caldo (HIP) e riscaldati a temperature approssimativamente uguali a quelle utilizzate per la forgiatura.

La pressione estremamente alta utilizzata dal HIP consolida le particelle di polvere in un compatto completamente denso.

Sebbene gli acciai prodotti attraverso PM possono potenzialmente essere utilizzati nella condizione as-HIP, i compatti normalmente subiscono il processo di forgiatura, ottenendo prodotti caratterizzati da una migliore tenacità [3].

Riassumendo, i vantaggi degli acciai da utensili, ottenuti attraverso la metallurgia delle polveri, sono molti e si hanno sia a livello produttivo che allo stato di applicazione finale, come riassunto all'interno della tabella 1.2 di seguito proposta.

Vantaggi degli acciai da utensili prodotti tramite la metallurgia delle polveri	
Vantaggi produttivi	Vantaggi relativi all'utilizzo finale
Risposta coerente al trattamento termico	Maggior varietà di acciai alto legati disponibili
Ridotte e prevedibili variazioni dimensionali in seguito al TT	Miglioramento della tenacità
Microstruttura ottimale per l'applicazione di rivestimenti	Incremento della resistenza all'usura adesiva
Lavorabilità meccanica migliorata (migliore finitura superficiale, taglio più efficiente nell'elettroerosione a filo)	Incremento della vita a fatica dell'utensile

Tabella 1.2: I vantaggi degli acciai da utensili ottenuti attraverso la metallurgia delle polveri [10].

L'evoluzione tecnologica degli impianti industriali di atomizzazione a gas nella gestione del contenuto delle inclusioni non metalliche

La pulizia dell'acciaio è stata identificata come un fattore critico nel decremento delle prestazioni degli utensili.

I produttori di acciai da utensili attraverso la metallurgia delle polveri hanno nel tempo sviluppato nuove tecnologie, che mirano ad attuare una sempre più efficacie riduzione del contenuto di inclusioni non metalliche nelle leghe.

Dall'istituzione, negli anni'70, del percorso di produzione degli acciai da utensili attraverso la metallurgica delle polveri ad oggi, sono stati sviluppati numerosi miglioramenti per raggiungere le sempre più elevate prestazioni richieste ai prodotti durante la loro l'applicazione.

Nella figura 1.8 è proposta l'evoluzione tecnologica degli impianti industriali di atomizzazione a gas nel corso degli anni.



Figura 1.8: Evoluzione tecnologica degli impianti industriali di atomizzazione a gas [3].

La principale fonte di inclusioni all'interno delle polveri deriva dalla scoria del forno o dalle scorie superiori nella paniera di atomizzazione.

Una caratteristica generica degli atomizzatori a gas è la bassa portata di fuso metallico, tipicamente dai 20 ai 40 kg/min [11].

Alle origini il processo produttivo prevedeva l'utilizzo di una piccola paniera, che veniva alimentata durante l'atomizzazione.

Al fine di ridurre il numero di riempimenti della paniera nel corso dell'atomizzazione, operazione che determina un elevato rischio di trascinamento di scorie e una conseguente elevata quantità di inclusioni non metalliche nella polvere prodotta, la paniera ha visto accrescere le proprie dimensioni a partire dagli anni'90 [10].

La paniera di grandi dimensioni deve comunque essere abbinata ad un adatto impianto di riscaldamento in grado di fornire l'energia necessaria al mantenimento della temperatura di atomizzazione in maniera omogenea in tutto il fuso metallico. Il sistema ESH (Electro Slag Heating) si è dimostrato ideale per questo scopo. L'ESH opera con due elettrodi di grafite che generano calore all'interno della scoria conduttiva presente sulla superficie del fuso metallico.

Il processo offre un'efficace protezione della massa fusa contro l'ossidazione dall'atmosfera.

Nell'atomizzatore dotato di sistema ESH, il fuso viene trattato per un minimo di 30 minuti nella paniera prima dell'inizio dell'atomizzazione [11].

Durante questo periodo le inclusioni provenienti dalla scoria del forno vengono separate e le condizioni di fusione si stabilizzano, in modo da poter produrre le polveri metalliche in maniera ottimale fin dalle prime fasi dell'atomizzazione.

Il sistema ESH richiede un'agitazione controllata del fuso metallico in modo che il calore generato superiormente nella scoria sia distribuito uniformemente all'interno della paniera e che le inclusioni possano essere separate all'interfaccia scoria-metallo.

Inizialmente veniva applicato un sistema di agitazione mediante insufflaggio di gas inerte dal fondo della paniera (AR-stirring), per mantenere gli elementi di lega distribuiti uniformemente durante il processo di atomizzazione.

Anche se la pulizia dell'acciaio aumentava rispetto a quanto si otteneva mediante il metodo tradizionale, il gas inerte che passava attraverso lo strato di scoria comportava l'introduzione di inclusioni non metalliche nel metallo fuso.

Ad oggi l'omogeneizzazione del fuso metallico attraverso gas inerte è stata sostituita dall'agitazione elettromagnetica, riducendo così ulteriormente la quantità di inclusioni non metalliche nella polvere d'acciaio prodotta.

Il processo di atomizzazione

Il processo produttivo dalla Böhler Edelstahl impiega un atomizzatore a gas avente una paniera da 8 tonnelate di capacità e munito di sistema ESH e di un agitatore elettromagnetico (EMS: Electromagnetic stirring) [11].

L'azienda dichiara di produrre mediante il proprio impianto di atomizzazione a gas, della polvere metallica avente una distribuzione granulometrica media intorno ai 60 µm, che è circa la metà della dimensione delle particelle prodotte mediante gli impianti di atomizzazione tradizionali [11].

L'ottenimento di una distribuzione granulometrica di taglia inferiore ha delle conseguenze sulle proprietà meccaniche che caratterizzano il materiale a seguito del consolidamento mediante processo di pressatura isostatica a caldo (come messo in evidenza nel paragrafo 1.3.2).

Nella figura 1.9 viene proposta la curva di distribuzione granulometrica che caratterizza gli acciai prodotti della Böhler Edelstahl in comparazione con i risultati ottenibili mediante impianti di atomizzazione meno evoluti tecnologicamente.



Figura 1.9: Distribuzione granulometrica delle polveri ottenute attraverso processo PM tradizionale e quello di terza generazione impiegato dall'azienda Böhler Edelstahl [11].

Il risultato di attuare un elevato controllo della pulizia del fuso metallico fa si che gli acciai da utensili prodotti dalla Böhler Edelstahl attraverso la metallurgia delle polveri (che sono identificati commercialmente dall'azienda attraverso dicitura MICROCLEAN[®]), siano caratterizzati da un basso contenuto di inclusioni non-metalliche [12].

In figura 1.10 è possibile osservare, nel grafico di sinistra, come il contenuto di inclusioni non-metalliche dichiarato dalla Böhler Edelstahl per gli acciai della famiglia MICROCLEAN[®], oltre ad essere ridotto, sia caratterizzato da un diametro equivalente inferiore ai 6 µm [12].

La conseguenza di quanto affermato sopra, porta ad avere delle maggiori prestazioni in termini di resistenza alla fatica, per gli acciai della serie MICROCLEAN® della Böhler Edelstahl (dei quali fa parte anche l'acciaio BÖHLER K490 Microclean®) rispetto agli acciai prodotti attraverso impianti di atomizzazione meno evoluti tecnologicamente [12], così come si evince dall'osservazione del grafico di destra della figura 1.10.



Figura 1.10: Il grafico sulla sinistra mostra la dimensione delle inclusioni nonmetalliche presenti negli acciai della serie BÖHLER MICROCLEAN[®], mentre il grafico sulla destra ne mette in evidenza la vita a fatica [12].

Il processo di incapsulamento

A seguito del processo di atomizzazione la polvere viene incapsulata all'interno di contenitori metallici cilindrici (spessi dai 2 ai 3 mm), tipicamente in acciaio a basso carbonio [13].

La movimentazione della polvere in ambienti controllati, fino alla fase di sigillatura della capsula, è fondamentale a causa del rischio di contaminazione da parte di particelle estranee; per tale ragione la manipolazione manuale dovrebbe essere ridotta al minimo [11].

L'operazione di riempimento viene tipicamente eseguita sotto gas inerte o sotto vuoto per ridurre al minimo la contaminazione della polvere [13].

La fase successiva consiste nel degassamento della capsula (attuata intorno ai 300°C), per rimuovere eventuali gas adsorbiti, a cui fa seguito l'operazione di sigillatura mediante saldatura TIG.

L'integrità della capsula, precedentemente verificata mediante specifici test [13], risulta essere essenziale.

Se la capsula presentasse delle perdite durante il processo di pressatura isostatica a caldo, l'argon impiegato per generare la pressione rimarrebbe intrappolato all'interno della massa di polvere nel corso della fase di consolidamento, generando effetti dannosi sulle proprietà meccaniche [13].

Nell'impianto della Böhler Edelstahl il processo d'incapsulamento, come è possibilmente osservare nello schema di figura 1.11, ha luogo direttamente dopo l'atomizzazione, riducendo così il rischio di contaminazioni esterne [11].



Figura 1.11: Impianto di atomizzatore a gas a ciclo chiuso della Böhler Edelstahl [14].

Pressatura isostatica a caldo

La pressatura isostatica a caldo (HIP: Hot Isostatic Pressing) delle polveri di acciaio da utensili e acciaio ad alta velocità si è dimostrata essere il metodo di consolidamento più adatto per ottenere di un prodotto completamente denso ed uniforme.

Uno schema generico di un impianto industriale di pressatura isostatica a caldo viene presentato nella figura 1.12.



Figura 1.12: Sezione HIP (sulla sinistra), impianto industriale HIP (sulla destra) [15].

Il consolidamento, delle polveri metalliche per acciai da utensili, avviene solitamente applicando una pressione compresa tra i 100 e 200 MPa e ad una temperatura intorno a 1150°C [11]. Il tempo necessario per raggiungere la completa l'eliminazione dei pori dipende dalle dimensioni della capsula. Usualmente il tempo per un ciclo HIP completo è di molte ore.

La combinazione delle dimensioni dell'impianto di HIP e la dimensione della capsula devono essere ottimizzate per ottenere la migliore economia di processo in un'operazione di produzione su larga scala.

Si è rivelato molto importante per l'omogeneità del prodotto, il controllo della pressione e della temperatura nella capsula durante la fase iniziale del ciclo di HIP, prima del raggiungimento delle condizioni di mantenimento.

Quando la massa di polvere nella capsula viene riscaldata senza l'applicazione di pressioni esterne, la polvere inizia a sinterizzare al bordo della stessa.

Il ritiro volumetrico causato dalla formazione del collo di sinterizzazione tra le particelle di polvere comporta la generazione di canali vuoti nella massa di polvere, che rappresentano una via preferenziale per il trasporto dello zolfo presente sulla superfici delle particelle, determinando la crescita di solfuri.

Al fine di evitare questo effetto indesiderato, le capsule devono essere riscaldate sotto pressione in modo da chiudere i vuoti causati dal ritiro di sinterizzazione, impedendo così la crescita di solfuri. Gli impianti di HIP di prima generazione utilizzavano il riscaldamento esterno, senza l'applicazione di pressione sulle capsule, prima che queste venissero caricate nell'impianto.

A metà degli anni '80 vi fu l'introduzione degli impianti HIP con carica a freddo, dotati di forni al molibdeno per attuare il riscaldamento della capsula. Tali sistemi di riscaldamento imponevano cicli molto lunghi, poichè era necessario, nella fase di raffreddamento, il raggiungimento della temperatura di 200-300°C, prima che le capsule potessero essere estratte dall'impianto [11].

L'ultimo sviluppo in questo campo è stata l'introduzione della tecnologia carico freddo-scarico caldo, ad oggi impiegata negli stabilimenti della Böhler Edelstahl, che permette di attuare uno scarico delle capsule ad alta temperatura dopo il completamento del consolidamento [11].

Questa soluzione impiantistica permette di ottenere le migliori caratteristiche indotte dal riscaldamento sotto pressione, unitamente a tempi di processo più brevi, che avvantaggiano l'economica complessiva del processo.

Nella figura 1.13 viene proposto uno schema riassuntivo dell'intero ciclo di produzione, attraverso la metallurgia delle polveri, adottato dalla Böhler Edelstahl [11].



Figura 1.13: Schema riassuntivo dell'intero ciclo di produzione, attraverso la metallurgia delle polveri, adottato dalla Böhler Edelstahl [11].
Capitolo 2

Il trattamento termico degli acciai da utensili

In generale lo scopo del trattamento termico eseguito sugli acciai è quello di indurre al materiale le caratteristiche richieste per la sua applicazione finale. Il trattamento termico degli acciai da utensili è uno dei processi più critici tra quelli che precedono la loro messa in opera, poiché le proprietà richieste per il loro impiego si ottengono solo a seguito del trattamento termico finale [16].

Il cambiamento delle proprietà meccaniche a seguito del trattamento termico è estremamente significativo, ad esempio la durezza, per alcune tipologie di acciai, può passare da 20 HRC (allo stato ricotto) a più di 60 HRC (dopo il rinvenimento), che equivale a un aumento di oltre tre volte della resistenza alla trazione [3]. Tali risultati derivano dalla capacità degli acciai da utensili di aumentare significativamente la durezza a seguito della fase di tempra e, nella maggior parte dei casi, per via dell'indurimento secondario che si verifica nel corso del rinvenimento.

Per definizione tutti i processi che, nel corso della produzione dell'acciaio o prima della sua messa in opera sotto forma di componenti, prevedono un ciclo termico tale da indurre delle variazioni microstrutturali e di proprietà, sono definibili come trattamenti termici [3].

É tuttavia possibile categorizzare i trattamenti termici applicati agli acciai in due macro-gruppi:

- 1. nel primo gruppo si possono ritrovare i trattamenti termici che si effettuano durante le fasi di produzione dell'acciaio in acciaieria;
- 2. il secondo gruppo fa riferimento ai trattamenti termici che vengono attuati dopo la lavorazione meccanica per la realizzazione degli utensili e prima della loro messa in esercizio.

Quest'ultima serie di trattamenti termici è quella che induce le proprietà finali e ha una forte rilevanza per le prestazioni degli utensili in esercizio [3].

2.1 Trattamenti termici eseguiti in acciaieria

A seguito della completa solidificazione in lingottiera, il lingotto può essere estratto dalla stessa, operazione nota con il termine tecnico strippaggio.

A seconda della successiva fase di produzione, i lingotti vengono trasferiti allo stato caldo allo stampaggio o laminatoio, o raffreddati a temperatura ambiente. Il trasferimento a caldo viene eseguito con il lingotto ancora nelle lingottiere, oppure strippato nella fossa di colata e trasferito, mediante appositi contenitori isolanti, al laminatoio o alla forgia.

È una pratica comune nelle acciaierie che i lingotti ancora caldi (generalmente al di sopra dei 700°C, ossia a temperature superiori a quelle che inducono la trasformazione austenite-ferrite/martensite o bainite) vengano caricati nei forni di preriscaldo per la forgiatura o laminazione [3].

Tale pratica industriale, oltre a garantire un risparmio energetico e di tempo nella fase di preriscaldo dei lingotti per le eventuali successive operazioni di forgiatura o laminazione, serve anche per evitare le crepe di colata, che si verificano dopo la solidificazione e il raffreddamento a temperatura ambiente.

La possibilità dell'insorgere delle cricche di colata esiste per via dell'elevata temprabilità, che caratterizza la maggior parte degli acciai da utensili (per via dell'alto contenuto di carbonio e elementi di lega), in virtù della quale la solidificazione all'interno delle lingottiere può essere abbastanza rapida da indurre la trasformazione martensitica (o bainitica) [3].

La conseguente drastica riduzione di tenacità che ne deriva porta alla generazione di fessurazioni indotte dagli stress termici e di trasformazione di fase.

Dopo la solidificazione e il riscaldamento, ma prima della forgiatura o della laminazione, la microstruttura è molto grossolana a causa dell'ereditarietà dalla struttura as-cast e anche per via della crescita del grano, indotta durante i lunghi periodi di permanenza ad alta temperatura.

La forgiatura o la laminazione contribuiscono nella trasformazione della grossolana microstruttura iniziale, portando a un raffinamento dei grani e ad una distribuzione omogenea dei carburi primari [1].

2.1.1 Il trattamento termico di normalizzazione

La normalizzazione è un trattamento termico che prevede un riscaldamento progressivo, di tipo continuo o discontinuo, fino ad una temperatura di 40°C-80°C sopra al punto critico A_{c3} se l'acciaio è ipoeutettoidico, o tra il punto critico A_{c1} e il punto critico A_{cm} se l'acciaio è ipereutettoidico [17].

Questo comporta, in funzione della composizione chimica dell'acciaio, un riscaldamento normalmente compreso tra 780° C e 930° C (ossia temperature analoghe a quelle della ricottura completa) [17].

La successiva fase di mantenimento, permette di equalizzare la temperatura all'interno del semilavorato da trattare, nonché di trasformare la struttura in austenite (se l'acciaio è ipoeutettoidico) o in austenite e cementite/carburi di lega (se l'acciaio è ipereutettoidico).

Il raffreddamento è effettuato estraendo il pezzo dal forno e lasciandolo all'aria; la velocità di raffreddamento è dell'ordine di 10-50°C/min in funzione sia della dimensione del componente che delle caratteristiche dell'aria (se forzata o meno) [17].

La microstruttura a seguito del trattamento termico di normalizzazione è costituita da ferrite e perlite, se l'acciaio è ipoeutettoidico, o cementite e perlite, se ipereutettoidico.

Abitualmente la normalizzazione produce un affinamento del grano cristallino rispetto alla microstruttura originale del semilavorato, sia a causa della trasformazione strutturale austenite-ferrite, sia per effetto del raffreddamento in aria, molto più rapido del raffreddamento subito dal pezzo dopo i tradizionali processi di colata in lingottiera o rifusione (o nel caso della ricottura completa).

In questo modo è possibile eliminare le indesiderate microstrutture aciculari (strutture di Widmannstätten), tipiche dei componenti forgiati o stampati e attenuare la presenza di strutture a bande, piuttosto comuni nei semilavorati deformati plasticamente a caldo [16].

Se il contenuto di lega di un acciaio per utensili è basso, durante il raffreddamento condotto in aria si formeranno cementite e perlite e i carburi presenti all'interno della microstruttura verranno sferoidizzati nei successivi trattamenti di ricottura.

Negli acciai ipereutettoidici, la microstruttura è completamente convertita in austenite durante la normalizzazione e un netwok di cementite si viene a formare sui bordi dei grani austenitici nel corso del raffreddamento, prima della formazione della perlite [5].

Negli acciai da utensili alto legati, l'elevata temprabilità rende possibile la formazione della martensite anche attraverso raffreddamenti in aria statica. Sebbene la possibilità per gli acciai da utensili autotempranti, di effettuare una tempra in aria sia una caratteristica benefica industrialmente, la formazione di martensite, combinata con le alte temperature e tempi di austenitizzazione che caratterizzano la normalizzazione, può indurre elevati stati tensionali. Tale situazione può portare alla generazione di crepe, soprattutto se sono presenti reti di carburi a bordo grano che favoriscono la propagazione della frattura fragile [1].

In base alle motivazioni precedentemente esposte, solitamente gli acciai da utensili auto tempranti (come l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e l'acciaio BÖHLER K110[®]) non vengono sottoposti al trattamento termico di normalizzazione.

2.1.2 Il trattamento termico di ricottura

A livello industriale sono tre le principali tipologie di trattamenti termici di ricottura che vengono comunemente eseguite sugli acciai: la ricottura isoterma, la ricottura globulare e la ricottura completa [17].

Nel caso della ricottura isoterma l'acciaio viene inizialmente riscaldato e mantenuto alla corretta temperatura di austenitizzazione. Fa seguito un raffreddamento abbastanza rapido, onde evitare che si inneschi qualsiasi trasformazione dell'austenite, a una temperatura compresa tra il punto critico A_{c1} e il "naso perlitico" delle curve T.T.T (indicativamente a temperature dell'ordine di 600°C-700°C) [17]. Giunti alla temperatura di stazionamento isotermico, il sistema rimane termostatato per un tempo sufficiente da consentire all'austenite di subire la trasformazione strutturale.

Nella figura 2.1 viene proposto il grafico che mostra l'andamento della temperatura in funzione del tempo, nel caso del trattamento termico di ricottura isoterma.



Figura 2.1: Rappresentazione schematica del trattamento di ricottura isotermica per un generico acciaio ipoeutettoidico [17].

La microstruttura ottenuta a termine del trattamento è costituita da ferrite e perlite nel caso l'acciaio sia ipoeutettoidico; se invece l'acciaio fosse ipereutettoidico, la microstruttura sarebbe costituita da un aggregato di cementite e perlite [17]. Un'altra possibile alternativa alla ricottura isoterma è la cosiddetta ricottura globulare o di coalescenza. Tale trattamento termico prevede un mantenimento nell'intorno del punto critico A_{c1} e può essere svolto mediante differenti modalità:

- Nel caso di acciai ipoeutettoidici a medio tenore di carbonio è possibile effettuare un prolungato mantenimento ad una temperatura di poco inferiore al punto critico A_{c1} , a cui fa seguito un raffreddamento in forno. In alternativa si può portare l'acciaio ad una temperatura di poco superiore al punto critico A_{c1} , poi ridurre gradualmente la temperatura al di sotto del medesimo punto critico e quindi anche in tale caso sottoporre l'acciaio ad un lento raffreddamento in forno [17].
- Nel caso di acciai ipereutettoidici o ipoeutettoidici ad alto tenore di carbonio si esegue abitualmente la cosiddetta ricottura di "pendolamento" attorno al punto critico A_{c1}; come messo in evidenza nel grafico di figura 2.2. L'acciaio viene portato ad una temperatura di poco superiore al punto critico A_{c1}, mantenuto a tale temperatura per una/due ore, e successivamente raffreddato appena al di sotto del medesimo punto critico A_{c1}, rimanendovi per una o due ore; questa sequenza viene ripetuta per due o tre volte. Anche in tale caso il raffreddamento finale viene condotto in forno [17].



Figura 2.2: Schematizzazione del trattamento di ricottura globulare di "pendolamento" con oscillazioni \pm 5°C attorno al punto critico A_{c1} [17].

La microstruttura che si ottiene è di tipo globulare con una matrice di fase α in cui sono dispersi carburi di forma tondeggiante/globulare.

La ricottura globulare è il tipico trattamento che viene effettuato sugli acciai da cuscinetti o sugli acciai da utensili e, in generale, su tutti gli acciai a medio-alto tenore di carbonio con lo scopo di ottenere una microstruttura avente bassa durezza, buona deformabilità plastica a freddo e una elevata lavorabilità alle macchine utensili [17].

Sia per gli acciai da utensili a freddo (come l'acciaio BÖHLER K490 Microclean e l'acciaio BÖHLER K110) che per gli acciai da utensili ad alta velocità, l'elevato tenore di carbonio e di carburi non disciolti fa si che una durezza elevata sia mantenuta in seguito al trattamento di ricottura isoterma.

Per tale ragione per queste tipologie di acciaio viene comunemente applicato il ciclo di trattamento termico di ricottura completa, che essendo caratterizzato da raffreddamenti estremamente lenti, permette di ottenere una microstruttura lavorabile meccanicamente [1].

La ricottura completa è un trattamento termico che prevede, come osservabile dal grafico di figura 2.3, un riscaldamento progressivo, di tipo continuo o discontinuo, fino ad arrivare ad una temperatura di 20-50°C sopra al punto critico A_{c3} se l'acciaio è ipoeutettoidico, o tra il punto critico A_{c1} e il punto critico A_{cm} se l'acciaio è ipereutettoidico [17].

La selezione della temperatura alla quale eseguire la ricottura dipendono inoltre dalle proprietà desiderate per la lavorazione meccanica.

La successiva fase di mantenimento deve avere una durata sufficiente ad equalizzare la temperatura all'interno del componente da trattare, garantendo nel contempo la trasformazione strutturale in austenite (se l'acciaio è ipoeutettoidico) o in austenite e cementite (se l'acciaio è ipereutettoidico) [17].

La temperatura di incubazione oscilla tra i 760°C e i 900°C in funzione della composizione chimica dell'acciaio (nel caso dell'acciaio BÖHLER K110[®]/AISI D2 tra gli 800°C e 850°C) [6].

In genere non è mai opportuno superare questi valori, pena il rischio di un sistematico ingrossamento del grano cristallino e di un peggioramento delle caratteristiche resistenziali dell'acciaio a fine trattamento [3].



Figura 2.3: Rappresentazione schematica del trattamento di ricottura completa per un generico acciaio ipoeutettoidico [17].

Vi è inoltre un'altra distinzione tra agli acciai ipoeutettoidici e gli acciai ipereutettoidici: mentre i primi vengono completamente austenitizzati, i secondi, essendo riscaldati tra il punto critico A_{c1} e il punto critico A_{cm} , hanno struttura costituita da austenite più carburi. Questa differenza permette di evitare il rischio di ingrossamento del grano cristallino (o peggio la bruciatura dell'acciaio). Solo in casi molto particolari il riscaldamento degli acciai ipereutettoidici viene effettuato a temperature superiori al punto critico A_{cm} [17].

La fase finale del raffred damento di ricottura è molto lenta, con velocità di raffred damento tipicamente comprese tra i 10 e i 22° C/ora in funzione della dimensione del pezzo e viene realizzata nel forno con regolazione della temperatura di discesa. Usualmente, dopo aver raggiunto i 300° C, il pezzo viene estratto dal forno e raffred dato in aria [5].

A valle del trattamento di ricottura si ottiene una struttura grossolana di ferrite e perlite (se l'acciaio è ipoeutettoidico) o di perlite e cementite (se l'acciaio è ipereutettoidico) [17].

La microstruttura è omogenea sia dal punto di vista chimico che morfologico, con grani equiassici grossolani caratterizzati da un consistente grado di addolcimento, conseguentemente la deformabilità plastica a freddo è elevata.

Ottenere una microstruttura omogenea è una precondizione necessaria per eseguire un successivo trattamento di tempra, che porti ad ottenere risultati quanto più omogenei possibili all'interno del componente.

L'ottenimento della microstruttura desiderata a seguito dei trattamenti termici finali (di seguito esposti all'interno del paragrafo 2.2) dipende anche dalla microstruttura ottenuta allo stato ricotto.

Anche la bontà di tale microstruttura è la diretta conseguenza della corretta esecuzione delle precedenti fasi di produzione quali ad esempio la colata in lingottiera, il processo di forgiatura o di laminazione, oltre che alla storia termica dell'acciaio, che include il trattamento termico di ricottura stesso.

2.2 Trattamenti termici finali sugli utensili semifiniti

2.2.1 La tempra

L'incremento della durezza di un acciaio avviene a seguito di un trattamento termico che modifica la distribuzione degli elementi e delle fasi di lega.

Tale processo consiste in tre fasi: riscaldamento, austenitizzazione e tempra.

La fase di riscaldamento può essere effettuata secondo differenti modalità in funzione dalle tipologie dei forni industriali impiegati, dalle dimensioni dei pezzi da trattare e dalle proprietà termiche degli acciai trattati.

La durata di questa fase deve garantire che il calore sviluppato dagli elementi riscaldanti del forno interessi uniformemente tutta la sezione del pezzo o, più in generale, tutta la carica da trattare [16].

Se il riscaldamento è condotto con modalità inadeguate, ovvero senza degli opportuni intervalli di sosta termica per l'omogenizzazione della temperatura all'interno del componente, si possono indurre stress termici anche rilevanti in componenti di elevate dimensioni.

L'austenitizzazione mira a raggiungere e mantenere una temperatura in cui l'austenite è l'unica fase stabile. Tuttavia, gli acciai da utensili medio-alto legati contengono carburi che sono parzialmente stabili anche a temperature più elevate. Questi acciai vengono quindi austenetizzati ad una temperatura nel campo di stabilità sia dell'austenite che di tali carburi [1].

La fase di tempra consta in un rapido raffreddamento dell'acciaio attuato a seguito del periodo di incubazione alla temperatura di austenitizzazione.

La selezione della velocità di raffreddamento (definita dalla tipologia di mezzo temprante) è molto critica in quanto determina quali fasi finali sono presenti nella microstruttura post-tempra; essa dipende dalla composizione dell'acciaio, dalle dimensioni e dalla geometria del componente.

Per gli acciai da utensili, il raffreddamento rapido (1°C/s) provoca la formazione di martensite, mentre un raffreddamento più lento può provocare la formazione di ferrite, perlite e/o bainite (in funzione anche della composizione chimica dell'acciaio) [5].

La microstruttura martensitica si ottiene per trasformazione displasiva del reticolo dell'austenite, come conseguenza dell'impossibilità temporale che si verifichino fenomeni diffusivi del carbonio.

La trasformazione dell'austenite in martensite avviene quando la velocità di spegnimento risulta essere maggiore della velocità critica [16].

Durante l'austenitizzazione i carburi primari vengono parzialmente disciolti, arricchendo la matrice austenitica in elementi di lega. Prima della loro dissoluzione tali carburi fungono da sito di nucleazione per i grani austenitici.

Un alto contenuto di lega dell'austenite abbassa la temperatura di inizio e fine trasformazione martensitica (M_s :Martensite start e M_f :Martensite finish) durante la tempra [18].

Per alcuni acciai, la temperatura di inizio e fine trasformazione può essere ben al di sopra della temperatura ambiente, determinando una microstruttura completamente martensitica.

Tuttavia, per gli acciai medio-alto legati, è comune che la temperatura M_f sia inferiore alla temperatura ambiente. Pertanto quantità significative di austenite residua possono essere trovate nella microstruttura a tutta tempra [3].

La microstruttura martensitica presenta un reticolo cristallino tetragonale a corpo centrato (T.C.C.) che viene sovente indicato in letteratura con la lettera α '. Data l'elevata velocità di raffreddamento il carbonio non ha la possibilità di diffondere durante la trasformazione strutturale, di conseguenza la martensite ha la medesima composizione chimica dell'austenite da cui ha origine.

La trasformazione austenite-martensite è caratterizzata dal riarrangiamento atomico del reticolo, cioè dal riposizionamento degli atomi attraverso un movimento coordinato.

Schematicamente i fenomeni che portano alla formazione della struttura martensitica, proposti nelle immagini di figura 2.4, possono essere così riassunti:

- Ad elevata temperatura l'austenite (γ) risulta stabile termodinamicamente e gli atomi di carbonio occupano i siti interstiziali del reticolo C.F.C. (cubico a faccie centrate) della fase γ , generando quindi una soluzione solida interstiziale (atomo di carbonio in soluzione nella lacuna ottaedrica) [17].
- Se la velocità di raffreddamento fosse inferiore a quella critica, il carbonio diffonderebbe dal reticolo C.F.C. della fase γ formando carburi di ferro (Fe₃C), in tale modo al reticolo C.F.C. della fase γ sarebbe data la possibilità di trasformarsi nel reticolo C.C.C.(cubico a corpo centrato) della fase α. Poichè invece il raffreddamento è drastico, al carbonio non viene concesso il tempo per fuoriuscire dalle lacune ottaedriche del reticolo C.F.C. della fase γ. Si ottiene quindi un reticolo C.C.C. distorto per effetto del'inclusione del carbonio detto fase α', avente struttura T.C.C [17].



Figura 2.4: Trasformazione dell'austenite (γ reticolo cristallino C.F.C.) in ferrite (α reticolo cristallino C.C.C.) o in martensite (α ' reticolo cristallino T.C.C.) (immagine di sinistra); Schematizzazione secondo Bain della trasformazione austenitemartensite. Due celle C.F.C. adiacenti (fase γ): all'interno si osserva la cella T.C.C. (fase α ') che si origina al raffreddamento per mancata diffusione del carbonio e movimento coordinato degli atomi di ferro del reticolo (immagine di destra) [17].

Come osservabile nella figura 2.4 il reticolo T.C.C. della martensite (fase α') risulta essere un reticolo cubico a corpo centrato allungato lungo una delle tre direzioni, ossia presenta uno degli assi del cubo ($c_{\alpha'}$) di dimensione maggiore rispetto agli altri due ($a_{\alpha'}$). La cella martensitica presenta, rispetto a quella austenitica a temperatura ambiente, una contrazione del 20% lungo lo spigolo maggiore (che da a_{γ} divene $c_{\alpha'}$) ed una dilatazione del 12% dei due spigoli minori [17].

È possibile osservare come statisticamente non tutte le lacune reticolari ottaedriche disponibili nelle celle C.F.C. dell'austenite risultino occupate dagli atomi di carbonio. Di conseguenza non tutti gli spigoli c_{α} , delle celle tetragonali della martensite possiedono lo stesso grado di distorsione.

La cella tetragonale distorta della martensite a temperatura ambiente è caratterizzata da un volume specifico superiore alla cella tetragonale che era possibile individuare all'interno dell'originario reticolo austenitico; ne consegue che la trasformazione martensitica produce sempre un aumento di volume dell'ordine del 4,5% [17].

La distorsione reticolare della martensite al termine del drastico raffreddamento è funzione soltanto del tenore di carbonio che resta intrappolato nella cella, senza possibilità di poter fuoriuscire per diffusione. Quest'ultima considerazione riveste una particolare importanza in quanto la durezza della martensite dipende unicamente del contenuto di carbonio nell'acciaio, ed oscilla tra 400 ed 800 HV [17].

Il parametro che maggiormente influenza la temprabilità di un acciaio risulta essere la sua composizione chimica. In generale quanto maggiore è la quantità degli elementi chimici presenti nell'acciaio, tanto maggiore risulta essere la sua temprabilità [17].

Poiché l'aggiunta di elementi di lega sposta in basso, in particolar modo verso destra, la posizione delle curve C.C.T, negli acciai legati è più agevole ottenere la struttura martensitica anche mediante una legge di raffreddamento meno severa. Gli elementi che inducono un maggiore incremento della temprabilità sono il cromo, il manganese e in particolar modo il molibdeno e il vanadio (rispettivamente presenti nelle seguenti percentuali medie all'interno degli acciai BÖHLER k110[®] 11.60% Cr, 0.27% Mn, 0.63% Mo, 0.91% V e BÖHLER K490 Microclean[®] 6.4% Cr, 0.34% Mn, 1.50% Mo, 3.70% V; vedi le rispettive curve CCT in figura 3.2 e figura 3.6) [6], [19].

Altri elementi quali il nichel, ad esempio, hanno scarsa efficacia; l'unica eccezione apprezzabile a tale comportamento è data dal cobalto ,che sposta verso l'alto ed a sinistra le curve CCT [17].

Il contenuto di carbonio infine $(1.4\% \text{ per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean}^{\textcircled{B}} e 1.51\% \text{ nell'acciaio BÖHLER k110}^{\textcircled{B}})$ [6], [19] ha un blando effetto sulla temprabilità, anche se la sua presenza è molto importante poiché è l'unico elemento che determina la durezza della struttura martensitica [17].

La temprabilità risulta invece indipendente dalla geometria del pezzo e dal mezzo di raffreddamento considerato [17].

Riassumendo è possibile constatare come la fase di austenitizzazione ha un ruolo cruciale per il buon esito del trattamento termico; essa infatti influenza sensibilmente le successive fasi di tempra e rinvenimento.

La fase di austenitizzazione agisce sui seguenti aspetti:

- Determina la frazione volumetrica di carburi di lega indiscolti, che hanno un contributo primario nella resistenza all'usura [1].
- Regola la composizione chimica dell'austenite, che determina la temprabilità dell'acciaio e il valore di inizio trasformazione martensitica (M_s) , determinando l'equilibrio tra il tenore di martensite e austenite residua dopo la tempra [1].
- Regola la composizione chimica dell'austenite, al fine di solubilizzare sufficienti elementi di lega che durante la fase di tempra determinano il grado di sopra saturazione della martensite. Questi risultano quindi disponibili per una successiva precipitazione nel corso del rinvenimento, dando luogo al fenomeno dell'indurimento secondario [1].
- Determina il controllo della crescita del grano austenitico. E necessario prestare attenzione nella scelta delle temperature di austenitizzazione, poiché temperature troppo elevate possono causare una indesiderata crescita del grano di austenitico determinando una scarsa tenacità [3].

È rilevante mettere in evidenza come tutte queste funzioni critiche sono realizzate durante un'unica fase di permanenza negli intervalli di temperatura e tempo indicati per l'austenitizzazione di ciascun specifico acciaio.

Inoltre anche la dimensione media del grano austenitico influenza le tempistiche della fase di austenitizzazione degli acciai: un grano grossolano induce tempi maggiori di permanenza, mentre un grano molto fine li riduce [17].

La motivazione di tale comportamento è da ricercare nel fatto che l'aumento del grano austenitico determina un aumento dei tempi di incubazione per la trasformazione ferrite-austenite; effetto che si spiega ricordando che i siti preferenziali di nucleazione risultano essere i bordi grano.

2.2.2 Il rinvenimento

Il rinvenimento è il trattamento termico finale dopo il quale l'utensile è potenzialmente pronto per essere messo in esercizio [16].

La microstruttura prevalentemente martensitica ottenuta in seguito alla fase di tempra è caratterizzata da un'elevata durezza unitamente ad uno stato tensionale residuo di notevole entità.

I pezzi così trattati, pertanto, non possono essere posti in esercizio per un loro immediato utilizzo, pena il rischio di improvvise rotture di schianto.

Per evitare tali problematiche è necessario prevedere dopo tempra un ulteriore trattamento termico detto rinvenimento; la combinazione di tempra e rinvenimento prende il nome di bonifica [16].

Il trattamento termico di rinvenimento consiste in un riscaldamento ad una temperatura inferiore ad A_{c1} , in un mantenimento isotermo alla temperatura definita, per l'intervallo di tempo necessario ad attuare le modifiche microstrutturali. Segue a concludere un raffreddamento fino alla temperatura ambiente, secondo una legge programmata o meno (e con differenti possibili mezzi di raffreddamento) [17].

Il rinvenimento di un pezzo temprato ha sostanzialmente due principali finalità:

- attenuare e/o annullare la tipica fragilità della struttura martensitica di piena tempra, incrementando di conseguenza la tenacità dell'acciaio;
- ridurre in modo sensibile le tensioni residue (autotensioni) che si generano nei pezzi a seguito raffreddamento di tempra.

Il trattamento di rinvenimento deve essere iniziato subito a valle della fase di tempra allo scopo di limitare il rischio che si formino cricche da autotensioni (per tali motivi l'ideale è operare su pezzi che non si siano completamente raffreddati aventi temperatura di 50°C-70°C) [17].

Esiste un'ampia gamma di temperature (dai 200° C a 600° C) che possono essere utilizzate per il rinvenimento degli acciai da utensile [3].

La selezione dei corretti parametri di temperatura e tempo, risulta essere critica e dipente dalle proprietà desiderate in funzione del campo applicativo dell'utensile.

Durante il rinvenimento si manifestano le trasformazioni microstrutturali di seguito descritte.

A partire da temperature superiori a circa 80°C e per tutto il campo di temperature a cui si esegue il rinvenimento, il carbonio, originariamente vincolato nel reticolo martensitico, fuoriesce per diffusione, liberando le lacune ottaedriche delle celle α' . Di conseguenza il reticolo tetragonale della martensite di piena tempra, rispetto a quanto osservabile nell'immagine di destra di figura 2.4, decrementa progressivamente la sua distorsione, trasformandosi in una struttura cubica a corpo centrato, detta martensite rinvenuta (all'aumentare della temperatura il parametro reticolare $c_{\alpha'}$ diminuisce fino ad arrivare ad eguagliare il parametro $a_{\alpha'}$) [17].

Il rinvenimento di acciai a medio e alto tenore di carbonio a temperature fino a 200°C provoca la precipitazione di carburi ϵ , mentre a temperature comprese tra 200°C e 350°C precipita la cementite (M₃C) [20].

Per gli acciai da utensili il rinvenimento a temperature comprese tra 350°C e 600°C può comportare l'ingrossamento della cementite e la trasformazione dell'austenite residua [3].

La trasformazione dell'austenite residua avviene principalmente durante il raffreddamento dalla temperatura di rinvenimento e dipende dalla composizione chimica dell'acciaio.

Tipicamente per gli acciai contenenti quantità maggiori di austenite ritenuta (oltre il 15 %), un singolo trattamento di rinvenimento non trasforma tutta l'austenite residua [5].

Pertanto, nella maggior parte dei casi, sono necessari trattamenti di rinvenimento doppi o talvolta tripli per trasformare completamente l'austenite ritenuta. Risulta inoltre fondamentale nella valutazione di quanti rinvenimenti eseguire su un componente, considerare anche la dimensione dello stesso.

Il rinvenimento nell'intervallo da 500°C a 600°C determina la precipitazione di carburi MC e M_2C molto piccoli (2-5 nm) nella martensite [21], [22].

Questi precipitati sono indicati come "carburi secondari"e la formazione di queste nanoparticelle nella microstruttura ne aumenta la durezza. Questo fenomeno è noto come "indurimento secondario" e comporta un mantenimento o limita il naturale decremento di durezza generato dal rinvenimento.

La durata del riscaldamento dipende chiaramente dalle dimensioni (spessori) dei pezzi. La temperatura e la durata del mantenimento sono invece funzione delle caratteristiche resistenziali che si desiderano ottenere nei componenti meccanici.

Capitolo 3 Materiali, metodi e strumenti impiegati

All'interno del paragrafo 3.1 e del successivo paragrafo 3.2, vengono esposte le principali proprietà e indicazioni riguardanti il ciclo di trattamento termico, fornite dall'azienda Böhler Edelstahl, produttrice degli acciai BÖHLER K110[®] (AISI D2) e BÖHLER K490 Microclean[®], impiegati nel presente lavoro di tesi.

L'esposizione di questi dati risulta rilevante per poter successivamente effettuare, all'interno del **Capitolo 5**, una comparazione tra proprietà ottenute a seguito dei vari cicli di trattamento termico sperimentali adottati, con quelle dichiarate dal produttore [6], [19].

Nel successivo paragrafo 3.3 vengono invece esposte le metodologie adottate nella preparazione dei provini sui quali sono stati eseguiti i trattamenti termici sperimentali e i relativi strumenti impiegati nello studio.

3.1 Proprietà dell'acciaio BÖHLER K110[®]

L'acciaio BÖHLER K110[®] prodotto dalla Böhler Edelstahl, è un acciaio da utensili a freddo, i cui parametri composizionali lo rendono identificabile secondo la normativa AISI come D2.

L'acciaio AISI D2 è il grado maggiormente applicato tra gli acciai da utensili per lavorazioni a freddo ad alto tenore di C e Cr. Questi gradi presentano un'ottima combinazione di tenacità e resistenza all'usura abrasiva e adesiva.

Tali proprietà sono tra le più importanti per gli utensili impiegati nelle lavorazioni a freddo, ove la condizione di esercizio preveda il contatto metallo-metallo, quali ad esempio i processi industriali di laminazione, tranciatura e punzonatura.

L'acciaio BÖHLER K110[®] viene prodotto attraverso la via metallurgica convenzionale, esposta nel **Capitolo 1** all'interno del sotto-paragrafo 1.3.1.

Gli acciai da utensili a freddo realizzati dalla Böhler Edelstahl e identificati con la denominazione commerciale ISODUR[®] sono prodotti che vengono sottoposti a trattamento di rifusione tramite ESR/PESR [23].

L'acciaio BÖHLER K110[®] può essere fornito dalla Böhler Edelstahl sia con l'esecuzione del processo di rifusione sotto scoria ESR/PESR, che senza [7].

3.1.1 La composizione chimica dell'acciaio BÖHLER K110[®]

Nella tabella 3.1 è riportata la composizione chimica media percentuale dell'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2), in base ai valori composizionali dichiarati dal produttore Böhler Edelstahl [6].

BÖHLER K110 [®]									
С	Cr	Mo	V	W	Mn	Ni	Si	Р	S
1.51	11.60	0.63	0.91	0.02	0.27	0.20	0.32	0.019	0.016

Tabella 3.1: Composizione chimica media percentuale dell'acciaio BÖHLER K110[®] indicata dal produttore Böhler Edelstahl [6].

L'alto contenuto di alliganti presente in tale acciaio, come il 12%Cr, provoca la segregazione degli elementi di lega durante la solidificazione in lingottiera, dando luogo a una significativa formazione di carburi primari ledeburitici, aventi prevalentemente stechiometria M_7C_3 , di elevate dimensioni [5].

Tali carburi primari conferiscono all'acciaio un'elevata durezza e resistenza all'usura abrasiva e rimangono in gran parte indisciolti anche a seguito della fase di trattamento termico di austenitizzazione.

Per tutti gli acciai ad alto tenore di C e Cr, la maggior parte dei carburi sono di tipo M_7C_3 , i quali inducono un'elevata durezza nel materiale, ma a seconda della loro frazione volumetrica, dimensione e distribuzione, possono anche diminuire significativamente la tenacità [5].

Il contenimento dei costi di produzione deriva dalle basse quantità di costosi elementi di lega, quali Mo e V, ma presenti in tenore sufficiente per promuovere un'elevata temprabilità (tale acciaio risulta infatti auto-temprante) e lo svilupparsi del fenomeno della durezza secondaria nel corso del trattamento termico di rinvenimento [6].

3.1.2 Le proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K110[®]

Nella tabella 3.2 sono riportate alcune delle più significative proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K110[6].

Proprietà fisiche BÖHLER K110 [®] a 20°C				
Densità	$7,67 \text{ kg/dm}^3$			
Conducibilità termica	$23.9 \text{ W}/(\text{m} \cdot K)$			
Calore specifico	$470 \text{ J/(kg} \cdot K)$			
Resistività elettrica	$0,65 \text{ Ohm.mm}^2/m$			
Modulo elastico	$200 \cdot 10^3 N/mm^2$			

Tabella 3.2: Proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K110[®], rilevate a 20°C per il materiale allo stato temprato e rinvenuto [6].

Nella tabella 3.3 viene invece proposto l'andamento del coefficiente di espansione termica lineare dell'acciaio BÖHLER K110[®] in funzione della temperatura [6].

Espansione termica BÖHLER K110 [®] $10^{-6}m/(m \cdot K)$							
100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C	700°C	
11,0	11,4	11,9	12,2	12,7	12,8	12,1	

Tabella 3.3: Coefficiente di espansione termica lineare dell'acciaio $B\ddot{O}HLER$ K110[®] in funzione della temperatura [6].

3.1.3 Campi di applicazione per l'acciaio BÖHLER K110[®]

Dati gli elevati valori di durezza e di resistenza all'usura, nonché il prezzo di vendita commercialmente competitivo, alcuni dei principali campi di applicazione in cui l'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) può essere impiegato sono [6]:

- la realizzazione di utensili da taglio per impieghi gravosi (quali la tranciatura);
- utensili per la rullatura dei filetti;
- utensili per l'imbutitura ed l'estrusione a freddo;
- rulli per le gabbie di laminazione e stampi per le materie plastiche.

3.1.4 I trattamenti termici per l'acciaio BÖHLER K110[®]

- Il trattamento termico di ricottura completa viene eseguito alle temperature comprese tra gli 800-850°C, a cui fa seguito un raffreddamento controllato in forno con velocità comprese di 10-20°C/ora fino a raggiungere i 600°C. La durezza che caratterizza il materiale al termine delle ricottura completa, che rappresenta lo stato di fornitura dello stesso, è al più di 25 HRC [6].
- Il processo di forgiatura deve essere condotto con il materiale alla temperatura compresa tra gli 850°C e 1050°C, a cui deve fare seguito un lento raffreddamento in forno [6].

Nella figura3.1 è messa in evidenza la sequenza di trattamenti termici "finali" (vedi precedente paragrafo 2.2) indicati dalla Böhler Edelstah per acciaio BÖHLER K110[®] [6].



Figura 3.1: Ciclo di trattamento termico consigliato dalla Böhler Edelstah per l'acciaio BÖHLER K110[®] [6].

Nel caso sia necessario applicare un preventivo trattamento termico di distensione, a seguito di significative lavorazioni meccaniche o nel caso di componenti a geometria complessa, questo deve essere condotto a temperature comprese tra i 600-700°C, a cui far seguire un raffreddamento in aria per una o due ore [6].

La temperatura di austenitizzazione indicata per l'acciaio BÖHLER K110[®] è di 1020-1040°C con periodo di incubazione variabile dai 15-20' (nel caso degli acciai AISI D3 e D6 la temperatura di austenitizzazione è tipicamente inferiore, nell'intorno dei 960°C, per via del minore contenuto di Mo e V).

Il mezzo temprante scelto può essere aria forzata/gas o un bagno di sali (a $220-250^{\circ}C$ o $500-550^{\circ}C$) oppure aria statica nel caso di componenti caratterizzati da geometrie complesse.

Al termine del processo la durezza raggiunta varia dai 58-61 HRC in funzione della temperatura di austenitizzazione adottata e del mezzo temprante [6].

Per poter definire quali siano le corrette sequenze di trattamento termico a cui il componente deve essere sottoposto non si può prescindere dall'osservazione delle curve di trasformazione anisoterma (CCT: Coontinuos Cooling Curves), unitamente alla conoscenza delle caratteristiche finali che gli si vogliono impartire.

In figura 3.2 vengono proposte le curve CTT dell'acciaio BÖHLER K110[®] austenitizzato a 1080°C e a 1020°C per 30'(λ è il parametro che indica la severità del raffreddamento valutato tra 800°C e 500°C) [6].



Figura 3.2: Curve CCT dell'acciaio BÖHLER K110[®]: la figura in alto austenitizzazione a 1080°C per 30'(λ è il parametro che indica la severità del raffreddamento valutato tra 800°C e 500°C), mentre la figura in basso è relativa alla temperatura di austentizzazione di 1020°C; i relativi valori di durezza Vickers sono riportati all'interno dei cerchi che compaiono in basso.

Didascalia: **K** Curva inizio precipitazione dei carburi nel corso del raffreddamento post-austenitizzazione, **M** Martensite, **B** Bainite, **P** Perlite, **F** Ferrite [6].

È possibile constatare dell'osservazione della curva CCT precedentemente riportata, come l'inizio trasformazione dell'austenite in perlite possa avere luogo solo mediante raffreddamenti estremante lenti.

Tale caratteristica fa sì che l'acciaio BÖHLER K110[®] presenti un'elevata temprabilità, ossia possieda una velocità critica di raffreddamento bassa, che gli attribuisce un'elevata attitudine ad assumere la struttura martensitica.

È interessante inoltre osservare come nella curva CCT proposta in precedenza per l'acciaio BÖHLER K110[®] non sia riportata la curva di fine trasformazione martensitica (M_f) .

Questa caratteristica deriva dal fatto che essendo tale acciaio fortemente legato con notevole abbassamento delle curve $M_s e M_f$, la curva M_f si trova al di sotto degli 0°C (l'effettiva posizione di M_f è fortemente influenzata dalla specifica composizione chimica del materiale).

Negli opportuni bilanciamenti di composizione dell'AISI D2 normalmente impiegati la curva M_f si posiziona a -125°C [18].

In tutti i casi in cui M_f si trovi a temperature inferiori a quella ambiente si deve tenere in conto anche della presenza di una certa percentuale di austenite non trasformata, detta austenite residua/ritenuta.

Tale struttura, intrinsecamente metastabile, potrebbe dare luogo a sgraditi fenomeni di trasformazione durante l'esercizio in martensite non rinvenuta [18]. Nella figura 3.3 è possibile osservare il diagramma che mostra la percentuale delle diverse fasi ottenibili in funzione della velocità di raffreddamento (indicata attraverso il parametro λ) per l'acciaio BÖHLER K110[®].

L'immagine in alto fa riferimento all'acciaio BÖHLER K110[®] austenetizzato a 1080°C per 30', mentre l'immagine in basso è relativa all'austenizzazione a 1020°C per 30' [6].



Figura 3.3: Percentuali delle diverse fasi ottenibili in funzione della velocità di raffreddamento (indicata attraverso il parametro λ) per l'acciaio BÖHLER K110[®]. L'immagine in alto fa riferimento all'acciaio BÖHLER K110[®] austenetizzato a 1080°C per 30', mentre l'immagine in basso è relativa all'austenizzazione a 1020°C per 30'.

Didascalia: **RA** Austenite residua, **M** Martensite, **B** Bainite, **P** Perlite, **LK** Carburi ledeburitici [6].

La Böhler Edelstahl consiglia di procedere all'esecuzione del trattamento di rinvenimento immediatamente dopo quello di tempra, indicando 1 ora di permanenza per ogni 20 mm di spessore del componente, con un tempo minimo di 2 ore.

Nella figura 3.4 è possibile osservare le curve di rinvenimento dell'acciaio BÖHLER K110[®] per due diverse temperature di austenitizzazione, rispettivamente 1030°C (linea continua) e 1070°C (linea tratteggiata).Tali curve sono state costruite utilizzando dei provini cubici $20 \times 20 \times 20$ mm [6].



Figura 3.4: Curve di rinvenimento dell'acciaio BÖHLER K110[®] per due diverse temperature di austenitizzazione, rispettivamente 1030°C (linea continua) e 1070°C (linea tratteggiata) [6].

Come apprezzabile dall'osservazione del grafico di figura 3.4, l'acciaio BÖHLER K110[®] se austenitizzato ad alta temperatura (1070°C) è successivamente in grado di sviluppare il fenomeno dell'indurimento secondario nel corso di un rinvenimento condotto a 520°C.

I trattamenti più comuni per incrementare ulteriormente la durezza superficiale nell'acciaio da utensili sono la nitrurazione e l'applicazione di specifici rivestimenti duri mediante tecniche PVD (Physical Vapor Deposition) [3].

Entrambe queste soluzioni possono essere applicate per migliorare le caratteristiche di usura superficiale (sia adesiva che abrasiva) senza compromettere la tenacità globale dell'utensile.

Le temperature alle quali vengono effettuati tali trattamenti (400-550°C) contribuiscono alla riduzione di un elevato tenore di austenite residua.

Se si vuole effettuare la nitrurazione in bagno di sali, è necessario impiegare una temperatura di austenitizzazione elevata, compresa tra i 1060-1080°C, alla quale fanno seguito due rinvenimenti condotti alle temperature rispettivamente di 520°C e 470-490°C (30-50°C sotto la 1° temperatura di rinvenimento) [6].

Ad esempio, la nitrurazione in bagno di sali secondo il processo brevettato dalla TUFFTRIDE[®], viene condotta a 570°C con tempo di attesa di 30 minuti. Tale trattamento permette di ottenere una profondità di nitrazione di circa 0,03 mm, ai quali sono associati valori di durezza nell'ordine dei 1200 Hv. Dopo la nitrurazione si consiglia di eseguire una distensione a circa 300°C [6].

3.2 Proprietà dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean®

L'azienda Böhler Edelstahl identifica gli acciai prodotti mediante la metallurgia delle polveri, impiegando le modalità esposte nel **Capitolo 1** all'interno del paragrafo 1.3.2, con la designazione MICROCLEAN[®].

L'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] risulta pertanto essere un acciaio da utensili a freddo prodotto mediante la metallurgia delle polveri, dotato quindi delle peculiari caratteristiche che connotano gli acciai prodotti attraverso tale modalità.

3.2.1 Composizione chimica dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]

Nella tabella 3.4 è riportata la composizione chimica media percentuale dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], in base ai valori composizionali dichiarati dalla Böhler Edelstahl [19].

Il produttore specifica anche la presenza del Niobio all'interno della composizione, ma non fornisce indicazioni specifiche sul suo contenuto in peso.

BÖHLER K490 Microclean®						
С	Cr	Mo	V	W		
1.40	6.40	1.50	3.70	3.50		

Tabella 3.4: Composizione chimica media percentuale dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] indicata dal produttore Böhler Edelstahl [19].

3.2.2 Le proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean®

Nella tabella 3.5 sono riportate alcune delle più significative proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] [19].

Proprietà fisiche BÖHLER K490 Microclean® a 20°C					
Densità	$7,79 \mathrm{\ kg/dm^3}$				
Conducibilità termica	19,6 W/(m·K)				
Calore specifico	$450 \text{ J/(kg} \cdot K)$				
Resistività elettrica	$0,55 \text{ Ohm.mm}^2/m$				
Modulo elastico	$223 \cdot 10^3 N/mm^2$				

Tabella 3.5: Proprietà fisiche dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], rilevate a 20°C per il materiale allo stato temprato e rinvenuto [19].

Nella tabella 3.6 viene invece proposto l'andamento del coefficiente di espansione termica lineare dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] in funzione della temperatura [19].

Espansione termica BÖHLER K490 Microclean [®] $10^{-6}m/(m \cdot K)$							
100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C	$700^{\circ}\mathrm{C}$	
10,6	11,1	11,6	$11,\!9$	12,3	$12,\! 6$	12,8	

Tabella 3.6: Coefficiente di espansione termica lineare dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] in funzione della temperatura [19].

Risulta interessante constatare come l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sia caratterizzato da valori di coefficiente di espansione termica lineare, che al di sotto dei 600°C, sono inferiori a quelli dell'acciaio BÖHLER K110[®] (come è possibile costatare dalla comparazione della tabella 3.6 con la tabella 3.3).

Questi valori minori, che caratterizzano l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] rendono, nel corso delle varie fasi del trattamento termico, i componenti realizzati con tale materiale particolarmente stabili dimensionalmente.

3.2.3 Campi di applicazione per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]

Gli elevati valori di durezza e tenacità, unitamente alla caratteristica microstruttura dei prodotti da metallurgia delle polveri, fanno si che l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] possa essere impiegato in un'ampia gamma di applicazioni per utensili da lavorazioni a freddo [19].

Alcuni dei principali campi di applicazione, analoghi a quelli dell'acciaio BÖHLER K110[®], per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sono:

- utensili da taglio (matrici, punzoni) per tranciatura normale e di precisione;
- utensili per la rullatura dei filetti;
- stampi per l'industria ceramica, farmaceutica e delle materie plastiche;
- industria dei coltelli.

3.2.4 I trattamenti termici per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]

Nella figura 3.5 è possibile osservare la sequenza di trattamenti termici "finali" (vedi precedente paragrafo 2.2) indicata dalla Böhler Edelstah per acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] [19].



Figura 3.5: Ciclo di trattamento termico consigliato dalla Böhler Edelstah per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] [19].

Nel caso sia necessario applicare un preventivo ciclo di distensione, a seguito di significative lavorazioni meccaniche o nel caso di componenti a geometria complessa, questo deve essere condotto a temperature comprese tra i 650-700°C, a cui far seguire un raffreddamento in atmosfera neutra per una o due ore.

La temperatura di austenitizzazione indicata per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] è di 1030-1080°C con periodo di incubazione variabile dai 20 ai 30 minuti. É possibile impiegare come mezzo temprante aria forzata/gas (N₂), olio o un bagno di sali.

Viene inoltre indicata la possibilità di eseguire il trattamento termico di bonifica dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] all'interno del medesimo lotto di trattamento termico dell'acciaio BÖHLER K110[®] [19]. Nella figura 3.6 vengono proposte le curve di trasformazione anisoterma (CCT: coontinuos cooling curves) dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] austenitizzato a 1080°C per 30'(λ è il parametro che indica la severità del raffreddamento valutato tra 800°C e 500°C) [19].



Figura 3.6: Curve CCT dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] austenitizzato a 1080°C per $30'(\lambda \text{ è il parametro che indica la severità del raffreddamento valutato tra 800°C e 500°C).$

Didascalia: k2 Curva inizio precipitazione dei carburi nel corso del raffreddamento post-austenitizzazione, **M** Martensite, **B** Bainite, **P** Perlite, **F** Ferrite e **M** Martensite [19].

Come conseguenza del tenore di Mo e V maggiori nel caso del acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] rispetto a quello presente nell'acciaio BÖHLER K110[®] (confronta tabella 3.4 con la tabella 3.1), la curva CCT che determina il passaggio attraverso il "naso perlitico" si viene a localizzare a tempi superiori, nell'intorno dei 30 minuti. Si può pertanto constatare come l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sia caratterizzato da un elevata temprabilità tale da essere definibile come acciaio autotemprante.

Nella figura 3.7 è possibile osservare il diagramma che mostra le percentuali delle diverse fasi ottenibili in funzione della velocità di raffreddamento (indicata attraverso il parametro λ) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] [19].



Figura 3.7: Percentuali delle diverse fasi ottenibili in funzione della velocità di raffreddamento (indicata attraverso il parametro λ) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

Didascalia: k1 Carburi non disciolti nel corso dell'austenitizzazione, **RA** Austenite residua, **M** Martensite, **B** Bainite, **P** Perlite e **F** Ferrite [19].

La Böhler Edelstahl indica di procedere all'esecuzione del trattamento di rinvenimento immediatamente dopo quello di tempra e raccomanda di eseguire almeno tre rinvenimenti (come visibile in figura 3.5), impiegando per ciascuno 1 ora di permanenza per ogni 20 mm di spessore del componente (con un tempo minimo di incubazione di 2 ore) e di effettuare il raffreddamento post rinvenimento in aria. La durezza ottenibile a seguito di tali cicli di rinvenimento va dai 58 ai 64 HRC (il materiale allo stato ricotto di fornitura ha al più una durezza di 29 HRC) [19].

Nella figura 3.8 è possibile osservare le curve di rinvenimento dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] per tre diverse temperature di austenitizzazione, rispettivamente 1030°C, 1050°C e 1080°C (dimensione provini 35×15 mm).

Le curve sono riferite al terzo rinvenimento condotto per 2h, che ha fatto seguito agli altri due della medesima durata [19].



Figura 3.8: Curve di rinvenimento $(3 \times 2h)$ dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] per tre diverse temperature di austenitizzazione: 1030°C, 1050°C e 1080°C [19].

In modo analogo a quanto precedentemente riportato nel paragrafo 3.1 per l'acciaio BÖHLER K110[®], anche per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], al termine dei cicli di rinvenimento, è possibile incrementare ulteriormente la sola durezza superficiale mediante processi di nitrurazione o l'applicazione di specifici rivestimenti duri attraverso tecniche PVD [24].

La microstruttura che caratterizza gli acciai prodotti attraverso la metallurgia delle polveri incrementa ulteriormente le proprietà ottenibili a seguito dei trattamenti superficiali citati precedentemente, (in particolar modo per quanto riguarda le tecniche di deposizione PVD) rispetto all'esecuzione degli stessi su acciai prodotti mediante la via metallurgica tradizionale [3].

3.2.5 Comparazione tra l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e AISI D2

Nella figura 3.9 vengono proposti gli esiti del test di abrasione "Rubber disc dry sand" eseguito in accordo alle specifiche ASTM G65 [25].



Figura 3.9: Resistenza all'abrasione dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

I campioni testati, aventi dimensioni $60 \times 25 \times 8$ mm e Ra <0,8 µm, sono stati prelevati al centro di una barra di acciaio laminata spessa 70 mm, e sono stati sottoposti ai seguenti trattamenti termici, prima di eseguire il test di usura [19]:

- BÖHLER K490 Microclean[®]: austenitizzato a 1080°C e rinvenuto 3×2h 560°C;
- AISI D2 (BÖHLER K110[®]): austenitizzato a 1070°C e rinvenuto $3 \times 2h$ 510°C;
- PM23/M4 (acciai HSS): austenitizzati a 1130°C e rinvenuti 3×2h 590°C.

In base agli esiti del test di abrasione "Rubber disc dry sand" eseguito in accordo alle specifiche ASTM G65 è possibile osservare come l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sia caratterizzato da valori superiori in termini di resistenza all'abrasione, rispetto all'acciaio AISI D2.

É però rilevante sottolineare come la dimensione dei materiali abrasivi impiegati durante l'esecuzione dei test influisce significativamente sull'esito di un test comparativo. L'acciaio AISI D2 è caratterizzato dalla presenza di carburi primari (principali responsabili della resistenza all'usura abrasiva) di dimensioni maggiori rispetto a quelli presenti nella microstruttura dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]; di conseguenza è ipotizzabile che l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] possa manifestare una resistenza all'abrasione superiore a quella dell'acciaio AISI D2 unicamente nel caso in cui l'agente abrasivo, impiegato nei test, risulti avere una dimensione estremamente ridotta [3].

É altresì vero che l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] è caratterizzato da un grano austenitico primario di taglia inferiore rispetto a quello che caratterizza l'acciaio AISI D2 e tale aspetto più contribuire ad incrementare la resistenza all'usura [26].

Nella figura 3.10 è possibile osservare gli esiti delle prove d'impatto mediante pendolo di Charpy eseguite sull'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e su altre tre tipologie di acciai, rispettivamente AISI D2 (BÖHLER K110[®]) e PM23/M4. Il test è stato eseguito impiegando provini $7 \times 10 \times 55$ mm non intagliati, in riferimento alla normativa tedesca Stahl-Eisen-Prufblatt (SEP 1314) [27], ricavati in direzione longitudinale da un tondino laminato avente diametro di 35 mm (il cui rapporto di riduzione non viene specificato)[19].

I campioni dei diversi acciai sono stati sottoposti ai seguenti trattamenti termici (attuati con $\lambda \leq 0.5$) prima di eseguire la prova d'impatto:

- BÖHLER K490 Microclean[®]: austenitizzato a 1080°C e rinvenuto 3×2h a 560°C;
- AISI D2 (BÖHLER K110[®]): austenitizzato a 1070°C e rinvenuto 3×2h a 520°C;



• PM23/M4: austenitizzati a 1100°C e rinvenuti 3×2h a 570°C.

Figura 3.10: Prova di resilienza dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] eseguita con provini non intagliati $10 \times 7 \times 55$ mm e trattati termicamente con austenitizzazione a 1080°C e rinvenimento $3 \times 2h$ a 560°C [19].

Sebbene, dagli esiti del test di resilienza sopra proposto, emerga come a pari valore di durezza (62 HRC), l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] risulti sensibilmente più prestazionale in comparazione all'acciaio AISI D2 (BÖHLER K110[®]), è rilevante sottolineare che l'azienda Böhler Edelstahl [19] non dichiari il valore di riduzione del tondino laminato dal quale è stato ricavato il provino di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]; tale parametro risulta avere una significativa influenza sulla tenacità [28]. Nella figura 3.11 è proposto l'istogramma che riporta la comparazione in termini di costo della lavorazione meccanica finale, per quattro differenti tipologie di acciaio, rispettivamente BÖHLER K490 Microclean[®], AISI D2 (BÖHLER K110[®]) e PM23/M4 (acciai HSS) [19].



Figura 3.11: Comparazione dei costi di lavorazione meccanica finale per l'acciao BÖHLER K490 Microclean[®], PM23/M4 e AISI D2 (BÖHLER K110[®]) [19].

Da tale comparazione emerge un chiaro risparmio in termini di costi di lavorazione meccanica finale, dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] rispetto all'acciaio AISI D2 (BÖHLER K110[®]), principalmente dovuta alle differenti microstrutture derivanti alle diverse modalità di produzione di tali prodotti metallurgici (vedi paragrafo 1.3.1 per l'acciaio BÖHLER K110[®] e il paragrafo 1.3.2 per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®])

Nel caso si vogliano informazioni specifiche relative ai parametri di lavorazione meccanica per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] si faccia riferimento rispettivamente ai seguenti riferimenti bibliografici [19] e [6].

3.3 Metodi sperimentali e strumenti applicati

3.3.1 Modalità di realizzazione dei provini per le osservazioni microscopiche, rilevazione della durezza e dell'austenite residua

I provini sui quali effettuare la determinazione della durezza, le osservazioni microscopiche e la rilevazione del tenore di austenite residua sono, per entrambi gli acciai oggetto dello studio, caratterizzati da una dimensione di $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm.

Tali provini sono stati ricavati nella zona centrale di una sezione di billetta, che viene fornita dal produttore allo stato "sgrossato",(stato ottenuto a seguito dell'operazione di tornitura condotta sulla billetta al termine dell'operazione di forgiatura per martellatura) come è possibile constatare dalla finitura superficiale riportata nell'immagine di destra della figura 3.3.5.

Le billette presentavano originariamente diametro di 202 mm e lunghezza di 350 mm, sia nel caso dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], che in quello dell'acciaio BÖHLER K110[®].

I provini sono stati realizzati attuando il taglio, mediante troncatrice metallografica, di una precedente sezione di billetta ricavata attraverso fresatrice a controllo numerico a 3 assi.

Nella figura 3.12 viene proposta la porzione di billetta di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] dalla quale si sono ottenuti sia i provini di dimensione di $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm, che i provini per le prove di impatto Charpy (le cui caratteristiche e modalità di produzione sono esposte nel paragrafo 3.3.5).



Figura 3.12: Sezione billetta di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (sulla destra) e relativo stato superficiale (sulla sinistra).

É rilevante indicare le dimensioni delle billette dalle quali sono stati ricavati i provini, poiché, come messo in evidenza all'interno di questo articolo scientifico [29], alcune proprietà meccaniche degli acciai (tra le quali la resilienza) variano sensibilmente, a parità di trattamento termico eseguito, in funzione della dimensione della billetta dalla quale vengono ricavati i provini.

Le motivazioni di quanto sopra affermato derivano principalmente dalla variazione del contenuto inclusionale, che tendenzialmente cresce al crescere del diametro della billetta e dalla deformazione che il materiale subisce a cuore a pari rapporto di riduzione applicato.

3.3.2 Modalità di preparazione dei provini per l'osservazione microscopica e tipologia di microscopi utilizzati

I provini metallografici per le osservazioni microscopiche, aventi dimensioni $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm, dopo inglobatura con resina termoindurente, sono stati preparati superficialmente impiegando la seguente serie di dischi abrasivi specifici per la lucidatura dei metalli duri: 200, 500, 1200, 18 µm e 2000.

A fatto seguito la lucidatura impiegando in successione le paste diamantate da 6 $\mu m, 3 \ \mu m$ e 1 $\mu m.$

Sugli stessi, al fine di mettere in evidenza il grano austenitico primario e la distribuzione dei carburi, si è proceduto ad eseguire un attacco metallografico con il reattivo Vilella (1g di acido picrico, 5 ml di HCL in 100 ml di alcool etilico) per 5 secondi e successivamente con Picral (5g di acido picrico in 10 ml di alcool etilico) per un tempo variabile da 3 a 6 minuti.

Il periodo di attacco è stato variato in funzione della tipologia di acciaio e dello stato di trattamento termico; tempi di attacco maggiori sono stati richiesti nel caso dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di piena tempra e minori nel caso dell'acciaio BÖHLER K110[®] sottoposto a rinvenimento [30].

L'osservazione microscopica è stata condotta avvalendosi di un microscopio ottico modello LEICA MEF4M munito di fotocamera LEICA DFC295 e di un microscopio elettronico a scansione (SEM) modello Zeiss EVO 15, dotato di sonda EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy).

La stima della dimensione media dei carburi e del grano austenitico primario (utilizzando il metodo dell'intercetta) è eseguita per ciascuna microstruttura analizzata all'interno dello studio attraverso il software di analisi di immagine ImageJ.

3.3.3 Modalità di misurazione della durezza

I campioni sui quali è stata effettuata la misura della durezza, aventi dimensioni $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm, sono stati ricavati mediante le modalità precedentemente esposte nel sotto-paragrafo 3.3.1. Sono inoltre stati sottoposti ad inglobatura con resina termoindurente e lucidati superficialmente (fino al disco da 500), al fine di garantire la perpendicolarità della superficie e permettere una più accurata visualizzazione delle impronte nel corso della misurazione.

La misurazione dei valori di durezza è stata condotta all'interno di tutto lo studio di tesi attraverso l'ausilio di un macro-durometro, modello EMCO-TEST M4U 025, andando ad eseguire la rilevazione della durezza in scala Vickers Hv-50.

Successivamente si è proceduto alla conversione dei valori rilevati in scala Rockwell C (HRC), mediante l'utilizzo della tabella A.1(presente nell'appendice A) contenuta nella normativa ASTM A370 [31], al fine di poter effettuare una comparazione con i dati forniti dal produttore Böhler Edelstahl (messi in evidenza nei precedenti paragrafi 3.1 e 3.2).

La scelta di rilevale la durezza in scala Vickers (Hv-50), anziché direttamente in HRC, è stata dettata dal fatto che la scala Vickers, essendo caratterizzata da una maggiore discretizzazione, permette di cogliere variazioni inferiori di durezza riscontrabili tra i vari trattamenti termici sperimentali e all'interno delle diverse fasi del medesimo ciclo di trattamento termico.

3.3.4 Modalità di misurazione dell'austenite residua

Il tenore di austenite residua è stato rilevato mediante la tecnica di diffrattometria dei raggi X impiegando lo strumento µ-X360s prodotto dalla Pulstec Industrial Co.,Ltd [32].

Questo strumento portatile per la rilevazione delle tensioni residue, vede tra le altre sue funzionalità anche la possibilità, mediante l'impiego di un elettrodo al Cr, di rilevare la percentuale di austenite residua nell'acciaio.

La misura del tenore di austenite residua attraverso diffrattometro a raggi X ha dato la possibilità di valutare tenori di austenite residua fino al 5%, mentre una misurazione attraverso osservazione al microscopio ottico, previo specifico attacco chimico, non avrebbe consentito la valutazione di tenori inferiori al 12% [33].

I campioni sui quali effettuare la misura dell'austenite residua, aventi dimensioni $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm, a seguito del processo di inglobatura con resina termoindurente, sono stati preparati in base alla modalità precedentemente esposte nel sotto-paragrafo 3.3.1.

La preparazione superficiale dei provini è stata realizzata secondo le indicazioni riportate nella normativa ASTM E975-13 [34].

Essendo indicato da tale normativa un valore di finitura superficiale uguale o inferiore a quello ottenibile a seguito della lucidatura con sospensione diamantata da 6 μ m, la valutazione del contenuto di austenite residua è stato effettuato sui medesimi provini preparati per l'osservazione microscopica (lucidati con sospensione diamantata da 1 μ m).

Nell'immagine di sinistra di figura 3.13 è possibile osservare il diffrattometro a raggi X μ -X360s, mentre nell'immagine di destra viene proposta l'immagine di un provino inglobato sul quale è in corso la misura dell'austenite residua.



Figura 3.13: Vista esterna del diffrattometro a raggi X μ -X360s e provino inglobato sul quale si sta eseguendo la misura dell'austenite residua; il diametro dello spot laser è di 2mm.

Lo strumento μ -X360s fornisce come esito della misura oltre al contenuto percentuale di austenite residua anche una visualizzazione grafica dell'anello di Debye, come mostrato nelle immagini di figura 3.14 e 3.15.



Figura 3.14: A sinistra viene proposta una rappresentazione tridimensionale del anello di Debye relativo a un campione di acciaio BÖHLER K110[®] temprato da 1080°C, mentre sulla destra viene proposto il grafico associato al medesimo campione in cui è possibile distinguere il picco ferritico a sinistra mentre e sulla destra compare il caratteristico picco associato alla presenza dell'austenite residua.



Figura 3.15: A sinistra viene proposta una rappresentazione tridimensionale del anello di Debye relativo a un campione di acciaio BÖHLER K110[®] temprato da 1030°C e rinvenuto 3 volte a 540°C, mentre sulla destra viene proposto il grafico associato al medesimo campione in cui è possibile unicamente il picco ferritico.

Dal confronto dei grafici di figura 3.14 con 3.15 è possibile costatare come nel caso del campione di BÖHLER K110[®] sottoposto unicamente a tempra da 1080°C sia ben visibile, nell'intorno dei 129 gradi, il picco associato alla presenza dell'austenite ritenuta, mentre nel caso del provino temprato a 1030°C e successivamente sottoposto a tre rinvenimenti a 540°C il contenuto di austenite residua, data l'assenza del picco caratteristico, può essere considerata irrisoria.

3.3.5 Produzione dei provini per la prova di resilienza mediante pendolo di Charpy

Per valutare i valori di resilienza ottenuti a seguito dell'esecuzione dei trattamenti termici sperimentatali oggetto dello studio, è stato applicata la prova di impatto mediante pendolo di Charpy dotato di mazza strumentata (modello Zwick / Roell tipo BRA342038204).

Tale prova è stata eseguita su due tipologie geometriche di provini, sia per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] che per l'acciaio BÖHLER K110[®].

Una prima tipologia geometrica fa riferimento ai provini non intagliati realizzati in accordo alla normativa tedesca Stahl-Eisen-Prüfblatt (SEP 1314) [27], le cui caratteristiche geometriche, espresse in mm, sono riportate in figura 3.16 (paralle-lismo 90° ± 10' e finitura superficiale $R_a \leq 5 \mu m$).



Figura 3.16: Provino test impatto Charpy secondo la normativa SEP 1314 [27].

La seconda tipologia geometrica di provini è rappresentata dai provini intagliati realizzati in accordo alla normativa ASTM A370-21 [31], le cui caratteristiche geometriche sono riproposte in figura 3.17.



Figura 3.17: Provino test impatto secondo la normativa ASTM A370-21 [31].

Ambedue le tipologie geometriche di provini sono state ricavate nella zona centrale delle rispettive porzioni di billette, sia per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] che BÖHLER K110[®], come è possibile osservare nell'immagine di figura 3.18, secondo le modalità riportate nel precedente sotto-paragrafo 3.3.1.



Figura 3.18: Porzione di billetta di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sulla quale è delimitata centralmente la zona di prelievo di una serie di provini per le prove di resilienza.

Essendo gli spessori delle porzioni di billette dei due acciai, inferiori in entrambi i casi ai 55 mm richiesti per la realizzazione dei provini di resilienza in direzione longitudinale (vedi figura 3.12), si è dovuto necessariamente ricavare gli stessi in direzione trasversale.

Risulta importante sottolineare questo aspetto, poiché come messo in evidenza in questi articoli scientifici [35] e [29], esiste una rilevante differenza tra i valori di resilienza ottenuti con dei provini ricavati in direzione longitudinale, rispetto a quelli ricavati in direzione trasversale.

La scelta di impiegare provini in accordo alla normativa SEP 1314 [27], deriva dal fatto che tale normativa risulta essere usualmente applicata agli acciai da utensili prodotti attraverso la metallurgia delle polveri.

I valori di resilienza forniti dal produttore Böhler Edelstah per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (vedi figura 3.10 del **Capitolo 3**) fanno infatti riferimento a prove di impatto Charpy condotte su provini secondo specifiche SEP 1314.

Quindi al fine di poter effettuare una comparazione con tali valori, le prove sperimentali di valutazione della resilienza sul materiale trattato termicamente sono state effettuate con la medesima modalità.

La realizzazione dei provini secondo le specifiche dettate dalla normativa ASTM A370-21, è stata fatta poiché l'osservazione delle superfici di frattura di tali provini intagliati permette di far emergere maggiormente gli effetti delle differenti microstrutture ottenute a seguito dei diversi trattamenti termici.

Al momento della consegna di tale elaborato di tesi i provini realizzati secondo la normativa ASTM A370-21 non erano ancora stati testati.
3.3.6 Strumentazione per l'esecuzione dei cicli di trattamento termico: forno a vuoto TAV

I trattamenti termici oggetto principali dello studio sono stati condotti per mezzo di un forno a vuoto realizzato dalla TAVENGINEERING [36], caratterizzato dai seguenti parametri:

- Dimensione camera termica (LxAxP): 250×250×400 mm;
- Capacita di carico: fino a 60 Kg;
- Temperatura massima raggiungibile: 1350 °C;
- Vuoto operativo: 1×10^{-2} mbar;
- Vuoto finale: 1×10^{-3} mbar;
- Modalità di gestione del raffreddamento: il forno dà la possibilità, durante la fase di spegnimento, di predisporre la circolazione del gas (azoto) ad una pressione massima di 10 bar, raffreddando la carica dal basso, dall'alto o da entrambi i versi, consentendo la più veloce discesa in temperatura della carica con la migliore uniformità.

Il monitoraggio della temperatura, nelle varie fasi di trattamento termico eseguite nel forno TAV, è stato attuato mediante una termocoppia di tipo N (Nicrosil/Nisil) posizionata al centro di un provino di riferimento (in acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]) avente dimensioni $10 \times 10 \times 30 \pm 1$ mm.

In tale modo si è potuto valutare il raggiungimento della temperatura desiderata a cuore del materiale, nel corso di ciascuna fase del trattamento termico.

L'andamento della temperatura rilevata dalla termocoppia è stata registrata attraverso un apposito data logger.

Nella figura 3.19 viene proposta la vista esterna del forno a vuoto impiegato per l'esecuzione dei trattamenti termici e l'interno dello stesso caricato con i provini, tra i quali è visibile anche quello di riferimento con associata la termocoppia per la misurazione della temperatura.



Figura 3.19: Vista esterna del forno a vuoto e provini caricati con relativa termocoppia per il controllo della temperatura all'interno del provino di riferimento.

3.3.7 Modalità di identificazione dei provini sottoposti a trattamento termico nel forno a vuoto TAV

Al fine di rendere identificabile a posteriori, la tipologia di acciaio e il relativo stato di trattamento termico, ciascuno dei provini $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm e dei provini per le prove di impatto Charpy processati nel forno a vuoto, è stato sottoposto ad una doppia marcatura mediante bulinatura.

Nelle successive tabelle 3.7, 3.8 e 3.9, viene proposta la correlazione tra marcatura numerica applicata ad un dato provino con il relativo trattamento termico eseguito.

Trattamento	Descrizione	Austenitizzazione e tempra	Rinvenimento
termico n°	stato termico		
1T	Tutta tempra	Salita in 45' a 600°C, sosta 15' Salita in 30' a 850°C, salita in 30' a 1080°C sosta 1080°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	
1	2°Rinvenimenti	Salita in 45' a 600°C, sosta 15' salita 30' a 850°C, salita in 30' a 1080°C sosta 1080°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	Salita in 60' a 560°C permanenza 2x2h 15' raffreddamento forno con pressione azoto 1.5 bar
2	3°Rinvenimenti	Salita in 45' a 600°C, sosta 15' salita 30' a 850°C, salita in 30' a 1080°C sosta 1080°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	Salita in 60' a 560°C permanenza 2x2h 15' raffreddamento forno con pressione azoto 1.5 bar
зт	Tutta tempra	Salita in 60' a 600°C, sosta 15' salita 30' a 850°C, salita in 60' a 1030°C sosta 1030°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	
11	2°Rinvenimenti	Salita in 60' a 600°C, sosta 15' salita 30' a 850°C, salita in 60' a 1030°C sosta 1030°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	Salita in 60' a 540°C permanenza 2x2h 15' raffreddamento forno con pressione azoto 1.5 bar
3	3°Rinvenimenti	Salita in 60' a 600°C, sosta 15' salita 30' a 850°C, salita in 60' a 1030°C sosta 1030°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	Salita in 60' a 540°C permanenza 3x2h 15' raffreddamento forno con pressione azoto 1.5 bar
4	4°Rinvenimenti	Salita in 60' a 600°C, sosta 15' salita 30' a 850°C, salita in 60' a 1030°C sosta 1030°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	Salita in 60' a 540°C permanenza 4x2h 15' raffreddamento forno con pressione azoto 1.5 bar
5T	Tutta tempra	Salita in 60' a 600°C, sosta 15' salita in 60' a 1050°C sosta 1050°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	
5	2°Rinvenimenti	Salita in 60' a 600°C, sosta 15' salita in 60' a 1050°C sosta 1050°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	Salita in 60' a 555°C permanenza 2x2h 15' raffreddamento forno con pressione azoto 1.5 bar
6	3°Rinvenimenti	Salita in 60' a 600°C, sosta 15' salita in 60' a 1050°C sosta 1050°C x 30' tempra con pressione azoto 5 bar	Salita in 60' a 555°C permanenza 3x2h 15' raffreddamento forno con pressione azoto 1.5 bar

Tabella 3.7: Correlazione tra marcatura applicata ad un dato provino con il relativo trattamento termico di singola austenitizzazione.

Trattamento	Descrizione	Austenitizzazione e tempra	Rinvenimento
termico n°	stato termico		
		Salita in 45' a 600°C, sosta 15'	
	Tutta tempra dopo	salita in 30' a 850°C	
T12	1º austenitizzazione	salita in 30' a 1080°C	
		sosta a 1080°C x 30'	
		tempra con pressione azoto 5 bar	
		Salita in 45' a 600°C. sosta 15'	Salita in 60' a 530°C
	Rinvenimento	salita in 30' a 850°C	permanenza 2h 15'
T12R	intermedio dopo	salita in 30' a 1080°C	raffreddamento forno con
	1º austenitizzazione	sosta a 1080°C x 30'	pressione azoto 1.5 bar
		tempra con pressione azoto 5 bar	
		Salita in 45' a 600°C sosta 15'	
т12т	Tutta tempra dopo	Salita in 45' a 920°C	
1121	2º austenitizzazione	sosta a 920°C x 15'	
	2 00500110220210110	tempra con pressione azoto 5 bar	
		Salita in 45' a 600°C sosta 15'	Salita in 1h 15' a 560°C
12	2ºDinvenimenti	Salita in 45 a 000 C, SOSta 15	permanenza 2v2h 15'
12	2 KIIIVEIIIIIIEIIU	sorta a 920°C x 15'	raffreddamento forno con
		tompra con prossione azoto E bar	processione azoto 1 E bar
		Calita in 45' a COOlo anata 45'	pressione azoto 1.5 bar
10	290:iti	Salita in 45 a 600°C, sosta 15	Salita in In IS a Sourc
15	3"Rinvenimenti	Salita in 45 a 920°C	permanenza 3x2n 15
		sosta a 920°C x 15	rattreddamento torno con
		tempra con pressione azoto 5 bar	pressione azoto 1.5 bar
	T 11 1	Salita in 45° a 600°C, sosta 15	
	Tutta tempra dopo	salita in 30° a 850°C	
114	1° austenitizzazione	salita in 30° a 1080°C	
		sosta a 1080°C x 30°	
		tempra con pressione azoto 5 bar	
		Salita in 45° a 600°C, sosta 15°	Salita in 60° a 530°C
	Rinvenimento	salita in 30° a 850°C	permanenza 2h 15
T14R	intermedio dopo	salita in 30' a 1080°C	raffreddamento forno con
	1° austenitizzazione	sosta a 1080°C x 30'	pressione azoto 1.5 bar
		tempra con pressione azoto 5 bar	
		Salita in 45' a 600°C, sosta 15'	
	Tutta tempra dopo	salita in 1h 30' a 1020°C	
T14T	2° austenitizzazione	sosta a 1020°C x 15'	
		tempra con pressione azoto 5 bar	
		Salita in 45' a 600°C, sosta 15'	Salita in 1h 15' a 510°C
14	2°Rinvenimenti	salita in 1h 30' a 1020°C	permanenza 2x2h 15'
		sosta a 1020°C x 15'	raffreddamento forno con
		tempra con pressione azoto 5 bar	pressione azoto 1.5 bar
		Salita in 45' a 600°C, sosta 15'	Salita in 1h 15' a 510°C
15	3°Rinvenimenti	salita in 1h 30' a 1020°C	permanenza 3x2h 15'
		sosta a 1020°C x 15'	raffreddamento forno con
		tempra con pressione azoto 5 bar	pressione azoto 1.5 bar

Tabella 3.8: Correlazione tra marcatura applicata ad un dato provino con il relativo trattamento termico di doppia austenitizzazione.

La lettera K identifica che il provino è realizzato con acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], mentre la lettera D identifica che il provino è in acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2).

Il numero che compare sulla sinistra di ciascuna marcatura identifica uno specifico trattamento termico sperimentale; la correlazione numero-trattamento termico eseguito viene proposta all'interno delle tabelle 3.7, 3.8 e 3.9.

La lettera T identifica che il provino è a tutta tempra, mentre la lettera R identifica che il provino è stato sottoposto a rinvenimento; il numero in basso a sinistra da indicazioni circa il numero di rinvenimenti (due o tre).

Trattamento	Descrizione	Austenitizzazione e tempra	Trattamento	Rinvenimento
termico n°	stato termico		criogenico	
		Salita in 1h a 550°C		
		salita in 1h a 1100°C		
7T	Tutta tempra	sosta a 1100°C x 2h 10'		
	pre-criogenico	tempra con pressione azoto 6 bar		
		Salita in 1h a 550°C		
		salita in 1h a 1100°C	azoto liquido -196°C	
8	Tutta tempra	sosta a 1100°C x 2h 10'	per 16h	
	post-criogenico	tempra con pressione azoto 6 bar		
		Salita in 1h a 550°C		Salita in 1h 15' a 580°C
		salita in 1h a 1100°C	azoto liquido -196°C	permanenza 2x2h 55'
9	2°Rinvenimenti	sosta a 1100°C x 2h 10'	per 16h	raffreddamento forno
		tempra con pressione azoto 6 bar		con pressione azoto
				3 bar
		Salita in 1h a 550°C		Salita in 1h 15' a 580°C
10	3°Rinvenimenti	salita in 1h a 1100°C	azoto liquido -196°C	permanenza 3x2h 55'
		sosta a 1100°C x 2h 10'	per 16h	raffreddamento forno
		tempra con pressione azoto 6 bar		con pressione azoto
				3 bar

Tabella 3.9: Correlazione tra marcatura applicata ad un dato provino con il relativo trattamento termico criogenico.

Nella figura 3.20 viene proposto a titolo esplicativo una serie di provini $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm con le relative marcature che individuano le varie fasi di uno specifico trattamento termico eseguito nel forno a vuoto TAV.



Figura 3.20: La stampigliatura della lettera K identifica che quel provino è di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], nelle immagini in basso è invece proposta la sequenza che identifica le varie fasi di un dato trattamento termico.

In base a quanto riportato all'interno della precedente tabella 3.7, è possibile identificare che i provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], proposti nella figura 3.20 hanno subito rispettivamente i seguenti trattamenti termici:

- campione marcato 5T: temprato dalla temperatura di austenitizzazione di 1050°C per 30',(salita a 600°C in 60', sosta 15', salita a 850°C in 30', salita a 1050°C in 60') raffreddamento attuato con flusso di azoto a 5 bar dall'alto verso il basso;
- campione marcato $5R_2$: è stato sottoposto a due rinvenimenti a 555°C per 2h 15', (salita a 555°C in 1h 15') raffreddamento attuato con flusso di azoto a 1.5 bar dall'alto verso il basso.

3.3.8 Forni a muffola impiegati nello studio preliminare per il trattamento termico di doppia austenitizzazione

Per attuare il trattamento termico di austenitizzazione si è impiegato un forno a muffola della Nabertherm modello LH 60/14, proposto in figura 3.21, avente dimensioni interne della camera $400 \times 400 \times 400$ mm.



Figura 3.21: Vista esterna del forno a muffola della Nabertherm modello LH 60/14 e vista della camera interna ove si può apprezzare la disposizione delle resistenze.

I trattamenti termici di rinvenimento si sono eseguiti impiegando un forno a muffola della Nabertherm modello N120/85 HA avente dimensioni interne della camera $450 \times 600 \times 450$ mm.

3.3.9 Modalità di determinazione della composizione chimica

La composizione chimica media degli acciai è stata rilevata attraverso 5 misurazioni eseguite mediante spettrofotometro ad emissione ottica, modello ARL 4460. Il contenuto di carbonio e di zolfo rilevati sono stati ulteriormente confermati dall'esecuzione di una misurazione attraverso l'analizzatore di combustione LECO CS744.

3.3.10 Calorimetria a scansione differenziale (DSC)

L'analisi di calorimetria a scansione differenziale (DSC) è stata effettuata in fase di riscaldamento impiegando una rampa termica di 10 C°/min.

Al termine della misura la curva dell'energia termica scambiata è stata normalizzata sul peso del campione precedentemente rilevato per mezzo di una bilancia analitica. Per poter valutare le temperature caratteristiche è stata calcolata la derivata prima del flusso termico rispetto alla temperatura. Nota questa curva ne sono stati cercati gli zeri, che rappresentano i punti estremali della curva del flusso termico.

Capitolo 4

Analisi del danno sull'utensile per la rullatura delle viti realizzato in AISI D2

L'origine alla base dello studio del lavoro di tesi, che ha come obbiettivo quello di individuare il trattamento termico più idoneo per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] al fine di ottimizzarne la durezza e la tenacità, deriva dalla valutazione di sostituire l'acciaio AISI D2 impiegato per la realizzazione degli utensili per la rullatura delle viti, con l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

Le motivazioni che hanno portato a considerare l'ipotesi di sostituire l'acciaio AISI D2 derivano dal fatto che negli utensili per la rullatura delle viti in superlega realizzati con tale materiale, si sono verificati casi di danneggiamento della filettatura.

Tali danni determinano un fermo impianto per la sostituzione degli utensili.

Nonostante non si conoscano nello specifico, né i parametri di esercizio del componente, né tanto meno il ciclo di trattamento termico al quale è stato sottoposto (entrambe aspetti che se non correttamente realizzati possono portare a una rottura precoce dell'utensile), una visione sulle possibili motivazioni di tale di tipologia di danno viene analizzata nelle pagine seguenti attraverso una serie di immagini acquisite al microscopio ottico ed elettronico.

4.1 Gli utensili per la rullatura delle viti

Uno dei più efficienti sistemi per la generazione dei filetti esterni è quello della rullatura, operazione che può essere eseguita impiegando degli utensili, rulli circolari o pettini piani, aventi il profilo di filettatura che si desidera impartire al componente. Questa lavorazione meccanica consiste in una laminazione a freddo che prevede la realizzazione di filetti attraverso il passaggio del pezzo tra utensili rullatori in rotazione continua, i quali deformano plasticamente e rifiniscono la superficie esterna della materia prima fino al raggiungimento della geometria voluta [37].

La rullatura viene preferita alla tornitura ed alla molatura in quanto la deformazione plastica a cui è sottoposto il pezzo determina l'incrudimento del materiale, aumentandone la durezza e incrementandone la resistenza a fatica.

I vantaggi del processo di rullatura possono essere così riepilogati [38]:

- la filettatura per rullatura determina un aumento della resistenza del dente filettato con conseguente maggior resistenza all'usura. Tale proprietà deriva dall'incrudimento del materiale e dell'assenza di interruzione dell'andamento delle fibre nel componente realizzato (a differenza della filettatura ottenuta per asportazione di truciolo);
- minore sensibilità all'intaglio del componete filettato realizzato rispetto al medesimo realizzato per tornitura;
- porta all'ottenimento di eccellenti valori di rugosità sul fianco filetto e sul raggio di base, migliori dei valori ottenibili per rettifica;
- risparmio di materia prima, data l'assenza di generazione di trucioli, inoltre vengono meno anche tutti i problemi di carattere ecologico legati allo smaltimento dei trucioli impregnati d'olio di taglio;
- elevata produttività e conseguente efficienza ed economicità del processo;

In figura 4.1 viene proposto un'immagine di un processo di filettatura mediante rullatrice a due rulli, modalità nella quale è stato impiegato l'utensile oggetto delle successive analisi microscopiche.



Figura 4.1: Nell'immagine di sinistra è possibile osservare il processo di filettatura mediante rullatrice a due rulli, mentre nell'immagine di destra ne viene proposto uno schema [39].

4.2 Danno al filetto dell'utensile e ipotesi sulle possibili motivazioni

L'indagine microscopica è stata condotta su una porzione di un utensile per la rullatura delle viti realizzato in AISI D2 analoga a quella proposta in figura 4.2. Nell'immagine di destra è possibile osservare la filettatura dell'utensile per la rullatura delle viti in acciaio AISI D2 danneggiata durante il processo di creazione della filettatura di viti in superlega di nichel (Inconel[®]).



Figura 4.2: Nell'immagine di sinistra è possibile osservare la porzione di rullo sulla quale è stata condotta l'analisi, mentre nell'immagine di destra viene proposto in dettaglio il danno al creatore delle viti realizzato in acciaio AISI D2 danneggiatosi nel corso della filettatura di viti in Inconel.

Osservando l'immagine di sinistra di figura 4.2 si può ipotizzare che la cricca sia nucleata a partire dalla sede della chiavetta dell'utensile.

Non si può quindi escludere a priori che la rottura in tale caso non sia dovuta a un sovraccarico del componente durante l'esercizio quanto ad una difettosità interna al materiale piuttosto che ad una esecuzione non curata della geometria della sede chiavetta, ad una esecuzione di un trattamento termico improprio del componente od a una concausa di tutti gli aspetti menzionati. Sul campione osservato la porzione della filettatura del creatore che risulta essere maggiormente soggetto a criccatura sembrerebbe essere quella della gola. Pertanto qualsiasi difetto superficiale o sub-superficiale localizzato in tale zona può fungere da punto di innesco per la nucleazione di una cricca.

La presenza all'interno della microstruttura di macro-carburi, aventi una direzione di sviluppo ed allineamento preferenziale, fa si che qualora questi risultino localizzati in prossimità della superficie possano rappresentare un punto preferenziale di nucleazione.

Nella figura 4.3 è possibile osservare la presenza di una cricca, nucleata sul profilo di valle del filetto dell'utensile per la rullatura delle viti, realizzato in acciaio AISI D2.



Figura 4.3: Immagine acquisita al microscopio ottico che mostra la presenza di cricca nucleata sul profilo di valle del filetto dell'utensile in AISI D2.

Nella figura 4.4 è possibile osservare sul profilo di valle del filetto come la distribuzione dei macro-carburi primari di AISI D2 disposti in direzione longitudinale rispetto all'asse dell'utensile, possano rappresentare possibili siti di innesco per la nucleazione delle cricche (analoghe a quella proposta in figura 4.3).



Figura 4.4: Distribuzione sul profilo di valle del filetto dei macro-carburi primari di AISI D2 disposti in direzione longitudinale rispetto all'asse dell'utensile di rullatura (immagine in alto), ingrandimento di un macro-caburo presente sul profilo della valle della filettatura.

Avendo messo in evidenza attraverso le immagini precedentemente proposte come la dimensione e la morfologia dei carburi presenti all'interno dell'acciaio AISI D2 possa facilitare la nucleazione di cricche, risulta intuitivo comprendere la necessità di realizzare la filettatura dell'utensile in direzione longitudinale rispetto all'asse della billetta per minimizzare la superficie dei difetto sollecitata.

In tale modo, come possibile apprezzare nella successiva immagine di figura 4.5, i macro-carburi vedono orientato il proprio asse di sviluppo principale lungo la direzione della filettatura. Nella figura 4.5 è possibile osservare l'immagine acquisita al SEM relative alla cresta del filetto dell'utensile per la rullatura delle viti in acciaio AISI D2. É possibile constatare come i macro-carburi siano orientati con il proprio asse di sviluppo principale lungo la direzione della filettatura.



Figura 4.5: Immagine acquisita al SEM della cresta del filetto dell'utensile per la rullatura delle viti in acciaio AISI D2.

Nella figura 4.6 è possibile osservare le immagini acquisite al SEM relative alla valle del filetto dell'utensile per la rullatura delle viti in acciaio AISI D2, danneggiato a causa della presenta di una cricca in direzione parallela rispetto alla filettatura dell'utensile (perpendicolare rispetto alla direzione di lavorazione del processo di filettatura).



Figura 4.6: Immagine acquisita al SEM della valle del filetto dell'utensile per la rullatura delle viti in acciaio AISI D2 (immagine in alto), ingrandimento della cricca proposta nell'immagine in alto.

Capitolo 5

Risultati sperimentali

5.1 Caratterizzazione degli acciai BÖHLER K490 Microclean® e BÖHLER K110® allo stato di fornitura

Analisi eseguite per caratterizzare nel loro stato di fornitura gli acciai impiegati nello studio

La fase sperimentale del presente lavoro di tesi ha visto nella sua parte iniziale la caratterizzazione dei due acciai impiegati, ovvero l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] ed il BÖHLER K110[®] (AISI D2), nel loro stato di fornitura.

Per entrambi i materiali è stata eseguita un'analisi chimica completa ed è stato misurato il valore di durezza secondo la scala Vickers.

Si è quindi proseguito con l'esecuzione di una analisi microstrutturale. La stima della dimensione media dei carburi e del grano austenitico primario (utilizzando il metodo dell'intercetta) è eseguita per ciascuna microstruttura analizzata all'interno dello studio attraverso il software di analisi di immagine ImageJ.

Infine si è rilevato il tenore di austenite residua ed eseguita un'analisi mediante calorimetro a scansione differenziale (DSC), con lo scopo di individuare la temperatura caratteristica A_{cm} degli acciai, la cui conoscenza risulta importante per la corretta individuazione della temperatura e dei tempi di austenitizzazione.

5.1.1 Caratterizzazione dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura

Determinazione della composizione chimica dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean® allo stato di fornitura

La conoscenza della composizione chimica completa dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] risulta essere rilevante per l'impostazione del corretto ciclo di trattamento termico.

É essenziale verificare che la composizione chimica rilevata sul materiale oggetto dello studio, corrisponda a quella dichiarata dal produttore, in particolar modo per quanto riguarda il contenuto di elementi ritenuti "indesiderati" e/o eventualmente non dichiarati dal produttore stesso.

La presenza di tali elementi al di sopra dei limiti consentiti [2] comporterebbe a priori il decadimento di alcune proprietà finali dell'acciaio, quali ad esempio la resilienza, impedendo quindi la valutazione dell'influenza dei trattamenti termici sperimentali, su tali proprietà.

L'azienda produttrice Böhler Edelstah, così come riportato nella tabella 3.4 del paragrafo 3.2, da indicazioni solo su un numero ridotto di elementi chimici, tra i quali non compaiono ad esempio lo zolfo, il silicio e il niobio.

Nella tabella 5.1 è possibile osservare la composizione chimica media relativa a 5 misure, eseguite mediante spettrofotometro ad emissione ottica (marca ARL), attuate sull'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

Comp	Composizione chimica wt $\%$ media misurata per l'acciaio BÖHLER K490 $^{\textcircled{B}}$							
С	Cr	Mo	V	W	Nb	Mn	S	Ni
1.306	6.62	1.57	3.965	3.000	0.202	0.34	0.0118	0.16
Si	Р	Cu	Sn	As	Sb	Ti	В	Al
0.56	0.0185	0.11	0.010	0.0092	0.0301	0.003	0.0010	0.005
Co	Pb	Zr	Ca	Bi	Nd	Se	Ta	Te
0.066	0.0009	0.0025	0.0002	0.0019	0.0038	0.0017	0.0031	0.0055

Tabella 5.1: Composizione chimica media dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], espressa in % in peso, rilevata attraverso spettrofotometro ad emissione ottica.

Tale analisi conferma sostanzialmente i valori di C, Cr, Mo, V e W indicati dal produttore.

Il tenore di zolfo rilevato risulta essere elevato, attestandosi infatti a un valore medio di 0.0118 wt% risulta compatibile con i caratteristici tenori di zolfo presenti negli acciai micro-risolforati (in base alla normativa BS EN ISO 4957:2018 [2]).

I contenuti di carbonio e di zolfo rilevati tramite spettrofotometro sono stati ulteriormente confermati dall'esecuzione di misurazioni eseguite attraverso l'analizzatore di combustione LECO CS744

A seguito di due misurazioni il contenuto medio di carbonio e di zolfo è risultato essere quello riportato all'interno della tabella 5.2.

BÖHLER K490 Microclean [®] contenuto di C e S			
Massa dei campioni	Contenuto di C	Contenuto di S	
Campione 1: 0,4873 g	1,41%	146ppm	
Campione 2: 0,2933 g	$1,\!38\%$	149ppm	
Valore medio	$1,39 \pm 0,0193\%$	$148 \pm 2{,}60 \text{ ppm}$	

Tabella 5.2: Contenuto medio di carbonio e di zolfo rilevati nell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] attraverso LECO CS744.

La conferma che l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] risulti essere un acciaio micro-risolforato verrà successivamente fornita dall'analisi microstrutturale e composizionale eseguita mediante microscopio SEM, proposta all'interno del paragrafo **5.1.1**.

Il contenuto medio di ni
obio rilevato risulta essere dello $0.16~{\rm wt}\%.$

La presenza di tale contenuto di niobio rende possibile la formazione di carburi di Nb nella microstruttura finale con relativi benefici e inconvenienti.

Determinazione della durezza dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato ricotto di fornitura

All'interno della tabella 5.3 è possibile osservare le cinque misurazioni eseguite sull'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura.

Durezza '	Vickers BÖHLE	R K490 Microcl	ean [®] allo stato o	li fornitura
250	244	245	245	249

Tabella 5.3: Durezza Vickers (HV-50) dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura.

Il valore medio rilevato di 247 Hv, corrispondenti a 22 HRC, risulta essere compatibile con quanto dichiarato dal produttore che indica un valore di durezza allo stato di fornitura ricotto non superiore ai 29 HRC.

Determinazione del contenuto di austenite residua dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura

Per le modalità seguite per la misurazione del tenore di austenite residua si faccia riferimento a quanto esposto nel sotto-paragrafo 3.3.4.

Il contenuto medio di austenite residua rilevata nell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura è risultato essere < 5%.

Caratterizzazione microstrutturale, dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean® allo stato ricotto di fornitura, mediante tecnica di microscopia ottica ed elettronica

Nell'immagine di sinistra della figura 5.1 è possibile apprezzare la tipica distribuzione omogenea dei carburi di ridotte dimensioni (da 0,1 a 3 μ m) che caratterizza gli acciai prodotti attraverso la metallurgia delle polveri.

Si può però osservare (anche visibilmente ad occhio nudo sul provino metallografico lucidato) come esistano delle zone a bande, in cui vi è una preferenziale concentrazione di carburi.

Tali micro-bande risultano allineate nella direzione longitudinale della billetta (direzione preferenziale di deformazione plastica a caldo nel processo di produzione) e presentano una dimensione che va da 20 a 100 µm.

La loro presenza si ipotizza sia legata, sia al processo di deformazione a caldo per martellatura che l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] subisce a seguito del processo di HIP, che da micro disuniformità di composizione chimica nella polvere metallica di partenza.



Figura 5.1: Nell'immagine di sinistra è riportata una micrografia al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura mentre nell'immagine di destra ottenuta al SEM si possono osservare dei difetti interni al materiale.

L'immagine di destra della figura 5.1 mette invece in evidenza alcune difettualità interne riscontrate nel materiale.

Vista la morfologia e la dimensione di tali porosità, che si attesta nell'intorno dei 50-100 µm, è ipotizzabile che queste si siano generate inizialmente come punti ove la sinterizzazione nel processo di HIP non ha avuto luogo nella maniera corretta. Successivamente si presume che nel corso del processo di forgiatura per martellatura sulla billetta tali porosità si siano allungate in una direzione preferenziale legata al processo di deformazione plastica impartita.

A queste tipologie di difetti, riscontrabili sporadicamente all'interno del materiale, si può attribuire in parte la causa di alcune discrepanze nei risultati registrati all'interno della ripetizione delle prove di impatto mediante pendolo di Charpy, esposte nel sotto-paragrafo 5.5. Nella figura 5.2 è possibile osservare le immagini SEM relative alla distribuzione dei carburi che caratterizza l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura.

Nella figura 5.3 viene invece riportato il grafico dell'analisi composizionale condotta mediante sonda EDS, relativa allo spettro 8 di figura 5.2



Figura 5.2: Micrografia SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura: nell'immagine di sinistra è proposta una panoramica sulla distribuzione dei carburi, mentre nell'immagine di destra è possibile osservare la morforlogia dei carburi la cui composizione dello spettro 8 è esposta nel grafico di figura 5.3.



Figura 5.3: Grafico analisi spettro 8 di figura 5.2 mediante sonda EDS dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura.

In base allo spettro riportato in figura 5.3 si può ipotizzare che i carburi che risaltano in colore bianco nell'immagine di figura 5.2 siano complessi a base di Cr, W e V.

Nell'immagine di sinistra di figura 5.4 viene proposta la distribuzione dei solfuri di manganese, mentre nella figura 5.5 viene invece riportato il grafico dell'analisi composizionale condotta mediante sonda EDS, relativa allo spettro 3 di figura 5.4.



Figura 5.4: Micrografia SEM con sonda EDS dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura: nell'immagine di sinistra è proposta una panoramica sul contenuto di solfuri di manganese, mentre nell'immagine di destra è osservabile la dimensione di tali solfuri di manganese.



Figura 5.5: Grafico analisi composizionale dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura mediante sonda EDS relativo allo spettro 3 di figura 5.4.

In base a quanto osservabile nello spettro di figura 5.5, l'elevato tenore di S (8.2 Wt%) e di Mn (14.2 Wt\%) danno indicazioni che si tratti di solfuri di manganese.

Come osservabile dall'immagine di sinistra della figura 5.4 tali solfuri di manganese si presentano con una morfologia sferica $(1 \ \mu m)$, omogeneamente distribuiti e caratterizzati da una distanza media relativa di circa 50 μm .

L'analisi microscopica conferma quindi quanto affermato in precedenza, ossia che l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sia un acciaio micro-risolforato (in base alla definizione secondo normativa BS EN ISO 4957:2018 [2]).

Determinazione per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] della temperatura caratteristica A_{cm} mediante analisi DSC

Per quanto riguarda le modalità di svolgimento dell'analisi DSC si faccia riferimento a quanto precedentemente riportato nel sotto-paragrafo 3.3.10 La curva DSC, ricavata in fase di riscaldamento, per l'acciaio BÖHLER K490

Microclean[®] analizzato è riportata in figura 5.6.

La massa del campione sulla quale si è effettuata la prova, determinata attraverso bilancia analitica, era di 0,3652 g.

Nel grafico di figura 5.6 sono valutate come negative le transizioni endotermiche.



Figura 5.6: Andamento del flusso di calore [mW/mg] registrato nel corso dell'analisi DSC per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

Le temperature caratteristiche estrapolate per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean $^{\textcircled{B}}$ sono:

- La temperatura di Curie: 767°C.
- La temperatura A_{cm} che identifica quando durante un riscaldamento veloce un acciaio ipereutettoide termina la trasformazione in austenite: 868°C.

L'individuazione della temperatura A_{cm} ha permesso di poter impostare correttamente, per i trattamenti termici di doppia asutenitizzazione, i tempi di riscaldo da tale valore fino alla temperatura di austenitizzazione desiderata.

5.1.2 Caratterizzazione dell'acciaio BÖHLER K110[®] allo stato di fornitura

Determinazione della composizione chimica dell'acciaio BÖHLER k110[®] allo stato di fornitura

Nella tabella 5.4 è possibile osservare la composizione chimica media relativa a 5 misure, eseguite mediante spettrofotometro ad emissione ottica (marca ARL), attuate sull'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2).

Comp	Composizione chimica wt $\%$ media misurata per l'acciaio BÖHLER K110 $^{\textcircled{B}}$							
С	Cr	Mo	V	W	Nb	Mn	S	Ni
1.509	12.67	0.72	1.006	0.016	0.007	0.30	0.0002	0.19
Si	Р	Cu	Sn	As	Sb	Ti	В	Al
0.36	0.0277	0.08	0.005	0.0064	0.0001	0.004	0.0003	0.022
Co	Pb	Zr	Ca	Bi	Nd	Se	Ta	Te
0.023	0.0001	0.0017	0.0003	0.0120	0.0031	0.0001	0.0016	0.0022

Tabella 5.4: Composizione chimica media dell'acciaio BÖHLER K110[®], espressa in % in peso, rilevata attraverso spettrofotometro ad emissione ottica.

Il contenuto di carbonio rilevato è stato ulteriormente confermato dall'esecuzione di una misurazione attraverso l'analizzatore LECO CS744.

A seguito di due misurazioni il contenuto medio di carbonio è risultato essere quello riportato all'interno della tabella 5.5.

BÖHLER K110 [®] contenuto di C			
Massa dei campioni	Contenuto di C		
Campione 1: 0,3019 g	1,57%		
Campione 2: 0,2886 g	$1,\!61\%$		
Valore medio	$1,59 \pm 0,0224\%$		

Tabella 5.5: Contenuto medio di carbonio rilevato nell'acciaio BÖHLER K110[®] mediante analizzatore LECO CS744.

Il contenuto medio di zolfo è risultato essere inferiore ai limiti di detenzione dello strumento LECO CS744 in base ai parametri di taratura dello stesso al momento dell'analisi.

I risultati delle analisi chimiche precedentemente esposti, confermano la composizione chimica media indicata dal produttore per l'acciaio BÖHLER K110[®], ad eccezione del tenore di zolfo.

Tale elemento rilevato a valori prossimi ai limiti di detenzione dello strumento, valore che risulta significativamente inferiore allo 0.016 wt% indicato dalla Böhler Edelstahl nella tabella 3.1.

La motivazione ad un tenore di zolfo così basso è dovuta al fatto che l'acciaio $B\ddot{O}HLER~K110^{\ensuremath{\mathbb{B}}}$ oggetto dello studio era stato prodotto mediante trattamento di rifusione ESR (vedi paragrafo 1.3.1), mentre la composizione proposta in tabella 3.1 è relativa all'acciaio che non ha subito tale processo di raffinazione.

Determinazione della durezza dell'acciaio Böhler $\rm K110^{\ensuremath{\$}}$ allo stato ricotto di fornitura

All'interno della tabella 5.6 è possibile osservare le cinque misurazioni eseguite sull'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] allo stato di fornitura.

Durezza	Vickers BÖF	ILER K110 [®]	allo stato di f	fornitura
213	220	216	214	216

Tabella 5.6: Durezza Vickers (HV-50) dell'acciaio BÖHLER K110[®] allo stato di fornitura.

Il valore medio rilevato di 216 Hv, risulta compatibile con quanto dichiarato dal produttore, che indica un valore di durezza allo stato di fornitura ricotto, per l'acciaio BÖHLER K110[®], al più di 24 HRC, ossia 261 Hv.

Determinazione del contenuto di austenite residua dell'acciaio BÖHLER K110[®] allo stato di fornitura

Per le modalità di misurazione del tenore di austenite residua si faccia riferimento a quanto esposto nel sotto-paragrafo 3.3.4.

Il contenuto medio di austenite residua rilevata nell'acciaio BÖHLER K110[®] allo stato di fornitura è risultato essere dello < 5%.

Caratterizzazione microstrutturale, dell'acciaio Böhler K110[®] allo stato ricotto di fornitura mediante la microscopia ottica

Nella figura 5.7 è possibile osservate una micrografia relativa all'acciaio BÖHLER K110[®] allo stato di fornitura.



Figura 5.7: Micrografia al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110[®] allo stato di fornitura; sezione longitudinale.

L'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) essendo un acciaio alto legato, prodotto attraverso la colata in lingottiera, è caratterizzato dalla presenza di aggregati di carburi primari di dimensioni considerevoli $20 \times 150 \ \mu m$ (stima eseguita dalla micrografia di figura 5.7).

Tali carburi presentano inoltre la tipica direzione di sviluppo preferenziale lungo l'asse longitudinale della billetta, come conseguenza del processo di forgiatura per martellatura a cui viene sottoposto il materiale nel corso della sua produzione.

Questa peculiare morfologia e distribuzione dei carburi permane anche a seguito dei trattamento termico di bonifica, come è possibile osservare dalla micrografia proposta in figura 5.8 relativa all'acciaio BÖHLER K110[®] a seguito della tempra da 1050°C. É proprio questa tipica morfologia e distribuzione dei carburi che determina i bassi valori di resilienza registrati per l'acciaio BÖHLER K110[®] proposti nel successivo sotto-paragrafo 5.5.



Figura 5.8: Caratteristica morfologia e distribuzione dei macro carburi primari presenti nella sezione longitudinale (immagine a sinistra) e trasversale (immagine a destra) dell'acciaio BÖHLER K110[®], che permangono anche a seguito di una austenitizzazione eseguita a 1050°C.

Determinazione per l'acciaio BÖHLER K110[®] della temperatura caratteristica A_{cm} mediante analisi DSC

Per quanto riguarda le modalità di svolgimento dell'analisi DSC si faccia riferimento a quanto precedentemente riportato nel sotto-paragrafo 3.3.10. La massa del campione di acciaio BÖHLER K110[®] sulla quale si è effettuata la prova, determinata attraverso bilancia analitica, era di 0,1277 g.

La curva DSC, ricavata in fase di riscaldamento, per l'acciaio BÖHLER K110[®] è riportata in figura 5.9 in comparazione con la precedente ricavata per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

Nel grafico di figura 5.9 sono valutate come negative le transizioni endotermiche.



Figura 5.9: Comparazione dell'andamento del flusso di calore [mW/mg] registrato nel corso dell'analisi DSC per l'acciaio BÖHLER K110[®] e BÖHLER K490 Microclean[®].

Le temperature caratteristiche estrapolate per l'acciaio BÖHLER K110[®] sono:

- La temperatura di Curie: 767°C.
- La temperatura A_{cm} , che identifica quando durante un riscaldamento veloce, un acciaio ipereutettoide termina la trasformazione in austenite: 844°C.

Per l'acciaio BÖHLER K110[®] la temperatura critica A_{cm} (844°C) risulta essere inferiore rispetto a quanto rilevato per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (868°C).

Tale differenza è imputabile alla diversa composizione chimica che caratterizza i due acciai (vedi valori tabella 5.1 e tabella 5.4).

Si ricorda che i principali elementi chimici austenitizzanti, ovvero che determinano l'abbassamento della temperatura critica A_{cm} sono: manganese, nichel, carbonio, azoto, cobalto e rame [40].

Mentre i pricipali elementi chimici ferritizzanti, che invece determinano un innalzamento della temperatura critica A_{cm} sono: molibdeno, cromo, tungsteno, vanadio, alluminio e silicio [40].

Nonostante l'acciaio BÖHLER K110[®] presenti un tenore di Cr del 12%, praticamente doppio rispetto a quello dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], il maggior contenuto di Mo 1,57%, V 3,96% e W 3% presente rispetto all'acciaio BÖHLER K110 (Mo 0,72%, V 1% e W 0.02%), ha un'influenza maggiore nello spostamento della temperatura critica A_{cm} a valori superiori.

5.2 Panoramica generale dei cicli di trattamento termico attuati sugli acciai BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®]

5.2.1 Schema riassuntivo dei cicli di trattamento termico eseguiti

Gli obbiettivi principali del presente lavoro di tesi sono di seguito elencati:

- 1. individuare il trattamento termico più idoneo per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], al fine di ottimizzarne la durezza e la tenacità;
- 2. valutare l'utilità, per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], di eseguire anche un eventuale terzo trattamento termico di rinvenimento anziché limitarsi solo a due;
- 3. valutare l'influenza delle temperature e dei tempi di permanenza, nelle fasi di austenitizzazione e rinvenimento, sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche ottenibili;
- 4. indagare la possibilità di eseguire il trattamento termico di lotti in acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) contemporaneamente a lotti in acciaio BÖHLER K490 Microclean[®];
- 5. analizzare i vantaggi dell'impiego dell'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®] in sostituzione all'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2), nella realizzazione di utensili per la rullatura industriale di viti in superleghe di nichel (Inconel[®]).

Per realizzare l'obbiettivo esposto nel punto 1, data la scarsità di materiale scientifico divulgato riguardante il trattamento termico dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (a differenza delle vasta letteratura scientifica disponibile per l'acciaio AISI D2-BÖHLER K110[®]), per i parametri di trattamento termico si è fatto inizialmente ricorso alle indicazioni fornite dal produttore del materiale Böhler Edelstahl. Indicazioni che sono state precedentemente esposte all'interno del sotto-paragrafo 3.2.4 del **Capitolo 3**.

Lo studio ha visto quindi in una prima fase l'esecuzione del trattamento termico di bonifica, impiegando le tre differenti temperature di austenitizzazione che l'azienda Böhler Edelstahl consiglia, ovvero $1030^{\circ}C \times 30'$, $1050^{\circ}C \times 30'$ e $1080^{\circ}c \times 30'$, a cui a fatto seguito un rinvenimento ripetuto due o tre volte con un periodo di permanenza di 2h 15' ciascuno.

Le temperature di rinvenimento sono state scelte basandosi sulla curva di rinvenimento esposta in figura 3.8, considerando di puntare a mantenere al termine del ciclo di trattamento sempre il medesimo valore di durezza, ossia 61 HRC, indipendentemente dalle diverse temperature di austenitizzazione impiegate. Questa scelta è stata fatta in considerazione delle esigenze tecnologiche specifiche richieste agli utensili di rullatura.

In base a quanto sopra le temperature per i rinvenimenti impiegate sono state individuate essere rispettivamente 540°C per il materiale austenitizzato a 1030°C, 555°C per il materiale austenitizzato a 1050°C e 560°C per il materiale austenitizzato a 1080°C.

Tale approccio ha permesso, in seguito alla valutazione delle proprietà tecnologiche ottenute (esposte all'interno dei successivi sotto-paragrafi 5.3, 5.4, 5.6, 5.5), di comparare le stesse con i dati indicati dal produttore Böhler Edelstahl nelle brochure commerciali (vedi paragrafo 3.2 del **Capitolo 3**) al fine di verificarne la effettiva ottenibilità in ambito industriale.

Inoltre avendo eseguito gli stessi trattamenti termici sull'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) si è potuto valutare se le proprietà ottenute, in termini di combinazione durezza-resilienza-microstruttura, possano considerarsi accettabili e quindi confermare o smentire la possibilità di attuare il trattamento termico di tale acciaio all'interno del medesimo lotto ottimizzato per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

In base agli ottimistici risultati proposti all'interno dell'articolo scientifico "Effect of single and double austenitization treatments on the microstructure and hardness of AISI D2 tool steel" [41], riguardanti un rilevante incremento di tenacità per l'acciaio AISI D2 ottenuto a seguito dell'esecuzione di un trattamento termico di doppia austenitizzazione, si è considerato di eseguire e valutare l'efficacia di un trattamento termico analogo per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]. L'esecuzione di questo trattamento termico ha inoltre permesso di verificare alcune delle affermazioni contenuta all'interne del testo "Tael steele fifth adition" [1], airee

delle affermazioni contenute all'interno del testo *"Tool steels fifth edition"* [1], circa gli effetti di crescita disomogenea del grano nell'acciaio AISI D2 (affermazioni peraltro in parziale disaccordo con quanto riportato nell'articolo [41]), come conseguenza del trattamento termico di doppia austenitizzazione.

Le considerazioni che hanno portato ad individuare i parametri di tempo e temperatura di austenitizzazione, adottati per i trattamenti termici di doppia austenitizzazione realizzati attraverso il forno a vuoto TAV, sono esposti all'interno del sotto-paragrafo 5.2.3.

E' stato inoltre eseguito, sul solo acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], un trattamento termico nel quale a seguito dell'austenitizzazione (a $1100^{\circ}C \times 2h \ 10'$) si è realizzato un trattamento criogenico a -196°C per 16h prima di eseguire il successivo rinvenimento (a $580^{\circ}C \times 2h \ 55'$).

Le elevate temperature ed i tempi di austenitizzazione adottati per tale trattamento termico hanno avuto lo scopo di massimizzare il contenuto di austenite residua a seguito della fase di tempra, in modo da valutare l'efficacia del trattamento criogenico nella successiva trasformazione della stessa.

Per tutti i parametri dei trattamenti termici sperimentali eseguiti si rimanda alla consultazione delle tabelle 3.7, 3.8 e 3.9 proposte nel sotto-paragrafo 3.3.7.

5.2.2 Valutazione delle velocità di raffreddamento nel corso delle varie tempre eseguite nel forno a vuoto TAV

L'andamento della registrazione temperatura-tempo, per ciascun trattamento termico di tempra condotto al TAV, è stato sovrapposto alla curva CCT dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean (vedi figura 3.6), ottenendo quanto riportato in figura 5.10. Si è potuto così constatare come la pressione di azoto impiegata per ciascun trattamento di tempra (fattore principalmente responsabile della velocità di raffreddamento dei campioni) abbia garantito di attuare un raffreddamento caratterizzato da un valore di $\lambda \leq 0.5$ (con λ parametro che indica la severità del raffreddamento valutato tra 800°C e 500°C), paragonabile a quanto indicato dal produttore dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] [19].

Si ricorda che il valore di temperatura registrato fa riferimento ad una termocoppia di tipo N (Nicrosil/Nisil) posizionata al centro di un provino di riferimento (in acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]) avente dimensioni $10 \times 10 \times 30 \pm 1$ mm inserita di volta in volta assieme ai campioni in trattamento (vedi figura 3.19 del sotto-paragrafo 3.3.6).



Figura 5.10: Curva CCT dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] a cui sono state sovrapposte le curve di raffreddamento delle varie fasi di tempra adottate sperimentalmente.

Dall'osservazione del grafico di figura 5.10 si può constatare come tutti i raffreddamenti dalle rispettive temperature di austenitizzazione abbiano consentito di attuare un raffreddamento caratterizzato da un valore di $\lambda \leq 0.5$, tale da evitare l'intersezione della curva K₂ di precipitazione dei carburi.

Il raffreddamento della fase di tempra da 1050°C non compare nel grafico di figura 5.10, poiché durante la registrazione di tale fase di trattamento termico si sono verificati dei problemi tecnici nella registrazione dei dati. Si può comunque affermare con sufficiente certezza che tale raffreddamento, essendo stato realizzato con la medesima pressione di azoto 5 bar del caso di tempra da 1080°C, abbia rispettato la condizione di $\lambda \leq 0.5$.

5.2.3 Studio preliminare per il trattamento termico di doppia austenitizzazione

Al fine di poter individuare i parametri con i quali effettuare i trattamenti termici che prevedono la doppia austenitizzazione del materiale, si effettuata una serie di prove preliminari, mediante l'impiego di forni a muffola convenzionali in alternativa al forno a vuoto TAV.

Si è impiegato tale approccio sperimentale poiché non si poteva assumere a priori che l'esecuzione di un trattamento termico di doppia austenitizzazione, non generasse delle variazioni nelle curve di rinvenimento dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] proposte dalla Böhler Edelstahl (vedi figura 3.8).

Si è effettuata una misura dei valori di durezza per ciascuna fase dei vari trattamenti di doppia austenitizzazione adottati.

L'obbiettivo era quello di individuare il trattamento di doppia austenitizzazione che come spiegato in precedenza, a seguito del di rinvenimento generasse una durezza di almeno 61 HRC.

Tale approccio ha permesso di individuare velocemente ed in modo economico i parametri ritenuti più coretti per il trattamento termico di doppia austenitizzazione dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], con conseguente riduzione delle tempistiche sperimentali e del consumo di materiale di analisi e gas tecnici.

Si sono realizzati, sia per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] che per l'acciaio BÖHLER k110, 14 provini di dimensione $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm, sui quali misurare il valore di durezza per tutte le fasi del ciclo di trattamento termico di doppia austenitizzazione.

Essendo i trattamenti termici condotti in forni a muffola, nei quali l'atmosfera non è inerte, a causa della conseguente ossidazione superficiale (che determina la depauperazione del contenuto di carbonio in tale regione) la rilevazione della durezza è stata eseguita al centro dei provini.

In tale modo i valori rilevati possono essere direttamente comparabili con un analogo trattamento termico eseguito con il forno a vuoto TAV.

Prima austenitizzazione e rinvenimento intermedio

Il ciclo di trattamento termico che precede la seconda austenitizzazione è il medesimo per tutti i provini di entrambi gli acciai ed è rappresentato dalle seguenti due fasi:

- Una prima austenitizzazione a 1080°C con un periodo di incubazione di 30', impiegando un forno a muffola della Nabertherm modello LH 60/14. La rampa di riscaldamento è stata di 45' per arrivare a 600°C, 15' di sosta, 30' per arrivare a 850°C, 15' di sosta e 30' per arrivare a 1080°C. Ha fatto seguito una tempra in acqua.
- 2. Un rinvenimento intermedio a 530°c per 2h e 15', impiegando un forno a muffola della Nabertherm modello N 120/85 HA.
 La rampa di riscaldamento è stata di 1h 15' per arrivare a 530°C.
 Ha fatto seguito un raffreddamento in aria forzata all'esterno del forno.

Il valore di temperatura di $1080^{\circ}C \times 30^{\circ}$, per attuare la prima austenitizzazione, è stato scelto al fine di massimizzare la sovrasaturazione in elementi di lega della matrice [1].

L'esecuzione del successivo rinvenimento intermedio a $530^{\circ}c \times 2h$ 15' che precede la riaustenitizzazione, è invece stato realizzato con il fine di massimizzare il fenomeno della durezza secondaria (indotta dalla precipitazione dei carburi nanometrici, vedi sotto-paragrafo 2.2.2).

La temperatura di rinvenimento di 530°C per acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], come mostrato dalla curva proposta in figura 3.8, è quella che, per la corrispondente temperatura di austenitizzazione di 1080°C, ha determinato il massimo valore di durezza (superiore ai 64 HRC).

Seconda austenitizzazione e rinvenimenti successivi

Per ciascuna delle tre serie, composta da 4 provini per entrambe le tipologie di acciaio, a seguito dei trattamenti termici precedentemente esposti si è proceduto ad attuare una riaustenitizzazione del materiale ad una differente temperatura. I trattamenti di riaustenitizzazione, impiegando rispettivamente le temperature di 920°C, 1000°C e 1020°C, sono stati eseguiti in un forno a muffola della Nabertherm modello LH 60/14 secondo le seguenti modalità:

Austenitizzazione a 920°C con un periodo di incubazione di 15'. La rampa di riscaldamento è stata di 45' per arrivare a 600°C, 15' di sosta, 45' per arrivare a 920°C.

Ha fatto seguito una tempra in acqua.

- Austenitizzazione a 1000°C con un periodo di incubazione di 15'. La rampa di riscaldamento è stata di 45' per arrivare a 600°C, 15' di sosta, 60' per arrivare a 1000°C. Ha fatto seguito una tempra in acqua.
- Austenitizzazione a 1020°C con un periodo di incubazione di 15'. La rampa di riscaldamento è stata di 45' per arrivare a 600°C, 15' di sosta, 1h 30' per arrivare a 1020°C. Ha fatto seguito una tempra in acqua.

L'impiego di temperature e tempi di austenitizzazione inferiori al valore minimo consigliato dalla Böhler Edelstahl per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (vedi sotto-paragrafo 3.2) derivano dal tentativo di limitare la crescita del grano austenitico primario (così come indicato all'interno dell'articolo scientifico [41] per l'acciaio AISI D2).

Le rampe di riscaldo sono state realizzate in modo tale da permettere al materiale di permanere al di sopra della temperatura critica A_{cm} dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (vedi sotto-paragrafo 5.1.1) per un tempo di 55'(comprensivi dei 15' di incubazione alle temperature di austenitizzazione) fino al momento della tempra.

Nel caso dei trattamenti termici di singola austenitizzazione (vedi tabella 3.7 del sotto-paragrafo 3.3.7) il tempo di permanenza al di sopra della temperatura critica A_{cm} è stato indicativamente di almeno 1h 30'.

Per ciascuna temperatura di riaustenitizzazione si sono poi eseguiti i trattamenti termici di rinvenimento utilizzando un forno a muffola della Nabertherm modello N $120/85~{\rm HA}$ secondo le seguenti modalità:

- Due rinvenimenti a 520 °c per 2h e 15'. La rampa di riscaldamento è stata di 1h 15' per arrivare a 520°C. Ha fatto seguito un raffreddamento in aria forzata all'esterno del forno.
- Due rinvenimenti a 540°c per 2h e 15'. La rampa di riscaldamento è stata di 1h 15' per arrivare a 540°C. Ha fatto seguito un raffreddamento in aria forzata all'esterno del forno.
- Due rinvenimenti a 560°c per 2h e 15'. La rampa di riscaldamento è stata di 1h 15' per arrivare a 560°C. Ha fatto seguito un raffreddamento in aria forzata all'esterno del forno.

Per ciascuna delle varie fasi dell'intero trattamento termico si sono rilevati i valori di durezza.

Nella tabella 5.7 vengono mostrati i valori medi di durezza, relativi a 5 misurazioni, rilevati per i provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER k110[®] a seguito rispettivamente della prima austenitizzazione a 1080°C, del rinvenimento intermedio a 530°C e delle successive riaustenitizzazioni alle temperature di 920°C, 1000°C e 1020°C, con periodo di permanenza di 15'.

Durezza Vickers (Hv-50) rilevata internamente ai provini					
1°Aust.1080°C Rinv.Int. 530°C 2°Aust. 920°C 2°Aust. 1000°C 2°Aust. 1020°					
BÖHLER K490 Microclean [®]	705	732	623	712	808
BÖHLER K110 [®]	687	751	641	712	759

Tabella 5.7: Valori medi di durezza Vickers (Hv-50) rilevati internamente ai provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER k110[®] a seguito delle varie tempre condotte dalle diverse temperature di austenitizzazione.

Dall'osservazione dei dati riportati in tabella 5.7 è possibile constatare che per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] il valore di durezza media, a seguito della seconda austenitizzazione condotta a 920°C per 15', è di 623 HV (56 HRC).

Tale valore risulterebbe peraltro essere troppo basso per l'applicazione in esercizio di riferimento, essendo inoltre destinato a decrescere ulteriormente a seguito dei successivi rinvenimenti.

La motivazione di una durezza rilevata cosi bassa è attribuibile al ridotto tempo di permanenza di 15' alla temperatura di 920°C, che supera di soli 50°C la temperatura critica $A_{\rm cm}$ misurata per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (vedi paragrafo 5.1.1).

Nella tabella 5.8 sono invece proposti i valori medi di durezza, relativi a 5 misurazioni, dei provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER k110[®] dopo i vari rinvenimenti post-riaustenitizzazione alle temperature di 520°C, 540°C e 560°C con periodo di permanenza di 2h 15'.

Durezza Vickers (Hv-50) dopo 2°Aust.920°C e due rinvenimenti a:				
	Rinv.520°C	Rinv.540°C	Rinv.560°C	
BÖHLER K490 Microclean [®]	567	550	510	
BÖHLER K110 [®]	546	526	471	
Durezza Vickers (Hv-50) d	lopo 2°Aust.1	l000°C e due	rinvenimenti a:	
	Rinv.520°C	Rinv.540°C	Rinv.560°C	
BÖHLER K490 Microclean [®]	681	652	607	
BÖHLER K110 [®]	626	597	543	
Durezza Vickers (Hv-50) dopo 2°Aust.1020°C e due rinvenimenti a:				
	Rinv.520°C	Rinv.540°C	$Rinv.560^{\circ}C$	
BÖHLER K490 Microclean [®]	715	684	647	
BÖHLER K110 [®]	653	624	556	

Tabella 5.8: Valori medi di durezza Vickers (Hv-50) rilevati internamente ai provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER k110[®] a seguito dell'esecuzione dei due rinvenimenti alle diverse temperature.

Esito dello studio preliminare per il trattamento termico di doppia austenitizzazione

Il trattamento termico di doppia austenitizzazione che prevede una prima tempra da 1080°C, un rinvenimento intermedio a 530°C per 2h e 15', la riaustenitizzazione a 1020°C per 15' e i due rinvenimenti a 520°C per 2h 15' è risultato essere quello, che in termini di durezza, ha dato gli esiti richiesti.

A seguito del doppio rinvenimento a 520°C per 2h 15' la durezza media per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] è risultata essere di 715 Hv (60,8 HRC).

In base a questa evidenza sperimentale tale trattamento è stato individuato come il più idoneo da ripetere mediante l'ausilio del forno a vuoto TAV, andando a modificare la temperatura di rinvenimento a 510°C anziché a 520°C, allo scopo di ottenere un leggero incremento della durezza.

5.3 Valori di durezza ottenuti nelle varie fasi di ciascun trattamento termico eseguito nel forno a vuoto TAV

5.3.1 Durezza BÖHLER k110[®] e K490 Microclean[®] nelle varie fasi dei trattamenti termici di singola austenitizzazione condotti nel forno a vuoto TAV

Di seguito vengono proposte le tabelle 5.9 e 5.10 che riportano i valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®], rilevati nel corso delle varie fasi di trattamento termico di singola austenitizzazione attuata nel forno a vuoto TAV.

Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K490 Microclean [®] a tutta tempra					
	1030°C x 30)' 1050°C x 30	' 1080°C x 30'		
esterno provin	o 803	817	800		
interno provin	o 750	720	742		
Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K490 Microclean [®] dopo due rinvenimenti a:					
	$540^{\circ}C \ge 2h \ 15'$	$555^{\circ}C \ge 2h \ 15'$	560°C x 2h 15'		
esterno provino	726	723	751		
interno provino	728	725	752		
Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K490 Microclean® dopo tre rinvenimenti a:					
	540°C x 2h 15'	555°C x 2h 15'	$560^{\circ}C \ge 2h \ 15'$		
esterno provino	707	699	728		
interno provino	709	702	721		

Tabella 5.9: Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] rilevati nelle varie fasi di trattamento termico di singola austenitizzazione condotte impiegando il forno a vuoto TAV.

Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K110 [®] a tutta tempra							
	1030°C x 3	0' 10	1050°C x 30'		1080°C x 30'		
esterno provin	.0 796		821		799		
interno provin	.0 697		740 679		679		
Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K110 [®] dopo due rinvenimenti a:							
	$540^{\circ}C \ge 2h \ 15'$	555°C x 2h 15'			$560^{\circ}C \ge 2h \ 15'$		
esterno provino	631	(610		596		
interno provino	637	(607		606		
Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K110 [®] dopo tre rinvenimenti a:							
	$540^{\circ}C \ge 2h \ 15'$	555°C	x 2h 15'		$560^{\circ}C \ge 2h \ 15'$		
esterno provino	614		568		560		
interno provino	609		561		555		

Tabella 5.10: Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K110[®] rilevati nelle varie fasi di trattamento termico di singola austenitizzazione condotte impiegando il forno a vuoto TAV.

5.3.2 Durezza BÖHLER k110[®] e K490 Microclean[®] nelle varie fasi dei trattamenti termici di doppia austenitizzazione condotti nel forno a vuoto TAV

Di seguito vengono proposte le tabelle 5.11, 5.12 e 5.13 che riportano i valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®], rilevati nel corso delle varie fasi di trattamento termico di doppia austenitizzazione attuata nel forno a vuoto TAV.

Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K490 Microclean® doppia austenitizzazione						
	$1^{\circ}\text{Aust.1080^{\circ}C}\ge 15'$	Rinv.Int 530°C x 2h 15'				
esterno provino	794	795				
interno provino	739	800				
Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K110 [®] doppia austenitizzazione						
	1°Aust.1080°C	x 15' Rinv.Int 530°C x 2h 15'				
esterno provin	o 776	758				
interno provin	o 647	756				

Tabella 5.11: Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] rilevati dopo la prima austenitizzazione e il rinvenimento intermedio.

Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K490 Microclean® doppia austenitizzazione							
		2° Aust. 920° C	x 15'	2°Rinv 560°C	C x 2h 15'	3°Rin	v 560°C x 2h 15'
esterno provi	no	629		520			495
interno provi	no	631		523		504	
Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K490 Microclean [®] doppia austenitizzazione							
	2°4	Aust.1020°C x 15'	2°Rinv	510°C x 2h 15'	3°Rinv 510°	C x 2h 15"	2°Rinv 520°C x 2h 15'
esterno provino		792		758	750		741
interno provino		741		760	75	2	740

Tabella 5.12: Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] rilevati dopo la seconda austenitizzazione e i successivi rinvenimenti associati.

Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K110 [®] doppia austenitizzazione							
		2°Aust.920°	C x 15'	2°Rinv 56	0°C x 2h 15'	3°Ri	nv 560°C x 2h 15'
esterno prov	ino	641		4	469		452
interno prov	ino	642		467		454	
Durezza Vickers (Hv-50) BÖHLER K110 [®] doppia austenitizzazione							
	2°A	Aust.1020°C x 15' 2°Rinv 5		10°C x 2h 15' 3°Rinv 510°C x		2h 15'	2°Rinv 520°C x 2h 15'
esterno provino		812	697		684		668
interno provino		722		704	693		666

Tabella 5.13: Valori di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K110[®] rilevati dopo la seconda austenitizzazione e i successivi rinvenimenti associati.

5.3.3 Analisi risultatati durezza BÖHLER k110[®] e K490 Microclean[®]

Dai valori di durezza esposti emerge esserci nella condizione a tutta tempra, per entrambe le tipologie di acciaio e nonostante le ridotte dimensione dei provini $(10 \times 10 \times 10 \pm 1 \text{ mm})$, una differenza tra i valori di durezza rilevati all'interno, che risultano minori, rispetto a quelli misurati sulla superficie esterna del medesimo campione (differenza nell'intorno dei 100 Hv).

Tale differenza interno-esterno si annulla in seguito dell'esecuzione del secondo trattamento termico di rinvenimento.

L'unico trattamento che fa eccezione a quanto sopra riportato è quello di doppia austenitizzazione in cui la seconda tempra viene eseguita da 920° C e dove peraltro si registrano valori bassi di durezza.

In tale caso infatti per entrambi i materiali non si rileva una differenza tra i valori interni e esterni di durezza.

La motivazione a tale comportamento andrebbe probabilmente ricercata nel ridotto tempo di permanenza (soli 15') alla temperatura di 920°C che non permette una completa trasformazione strutturale del materiale.

Essendo la temperatura critica A_{cm} misurata per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (868°C) e quella dell'acciaio BÖHLER K110[®] (844°C) poco inferiore alla temperatura di austenitizzazione impiegata, la cinetica di trasformazione da fase ferritica ad austenitica è probabilmente notevolmente ridotta rispetto a quanto avviene a temperature superiori e richiederebbe pertanto tempi di permanenza superiori per potersi completare.

Nel caso in esame quindi solo una ridotta percentuale di ferrite ha avuto la possibilità di trasformarsi in austenite e quindi successivamente in martensite; lo dimostrerebbero anche i minori valori di durezza rilevati oltre che il minore tenore di austenite residua rilevato.

É interessante osservare come si siano registrati, allo stato di piena tempra, dei valori comparabili di durezza per entrambi gli acciai dalle varie temperature di austenitizzazione.

In tutti i casi, al termine dei cicli di rinvenimento, l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] risulta essere caratterizzato da valori di durezza superiori a quelli dell'acciaio BÖHLER K110[®].

Per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] si è ottenuto per tutti i trattamenti termici di singola austenitizzazione a seguito dei rinvenimenti un valore di durezza nell'intorno dei 61 HRC prefissati come target (vedi curva di rinvenimento di figura 3.8), con l'unica eccezione del trattamento termico che prevede la tempra da 1080°C e due rinvenimenti a 560°C, per il quale si sono ottenuti poco più di 62 HRC.

Con gli stessi parametri di trattamento l'acciaio BÖHLER K110[®] non ha mai raggiunto il valore di durezza desiderato di 61 HRC; i valore più elevato ottenuto a seguito del trattamento di singola austenitizzazione si attesta a 57 HRC nel caso di tempra da 1030°C e doppio rinvenimento a 540°C×2h 15'. L'esecuzione del trattamento termico di doppia austenitizzazione con seconda tempra da 1020°C e due rinvenimenti 510°C×2h 15' ha portato invece all'ottenimento di 60 HRC.

5.4 Misurazione del tenore di austenite residua nelle varie fasi di ciascun ciclo di trattamento termico eseguito nel forno a vuoto TAV

Per conoscere le modalità di produzione dei provini si faccia riferimento al sottoparagrafo 3.3.1, mentre per le indicazioni riguardanti lo strumento di misura impiegato per la misura dell'austenite residua e le modalità di preparazione dei provini si rimanda alla consultazione dei sotto-paragrafo 3.3.4.

Il tenore di austenite residua è stato rilevato sia sulla superficie esterna che "a cuore" dei provini trattati termicamente.

Essendo un valore di austenite residua rilevato al di sotto del 5% ritenuto poco affidabile come dato misurato, qualora una misurazione su un dato campione abbia registrato un valore inferiore al 5% si è deciso di indicare un tenore rilevato < 5% in luogo del valore puntuale rilevato.

5.4.1 Austenite residua BÖHLER k110[®] e K490 Microclean[®] a tutta tempra

In tabella 5.18 vengono proposti i tenori di austenite residua rilevati sugli acciai BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] a seguito dell'esecuzione del trattamento termico di tempra attuati dalle diverse temperature di austenitizzazione (trattamenti termici numero 1T, 3T e 5T di tabella 3.7).

Austenite residua BÖHLER K490 Microclean®								
	$1030^{\circ}C \ge 30'$	$1050^{\circ}C \ge 30'$	1080°C x 30'					
esterno provino	< 5%	< 5%	6,9%					
interno provino	< 5%	9,2%	17,9%					
Austenite residua BÖHLER K110 [®]								
	1030°C x 30'	$1050^{\circ}C \ge 30'$	$1080^{\circ}C \ge 30'$					
esterno provino	$9{,}9\%$	13,2%	20,5%					
interno provino	11,7%	15,5%	25,1%					

Tabella 5.14: Tenore di austenite residua rilevata per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] a seguito del trattamento termico di tempra, eseguito nel forno a vuoto TAV, dalle varie temperature di austenitizzazione.
Nella seguente tabella 5.15 vengono proposti i tenori di austenite residua rilevati sugli acciai BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] a seguito dell'esecuzione del trattamento termico di doppia austenitizzazione. La misurazione è stata eseguita sui provini a tutta tempra a seguito della seconda austenitizzazione condotta rispettivamente da 920°C e da 1020°C (trattamenti termici numero T12T e T14T di tabella 3.8).

Austenite residua BÖHLER K490 Microclean [®]				
	920°C x 15'	$1020^{\circ}C \ge 15'$		
esterno provino	< 5%	< 5%		
interno provino	5,9%	9,3%		
Austenite residua BÖHLER K110 [®]				
	920°C x 15'	1020°C x 15'		
esterno provino	< 5%	8,5%		
interno provino	< 5%	15,5%		

Tabella 5.15: Tenore di austenite residua rilevata per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] a seguito della seconda austenitizzazione condotta rispettivamente da 920°C e da 1020°C.

In tabella 5.16 sono proposti i tenori di austenite residua rilevati sull'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] dopo l'esecuzione del trattamento termico di tempra da 1100°C e a seguito dell'esecuzione del trattamento criogenico a -196°C per 16h (trattamenti termici numero 7T e 8 di tabella 3.9).

Austenite residua BÖHLER k490 Microclean®			
	pre-crio	post-crio	
esterno provino	25,1%	18,7%	
interno provino	34,3%	$19{,}5\%$	

Tabella 5.16: Tenore di austenite residua rilevata per l'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®] a seguito del trattamento termico di tempra da 1100°C e dopo l'esecuzione del trattamento criogenico a -196°C per 16h.

5.4.2 Austenite residua BÖHLER k110[®] e K490 Microclean[®] dopo il secondo e terzo rinvenimento

Già dopo l'esecuzione del secondo trattamento termico di rinvenimento finale, in tutti i casi e per entrambe le tipologie di acciaio, il tenore di austenite residua si è attestato a valori inferiori al < 5%, sia esternamente che internamente ai provini. Per completezza si riporta che nel caso dell'acciaio BÖHLER k110[®] a seguito del rinvenimento intermedio a 530°C del ciclo di trattamento termico di doppia austenitizzazione (trattamenti termici numero T12R e T14R di tabella 3.8) si è misurato un tenore di austenite residua pari a 5,3% all'esterno e 6,9% all'interno.

5.4.3 Analisi risultatati del tenore di austenite residua

Dai valori di austenite residua precedentemente riportati emerge come, sia per l'acciaio BÖHLER k110[®], che per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], il tenore di austenite ritenuta registrato al termine del trattamento termico di tempra, cresca al crescere della temperatura di austenitizzazione (in pieno accordo con quanto previsto a livello teorico [1], [3]). Con l'aumento della temperatura di austenitizzazione si ha infatti uno spostamento a valori più bassi della temperatura di inizio trasformazione martensitica (Ms) e di conseguenza si viene ad incrementare il tenore di austenite ritenuta.

I valori di austenite residua rilevati per l'acciaio BÖHLER K110[®] risultano, a parità di trattamento termico, essere superiori a quelli dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

É inoltre osservabile come, in analogia a quanto riscontrato per la durezza, per entrambe le tipologie di acciaio si registri, nonostante le ridotte dimensione dei provini $(10 \times 10 \times 10 \pm 1 \text{ mm})$, una differenza tra i valori di austenite residua misurati all'interno (dove risultano superiori) rispetto a quelli misurati sulla superficie esterna del medesimo campione a tutta tempra; tranne nel caso di seconda austenitizzazione condotta da 920°C.

Dalla comparazione del tenore di austenite residua con il valore di durezza misurato sul medesimo provino, emerge come ai valori maggiori di austenite residua rilevati internamente siano associate durezze inferiori rispetto a quelle rilevate in superficie.

Tale differenza viene meno dopo l'esecuzione dei trattamenti termici di rinvenimento a seguito dei quali, già dopo il secondo, in tutti i casi, per entrambe le tipologie di acciaio il tenore si è attestato a valori inferiori al < 5%.

É possibile constatare dall'osservazione dei valori riportati in tabella 5.16, come il trattamento criogenico a -196°C per la durata di 16h determini una riduzione ed equalizzazione del tenore di austenite ritenuta tra interno e esterno del provino.

5.5 Misura della resilienza dopo il secondo e il terzo rinvenimento

Per valutare la tenacità ottenuta in seguito all'esecuzione dei trattamenti termici sperimentatali oggetto dello studio sono state eseguite prove di resilienza su provini non intagliati realizzati in accordo alla normativa SEP 1314 [27]; la prova di impatto è stata condotta mediante pendolo di Charpy dotato di mazza strumentata (si faccia riferimento al sotto-paragrafo 3.3.5 per le caratteristiche dei provini).

Le prove sono state eseguite sia per l'acciaio BÖHLER k110[®] che per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] alla temperatura ambiente di 20°C.

Gli esiti delle prove di resilienza, in termini di energia assorbita nel corso dell'impatto e i relativi grafici di registrazione dell'andamento della forza nel tempo, sono proposti integralmente all'intero dell'appendice A, mentre nelle pagine seguenti sono messi in evidenza, analizzati e comparati, gli esiti riguardanti i trattamenti termici ritenuti più significativi.

Nei grafici riportati sull'asse delle ascisse è stato posto a tempo zero l'inizio del fenomeno di impatto per ciascun provino di una data serie (considerando pertanto come tempo zero l'ultimo istante in cui non si registrava una forza di impatto).

5.5.1 Resilienza provini SEP 1314 di BÖHLER k110[®] e BÖHLER K490 Microclean[®] dopo il secondo e terzo rinvenimento

In figura 5.11 sono di seguito riportati i grafici relativi alle prove di resilienza strumentata condotte sui provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sottoposti al trattamento di singola austenitizzazione nel forno a vuoto TAV.



Figura 5.11: Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] temprati da 1080°C×30', 1050°C×30', 1030°C×30' e rinvenuti due e tre volte rispettivamente a 560°C×2h 15', 555°C×2h 15' e 540°C×2h 15' nel forno a vuoto.

In figura 5.12 sono di seguito riportati i grafici relativi alle prove di resilienza strumentata condotte sui provini di acciaio BÖHLER K110[®] sottoposti al trattamento di singola austenitizzazione nel forno a vuoto TAV.



Figura 5.12: Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini di acciaio BÖHLER K110[®] temprati da $1080^{\circ}C \times 30'$, $1050^{\circ}C \times 30'$, $1030^{\circ}C \times 30'$ e rinvenuti due e tre volte rispettivamente a $560^{\circ}C \times 2h$ 15', $555^{\circ}C \times 2h$ 15' e $540^{\circ}C \times 2h$ 15' nel forno a vuoto.

In figura 5.13 e 5.14 sono di seguito riportati i grafici relativi alle prove di resilienza strumentata condotte sui provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] sottoposti al trattamento di doppia austenitizzazione nel forno a vuoto TAV.



Figura 5.13: Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] temprati da $1080^{\circ}C \times 30'$ e rinvenuti a $530^{\circ}C \times 2h$ 15' ritemprati da $920^{\circ}C \times 15'$ e da $1020^{\circ}C \times 15'$ e rinvenuti due e tre volte rispettivamente a $560^{\circ}C \times 2h$ 15' e $510^{\circ}C \times 2h$ 15'.



Figura 5.14: Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini di acciaio BÖHLER K110[®] temprati da 1080°C×30' e rinvenuti a 530°C×2h 15' ritemprati da 920°C×15' e da 1020°C×15' e rinvenuti due e tre volte rispettivamente a 560°C×2h 15' e 510°C×2h 15'.

5.5.2 Analisi dei risultati dei valori di resilienza ottenuta

Alle tipologie di difetti interni riscontrabili sporadicamente all'interno del materiale, messe in evidenza nel sotto-paragrafo 5.1.1, si può attribuire la causa di alcune anomalie nei risultati registrati nella ripetizione delle prove di impatto. La variabilità dei dati registrati per una data terna, può anche essere frutto:

- della posizione di prelievo dei provini con riferimento alla posizione rispetto alla superficie che, sebbene sempre ricavati centralmente, varia con il progredire del consumo della billetta originale;
- della direzione di impatto dello spigolo della mazza del pendolo (e propagazione della relativa frattura) con riferimento all'asse geometrico originale del materiale della billetta.

Per tali ragioni i valori ritenuti anomali (differenza superiore ai 10 J rispetto ad altri due provini) sono stati esclusi dalla determinazione del valore medio.

Valori medi resilienza provini SEP 1314

Nella tabella 5.17 vengono riassunti i valori medi di resilienza relativi ai provini non intagliati normati SEP 1314 di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®]. Nella colonna di sinistra vengono riportate in sequenza la temperatura austenitizzazione e di rinvenimento.

Emerge chiaramente come all'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] siano associati dei valori di resilienza sempre superiori a quelli dell'acciaio BÖHLER K110[®].

Valori medi resilienza provini SEP 1314 BÖHLER K490 Microclean [®]					
	2°Rinvenimento		3°Rinvenimento		
1080°C-560°C	27,67 J			23,13 J	
1050°C-555°C	4	41,64 J	46,58 J		
1030°C-540°C	(50,30 J		49,72 J	
1080°C-530°C-920°C-560°C	95,33 J			121,25 J	
1080°C-530°C-1020°C-510°C	34,52 J			41,52 J	
$1080^{\circ}\text{C}-530^{\circ}\text{C}-1020^{\circ}\text{C}-520^{\circ}\text{C}$	33,43 J			-	
Valori medi resilienza	vini SEP	1314 E	BÖHLER K110 [®]		
			imento	3°Rinvenimento	
1080°C-560°C		3,49 J		4,08 J	
1050°C-555°C		3,58 J		$3,95 \mathrm{J}$	
1030°C-540°C		3,78 J		3,90 J	
1080°C-530°C-920°C-560°C		4,50 J		5,15 J	
1080°C-530°C-1020°C-510°C		3,81 J		$3,\!65~\mathrm{J}$	
$1080^{\circ}\text{C}-530^{\circ}\text{C}-1020^{\circ}\text{C}-520^{\circ}\text{C}$		2,96	J	_	

Tabella 5.17: Riassunto dei valori medi di resilienza relativi ai provini SEP 1314 di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] per i vari trattamenti termici di singola e doppia austenitizzazione eseguiti nel forno a vuoto TAV.

Se si confronta il valore di resilienza ottenuto per il provino non intagliato normato SEP 1314, austenitizzato a 1080° C e rinvenuto $3 \times 2h$ 15' a 560° C, con quello indicato dal produttore nel caso di materiale sottoposto al medesimo trattamento termico, proposto nel grafico di figura 3.10 del sotto paragrafo 3.2.5, emerge come vi sia una sostanziale differenza.

Sia per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] che per l'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) i valori delle prove sperimentali sono infatti risultati sensibilmente inferiori (23 J) a quanto dichiarato dall'azienda produttrice Böhler Edelstahl (80 J) [19].

La motivazione di tale discrepanza è attribuibile a due principali fattori:

1. Il differente rapporto di riduzione che caratterizza il materiale di prelievo dei provini [29], [42]. Nel caso delle prove oggetto dello studio i provini, secondo le modalità esposte nel sotto paragrafo 3.3.1, sono stati ricavati dalla zona centrale di una billetta avente diametro di 202 mm e lunghezza di 350mm. Nel caso dei valori proposti dalla Böhler Edelstahl invece i provini sono stati ricavati da un tondino laminato avente diametro di 35 mm.

Il rapporto di riduzione è un parametro che risulta avere una significativa influenza sulla tenacità [28]. Il tondino laminato essendo caratterizzato da un rapporto di riduzione sensibilmente superiore a quello ottenuto normalmente su un tondo forgiato risulta favorito in termini di tenacità.

2. La differente direzione di prelievo del materiale, rispettivamente in direzione trasversale per quanto riguarda i test eseguiti e in direzione longitudinale nel caso dei valori proposti dalla Böhler Edelstahl. La direzione di prelievo longitudinale garantisce l'ottenimento di valori di tenacità superiori a causa dell'anisotropia generata dal processo di deformazione plastica a caldo [35].

É possibile constatare dall'osservazione della tabella 5.17 come, fatta eccezione per i trattamenti termici di doppia austenitizzazione realizzati sull'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], l'esecuzione di un terzo trattamento termico di rinvenimento non ha determinato significativi incrementi di tenacità.

Nel caso dei provini non intagliati SEP 1314 [27] i valori di resilienza maggiori per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], 95 J e 121 J, si sono registrati sui provini sui quali sono stati eseguiti i trattamenti termici di doppia austenitizzazione $1080^{\circ}\text{C}-530^{\circ}\text{C}-920^{\circ}\text{C}$ e successivi rinvenimenti $2\times2h$ 15' a 560°C e $3\times2h$ 15' a 560°C . É però importante mettere in evidenza che a tali elevati valori di resilienza sono associati dei valori di durezza ritenuti troppo bassi per l'applicazione ricercata e che si attestano rispettivamente a 50 HRC (caso 95 J) e 49 HRC (caso 121 J). Tali trattamenti termici quindi, pur garantendo degli eccellenti valori in termini di tenacità, non vengono nello specifico considerati come ottimali poiché non garantiscono il raggiungimento del limite di soglia di durezza di 61 HRC, considerato come valore minimo per la messa in esercizio dell'utensile per la rullatura delle viti.

5.5.3 Superfici di frattura BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®]

La motivazione alla superiore resilienza dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] rispetto a quella dell'acciaio BÖHLER K110[®] è ascrivibile principalmente alla differente situazione microstrutturale tra i due materiali, dovuta alla modalità di produzione delle stesso tramite la metallurgia delle polveri (vedi sotto-paragrafo 1.3.2).

Per evidenziare come la diversa microstruttura associata ai due acciai determini due differenti modalità di frattura, nelle seguenti figure 5.15, 5.16 e 5.17 sono proposte alcune immagini delle superfici di frattura ottenute al SEM, relative alle due tipologie di materiale.



Figura 5.15: Comparazione tra la superficie di frattura di un provino non intagliato normato SEP 1314 di acciaio BÖHLER K110[®] (sulla sinistra) e BÖHLER K490 Microclean[®] (sulla destra) temprati da 1080°C e rinvenuti tre volte a 560°C×2h 15' nel forno a vuoto TAV (trattamento termico n°2 di tabella 3.7).



Figura 5.16: Comparazione tra la superficie di frattura ingrandita 2500 volte, di un provino non intagliato normato SEP 1314 di acciaio BÖHLER K110[®] (sulla sinistra) e BÖHLER K490 Microclean[®] (sulla destra) temprati da 1080°C e rinvenuti tre volte a 560°C×2h 15' nel forno a vuoto TAV (trattamento termico n°2 di tabella 3.7).



Figura 5.17: Superficie di frattura di un provino non intagliato normato SEP 1314 di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] temprato da 1030°C e rinvenuto tre volte a 540°C×2h 15' (trattamento termico n°3 di tabella 3.7); a sinistra la microstruttura a 2500 ingrandimenti, mentre a destra è possibile visionare la zona di nucleazione della frattura.

Confrontando l'immagine di sinistra con quella di destra di figura 5.15, è possibile osservare la macroscopica differenza di comportamento dei due materiali. L'acciaio BÖHLER K110[®] è caratterizzato da una frattura fragile a cui sono associati numerosi piani di clivaggio, mentre l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] presenta una frattura inizialmente duttile, caratterizzata dalla presenza dei tipici dimples ben visibili nell'ingrandimento dell'immagine di destra di figura 5.16.

Confrontando invece l'immagine di destra di figura 5.15 con quella di destra di figura 5.17, entrambe riferite all'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], si può notare quanto sia diversa l'estensione dell'iniziale zona di frattura duttile (area in basso a destra) nel caso del provino di acciaio temprato da 1080°C e rinvenuto tre volte a 560°C×2h 15', rispetto al caso del materiale temprato da 1030°C e rinvenuto tre volte a 540°C×2h 15'. Tale differenza, nell'estensione della zona di frattura duttile, è perfettamente congruente con i valori rilevati di resilienza pari rispettivamente 23 J e 52 J.

Nell'immagine di sinistra di figura 5.17 è possibile apprezzare la presenza di più di un solfuro di manganese (vedi sotto-paragrafo 5.1.1), all'interno dei vari dimples.

- 5.6 Analisi delle microstrutture ottenute dopo i trattamenti termici eseguiti nel forno a vuoto TAV
- 5.6.1 Micrografie ottenute al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER k110[®]

Micrografie dell'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] a tutta tempra per le diverse temperature di austenitizzazione



Figura 5.18: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] temprato nel forno a vuoto da 1100°C dopo un periodo di incubazione di 2h 10' (trattamento termico 7T di tabella 3.9).



Figura 5.19: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] temprato nel forno a vuoto da 1080°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 1T di tabella 3.7).



Figura 5.20: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] temprato nel forno a vuoto da 1050°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 5T di tabella 3.7).



Figura 5.21: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] temprato nel forno a vuoto da 1030°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 3T di tabella 3.7).



Figura 5.22: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] temprato nel forno a vuoto da 1020°C dopo un periodo di incubazione di 15' (trattamento termico T14T di tabella 3.8).



Figura 5.23: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] temprato nel forno a vuoto da 920°C dopo un periodo di incubazione di 15' (trattamento termico T12T di tabella 3.8).

Micrografie dell'acciaio BÖHLER K
110 $^{\ensuremath{\mathbb{R}}}$ a tutta tempra per le diverse temperature di au
stenitizzazione



Figura 5.24: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato nel forno a vuoto da 1080°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 1T di tabella 3.7).



Figura 5.25: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato nel forno a vuoto da 1050°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 5T di tabella 3.7).



Figura 5.26: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato nel forno a vuoto da 1030°C dopo un periodo di incubazione di 30' (trattamento termico 3T di tabella 3.7).



Figura 5.27: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato nel forno a vuoto da 1020°C dopo un periodo di incubazione di 15' (trattamento termico T14T di tabella 3.8).



Figura 5.28: Micrografie al microscopio ottico dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato nel forno a vuoto da 920°C dopo un periodo di incubazione di 15' (trattamento termico T12T di tabella 3.8).

5.6.2	Dimensione media del grano austenitico rilevata in
	funzione della temperatura di austenitizzazione

Dimensione media del grano BÖHLER Microclean K490®				
1100°C x 2h 10'	1080°C x 30'	1050°C x 30'	1030°C x 30'	1020°C x 15'
$10,3\pm1,7~\mu\mathrm{m}$	$8{,}5\pm0{,}4~\mu\mathrm{m}$	$8\pm0.6~\mu\mathrm{m}$	$7{,}4\pm0{,}3~\mu\mathrm{m}$	$6,4\pm0,5~\mu{ m m}$
Dimensione media del grano BÖHLER K110 [®]				
	1080°C x 30'	1050°C x 30'	1030°C x 30'	1020°C x 15'
	$13.5\pm1.6~\mu\mathrm{m}$	$12.9\pm0.6~\mu\mathrm{m}$	$11.8\pm0.8~\mu\mathrm{m}$	$10.8\pm0.8~\mu\mathrm{m}$

Tabella 5.18: Dimensione media grano per l'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] e BÖHLER K110[®] a seguito del trattamento termico di tempra in forno a vuoto.

Dall'osservazione dei dati riportati nella tabella 5.18 è possibile constatare che all'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] siano associati dei valori di dimensione del grano sempre inferiori a quelli dell'acciaio BÖHLER K110[®].

Si rileva inoltre che per l'acciaio BÖHLER Microclean K490[®] il prolungato periodo di austenitizzazione a 1100°C determini una considerevole crescita del grano austenitico; a tale valore medio di 10,3 µm è inoltre associata un maggior valore di deviazione standard rispetto agli altri trattamenti.

L'esecuzione del trattamento termico di doppia austenitizzazione con seconda tempra da 1020°C ha determinato per entrambi gli acciai una ridotta decrescita della dimensione del grano austenitico.

Nel caso di tempra condotta da 920°C non è risultato possibile determinare la dimensione media del grano cristallino, perché l'attacco metallografico impiegato non è stato in grado di metterli in evidenza.

5.6.3 Micrografie ottenute al microscopio elettronico SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER k110[®] nei casi di singola austenitizzazione



Figura 5.29: Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®](colonna a destra) e BÖHLER K110[®] (colonna a sinistra) per tempre attuate da: 1080°C, 1050°C e 1030°C (dall'alto verso il basso ,trattamenti termici 1T, 5T e 3T di tabella 3.7).





Figura 5.30: Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®](immagini a destra) e BÖHLER K110[®] (immagini a sinistra) : tempra da 1020°C (in alto,trattamento di T14T di tabella 3.8) e tempra da 920°C (in basso, trattamento di T12T di tabella 3.8).

Dall'osservazioni delle precedenti micrografie ottenute al SEM è possibile costatare come l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sia caratterizzato da una microstruttura più fine rispetto a quella dell'acciaio BÖHLER K110[®]; caratterizzata in tutti i casi dalla presenza di numerosi carburi di taglia sub-micrometrica e omogeneamente distribuiti all'interno del grano cristallino.

Nel caso dell'acciaio BÖHLER K110[®] le micrografie sopra riportate sono state acquisite nelle zone comprese tra le bande di carburi primari (vedi figura 5.8 che mette in evidenza i caratteristici carburi primari presenti nell'acciaio BÖHLER K110[®]).

5.6.4 Caraterizzazione di dei carburi presenti nell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®]

Di seguito sono riportate alcune analisi composizionali eseguite mediante sonda EDS sugli acciai BÖHLER K110[®] e BÖHLER K490 Microclean[®] che sono stati sottoposti ai trattamenti termici di la singola austenitizzazione a 1030°C e di doppia austenitizzazione con seconda tempra da 1020°C.

Questi trattamenti sono infatti risultati essere quelli che hanno registrato il migliori valori in termini di durezza e tenacità.

BÖHLER K110[®] singola austenitizzazione tempra da 1030°C



Figura 5.31: Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato nel forno a vuoto da 1030°C (trattamento termico 3T di tabella 3.7).



Figura 5.32: Grafici analisi spettro 34 e 42 di figura 5.31 mediante sonda EDS dell'acciaio $B\ddot{O}HLER~K110^{\textcircled{B}}$.

+ Spectrum 73 + Spectrum 74 + Spectrum 75

BÖHLER K490 Microclean[®] singola austenitizzazione tempra da 1030°C

2.5µm

Figura 5.33: Micrografia SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] temprato nel forno a vuoto da 1030°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8).



Figura 5.34: Grafici analisi spettro e di figura 5.33 mediante sonda EDS dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].



BÖHLER K110[®] doppia austenitizzazione tempra da 1020°C

2.5µm

2.5µm

Figura 5.35: Micrografia SEM dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato nel forno a vuoto da 1020°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8).



Figura 5.36: Grafici analisi spettro e di figura 5.35 mediante sonda EDS dell'acciaio BÖHLER K110[®].



BÖHLER K490 Microclean $^{\ensuremath{\mathbb{R}}}$ doppia austenitizzazione tempra da 1020 $^{\circ}\mathrm{C}$

Figura 5.37: Micrografia SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] temprato nel forno a vuoto da 1020°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8).



Figura 5.38: Grafici analisi spettro e di figura 5.37 mediante sonda EDS dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®].

Famiglie di carburi identificati negli acciai BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®]

La formulazione relativa ai carburi di seguito riportata, indica il rapporto stechiometrico esistente fra il contenuto di elementi metallici (M) e il contenuto di carbonio (C). Questi carburi generalmente non sono costituiti da un singolo elemento metallico, ma sono carburi misti denominati a seconda dell'elemento metallico presente in maggiore quantità [43].

In base agli spettri relativi ai punti indicati in figura 5.31 è possibile affermare che per l'acciaio BÖHLER K110[®] esista prevalentemente nella microstruttura una famiglia di carburi ledeburitici di tipo $(Fe,Cr)_7C_3$, che si differenziano in base alla taglia.

I carburi più grandi (lunghezza nell'intorno dei 10 µm) e caratterizzati da una morfologia allungata (cosi come anche i macro-carburi primari messi in evidenza nella figura 5.7) sono carburi primari di CrFe-V (con ridotta presenza di molibdeno; vedi spettro 34 di figura 5.31) e sono di tipo M_7C_3 , mentre i carburi di taglia inferiore (0,5 µm) e con morfologia tondeggiante presentano un tenore inferiore di vanadio (vedi spettro 42 di figura 5.31).

In base agli spettri relativi alle figure 5.33 e 5.37, si può constatare che l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sia caratterizzato dalla presenza di varie famiglie di carburi: MC, M₆C M₇C₃ e M₂₃C₆.

Dagli spettri 74 e 75 di figura 5.33 è possibile identificare la presenza di carburi M_7C_3 e $M_{23}C_6$ a base Cr e M_6C a base Mo.

La presenza di un tenore di niobio dello 0,202% in peso nella composizione dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (vedi sotto-paragrafo 5.1) determina, così come osservabile dallo spettro 54 di figura 5.37, la presenza di carburi MC a base Nb e a base V, caratterizzati da una dimensione media di 1,4 µm e uniformemente distribuiti all'interno della matrice martensitica rinvenuta; entrambe queste tipologie di carburi hanno un ruolo di rilievo nell'incremento della resistenza all'usura. Micrografie acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] sottoposto a trattamento termico di doppia austenitizzazione con seconda tempra eseguita da 1020°C



Figura 5.39: Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] temprato da 1020°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8



Micrografie acciaio BÖHLER K110[®] sottoposto a trattamento termico di doppia austenitizzazione con seconda tempra eseguita da 1020°C

Figura 5.40: Micrografie ottenute al SEM dell'acciaio BÖHLER K110[®] temprato da 1020°C (trattamento termico T14T di tabella 3.8

Capitolo 6

Conclusioni

6.0.1 Obbiettivi principali del lavoro di tesi

Gli obbiettivi principali di questa ricerca erano:

- 1. individuare il trattamento termico più idoneo per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], al fine di ottimizzarne la durezza e la tenacità;
- 2. valutare l'utilità, per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], di eseguire anche un eventuale terzo trattamento termico di rinvenimento anziché limitarsi solo a due;
- 3. indagare la possibilità di eseguire il trattamento termico di lotti in acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) contemporaneamente a lotti in acciaio BÖHLER K490 Microclean[®];
- 4. analizzare i vantaggi dell'impiego dell'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®] in sostituzione all'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2), nella realizzazione di utensili per la rullatura industriale di viti in superleghe di nichel (Inconel[®]).

Per ciascuno degli obbiettivi precedentemente indicati, nelle pagine seguenti vengono esposte le relative conclusioni.

6.0.2 Trattamenti termici più idonei per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] al fine di ottimizzarne la durezza e la tenacità

Sulla base dei valori di durezza (vedi sotto-paragrafo 5.3) e di resilienza registrati (vedi sotto-paragrafo 5.5), i trattamenti termici ritenuti dallo scrivente come i più idonei per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] al fine di ottimizzarne le proprietà di durezza e tenacità nel caso di una esecuzione con forno TAV, sono i seguenti:

- 1. Esecuzione di un trattamento termico che preveda una singola austenitizzazione (trattamento termico 11 di tabella 3.7):
 - Austenitizzazione a 1030°C con un periodo di incubazione di 30'. Rampa di riscaldamento di 45' per arrivare a 600°C, 15' di sosta, 30' per arrivare a 850°C, 15' di sosta e 30' per arrivare a 1030°C, seguita da incubazione.
 - Tempra con pressione di azoto di 5 bar, insufflato dall'alto verso il basso, fino a temperatura ambiente.
 - Due rinvenimenti a 540 °C per 2h e 15' e raffred damento con pressione di azoto di 1,5 bar, insufflato dall'alto verso il basso, fino a temperatura ambiente.

Rampa di riscaldamento di 1
h 15' per arrivare a 540°C, seguita da incubazione.

Durante le prove tale trattamento termico ha portato ad ottenere un valore di durezza di 61 HRC (728 Hv-50), unitamente a un valore medio di 60 J su provino SEP 1314 (non intagliato), ricavato in direzione trasversale rispetto all'asse metallurgico della billetta.

Il tenore di austenite residua registrato è risultato essere inferiore al 5%.

- 2. Trattamento termico di doppia austenitizzazione (trattamento termico 14 di tabella 3.8) che preveda:
 - Una prima austenitizzazione a 1080°C con un periodo di incubazione di 30'.

Rampa di riscaldamento di 45' per arrivare a 600°C, 15' di sosta, 30' per arrivare a 850°C, 15' di sosta e 40' per arrivare a 1080°C, seguita da incubazione.

- Tempra con pressione di azoto di 5 bar, insufflato dall'alto verso il basso, fino a temperatura ambiente.
- Un rinvenimento intermedio a 530°C per 2h e 15' e raffreddamento con pressione di azoto di 1,5 bar, insufflato dall'alto verso il basso, fino a temperatura ambiente.

Rampa di riscaldamento di 1
h 15' per arrivare a 530°C, seguita da incubazione.

• Seconda austenitizzazione a 1020°C con un periodo di incubazione di 15'. Rampa di riscaldamento di 45' per arrivare a 600°C, 15' di sosta, 1h 30' per arrivare a 1020°C, seguita da incubazione. - Due rinvenimenti a 510 °C per 2h 15'e raffred damento con pressione di azoto di 1,5 bar, insufflato dall'alto verso il basso, fino a temperatura ambiente.

Rampa di riscaldamento di 1
h 15^{\prime} per arrivare a 510°C, seguita da incubazione.

Tale trattamento termico ha permesso di ottenere un valore di durezza di 62,8 HRC (760 Hv-50) unitamente a un valore medio di 35 J nella prova di resilienza con provino SEP 1314 (non intagliato), ricavato in direzione trasversale rispetto all'asse metallurgico della billetta.

Il tenore di austenite residua registrato è risultato essere anche in questo caso inferiore al 5%.

Bisogna sottolineare che i trattamenti termici sono stati eseguiti su provini di sezione ridotta (10×10 mm nel caso dei provini per i rilievi delle durezze; 10×7 mm e 10×10 mm nel caso dei provini normati SEP1314 e ASTM A37021).

Nel caso di applicazione del trattamento termico a componenti industriali le dimensioni saranno superiori e le geometrie complesse. Pertanto sicuramente nel caso dei creatori per la rullatura delle viti, sarà necessario rimodulare i tempi di permanenza del materiale nella varie fasi del trattamento termico, in funzione dello spessore del componente trattato, oltre che le velocità di riscaldo. Questo sia per cercare di garantire che le trasformazioni metallurgiche possano avvenire in tutto lo spessore, che per evitare la generazione di eccessivi stress in zone geometricamente sensibili agli effetti di intaglio.

6.0.3 Considerazioni sulla necessità per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] di eseguire o meno il terzo trattamento termico di rinvenimento

In base ai valori di austenite residua rilevati, vedi sotto-paragrafo 5.4, poiché il tenore misurato a seguito del secondo rinvenimento, risulta essere per tutti i trattamenti sperimentali applicati, per ambedue le tipologie di acciaio, inferiore al 5% si può considerare accettabile la prassi di eseguire due soli trattamenti di rinvenimento.

É però importante ricordare che i valori sperimentali sono stati rilevati all'interno di provini aventi dimensioni $10 \times 10 \times 10 \pm 1$ mm, ossia di dimensioni esigue.

É altresì vero che nel caso in cui il componente da trattare termicamente sia un creatore per la rullatura delle viti, il valore minimo di austenite residua è sicuramente desiderato in corrispondenza della filettatura e nell'immediato substrato. In tali zone infatti, a causa di un eccessivo contenuto di austenite, potrebbe indursi una trasformazione in martensite per effetto del raggiungimento delle elevate sollecitazioni meccaniche dovute al processo di utilizzo.

Alla luce di queste considerazioni si può comunque ritenere sufficiente l'esecuzione di due soli trattamenti termici di rinvenimento, della durata di almeno 2h ciascuno, anche nel caso che il componente da trattare sia l'utensile per la rullatura delle viti, purché si abbia cura di effettuare i raffreddamenti fino a temperatura ambiente di tutta la sezione in trattamento.

6.0.4 Valutazione della possibilità di eseguire il trattamento termico dell'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) all'interno del medesimo lotto dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®]

In base a quanto riportato in letteratura [1], [3] e alle indicazioni fornite dal produttore degli acciai BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] (AISI D2) [6], [19], sembrerebbe esistere la possibilità a livello teorico di poter eseguire il medesimo trattamento termico su un lotto contenente entrambi gli acciai. Tale apparente possibilità deriva principalmente da due aspetti:

- 1. La temperatura e il tempo di permanenza di austenitizzazione risultano essere analoghi per entrambe le tipologie di acciai; per l'acciaio BÖHLER K110[®] è di 1020-1040°C mentre per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] è di 1030-1080°C. Per l'acciaio BÖHLER K110[®] inoltre la temperatura critica $A_{\rm cm}$ (844°C) risulta essere inferiore rispetto a quanto rilevato per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] (868°C).
- La temperatura alla quale si posiziona il picco di durezza secondario sulla curva di rinvenimento è analoga per entrambe le tipologie di acciaio (si confronti il grafico di figura 3.4 con quello di figura 3.8). In funzione della temperatura di austenitizzazione impiegata tale picco si

In funzione della temperatura di austenitizzazione impiegata tale picco si posizione a 510°C e 530°C se il materiale è austenitizzato rispettivamente a 1030°C o a 1080°C.

Nel caso dell'acciaio AISI D2 il fenomeno dell'indurimento secondario si verifica unicamente qualora l'austenitizzazione abbia luogo ad una temperatura di almeno 1070°C [1]. É necessario inoltre considerare che il picco della curva di rinvenimento, oltre che essere influenzato dalla temperatura di austenitizzazione, è fortemente influenzato anche dalla composizione chimica del materiale di partenza.

I riscontri sperimentali riguardanti le proprietà di resilienza e di durezza ottenute per l'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) sul quale sono stati eseguiti i medesimi trattamenti termici dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], hanno confermato la possibilità di raggiungere i valori riportati in letteratura [1], [3].

Dai risultati sperimentali ottenuti appare evidente che il ciclo, se ottimizzato per il materiale BÖHLER K490 Microclean[®] non conduce ad ottenere le massime prestazioni possibili per il BÖHLER K110[®] (AISI D2). Infatti, se si desiderano le massime prestazioni in termini di durezza/tenacità, avendo come target il valore di durezza di 61 HRC, l'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) non può essere trattato in un medesimo lotto contenente dell'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], dato che questo valore di durezza target non è mai stato raggiunto. Tale valore di durezza risulterebbe ottenibile unicamente con temperatura di austenitizzazione compresa tra 1070-1080°C seguito da distensione a 200°C, come indicato nella pubblicazione della ricerca [29], [42].

Per l'acciaio AISI D2, nel caso la temperatura di austenitizzazione fosse di 1030°C, sarebbe necessario presumibilmente attuare una successiva distensione a 200°C per poter raggiungere i 61 HRC. Le temperature di rinvenimento adottate invece per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] per ottenere i 61 HRC (540°C) risulte-rebbero in tale caso troppo elevate, con conseguente decremento della durezza per il K110[®], oltre che incrementarne la fragilità (come documentato [29], [42]).

Il valore medio di durezza registrato per l'acciaio BÖHLER K110[®], nel caso di austenitizzazione condotta a 1030°C e doppio rinvenimento a 540°C, è infatti risultato essere di soli 57 HRC.

Nel caso in cui per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] si attuasse solo una distensione a 200°C probabilmente si raggiungerebbe e/o supererebbe il valore soglia di durezza (61 HRC), ma si otterrebbe una significativa decrescita della tenacità [44].

Essendo l'acciaio BÖHLER K110[®] caratterizzato da una temperatura critica A_{cm} di 844°C, la temperatura di austenitizzazione di 1070°C potrebbe risultare eccessiva, originando una rapida crescita del grano austenitico primario [1] (che già allo stato normalizzato è probabilmente rilevante, data la modalità di produzione dell'acciaio per colata in lingottiera) con conseguente decrescita della tenacità.

É fondamentale quindi definire le tempistiche di austenitizzazione, non solo in funzione del tempo di permanenza ad una data temperatura, ma anche in funzione di quanto tempo il materiale sottoposto al trattamento permane al di sopra della temperatura critica A_{cm} prima della fase di tempra.

Alla luce di quanto sopra e dei risultati sperimentali il trattamento su lotti "misti", pur permettendo di raggiungere delle caratteristiche probabilmente accettabili o prossime alla accettabilità, non permette di ottimizzare le possibilità di entrambi i materiali risultando essere un compromesso.

Si tratta quindi di una pratica che sarebbe da evitare su componenti per i quali sono richieste le massime prestazioni.

La tabella 6.1 che segue riassume alcuni dei risultati ottenuti sulle durezze (si ricorda che il valore desiderato di 61 HRC corrisponde a circa 720 HV);si vede chiaramente che effettuare lo stesso ciclo di trattamento sui due diversi materiali conduce a risultati che non sono mai contemporaneamente ottimali per entrambi.

Durezza Vickers (Hv-50) valori esterni a tutta tempra :			
	1030°C x 30'	1050°C x 30'	1080°C x 30'
BÖHLER K490 Microclean [@]	® 803	817	800
BÖHLER K110 [®]	796	821	799
Durezza Vickers (Hv-50) valori esterni dopo due rinvenimenti a:			
	540°C x 2h 15'	$555^{\circ}\mathrm{C}$ x 2 h 15'	$560^{\circ}C \ge 2h \ 15'$
BÖHLER K490 Microclean [®]	726	723	751
BÖHLER K110 [®]	631	610	596

Tabella 6.1: Valori esterni di durezza Vickers (Hv-50) per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] rilevati nelle varie fasi di trattamento termico di singola austenitizzazione condotte impiegando il forno a vuoto TAV.

6.0.5 Vantaggi dell'impiego dell'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®], in sostituzione all'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2), nella realizzazione di utensili per la rullatura industriale di viti in superleghe

I vantaggi dell'impiego dell'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®], in sostituzione all'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2), nella realizzazione di utensili per la rullatura industriale di viti in superleghe, possono essere riassunti nei seguenti punti:

- La metodologia di produzione da metallurgia delle polveri esclude a priori la presenza di macro aggregati di carburi primari, legati alla solidificazione originale del materiale in lingottiera e mai completamente ridotti dai successivi processi di lavorazione per deformazione plastica. Aggregati che fungono da veri e propri punti di discontinuità nella matrice del materiale e diventano pericolosi punti di innesco e/o propagazione delle fratture come evidenziato nell'indagine sulla rottura di un creatore, vedi sotto-paragrafo 4.2.
- La ridotta dimensione dei carburi, associata ad una più uniforme distribuzione, contribuisce probabilmente ad un miglioramento delle proprietà tribologiche del materiale oltre che ad una migliore lucidabilità delle superfici.
- La caratteristica microstruttura dell'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®], peculiare degli acciai prodotti attraverso la metallurgia delle polveri, permette di raggiungere, a parità di durezza, delle prestazioni superiori in termini di tenacità del materiale. Quindi, qualora la tenacità potesse essere messa in secondo luogo, sarebbe possibile produrre utensili con durezza più elevata variando i parametri di trattamento.
- A tutta tempra i valori di austenite residua rilevati per l'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] risultano sempre essere, a parità di trattamento termico eseguito, inferiori a quelli dell'acciaio BÖHLER K110[®].

Sebbene per entrambe le tipologie di acciaio, a seguito del secondo rinvenimento, il tenore di austenite residua rilevato sia risultato sempre essere minore del < 5%, avere un contenuto di austenite residua inferiore a seguito della fase di tempra può risultare vantaggioso, in quanto consente una maggiore stabilità geometrica.

Nel caso del trattamento termico di componenti di dimensioni analoghe a quelle degli utensili per la rullatura delle viti è ipotizzabile che possa permanere, anche a seguito del rinvenimento e per effetto delle dimensioni, una disomogeneità in termini di tenore di austenite residua tra l'esterno e l'interno.

Un minor valore iniziale determina comunque anche un decremento di tale eventuale differenza, riducendo inoltre la probabilità che, a seguito del raggiungimento di uno stato di sollecitazione elevato a cuore del componente, l'austenite residua presente trasformandosi in martensite, possa portare alla rottura del componente.

6.0.6 Spunti per possibili ulteriori studi

Di seguito sono elencati una serie di considerazioni circa possibili studi che potrebbero essere eseguiti per approfondire alcune delle tematiche trattate nel corso di questa ricerca:

- Sarebbe utile eseguire sull'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®] un trattamento termico che preveda una singola austenitizzazione a 1020°C e successivo doppio rinvenimento a 510°C, adottando i medesimi parametri, in termini di rampe di riscaldo e tempi di permanenza, del trattamento termico che prevede la doppia austenitizzazione, la prima a 1080°C e poi a 1020°C, a cui fa seguito il rinvenimento a 510°C (trattamento termico numero 14 di tabella 3.7). In tale modo si potrebbe approfondire la reale efficacia dell'esecuzione della doppia austenitizzazione.
- Sarebbe interessante eseguire una campagna di prove dilatometriche, attuate nel corso del rinvenimento, al fine di valutare dove si collocano le temperature M_s e M_f in funzione delle differenti temperature di austenitizzazione impiegate.
- Si potrebbero eseguire delle prove di resilienza impiegando dei provini normati SEP 1314 [27] ed ASTM A37021 [31] ricavati in direzione longitudinale rispetto all'asse della billetta. In tale modo si otterrebbero delle indicazioni circa i massimi valori di resilienza ottenibili.

Inoltre si potrebbero ricavare dei provini per le prove di resilienza dalla sezione di utensile per la rullatura in acciaio AISI D2 sul quale si sono effettuate le analisi del danno descritte nel sotto-paragrafo 4.2, al fine di ottenere un dato di riferimento per quanto riguarda la resilienza dell'acciaio posto in esercizio.

• All'interno del presente lavoro di tesi le considerazioni circa le migliori proprietà dell'acciaio BÖHLER k490 Microclean[®] rispetto all'AISI D2 sono state fatte basandosi sui valori rilevanti di durezza, resilienza e sull'analisi delle microstrutture ottenute, senza però quantificare quanto l'incremento di queste proprietà determini un aumento della vita in esercizio e delle prestazioni dell'utensile per la rullatura delle viti.

Si potrebbero quindi realizzare dei test di usura per la specifica tipologia di applicazione, al fine di valutare se si riscontrano dei rilevanti incrementi della vita in esercizio del componente. Tali test potrebbero anche essere condotti su provini sottoposti a diverse tipologie di trattamenti termici che prevedano l'applicazione di un trattamento criogenico, al fine di valutare se vi sia o meno un consistente vantaggio nell'esecuzione di questo trattamento aggiuntivo.

• Un ulteriore studio potrebbe essere quello di valutare l'incremento della resistenza all'usura dell'acciaio BÖHLER K110[®] (AISI D2) a seguito della deposizione sull'utensile di specifici rivestimenti mediante tecniche PVD (Physical Vapor Deposition). Si potrebbe in tale modo avere una valutazione economica dei costi-benefici relativi all'applicazione di un acciaio di base più economico rispetto all'acciaio BÖHLER K490 Microclean[®], al quale è stato dato un valore aggiunto mediante l'applicazione di un rivestimento antiusura.

Appendice A Appendice

A.0.1 Resilienza provini SEP 1314 di BÖHLER K110[®] e BÖHLER K490 Microclean[®] dopo il secondo e terzo rinvenimento

In figura A.1 sono riportati i grafici relativi alle prove di resilienza condotte sui provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] che sono stati sottoposti al trattamento di singola austenitizzazione a 1030°C e a quattro rinvenimenti a 540°C.



Figura A.1: Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i tre provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] temprati da 1030°C×30' e rinvenuti quattro volte a 540°C×2h 15'.

In figura A.2 sono riportati i grafici relativi alle prove di resilienza condotte sui provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] che sono stati sottoposti al trattamento di doppia austenitizzazione e due rinvenimenti a 520°C.



Figura A.2: Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] temprati da 1080°C×30' e rinvenuti a 530°C×2h 15' ritemprati da 1020°C×15' e rinvenuti due volte a $520^{\circ}C\times2h$ 15'.

In figura A.3 sono riportati i grafici relativi alle prove di resilienza condotte sui provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] e BÖHLER K110[®] che sono stati sottoposti al trattamento di singola austenitizzazione-criogenico e quattro rinvenimenti a 580°C.



Figura A.3: Registrazione della forza nel corso dell'impatto per i provini di acciaio BÖHLER K490 Microclean[®] temprati da $1100^{\circ}C \times 30^{\circ}$, sottoposti a un trattamento criogenico a -196°C per 16h prima di eseguire il successivo triplo rinvenimento a $580^{\circ}C \times 2h$ 55'.

Durezza Rockwell C (150 kgf)	Durezza Vickers
68	940
67	900
66	865
65	832
64	800
63	772
62	746
61	720
60	697
59	674
58	653
57	633
56	613
54	577
53	560
52	544
51	528
50	513
49	498
48	484
47	471
46	458
45	446
44	434
43	423
42	412
41	402
40	392

A.0.2 Tabella conversione valori di durezza Rockwell C Vickers in base alla normativa ASTM A370

Tabella A.1: Conversione valori di durezza Rockwell C - Vickers in base alla normativa ASTM A370 [31].

Bibliografia

- G. A. Roberts, George Krauss e Richard L. Kennedy. *Tool steels, fifth edition.* 5th ed. Book Title: Tool steels, fifth edition. Materials Park, Ohio: ASM International, 1998. ISBN: 978-0-87170-599-0 (cit. alle pp. 1, 4, 6, 7, 12–14, 25, 26, 29, 31, 34, 85, 88, 97, 124, 125).
- BS EN ISO 4957:2018. URL: http://store.uni.com/catalogo/uni-eniso-4957-2018 (visitato il 18/01/2022) (cit. alle pp. 2, 4, 5, 73, 77).
- [3] Rafael A Mesquita. Tool steels: Properties and performance. CRC press, 2016 (cit. alle pp. 2, 5–11, 13, 15–17, 24, 25, 29, 32, 34–36, 44, 50, 51, 97, 124).
- [4] A01 Committee. Specification for Tool Steels Alloy. ASTM International. DOI: 10.1520/A0681-08R15. URL: http://www.astm.org/cgi-bin/ resolver.cgi?A681-08R15 (visitato il 10/01/2022) (cit. a p. 3).
- [5] Arbab Rehan. «Microstructure and mechanical properties of a 5 wt.% Cr cold work tool steel: Influence of heat treatment procedure.» Tesi di dott. University West, 2017 (cit. alle pp. 3, 26, 30, 31, 36, 38).
- [6] Brochure Böhler K110 (AISI D2). URL: https://www.bohler-edelstahl. com/app/uploads/sites/92/productdownloads/K110DE.pdf (visitato il 17/01/2022) (cit. alle pp. 4, 29, 33, 37-41, 43, 44, 53, 124).
- Brochure Böhler Plastic Mould Steels. URL: https://www.bohler-edels tahl.com/app/uploads/sites/92/2018/08/BW010En_Plastic-Mould-Steels.pdf (visitato il 17/01/2022) (cit. alle pp. 5, 9, 14, 38).
- [8] YTAN AKA. «Production of creep-resistant steels for turbines». In: Creepresistant steels (2008), p. 174 (cit. alle pp. 12, 13).
- [9] Shigeta Hara, Hidehiro Hashimoto e Kazumi Ogino. «Electrical conductivity of molten slags for electro-slag remelting». In: *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan* 23.12 (1983), pp. 1053–1058 (cit. a p. 13).
- [10] M Rosso, D Ugues e M Actis Grande. «The challenge of PM tool steels for the innovation». In: Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 18.1-2 (2006), p. 175 (cit. alle pp. 15–17).
- [11] C Tornberg e A Fölzer. «New Optimised manufacturing route for Pm Tool steel and High Speed Steels». In: 6th International Tooling Conference (2002), pp. 305–316 (cit. alle pp. 17–19, 21–23).
- [12] Ingrid Schemmel, Stefan Marsoner e Heinz Makovec. «Powder Metallurgical Tool Steel Solutions for Powder Pressing and Other High-performance Cold Work Applications». In: *Proceedings of the Korean Powder Metallurgy Institute Conference*. Korean Powder Metallurgy Institute. 2006, pp. 841–843 (cit. a p. 20).
- [13] Brochure EPMA introduction to hot isostatic pressing. URL: https://www. epma.com/epma-free-publications/product/introduction-to-hotisostatic-pressing-brochure (visitato il 18/01/2022) (cit. a p. 21).
- [14] Brochure Böhler K490 Microclean. URL: https://www.bohler-edelstahl. com/app/uploads/sites/92/2020/12/productdb/api/k490en.pdf (visitato il 17/01/2022) (cit. a p. 21).
- [15] Recent trends in Hot Isostatic Pressing (HIP) technology: Part 1 Equipment. Powder Metallurgy Review. 6 Giu. 2012. URL: https://www.pm-review. com/articles/recent-trends-in-hot-isostatic-pressing-hiptechnology-part-1-equipment/ (visitato il 17/01/2022) (cit. a p. 22).
- [16] L. Dainelli. Nozioni fondamentali sul trattamento termico degli acciai. La Nuova Italia, 1980 (cit. alle pp. 24, 26, 31, 35).
- [17] A Casaroli M Boniardi. Metallurgia degli acciai Parte prima. ita. Esine (Brescia): Gruppo Lucefin, 2017 (cit. alle pp. 25–30, 32–36).
- [18] Debdulal Das, Rajdeep Sarkar, Apurba Kishore Dutta e Kalyan Kumar Ray.
 «Influence of sub-zero treatments on fracture toughness of AISI D2 steel».
 In: *Materials Science and Engineering: A* 528.2 (2010), pp. 589–603 (cit. alle pp. 31, 42).
- [19] Brochure Böhler K490 Microclean. URL: http://www.unisonmetals.com. tw/bohler/pdf/K490DE.pdf (visitato il 17/01/2022) (cit. alle pp. 33, 37, 45-53, 86, 103, 124).
- [20] GR Speich e WC Leslie. «Tempering of steel». In: Metallurgical Transactions 3.5 (1972), pp. 1043–1054 (cit. a p. 36).
- J Akré, F Danoix, Harald Leitner e P Auger. «The morphology of secondaryhardening carbides in a martensitic steel at the peak hardness by 3DFIM».
 In: Ultramicroscopy 109.5 (2009), pp. 518–523 (cit. a p. 36).
- [22] K Stiller, LE Svensson, PR Howell, Wang Rong, HO Andren e GL Dunlop. «High resolution microanalytical study of precipitation in a powder metallurgical high speed steel». In: Acta Metallurgica 32.9 (1984), pp. 1457–1467 (cit. a p. 36).
- Brochure Böhler High Performance Steels for Punching and Blanking. URL: https://www.bohler-edelstahl.com/app/uploads/sites/92/2018/08/ BW051En_High-Performance-Steels-for-Punching-and-Blanking.pdf (visitato il 17/01/2022) (cit. a p. 38).
- [24] Ante Matić. «Utjecaj prethodne toplinske obrade alatnog čelika K490MC na svojstva PACVD prevlake TiN/TiCN». Tesi di dott. University of Zagreb. Faculty of Mechanical Engineering e Naval Architecture, 2016 (cit. a p. 50).
- [25] Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus. URL: https://compass.astm.org/document/?contentC ode=ASTM%7CG0065-16R21%7Cen-US (cit. a p. 51).
- [26] D Bhattacharyya, A Hajra, A Basu e S Jana. «The effect of grain size on the wear characteristics of high speed steel tools». In: Wear 42.1 (1977), pp. 63–69 (cit. a p. 51).
- [27] Stahl-Eisen-Pr
 üfblatt (SEP 1314). URL: https://shop.stahldaten.d e/produkt/sep-1314-04-90-schlagbiegeprobe-beschreibung-undprobenvorbereitung (cit. alle pp. 52, 58, 59, 98, 103, 127).

- [28] Fei Yan, Haisheng Shi, Bingzhong Jin, Junfei Fan e Zhou Xu. «Microstructure evolution during hot rolling and heat treatment of the spray formed Vanadis 4 cold work steel». eng. In: *Materials characterization* 59.8 (2008), pp. 1007– 1014. ISSN: 1044-5803 (cit. alle pp. 52, 103).
- [29] Adriano Mendanha, Hélio Goldenstein e Carlos Eduardo Pinedo. «Tenacidade do aço ferramenta para trabalho a frio AISI D2–parte I: Influência da microestrutura de partida». In: 1º Encontro de Integrantes da Cadeia Produtiva de Ferramentas, Moldes e Matrizes (2003), pp. 29–30 (cit. alle pp. 54, 59, 103, 124).
- [30] Revealing Prior-Austenite Grain Boundaries in Heat Treated Steels. URL: https://www.georgevandervoort.com/revealing-prior-austenitegrain-boundaries-in-heat-treated-steels-article/ (visitato il 17/01/2022) (cit. a p. 55).
- [31] ASTM A370-21. URL: https://compass.astm.org/document/?content Code=ASTM%7CA0370-21%7Cen-US (cit. alle pp. 55, 58, 127, 130).
- [32] μ-X360s Portable X-ray Residual Stress Analyzer. URL: https://www. pulstec.co.jp/en/product/x-ray/ (visitato il 17/01/2022) (cit. a p. 56).
- [33] G.F. Vander Voort. Metallography: Principles and Practice. OH: ASM International, Materials Park, 1999 (cit. a p. 56).
- [34] ASTM E975-13. URL: https://compass.astm.org/document/?contentC ode=ASTM%7CE0975-13%7Cen-US (cit. a p. 56).
- [35] R Schneider, A Schulz, C Bertrand, Alfred Kulmburg, A Oldewurtel, V Uhlenwinkel e D Viale. «The performance of spray-formed tool steels in comparison to conventional route material». In: *The Use of Tool Steels: Experience and Research* 2 (2002), pp. 943–959 (cit. alle pp. 59, 103).
- [36] Forni a vuoto della TAVENGINEERING. URL: https://www.tav-enginee ring.com/it (visitato il 17/01/2022) (cit. a p. 60).
- [37] JL Song, ZQ Liu e YT Li. Cold rolling precision forming of shaft parts. Springer, 2017 (cit. a p. 66).
- [38] Utensili per gli ingranaggi e per altri componenti meccanici. URL: http: //www.biancogianfranco.com/ (visitato il 10/04/2022) (cit. a p. 66).
- [39] Da-Wei Zhang, Bing-Kun Liu e Sheng-Dun Zhao. «Influence of Processing Parameters on the Thread and Spline Synchronous Rolling Process: An Experimental Study». In: *Materials* 12.10 (2019), p. 1716 (cit. a p. 66).
- [40] P.D Deeley K.J.A.Kundig H.R.Spendelow.J.R. *Ferroalloys alloying additives Handook.* Shieldalloy Corporation, 1981. ISBN: 0-9606196-0-7 (cit. a p. 83).
- [41] Sa Salunkhe, Db Fabijanic, Jc Nayak e Pb Hodgson. «Effect of single and double austenitization treatments on the microstructure and hardness of AISI D2 tool steel». In: *Materials Today: Proceedings* 2.4-5 (2015), pp. 1901– 1906 (cit. alle pp. 85, 88).
- [42] Adriano Mendanha, H Goldenstein e CE Pinedo. «Tenacidade do aço ferramenta para trabalho a frio AISI D2-parte II: Influência do ciclo de tratamento térmico». In: 1º Encontro de Integrantes da Cadeia Produtiva de Ferramentas, Moldes e Matrizes (2003), pp. 29–30 (cit. alle pp. 103, 124).
- [43] Anil Kumar Sinha. Physical metallurgy handbook. McGraw-Hill, 2003 (cit. a p. 118).

[44] Ivan Hren. «Utjecaj načina gašenja dubokog hlađenja na popuštanje čelika K490 Microclean». Tesi di dott. University of Zagreb. Faculty of Mechanical Engineering e Naval Architecture, 2014 (cit. a p. 125).