

POLITECNICO DI TORINO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria
Meccanica

Tesi di Laurea Magistrale

**Trattamenti termici degli
acciai: collaudo di un
impianto e qualifica di un
processo**



Relatori:

prof.ssa Monica Ferraris
prof. Antonio Gugliotta

Candidato:

Simone SCUTTI
matricola: 228134

ANNO ACCADEMICO 2017-2018

Sommario

La tesi è stata svolta in un'azienda aerospaziale di Torino che si occupa della progettazione e della produzione di componenti per aerei ed elicotteri sia ad uso civile che militare. Il lavoro è stato effettuato nella divisione manufacturing, nel reparto dei trattamenti termici. Nello specifico la tesi si occupa della qualifica di un impianto e della qualifica di un processo.

L'impianto da qualificare è un forno sottovuoto con spegnimento in olio, che effettua i seguenti processi: l'austenitizzazione e tempra in olio o in gas, solubilizzazione e tempra in olio e in gas, ricottura, rinvenimento, stabilizzazione, invecchiamento e normalizzazione. L'impianto deve rispettare alcune caratteristiche tecniche: spazio utile di lavoro, campo di temperature, strumentazione di tipo B, caratteristiche del vuoto, caratteristiche del gas e dell'olio per lo spegnimento e caratteristiche del ciclo. Tali caratteristiche tecniche sono necessarie per la scelta e l'acquisto dell'impianto. Dopodiché sono necessarie le prove di collaudo: prove di uniformità delle temperature e del vuoto, collaudo strumentazione, prove di prestazione. Naturalmente tali prove devono dare tutte esito positivo.

Il processo da qualificare, eseguito presso un fornitore esterno, è la nitrurazione gassosa di corone mobili per la movimentazione delle pale di un elicottero in materiale Nitralloy N. Per la validazione del processo deve essere eseguita una serie di attività: la qualifica del forno effettuando TUS, SAT e calibrazione strumenti secondo AMS 2750E; un processo di nitrurazione secondo la scheda di trattamento concordata

con MT con invio delle registrazioni dei parametri di infornata; un controllo dimensionale prima e dopo il processo di nitrurazione; controllo profondità di nitrurazione, controllo durezza a cuore, controllo durezza superficiale, controllo coltre bianca e controllo attacco NITAL. Tutte le prove devono essere effettuate sia da MT che dal fornitore esterno in modo da poter confrontare i risultati ottenuti e se positivi poter approvare il processo.

Ringraziamenti

Inizio con il ringraziare tutte le persone che ho incontrato in questi anni universitari, che nel bene o nel male mi hanno lasciato qualcosa. Ringrazio i miei amici delle superiori: Filandro, Potty, Matteo, Capo, Paolini e Presenza (storico compagno di banco); per le discussioni di incredibile livello morale e culturale che intratteniamo sul gruppo Fantad.

Ringrazio i miei amici di Altino con cui sono cresciuto: Alessandro, Fabio, Pinga e Stefano.

Ringrazio tutto il gruppo della Micro: Savino (La Scienza), Alessio (il mio Tutor), Mauro (Alpino), Lorenzo (Scassanelli), Mattia (Ragazzino), Lara (Ragazzina), Sergio (La Radio), Bengio (il capo) e Dino (il tutor del mio tutor); per avermi accolto e fattomi sentire a casa.

Ringrazio il mio gruppo vacanze economiche: Federica, Francesco, Giulia, Lucrezia, Marina e Valentino; per le bellissime vacanze che ho fatto e per quelle che farò.

Ringrazio Federica e Francesca perché da quando le conosco la mia vita è migliorata.

Ringrazio Silvia per aver tradotto la mia tesi dal dialetto all'italiano e per avermi aiutato nei momenti difficili in questo anno fantastico.

Ringrazio quelli che sono o sono stati i miei coinquilini: Alessandro, Domenico, Elena, Fabio, Giulia, Simone e Vito; le persone con cui ho passato i momenti migliori.

Ringrazio tutti i miei nonni, per avermi trasmesso il senso del lavoro e del sacrificio.

Dedico questo traguardo alla mia famiglia che mi ha aiutato e protetto

nonostante in questi anni ci siano stati dei momenti bui, sbilanciandomi dico: "superati". Colgo l'occasione per dire a mio papà di lavorare meno e godersi di più la vita, a mia mamma di essere un po' meno ipocondriaca (anche se lo siamo di famiglia) e stare più tranquilla e a Lorenzo di VIVERE FORTE!

Indice

Sommario	II
Ringraziamenti	IV
1 Introduzione generale	1
2 Qualifica dell'impianto	4
2.1 Informazioni generali	4
2.2 Descrizione dell'impianto	6
2.3 Attività effettuate	8
2.4 Prova SAT	8
2.5 Prova TUS	10
2.6 Prova di vuoto	15
2.7 Controllo dew-point	18
2.8 Calcolo tempo di riscaldamento	18
2.9 Prove di contaminazione superficiale	21
2.10 Prove di prestazione	27
2.11 Conclusioni	31
3 Qualifica di un processo	34
3.1 Informazioni generali	34
3.2 Attività effettuate	42
3.3 Qualifica del forno	42
3.4 Processo di nitrurazione	47
3.5 Confronto dei risultati	49

3.5.1	Controllo durezza a cuore	49
3.5.2	Controllo profondità efficace di nitrurazione	52
3.5.3	Controllo durezza superficiale	55
3.5.4	Controllo coltre bianca	57
3.5.5	Controllo attacco Nital	59
3.5.6	Controllo dimensionale della corona	64
3.6	Conclusioni	64

Bibliografia		66
---------------------	--	-----------

Elenco delle tabelle

2.1	Risultati TUS iniziale	14
2.2	Risultati TUS di qualifica	15
2.3	Massimo leak rate ammesso	17
2.4	Ritardi di riscaldamento	20
2.5	Controllo durezza	29
2.6	Tabella ritardi di riscaldamento	30
2.7	Risultati TUS di qualifica	31
2.8	Tempi minimi di trattamento per tempra	33
3.1	Composizione chimica Nitralloy N	34
3.2	Temperature TC	46
3.3	Durezze a cuore	51
3.4	Profondità di nitrurazione	55
3.5	Durezza superficiale	56

Elenco delle figure

1.1	Elenco trattamenti termici [Manuale di trattamenti e finiture, pag. 8-43]	3
2.1	Forno sotto vuoto con spegnimento in olio e in gas	6
2.2	Strumentazione dell'impianto	9
2.3	Posizionamento TC	10
2.4	Pressione iniziale	16
2.5	Pressione finale	17
2.6	Provino a gradini	19
2.7	Carburazione 16NCD13	22
2.8	Ossidazione intergranulare AISI 4340	23
2.9	Decarburazione AISI 4340	24
2.10	Decarburazione Greek Ascoloy	25
2.11	Contaminazione Inconel	26
2.12	Parametri ciclo di tempra provino	28
2.13	Parametri ciclo di rinvenimento provino	28
2.14	Ciclo di tempra	32
3.1	Diagramma di stato Fe-N [Manuale di trattamenti e finiture pag. 8-89]	36
3.2	Forno di nitrurazione gassosa	43
3.3	Posizionamento TC per TUS	44
3.4	Grafico TUS di nitrurazione	45
3.5	Corona in Nitralloy N	47
3.6	Ciclo di nitrurazione	48
3.7	Rilevazione durezza a cuore su diametro non nitrurato	49
3.8	Testa dente non nitrurata	50

3.9	Cucitura di durezza Vickers [Granit Engineering] . . .	52
3.10	Grafico profondità di nitrurazione sul diametro esterno	53
3.11	Grafico profondità di nitrurazione sulla dentatura . . .	54
3.12	Valutazione coltre bianca attacco Nital 3% 500X . . .	59
3.13	Attacco Nital dentatura e diametro esterno	62
3.14	Controllo struttura nella zona della dentatura	63
3.15	Microstruttura dentatura	65

Capitolo 1

Introduzione generale

La tesi è stata svolta in un'azienda aerospaziale di Torino, la quale si occupa di progettare e realizzare componenti di aerei civili e militari, il lavoro è stato svolto nel reparto manufacturing nello specifico nel laboratorio trattamenti speciali. La tesi ha riguarda la qualifica di un impianto e la qualifica di un processo, entrambi nel campo dei trattamenti termici.

Il trattamento termico è un processo durante il quale un componente o una parte di esso viene di proposito sottoposto ad un ciclo termico definito dai parametri temperatura e tempo. In certi casi il pezzo può essere esposto successivamente ad altre influenze fisiche e/o chimiche. Il trattamento termico ha lo scopo di conferire a un pezzo le caratteristiche necessarie alla sua successiva lavorazione o al suo impiego. Tale processo può provocare trasformazioni dei costituenti strutturali senza cambiare la composizione chimica media dell'acciaio. I costituenti strutturali alla fine del ciclo termico possono essere in equilibrio (per esempio ferrite + carburi, dopo una ricottura) oppure no (per esempio martensite, dopo una tempra). Esso può anche causare una variazione delle dimensioni, della forma e della distribuzione dei costituenti strutturali, senza modificarne il tipo (per esempio la ricottura). Si può inoltre cambiare nella zona superficiale il tenore di certi elementi e quindi anche il tipo o la quantità percentuale dei costituenti strutturali (per esempio con la carburazione). Si possono anche variare

l'intensità e la distribuzione delle tensioni interne (per esempio con la ricottura di distensione).

Nel perfezionamento della tecnologia di trattamento si deve tener conto non solo delle caratteristiche dell'acciaio, ma anche delle dimensioni e della forma dei pezzi, della durata dei vari periodi del ciclo termico e del tipo di riscaldamento e raffreddamento, poiché tali fattori hanno un'influenza determinate sul risultato finale. Ogni trattamento termico si compone delle seguenti singole fasi:

- riscaldamento: aumento della temperatura di un pezzo;
- preriscaldamento: riscaldamento con successivo mantenimento a una o più temperature intermedie (preriscaldamento a uno o più stadi), inferiori alla temperatura di trattamento massimo previsto; mediante il preriscaldamento diminuiscono le tensioni che possono causare deformazioni e si evitano così cricche da riscaldamento;
- riscaldamento superficiale: riscaldamento fino al raggiungimento della temperatura di trattamento voluta nella zona superficiale;
- riscaldamento a cuore: riscaldamento, dopo il raggiungimento della temperatura di trattamento voluta in superficie, fino al raggiungimento della stessa in tutta la sezione, ossia anche al cuore del pezzo;
- riscaldamento totale: riscaldamento superficiale + riscaldamento a cuore;
- permanenza: mantenimento della temperatura di trattamento su tutta la sezione del pezzo;
- raffreddamento: diminuzione della temperatura di un pezzo; il raffreddamento a elevata velocità rispetto a quello eseguito in aria calma si chiama spegnimento;
- tempo di esposizione: tempo che intercorre fra l'entrata di un pezzo nel forno fino alla sua uscita;

La durata del riscaldamento superficiale e quella del riscaldamento a cuore dipendono da diversi fattori (temperatura di trattamento termico, conducibilità termica dell'acciaio, dimensione del pezzo, numero dei pezzi nel forno, trasmissione del calore) [1, pag. 8-39]. Quindi risulta molto difficile stimare quando la temperatura del cuore del pezzo abbia raggiunto quella prescritta; per approssimare il tempo di riscaldamento si utilizza la prova a gradini che verrà spiegata successivamente. Vengono raggruppati nello schema 1.1 i tipi di trattamento termico.

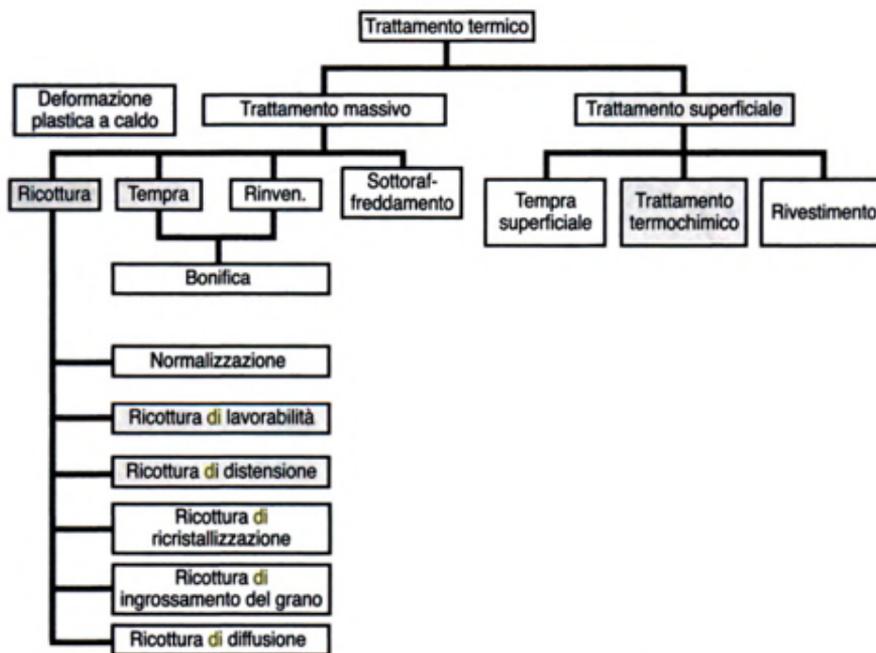


Figura 1.1. Elenco trattamenti termici [Manuale di trattamenti e finiture, pag. 8-43]

Capitolo 2

Qualifica dell'impianto

2.1 Informazioni generali

Per l'esecuzione dei trattamenti termici esistono diversi tipi di forno. La scelta va fatta considerando la forma dei pezzi, la loro dimensione e il loro numero, nonché delle temperature di trattamento dipendenti dal tipo di acciaio. Vanno inoltre considerati il tipo di mezzo di riscaldamento e di raffreddamento.

La classificazione dei forni avviene secondo differenti criteri. A seconda del tipo di trattamento termico si differenziano per esempio tra forni di preriscaldamento, forni di ricottura, forni di tempra ecc. Altre caratteristiche di variazione sono la forma del forno (per esempio forni a camera, a pozzo, a storta, a campana, a crogiuolo, tubolari), il mezzo di trattamento termico (per esempio a ciclone, ad atmosfera controllata, sottovuoto, a bagno di sale, a letto fluido), nonché il tipo di riscaldamento (per esempio a riscaldamento esterno o interno, a elettrodi, a resistenza, a induzione, a gas).

I forni a camera appartengono al tipo più vecchio di forni e ancora oggi vengono spesso impiegati per la possibilità di regolazione in continuo del riscaldamento, per la loro compatibilità ecologica e per l'universalità di impiego relativamente al tipo di processo termico e alle dimensioni dei pezzi. Tuttavia con un'atmosfera del forno non controllata si

verificano delle reazioni fra le superfici del pezzo e l'aria atmosferica (formazione di scaglie di ossido, carburazione, decarburazione), perciò i pezzi vengono opportunamente protetti mediante imballaggio (per esempio carta, granulare di coke esausto) o vernici protettive. L'alterazione delle superfici del componente, con ripercussioni negative sulle sue caratteristiche, può essere evitata mediante un trattamento termico in forni ad atmosfera protettiva. Quali atmosfere protettive, si usano per esempio azoto, gas dissociati, gas protettivi prodotti per combustione endotermica o esotermica di idrocarburi, gas nobili. I gas protettivi con tenore di carbonio controllato consentono una regolazione del tenore di carbonio nell'acciaio da trattare.

Per quanto concerne i forni a bagno di sale, i vantaggi sono nell'ottimale trasmissione del calore e nella possibilità di eseguire trattamenti termici parziali e trattamenti superficiali. Gli svantaggi principali sono costituiti dalle maggiori spese per lo smaltimento dei sali tossici e dalla necessità di pulire a fondo i pezzi trattati dai residui di sale.

Un processo che ha avuto un crescente impiego, in virtù della sua compatibilità ecologica, nonché dei suoi vantaggi qualitativi ed economici, è il trattamento in impianti sottovuoto (per esempio per preriscaldare, austenitizzare, rinvenire, ricuocere, sintetizzare) con pressioni, a seconda delle esigenze, fra 1 e 10^{-6} mbar. In tali forni si riesce a ridurre la percentuale dei gas reattivi in modo che i pezzi mantengano integra la loro superficie metallica. La pressione all'interno dell'impianto deve essere regolata a seconda della temperatura, in funzione della pressione di sublimazione degli elementi di lega per evitare che vengano persi sotto forma di vapore. Per sfruttare i vantaggi del trattamento sotto vuoto anche per la tempra di acciai a elevata velocità critica superiore di raffreddamento, sono stati messi a punto impianti di trattamento sotto vuoto con sistemi di raffreddamento a circolazione di gas (inerte o azoto a elevate pressioni e velocità), mediante scambiatori termici. [1, pag.8-77]

2.2 Descrizione dell'impianto

L'impianto scelto è un forno sotto vuoto con spegnimento in olio e in gas inerte, è stato acquistato per effettuare determinati processi: austenitizzazione e tempra in olio o in gas, solubilizzazione e tempra in olio o in gas, ricottura, rinvenimento, stabilizzazione, invecchiamento e normalizzazione. Il forno verrà qualificato per trattare determinati materiali: acciai inossidabili austenitici, acciai inossidabili martensitici, acciai inossidabili PH e leghe Nichel/Cobalto.



Figura 2.1. Forno sotto vuoto con spegnimento in olio e in gas

L'impianto è quello mostrato in figura 2.1, è composto da due camere:

- camera calda rivestita di materiale refrattario e grafite in modo da renderla isolante, in questa sono presenti le resistenze in

acciaio che permettono il riscaldamento della camera e quindi il raggiungimento delle temperature richieste per far avvenire il trattamento;

- camera fredda utilizzata per il caricamento dei pezzi da trattare, sotto la quale è presente la vasca dell'olio per la tempra, le due camere sono collegate da un carrello scorrevole.

La camera calda definisce lo spazio utile di lavoro, le dimensioni di essa sono: larghezza 900 mm, profondità 800 mm e altezza 800 mm, per un totale di circa $0,6 m^3$ di volume.

I trattamenti che sono stati elencati si svolgono a temperature diverse, per esempio il rinvenimento di un acciaio con una durezza a cuore non troppo elevata (28-32 HRC) viene fatto a circa 600°C mentre per un processo di austenitizzazione si arriva oltre i 1000°C , quindi il forno deve essere qualificato in campo di temperature ampio, in questo caso $500\div 1100^{\circ}\text{C}$. Per la buona riuscita del processo le temperature all'interno della camera calda devono essere più uniformi possibili, altrimenti si rischierebbe di alterare la struttura cristallina del materiale, per questo impianto è richiesta un'uniformità di $\pm 6^{\circ}\text{C}$, con un overshoot massimo 6°C . L'overshoot è un eccessivo riscaldamento della camera, solitamente avviene solo in alcuni punti di questa e viene rilevato durante la prova TUS.

La strumentazione deve essere di tipo B, nel capitolo della prova SAT verrà spiegata nel dettaglio.

Per evitare ossidazione e decarburazione delle superfici dei pezzi i trattamenti vengono fatti sottovuoto, tramite una pompa di vuoto si aspira l'aria dalla camera calda e il riscaldamento dei pezzi avviene quindi solo per irraggiamento e non più per irraggiamento/convezione, naturalmente senza convezione è molto più difficile ottenere l'uniformità soprattutto a temperature basse, comprese fra $480\div 650^{\circ}\text{C}$.

2.3 Attività effettuate

Elenco delle attività effettuate per la qualifica del forno sottovuoto con spegnimento in olio:

- Prova SAT
- Prova TUS e misurazione lag-time
- Dew point
- Prova di tenuta del vuoto
- Prova tempo di riscaldamento
- Prove di contaminazione superficiale
- Prove di prestazione

2.4 Prova SAT

Di fondamentale importanza è la strumentazione dell'impianto, per questo forno è richiesta la strumentazione in figura 2.2, La strumentazione è di tipo B, questa implica:

- ogni zona di controllo dell'impianto dovrà essere equipaggiata da almeno un sensore indipendente collegato con lo strumento di controllo che visualizza e controlla la temperatura;
- la temperatura indicata dal sensore di controllo, in ogni zona di controllo, dovrà registrata tramite strumento di registrazione;
- almeno due sensori di registrazione della carica dovranno essere posizionati in ogni zona di controllo;
- ogni zona di controllo dovrà disporre di una protezione indipendente per la sovratemperatura.

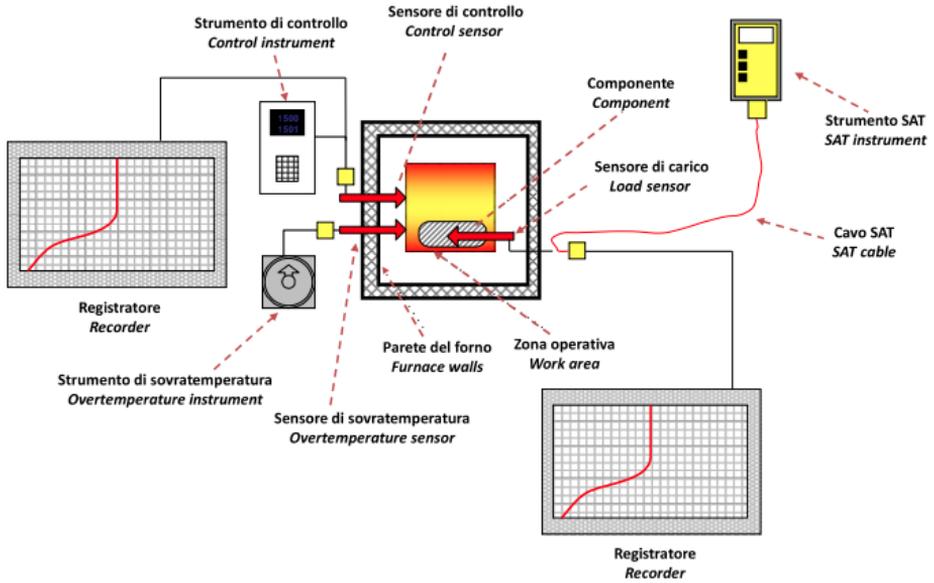


Figura 2.2. Strumentazione dell'impianto

La prova SAT (System Accuracy Test) è una verifica a confronto effettuata sulle letture o sui valori di uno strumento/ connettore/ sensore, per mezzo di letture o valori di uno strumento/ connettore/ sensore di test calibrato, per determinare se le differenze di temperatura misurate sono all'interno dei requisiti applicabili. Si effettua per assicurarsi dell'accuratezza del sistema di controllo e registrazione del forno in ogni zona di controllo, riferimento AMS 2750D.

Il SAT è un test semplice per verificare che le termocoppie e gli strumenti stanno dando un quadro accurato della temperatura, da informazioni sulla variazione nel tempo. Se il test ha esito positivo si ottiene un risultato nel range di accettabilità, tale range è dato dalla classe del forno, per l'impianto da qualificare è richiesta la classe 2, quindi $\pm 3^{\circ}\text{F}$ ($\pm 1,7^{\circ}\text{C}$). Il SAT è un test periodico che deve essere ripetuto ogni mese, in modo da verificare che la strumentazione del forno abbia sempre un funzionamento corretto e che i processi siano il più possibile ripetibili.

2.5 Prova TUS

La prova di verifica dell'uniformità di temperatura, è un test o una serie di test dove la strumentazione e sensori da campo calibrati sono utilizzati per misurare la variazione di temperatura all'interno della zona di lavoro qualificata prima e dopo la stabilizzazione termica.

La zona di lavoro qualificata è il volume della porzione di un forno dove la variazione di temperatura è conforme alla tolleranza di uniformità richiesta. Per effettuare la prova devono essere posizionati i sensori in punti fissi che variano con il variare del volume di controllo, nel caso del nostro forno che ha un volume compreso fra $0,085 m^3$ e $6,4 m^3$, si hanno nove termocoppie posizionate come in figura 2.3.

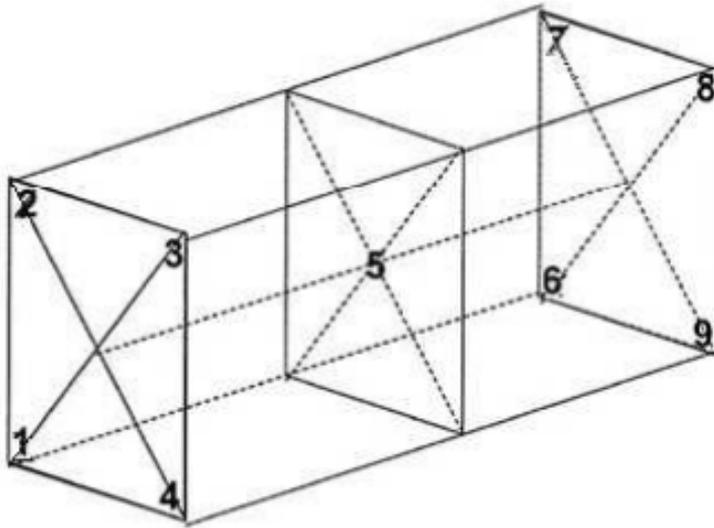


Figura 2.3. Posizionamento TC

Per MT la classe richiesta è variabile con il tipo di trattamento: per ricottura completa, ricottura di lavorabilità, normalizzazione, austenitizzazione, distensione e deidrogenazione è richiesta la classe 5 che comporta una tolleranza di $\pm 14^{\circ}\text{C}$, il trattamento più restrittivo

e quindi dominate sulla scelta della classe del forno è il rinvenimento che ha una tolleranza di $\pm 6^{\circ}\text{C}$ (classe 2).

Per un impianto di classe 2 è richiesta un'uniformità di $\pm 6^{\circ}\text{C}$, per le temperature di verifica che sono 500°C , 800°C e 1100°C , sono state scelte queste temperature perché secondo AMS 2750D ci deve essere un intervallo massimo di 335°C fra le varie temperature di qualifica.

Il report di accuratezza del sistema deve includere per ciascun sensore:

- identificazione del sensore da testare;
- identificazione del sensore di test;
- identificazione dello strumento di test;
- data e ora del test;
- set point del forno durante il test;
- valore rilevato sullo strumento del forno;
- valore rilevato sullo strumento di test;
- fattori di correzione del sensore e dello strumento di test;
- valore corretto dello strumento di test;
- differenza di accuratezza del sistema calcolata;
- identificazione del fallimento o superamento del test;
- identificazione dell'operatore che ha eseguito la prova;
- firma di approvazione.

Durante ogni test tutti i parametri devono riflettere il normale funzionamento dell'apparecchiatura in produzione, tranne che per i seguenti punti:

- Temperatura del forno all'inserimento dei sensori TUS, se le normali operazioni di produzione prevedono di caricare il materiale in un forno caldo è accettabile inserire i sensori TUS dentro il forno freddo o stabilizzato alla temperatura di verifica o a una più bassa. Se le normali operazioni di produzione prevedono invece di caricare il materiale in un forno freddo, è proibito preriscaldare il forno prima di eseguire io TUS.
- Condizione di carica: un TUS può essere eseguito durante una carica di produzione, con una carica simulata o con un forno vuoto. Il metodo di controllo del forno viene stabilito durante il TUS iniziale e i controlli successivi devono seguire lo stesso metodo.
- Heat sink : se il TUS è eseguito a vuoto o con una rastrelliera e se i sensori TUS sono inseriti dentro heat sink, lo spessore totale o il diametro dell'heat sink non deve superare il 13 mm e non deve superare lo spessore del componente più sottile trattato nel forno. Il materiale dell'heat sink deve essere quello con la conducibilità termica a temperatura ambiente più alta fra quelli principalmente trattati nel forno. Quando il TUS è eseguito con una carica e i sensori TUS sono collegati a parti o provini, la carica deve essere rappresentativa dello spessore trattato normalmente.
- Atmosfere protettive usate durante il TUS devono essere le stesse usate in produzione. I forni usati per processi le cui atmosfere possono contaminare i sensori di test (es. cementanti, nitruranti, esotermiche, endotermiche) con atmosfere pericolose (es. idrogeno e ammoniaca) possono essere testati con aria o gas inerte.

- Il livello di vuoto durante il TUS deve essere il più basso usato in produzione, ma non è necessario che sia meno di $1,3 \cdot 10^{-3}$ mbar.

Per la raccolta dati deve essere usata una strumentazione di test calibrata e non è possibile utilizzare strumenti di processo per registrare i dati dei sensori TUS. La compensazione per deviazioni della strumentazione di test deve essere eseguita tramite via elettronica o per correzione matematica.

La raccolta dati deve iniziare prima che il primo sensore del forno o TUS raggiunga il limite di tolleranza inferiore di ciascuna temperatura di test, in modo che qualsiasi sensore che superi il limite superiore di temperatura possa essere identificato. Non appena la registrazione comincia, i dati di temperatura devono essere registrati da tutti i sensori TUS con frequenza di almeno una lettura ogni due minuti per la durata della verifica. Non è necessario registrare i sensori la cui sola funzione è la protezione da sovratemperatura. Nessun sensore di test, controllo o registrazione può superare il limite superiore di uniformità di temperatura. Il forno deve essere mantenuto in temperatura finché tutti i sensori di test si sono stabilizzati, dopo la stabilizzazione, la raccolta dati deve durare per un minimo di 30 minuti aggiuntivi. Non è permessa la perdita di segnale da un sensore TUS o dallo strumento di registrazione.

Una verifica viene considerata accettabile se sono rispettati i seguenti punti:

- Nessuno dei sensori di controllo o verifica o dei sensori TUS mostra un overshoot in un qualunque momento.
- Tutte le temperature dei sensori TUS e di quelli controllo o verifica sono entro le tolleranze di temperatura richiesta.
- Il tempo necessario a ottenere il recovery, la stabilizzazione o un andamento ripetibile di temperatura non supera il tempo richiesto nelle specifiche di processo.
- Il TUS è svolto per tempo minimo richiesto.

I problemi che si riscontrano più frequentemente sono quelli di overshoot, mancato raggiungimento della temperatura di uniformità per tutte le zone del volume da qualificare e lag-time (tempo che intercorre fra l'ingresso della prima termocoppia nel range di uniformità e l'ingresso dell'ultima termocoppia) oltre il limite dei 15', dilatato per le temperature più basse dato che l'uniformità in vuoto sotto gli 800°C è difficile da ottenere.

Il primo test di qualifica TUS non è andato a buon fine come si vede

Set Point [°C]	500	800	1100
Tolleranza [°C]	±6	±6	±6
Valore più alto [°C]	502.3	801.1	1102.5
Valore più basso [°C]	494.0	793.9	1096.0
Uniformità [°C]	-6.0/+2.3	-6.1/+1.1	-4.0/+2.5
Inizio stabilizzazione	18:00	19:40	21:22
Lag time	44 minuti	28 minuti	6 minuti

Tabella 2.1. Risultati TUS iniziale

in tab.2.1 si hanno dei problemi di lag-time, alla temperatura di 500°C la prima TC e l'ultima sono entrate con una differenza di 44' ben oltre il limite concesso. Le TC1, TC4, TC5, TC6 e TC9 cioè quelle posizionate nella zona inferiore sono risultare nettamente più fredde rispetto alle altre, si nota che la camera calda è divisa, si ha la parte superiore calda e la parte inferiore e centrale fredda. Stesso problema si ha alla temperatura di 800°C dove si hanno le termocoppie nella zona inferiore più fredde e un lag-time ridotto a 25' ma comunque troppo per le necessita di produzione. Alla temperatura di 1100 °C la situazione è migliore infatti il lag-time è di 6', si è riscontrato comunque il problema delle TC inferiori più fredde. Il problema di lag-time alle temperature più basse si risolve lavorando in atmosfera parziale, cioè iniettando azoto, in modo da lavorare sia con irraggiamento che convezione, preservando la superficie del pezzo grazie alla presenza di un gas inerte. L'azoto per temperature superiori ai 650 °C non è più concesso perché crea atmosfere instabili.

Per il problema delle zone più fredde nella camera si è dovuti intervenire fisicamente sull'impianto, andando a sostituire i collettori delle resistenze posizionate nella zona inferiore.

Dopo la riparazione è stato effettuato un nuovo TUS con dei buoni risultati tab.2.2, un notevole miglioramento si è avuto sull'uniformità che non esce più dai limiti concessi dalle tolleranze, anzi si mantiene molto lontano in modo da garantire un funzionamento uniforme per i prossimi anni nonostante il degrado dovuto all'usura. Il problema del lag-time eccessivo è stato risolto infatti alla temperatura di 800°C e 1100°C siamo sotto i 15' che è il limite. Per temperature più basse c'è stato un miglioramento ma non è sufficiente a rimanere sotto i 15', il valore viene comunque accettato dall'azienda perché alle basse temperature far lavorare un forno con resistenze in vuoto è molto difficile, quindi il problema verrà risolto creando ricette di trattamento che lavorino con atmosfere parziali di azoto sotto i 650°C, facendo così intervenire anche la convezione nel meccanismo di riscaldamento.

Set Point [°C]	500	800	1100
Tolleranza [°C]	±6	±6	±6
Valore più alto [°C]	501.3	802.1	1102.7
Valore più basso [°C]	497.0	796.9	1098.1
Uniformità [°C]	-3.0/+1.3	-3.1/+2.1	-1.9/+2.7
Inizio stabilizzazione	15:00	16:30	18:17
Lag time	21 minuti	14 minuti	4 minuti

Tabella 2.2. Risultati TUS di qualifica

2.6 Prova di vuoto

Il test di tenuta del vuoto deve essere eseguito su tutti i forni sotto vuoto a temperatura ambiente. Il metodo per determinare il leak rate:

- Chiudere il forno e portare il vuoto ad almeno 50 microns (μm);

- Dopo aver raggiunto il livello di vuoto impostato per il processo da eseguire chiudere tutte le valvole della camera;
- Registrare la pressione iniziale fig.2.4;
- Aspettare almeno 1 ora;
- Eseguire la seconda lettura di pressione fig.2.5;
- Il leak rate è calcolato dividendo l'aumento di pressione (differenza fra la pressione iniziale e quella finale) per il tempo di test in ore. Il leak rate si esprime in $\mu\text{m}/\text{h}$.

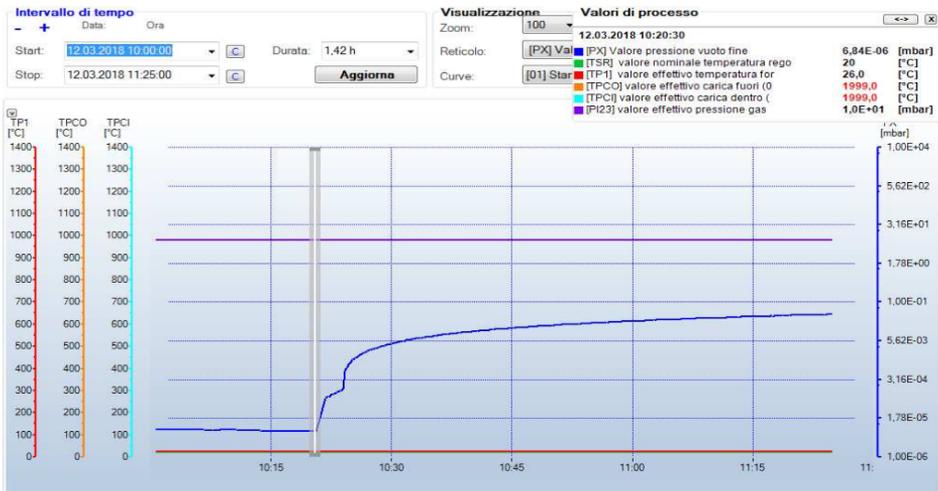


Figura 2.4. Pressione iniziale

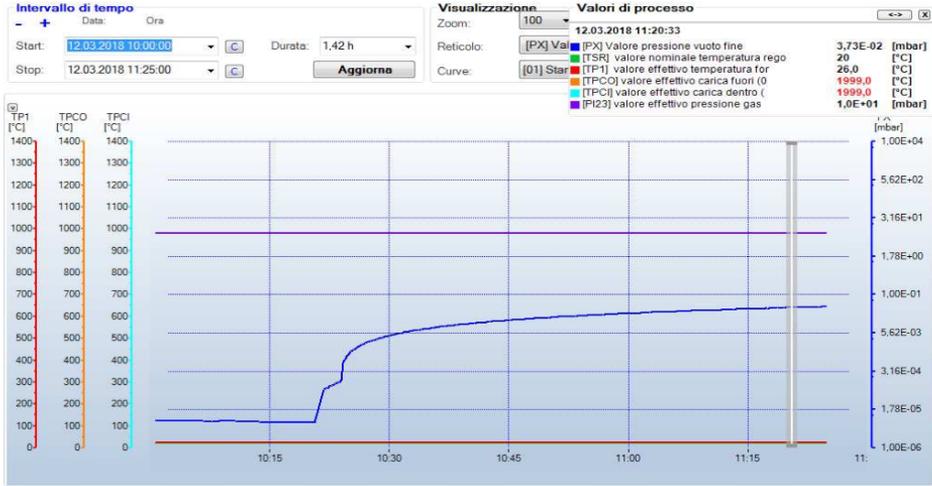


Figura 2.5. Pressione finale

I valori di vuoto vengono rilevati dai grafici generati dal forno, la $p_{iniziale}=6,84 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}=51,3 \mu\text{m}$ come si vede dalla fig.2.4. Dopo un'ora si legge fig.2.5 il valore $p_{finale}=3,73 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}=28,0 \mu\text{m}$, facendo il calcolo del leak rate, $Lr = (p_{iniziale} - p_{finale}) / 1 \text{ h} = 23 \mu\text{m}/\text{h}$. Il leak rate non deve superare il massimo valore permesso, come da tab.2.3, a una pressione di partenza di $50 \mu\text{m}$. Il materiale più restrit-

Materiale	Leak rate [$\mu\text{m}/\text{h}$]
Acciai al carbonio	50
Acciai ferritici (12-17% Cr)	50
Acciai martensitici	50
Acciai austenitici	50
Indurenti per precipitazione	50
Leghe di nichel	25
Leghe di cobalto	25
Titanio e leghe	10
Leghe di rame	50

Tabella 2.3. Massimo leak rate ammesso

tivo trattato da MT è l'Inconel 718 che pone il limite a 25 $\mu\text{m}/\text{h}$.

2.7 Controllo dew-point

La prova del punto di rugiada è necessaria per tutti i forni sotto vuoto che utilizzano pressione parziale di Azoto o Azoto durante i raffreddamenti. La composizione e il dew-point del gas di processo alla fonte dovranno essere i seguenti: Azoto puro al 99,998% massimo 10 ppm di ossigeno, dew point a -67°C o inferiore.

2.8 Calcolo tempo di riscaldamento

Quando l'utilizzo di termocoppie di carica è impossibile, come nel caso di forni in vuoto con spegnimento a olio integrato, il corretto tempo necessario per il riscaldamento delle parti deve essere calcolato in modo sperimentale:

- Collegare le termocoppie di test al provino "a gradini" inserendole nei fori come si vede in figura [2.6](#)
- Eseguire un test con la massima carica alle temperature previste per TUS periodico del forno. Lo spegnimento della carica di test non è richiesto.
- Calcolare il tempo di riscaldamento, inteso come ritardo fra la termocoppia di controllo e quella di carica, in funzione dello spessore.
- Documentare i risultati del test.

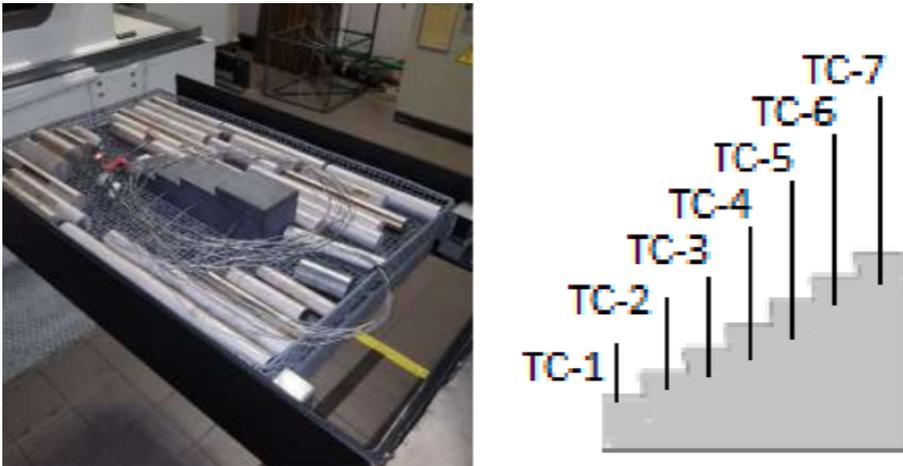


Figura 2.6. Provino a gradini

Il tempo di riscaldamento così calcolato deve essere aggiunto al tempo metallurgico di trattamento richiesto dalla specifica e materiale di riferimento. Questo test permette di processare i componenti senza una termocoppia di carica, il tempo di trattamento di queste cariche deve essere calcolato usando la termocoppia di controllo, ma considerando come fosse presente una termocoppia di carica. Il test è stato effettuato per le temperature di 480 °C, 550 °C, 820 °C, 1000 °C in modo da valutare i tempi di riscaldamento dei diversi spessori che sono 10 mm, 20mm, 30 mm, 40 mm, 60 mm, 80 mm e 100 mm. I risultati ottenuti vengono inseriti in tabella [2.4](#):

Temperature [°C]	TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	TC7
480 ±6	90'	95'	94'	106'	106'	116'	121'
550 ±6	82'	86'	84'	95'	94'	104'	109'
550 ±8	76'	79'	79'	89'	89'	97'	102'
820 ±8	21'	27'	30'	39'	42'	47'	49'
820 ±14	14'	18'	22'	30'	35'	41'	42'
1000 ±14	5'	6'	8'	11'	14'	18'	20'

Tabella 2.4. Ritardi di riscaldamento

Viene preso come discriminante il diametro di 80mm, quindi la TC6, scelto questo spessore per evitare di differenziare in troppe classi di spessori che creerebbero problemi nella valutazione dei tempi di trattamento. Lo spegnimento in olio è concesso solo per spessori superiori ad un pollice (25,4mm), salvo casi eccezionali, altrimenti lo spegnimento drastico dato dall'olio provocherebbe delle cricche.

Facendo un resoconto dei ritardi:

- Da 480°C a 500°C
 - < 80mm: +10'
 - ≥ 80mm: +120'
- Da 550°C a 685°C
 - < 80mm: +70'
 - ≥ 80mm: +90'
- Da 685°C a 820°C
 - < 80mm: +50'
 - ≥ 80mm: +60'
- Da 820°C a 1000°C
 - < 80mm: +30'
 - ≥ 80mm: +40'
- oltre 1000°C
 - < 80mm: +10'
 - ≥ 80mm: +15'

2.9 Prove di contaminazione superficiale

Deve essere eseguito il test di contaminazione superficiale su un provino di materiale 16NCD13 (sensibile a carburazione) trattato a 829 °C, uno AISI 4340 (sensibile a decarburazione) trattato a 829 °C e uno di Greek Ascoloy trattato a 996°C. La presenza di decarburazione, carburazione e nitrurazione deve essere determinata con un attacco acido e un esame a circa 500X di ingrandimento. La profondità di

un attacco intergranulare deve essere determinata su un provino non attaccato a un ingrandimento di circa 250X.

Per la valutazione della carburazione si utilizza un provino di 16NCD13 temprato, in figura 2.7 Sul provino è assente carburazione. Con il



Figura 2.7. Carburazione 16NCD13

provino di AISI 4340 viene valutata l'ossidazione intergranulare fig.2.8 che per essere accettabile deve essere massimo 0,0018 mm e nel provino risulta praticamente assente.

L'AISI 4340 essendo sensibile alla decarburazione, viene utilizzato anche per la valutazione di questa, che per essere accettata deve essere massimo 0,13 mm, come nel caso del provino fig.2.9.

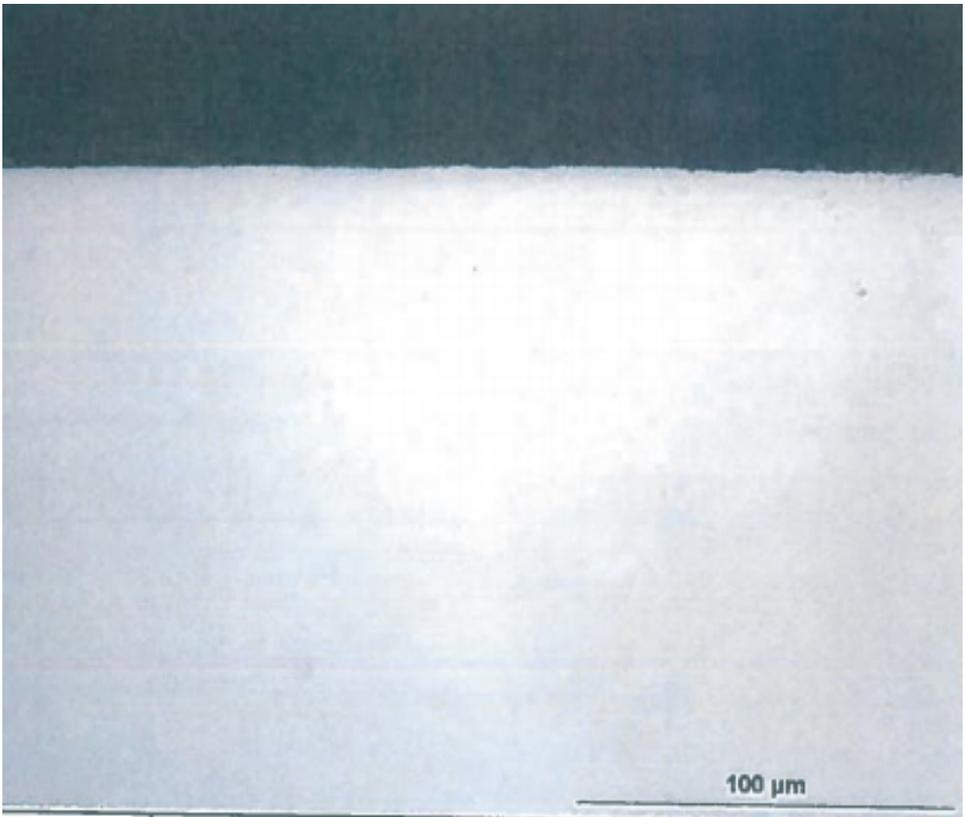


Figura 2.8. Ossidazione intergranulare AISI 4340

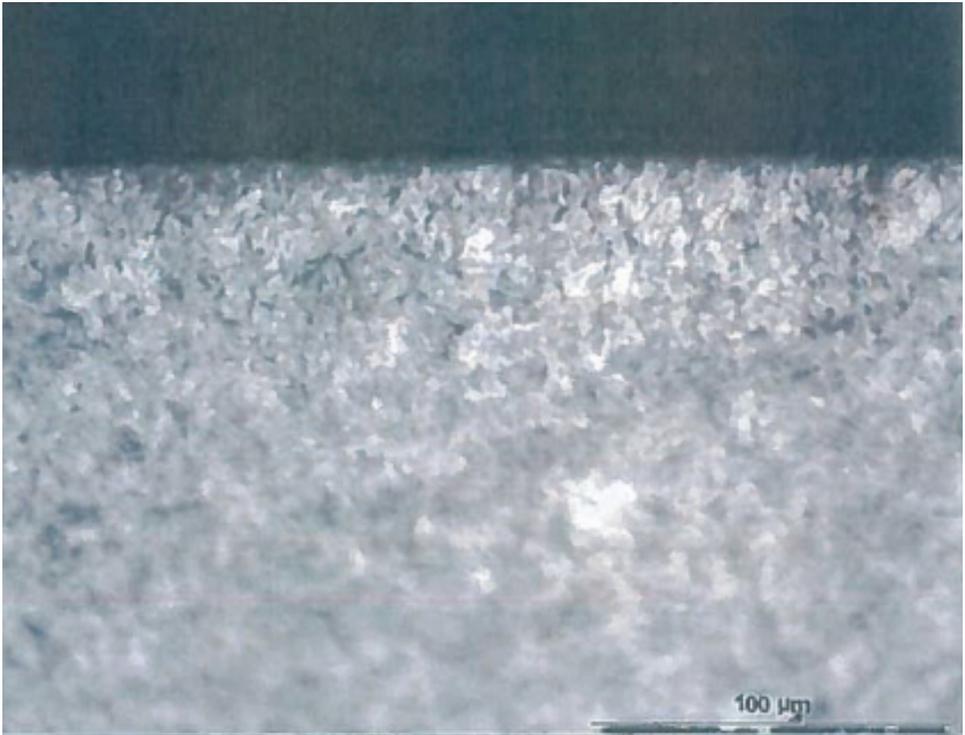


Figura 2.9. Decarburazione AISI 4340

Per la valutazione degli acciai resistenti alla corrosione si analizza un provino di Greek Ascoloy temprato, Sul provino in figura 2.10, la



Figura 2.10. Decarburazione Greek Ascoloy

decarburazione risulta inferiore a 0,13mm quindi è accettabile.

Criteri di accettabilità:

- Decarburazione parziale: massimo 0,13 mm.
- Attacco intergranulare: massimo 0,018 mm.
- Carburazione e nitrurazione: massimo 0,05 mm.

Diverse specifiche ha l'Inconel, il test di contaminazione deve essere eseguito su un provino di Inconel 718 che ha subito un trattamento al di sopra di 843 °C e le parti devono avere meno di 0,20 mm di sovra-metallo su tutte le superfici. Il test consiste in esame metallografico, a

circa 500X di ingrandimento, di un provino. Questo non deve mostrare tracce di carburazione, solfatazione, nitrurazione o attacco intergranulare. Il provino deve essere solubilizzato e poi analizzato, dalla figura 2.11, risulta accettabile.

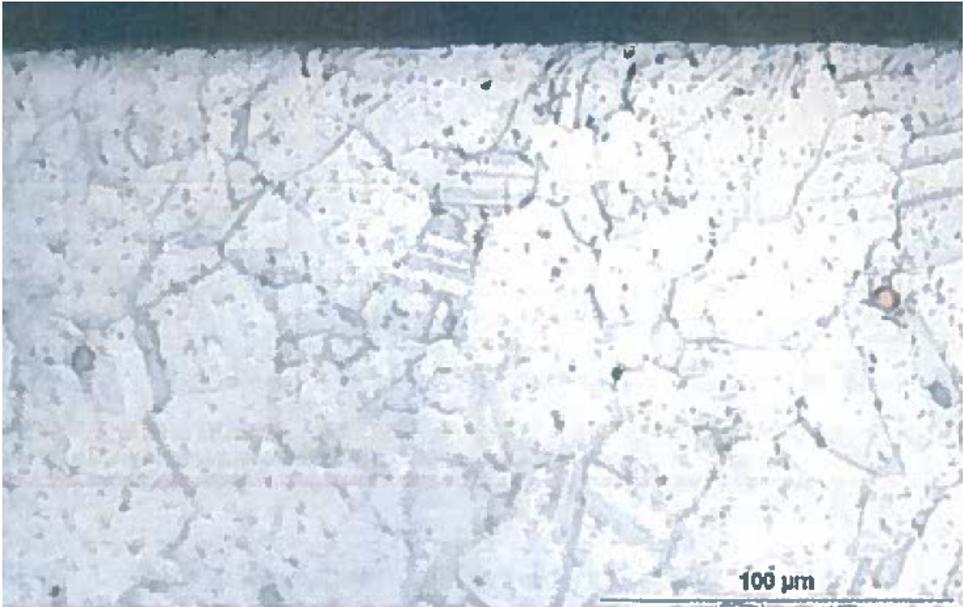


Figura 2.11. Contaminazione Inconel

2.10 Prove di prestazione

Le prove di prestazione come quelle di contaminazione devono comprendere i materiali che vengono maggiormente utilizzati in azienda.

Prove richieste:

- simulazione ciclo di austenitizzazione e tempra in olio AISI 4130, il tempo di ritardo (tempo fra la fine del trattamento di austenitizzazione e l'immersione nell'olio) dovrà essere tale da permettere l'ottenimento delle caratteristiche meccaniche richieste anche per acciai con bassa temprabilità. Massimo 30 secondi calcolati dall'inizio dell'apertura porta intermedia fino a completamente dell'immersione delle parti nel bagno d'olio. Il sistema dovrà essere in grado di registrare il ritardo di tempra.
- simulazione ciclo di austenitizzazione e tempra in gas AISI 4340
- simulazione di solubilizzazione e raffreddamento in gas dell'Inconel 718
- simulazione ciclo di invecchiamento e raffreddamento in gas dell'Inconel 718

Effettuare registrazione durante test per la verifica del mezzo di spegnimento:

- Massima velocità di raffreddamento (C°/sec)
- Temperatura alla massima velocità di raffreddamento (C°)
- Velocità di raffreddamento a 300°C (C°/sec)
- Tempo (sec) richiesto per raggiungere 600 °C, 400 °C e 200 °C.

La massima deviazione tra il prodotto nuovo e quello in esame è $\pm 10\%$. Il limite massimo di contaminazione da acqua è di 1000 ppm. Per tutti i provini relativi ai materiali necessari alla certificazione (AISI 4340, 16NCD13, Greek Ascoloy, Inconel 718) devono essere effettuate

le prove di durezza e di trazione con risultati accettabili.

Per i due controlli vengono inseriti i provino di AISI 4340 all'interno del forno posizionati nei 9 punti delle termocoppie ed uno inserito nel cestello di carica, questo per valutare che l'impianto lavori bene in tutte le zone. I provini così subiscono un ciclo di tempra, in fig.2.12, la temperatura di austenitizzazione è 829°C come da AMS 2759/1, il tempo di trattamento dipende dallo spessore, in questo caso abbiamo un diametro compreso fra 6,35-12,70 mm quindi da tab.2.8 abbiamo un tempo di 45' a cui devono essere sommati 30' provenienti dal tempo di riscaldamento ricavato dalla prova a provino dato che si tratta di una tempra in olio. Vengono aggiunti altri 15' di tolleranza per garantire che la durata del processo dia almeno di 75'.

Dopo il ciclo di tempra deve essere effettuato un rinvenimento, vedi

Temperatura TT (set point) °C	829.0	Tolleranza ± °C	14.0
Temperatura inizio TT °C	815.0	Temperatura Fine TT °C	815.0 <input type="checkbox"/> Fine TT Apertura Porta
Tempo di Permanenza (set point) mn	90.0	Tolleranza Low mn	0.0
Tempo Max Ritardo Tempra secondi	90.0	Tolleranza Up mn	30.0

Figura 2.12. Parametri ciclo di tempra provino

parametri in fig.2.13, temperatura di 496 °C per minimo due ore, per garantire una durezza compresa fra 40÷44 HRC. Successivamente va-

Temperatura TT (set point) °C	496.0	Tolleranza ± °C	6.0
Temperatura inizio TT °C	493.0	Temperatura Fine TT °C	490.0 <input checked="" type="checkbox"/> Fine TT Apertura Porta
Tempo di Permanenza (set point) mn	120.0	Tolleranza Low mn	0.0
Tempo Max Ritardo Tempra secondi	na	Tolleranza Up mn	60.0

Figura 2.13. Parametri ciclo di rinvenimento provino

lutata la durezza con un durometro, il range di accettabilità è 40-44 HRC. I risultati sono accettabili ed uniformi nelle varie zone.

Provetta A (TC1)	42,7 HRC
Provetta B (TC2)	42,7 HRC
Provetta C (TC3)	43,2 HRC
Provetta D (TC4)	42,5 HRC
Provetta E (TC5)	42,6 HRC
Provetta F (TC6)	42,8 HRC
Provetta G (TC7)	42,7 HRC
Provetta H (TC8)	42,8 HRC
Provetta I (TC9)	43,9 HRC
Provetta L (Cesto)	44 HRC

Tabella 2.5. Controllo durezza

Sugli stessi provini dopo il controllo durezza viene effettuata la trazione, per valutare se il carico a rottura, carico a strizione e allungamento percentuale rientrano nei limiti.

Provino	Orientamento	So [mm^2]	Lo[mm]	Rm[MPa]	Rp0.2[MPa]	Z %
A	Long	27,9	24	1350	1270	54
B	Long	27,9	24	1330	1250	54
C	Long	28,3	24	1330	1250	53
D	Long	28,3	24	1330	1240	55
E	Long	28,4	24	1320	1250	53
F	Long	28,4	24	1330	1250	54
G	Long	28,5	24	1320	1240	54
H	Long	28,5	24	1330	1240	55
I	Long	28,4	24	1320	1240	54
L	Long	28,5	24	1330	1240	53

Tabella 2.6. Tabella ritardi di riscaldamento

I risultati risultato accettabili perché la R_m deve essere compresa fra 1241÷1379 MPa e l'allungamento percentuale superiore al 50%.

2.11 Conclusioni

Il nuovo impianto ha permesso la dismissione di un forno di tempra in olio che era in opera da 40 anni, risolvendo molte delle limitazioni date dall'usura. L'impianto ormai da mesi non superava le prove di vuoto, non riuscendo a rimanere nel limite del leak-rate di $25\mu\text{m}$ necessari per poter trattare l'Inconel, rendendo perciò necessario lo spostamento dei trattamenti su un impianto più piccolo e non specifico per tale processo. Altro problema era la qualifica periodica TUS che non veniva superata per le basse temperature. Questo limitava l'utilizzo dell'impianto a 820°C e 1000°C , aumentando la classe dell'impianto e allargando le tolleranze a $\pm 14^\circ\text{C}$, impedendo così di effettuare cicli di rinvenimento.

Set Point [$^\circ\text{C}$]	820	1000
Tolleranza [$^\circ\text{C}$]	± 14	± 14
Valore più alto [$^\circ\text{C}$]	819,9	999,6
Valore più basso [$^\circ\text{C}$]	812,7	992,8
Uniformità [$^\circ\text{C}$]	-7,3/-0,1	-7,2/-0,4
Inizio stabilizzazione	14:38	16:08
Lag time	16 minuti	10 minuti

Tabella 2.7. Risultati TUS di qualifica

L'impossibilità ad effettuare determinati cicli produttivi aveva costretto l'azienda a rivolgersi a dei fornitori esterni, aumentando il costo di produzione dei pezzi.

Il nuovo impianto ha portato una maggiore qualità e precisione nel trattamento dei pezzi, grazie alla perfetta tenuta del vuoto. Quest'ultima evita la contaminazione superficiale dei componenti con conseguente riduzione delle caratteristiche meccaniche e favorisce invece precisione nel raggiungimento della temperatura di set point, fondamentale per i

tutti i cicli, ma soprattutto per quelli di rinvenimento, nei quali la durezza è molto sensibile alla temperatura. Nella fig.2.14 è mostrato un ciclo di tempra con spegnimento in gas, effettuato dal nuovo impianto. Con il colore celeste si identifica il ciclo teorico impostato dall'opera-



Figura 2.14. Ciclo di tempra

tore, con il rosso la termocoppia di controllo del forno e con l'arancio la termocoppia di carica posizionata nel cestello insieme ai pezzi. Viene impostato il ciclo per effettuare un preriscaldamento fino a 700°C (per evitare di stressare troppo i pezzi) e si inserisce una seconda rampa per arrivare alla temperatura di austenitizzazione (in questo caso 1052°C perché si tratta di AISI 440C). La durata del ciclo è calcolata in base allo spessore dei pezzi, la tab.2.8 ci dice il tempo di trattamento in base allo spessore. Nel nostro caso è stato trattato un componente dello spessore di 28mm, quindi il tempo è un'ora e quindici minuti. In questo caso non è necessario aggiungere il tempo di preriscaldamento tab.2.6, perché si tratta di uno spegnimento in gas quindi all'interno della carica viene inserita la termocoppia di carica. In seguito avviene lo spegnimento in azoto ad alta pressione: in figura2.14 è evidente la discesa rapida da 1050°C alla temperatura ambiente.

Spessore [mm]	Tempo minimo di trattamento (hh : mm)
Fino a 6,35	0:25
6,35 - 12,70	0:45
12,70 - 25,40	1:00
25,40 - 38,10	1:15
38,10 - 50,80	1:30
50,80 - 63,50	1:45
63,50 - 76,20	2:00

Tabella 2.8. Tempi minimi di trattamento per tempra

Dal ciclo in figura 2.14 notiamo come la curva della TC di carica sia molto vicina alla TC di controllo del forno, dimostrando che effettivamente i pezzi seguono il ciclo impostato.

Capitolo 3

Qualifica di un processo

3.1 Informazioni generali

Il lavoro svolto in azienda è quello di validazione del processo di nitrurazione gassosa presso un fornitore esterno. La validazione ha riguardato degli specifici P/N, in materiale Nitralloy N secondo AMS 6475. Il materiale presenta una determinata composizione chimica tab.3.1 idonea alla nitrurazione.

Elemento	Min	Max
Carbonio	0.21	0.26
Manganese	0.50	0.70
Silicio	0.20	0.40
Fosforo		0.025
Zolfo		0.025
Cromo	1.00	1.25
Nichel	3.25	3.75
Molibdeno	0.20	0.30
Alluminio	1.10	1.40
Carbonio		0.35

Tabella 3.1. Composizione chimica Nitralloy N

La nitrurazione è un processo di arricchimento superficiale di azoto, mediante un processo termochimico di diffusione a temperatura di circa 500 - 590°C, ossia sotto la temperatura alla quale l'austenite eutettoide comincia a formarsi nelle condizioni di riscaldamento, nel campo di esistenza della soluzione solida di carbonio nel ferro α .

L'azoto diffonde nell'acciaio e si combina per dare composti duri (nitruri) col ferro o con gli altri elementi di lega quali in particolare l'alluminio, il cromo e il molibdeno. La zona esterna dello strato arricchito di azoto che, a seconda delle condizioni di nitrurazione, può avere uno spessore fino a 1 mm, viene denominata zona di combinazione, per dei composti presenti in conseguenza dell'elevato tenore di azoto. Questo strato esterno garantisce resistenza all'usura e riduce la tendenza al grippaggio (saldatura a freddo). Lo strato sottostante, viene denominato zona di diffusione, in essa l'azoto rimane in soluzione solida all'interno del ferro α se il raffreddamento viene eseguito rapidamente. Nel caso di raffreddamento lento, precipitano nitruri di tipo nodulare. A seguito della nitrurazione lo spessore dei pezzi aumenta di circa 0,02 - 0,03 mm.

A seconda del mezzo nitrurante utilizzato si distingue fra nitrurazione gassosa, in bagno di Sali, in cassetta e al plasma. [1, pag. 8-88]

L'azoto attivo che penetra nell'acciaio deriva dalla dissociazione dell'ammoniaca:



Solo una parte dell'ammoniaca si dissocia: la dissociazione dipende dalla temperatura. Se N nascente (forma attiva) non diffonde nell'acciaio, si trasforma in azoto molecolare (forma inattiva) per cui è necessario un continuo flusso di ammoniaca affinché la reazione continui. L'azoto crea con il ferro azoturi durissimi di natura diversa a seconda della composizione dell'acciaio e soprattutto in funzione della temperatura di trattamento e della percentuale di azoto diffusa. Dal diagramma in fig.3.1 si riporta il diagramma di stato Fe-N da cui è possibile dedurre i costituenti che l'azoto forma con il ferro alle varie temperature e in funzione delle percentuali crescenti o decrescenti di ferro e

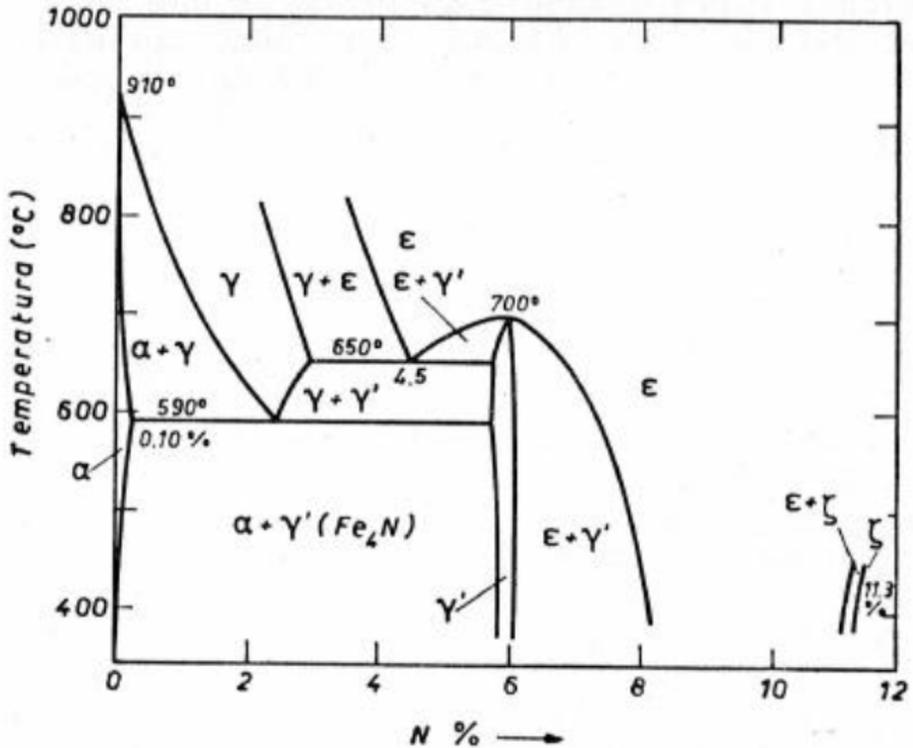


Figura 3.1. Diagramma di stato Fe-N [Manuale di trattamenti e finiture pag. 8-89]

azoto.

All'eutettoide con $N=2,35\%$, formato da nitruri γ' e ferrite, è stato dato il nome di "braunite". Ha l'aspetto di una perlite molto fine e fragile. Tutti i nitruri di ferro sono molto fragili. Dunque per evitare fragilità non si può operare a temperatura superiore a 590°C (corrispondente alla formazione dell'eutettoide braunite) e non possono essere usati acciai dolci al solo carbonio.

Per ottenere la massima durezza superficiale e ottima resistenza all'usura, si devono usare acciai di composizione appositamente studiata per la nitrurazione.[1, pag. 8-89]

La struttura superficiale dei particolari nitrurati dipende dalle modalità seguite nel processo di nitrurazione, dalla composizione chimica degli acciai, dal trattamento antecedente alla nitrurazione (trattamenti preliminari), dal grado di dissociazione, dalla temperatura e dal tempo. Entrando nel dettaglio:

- Composizione chimica degli acciai: i vari elementi presenti nell'acciaio influenzano la durezza superficiale e la velocità di diffusione dell'azoto (massima per acciai al Cr-V-Al, mentre il Ni la rallenta);
- Trattamenti preliminari: la nitrurazione conferisce elevate caratteristiche meccaniche superficiali senza ricorrere a trattamenti successivi, i quali anzi sono da evitare perché possono annullare l'indurimento ottenuto, che si mantiene invariato solo fino a temperature uguali a quelle della nitrurazione; si ricorre a trattamenti preliminari tali da conferire caratteristiche meccaniche a cuore le massime possibili compatibilmente con la temperatura da raggiungere in nitrurazione, in modo che lo strato indurito che si ottiene abbia un supporto adeguatamente resistente; gli acciai da bonifica sono preliminarmente bonificati; gli acciai indurenti per precipitazione sono solubilizzati ed invecchiati (spesso si sfrutta la nitrurazione come trattamento di invecchiamento) e gli inossidabili austenitici e ferritici sono solubilizzati; fondamentale è che questi trattamenti siano effettuati lasciando un adeguato sovrametallo (da asportare prima della nitrurazione) o utilizzando atmosfere protettive (forni sottovuoto), in modo da nitrurare pezzi che non abbiano subito decarburazione superficiale; tale anomalia favorisce, insieme ad una bassa percentuale di C, a un basso grado di dissociazione e a una bassa temperatura, la creazione della coltre bianca; come conseguenza immediata della decarburazione è la diminuzione della precipitazione dei carburi che contribuiscono a evitare l'ingrossamento dei grani austenitici; si verifica quindi nelle zone di interfaccia dei grani una rapida saturazione in azoto con formazione di grossi nitruri aghiformi del tipo $\epsilon (Fe_{2-3}N)$ e $\gamma'(Fe_4N)$; è stato dimostrato che la coltre

bianca è formata da nitruri ϵ , γ' e da soluzione solida Fe-N che si formano solo se la decarburazione determina una percentuale di C inferiore allo 0,15% circa; quando tale percentuale è inferiore allo 0,025% la coltre è formata solo da nitruri ϵ e γ' .

- Grado di dissociazione: è il rapporto tra ammoniaca dissociata e quella aggiunta; esso varia tra 15 e il 35% ed è importante, ai fini della velocità di diffusione e soprattutto al contenimento della coltre bianca, che si può depositare anche su pezzi esenti da decarburazione; la velocità di diffusione è massima con un grado di dissociazione di circa il 30%, ma al fine di ridurre o eliminare la coltre bianca si può far avvenire la diffusione aumentando (verso la fine del ciclo) il grado di dissociazione dell'ammoniaca fino all'80-85% mediante l'immissione di un gas neutro, oppure utilizzando un dissociatore esterno e innalzando la temperatura a 550-560°C;
- Temperatura: essa è compresa tra i 500°C e i 590°C, deve essere di circa 30-50 °C inferiore a quella del rinvenimento effettuato prima della nitrurazione. Temperature basse (<500 °C) favoriscono la formazione della coltre e l'ottenimento di durezza superficiali elevate, mentre le temperature più elevate aumentano la velocità di diffusione, riducono la durezza superficiale, ma riducono anche la creazione di coltre bianca; da ricordare che questa, il cui spessore massimo ammissibile secondo la UNI 5478 è di 0,03 mm, può essere eliminata dopo nitrurazione mediante un processo chimico o asportazione meccanica.

Importantissima è la preparazione dei componenti prima della nitrurazione, le superfici da proteggere devono essere ramate, nichelate, argentate o verniciate. I pezzi devono essere stati sgrassati con vapori di trielina o sabbiati leggermente, vengono inseriti nel forno in cui si fa affluire ammoniaca anidra per effettuare il "lavaggio" (eliminazione dell'aria presente) e tale operazione dovrà essere eseguita a temperature inferiori a 150° C onde evitare la formazione di miscele esplosive. Effettuata la sostituzione dell'aria con l'ammoniaca (almeno il 90%),

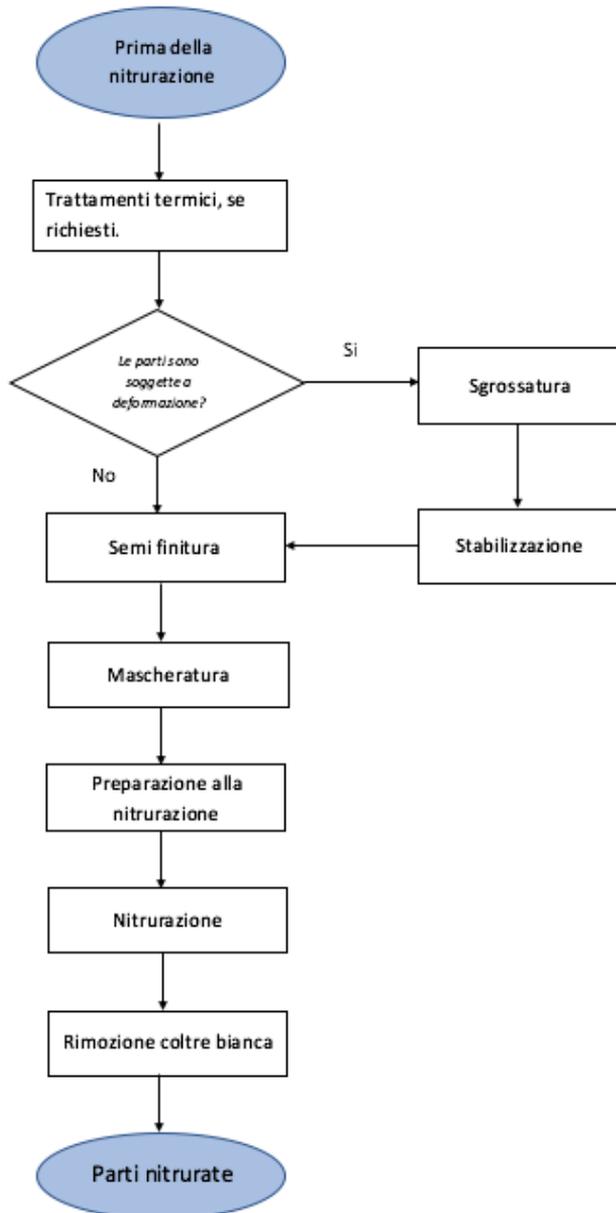
si può far crescere la temperatura a 520°C per iniziare la nitrurazione. Il grado di dissociazione si misura all'uscita del forno per mezzo dell'apposita buretta o analizzatore specifico a raggi infrarossi dell'ammoniaca ancora presente nel gas.

Durante il processo di nitrurazione si possono avere delle anomalie che pregiudicano in modo quasi irreparabile i componenti trattati. Si elencano alcune cause di non idoneità:

- Deformabilità dei pezzi nitrurati: per effetto della nitrurazione i componenti aumentano leggermente di dimensione a causa dell'aumento del volume che si ha nello strato superficiale; dopo raffreddamento a temperatura ambiente si ha uno stato di tensione a cuore e di compressione in superficie, responsabile della deformazione dei pezzi, che dipende anche dalla composizione dell'acciaio, dalla temperatura di rinvenimento, da quella di nitrurazione, dal tempo di trattamento, dalle dimensioni e forma dei pezzi; importante è ricorrere prima della finitura delle parti, a un trattamento di stabilizzazione da effettuarsi a una temperatura almeno uguale a quella di nitrurazione;
- Strato di limitata profondità o bassa durezza: può dipendere alle caratteristiche dell'acciaio per composizione non adatta, bassa durezza a cuore, superficie non perfettamente pulita o ad anomalie di processo esempio errata temperatura o tempo di nitrurazione, insufficiente portata di ammoniaca, circolazione dell'atmosfera insufficiente;
- Colorazione dei pezzi: può essere data o da non adeguata pulizia della superficie prima della nitrurazione o da perlite di tenuta nella storta, che portano a inquinanti per umidità o aria;
- Rotture o scagliamenti: provengono generalmente da un'eccessiva profondità della coltre bianca o dalla presenza di superficie decarburante;

- Eccessivo spessore della coltre bianca: deriva da temperatura della nitrurazione o grado di dissociazione troppo bassi. [1, pag. 8-89]

Il processo di nitrurazione deve rispettare i seguenti passaggi:



3.2 Attività effettuate

Elenco delle attività effettuate per la validazione del processo:

- Qualifica del forno effettuando TUS, SAT e calibrazione strumenti secondo AMS 2750E;
- Nitrurazione secondo scheda trattamento termico (STT) concordata con MT e invio delle registrazioni dei parametri di infornata;
- Il fornitore ha il compito di creare STT del ciclo;
- Controllo dimensionale della corona;
- Confronto dei risultati ottenuti da MT e da fornitore esterno sui controlli richiesti:
 1. Controllo profondità di nitrurazione;
 2. Controllo durezza a cuore;
 3. Controllo durezza superficiale;
 4. Controllo coltre bianca;
 5. Controllo attacco NITAL.

Se i risultati ottenuti sono concordi con quelli richiesti da disegno e da ciclo di lavorazione, il ciclo di nitrurazione viene qualificato.

3.3 Qualifica del forno

L'impianto è un forno a pozzo fig.3.2 con spazio utile per i trattamenti in campo aeronautico di diametro 650 mm e altezza 1100 mm, del quale si richiede la qualifica effettuando TUS, SAT e calibrazione strumenti secondo AMS 2750E. L'uniformità richiesta: classe 3 ($\pm 8^\circ\text{C}$) alla temperatura di 524°C . Strumentazione di tipo D.

La prova SAT ha dato esito positivo dando un errore sulla registrazione dello strumento di controllo di $0,5^\circ\text{C}$ rispetto ad un massimo



Figura 3.2. Forno di nitrurazione gassosa

ammesso di $2,2^{\circ}\text{C}$, stesso esito per lo strumento di registrazione che ha rilevato un errore di $0,8^{\circ}\text{C}$ rispetto ad un massimo di $2,2^{\circ}\text{C}$. La prova di uniformità della temperatura (TUS) è stata effettuata su richiesta di MT alla temperatura di 524°C , perché quella relativa al processo, sono state inserite nel forno 9 termocoppie certificate, nelle posizioni indicate dalla figura 3.3, è stato effettuato un ciclo di qualifica della durata di circa 12 ore, come si vedere dal grafico in figura 3.4 , si nota come la rampa di riscaldamento troppo rapida ha portato ad un overshoot alla temperatura di 450°C che è subito rientrato non causando il fallimento della prova, nella seconda rampa di salita fino a 524°C

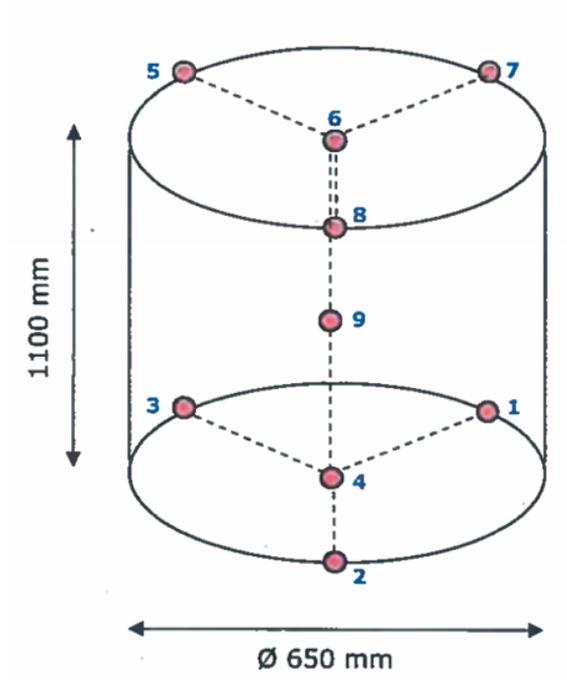


Figura 3.3. Posizionamento TC per TUS

non si hanno problemi di overshoot, riuscendo facilmente a trovare i 30 minuti durante i quali le temperatura registrate delle termocoppie sono nel range di accettabilità, $524 \pm 8^\circ\text{C}$.

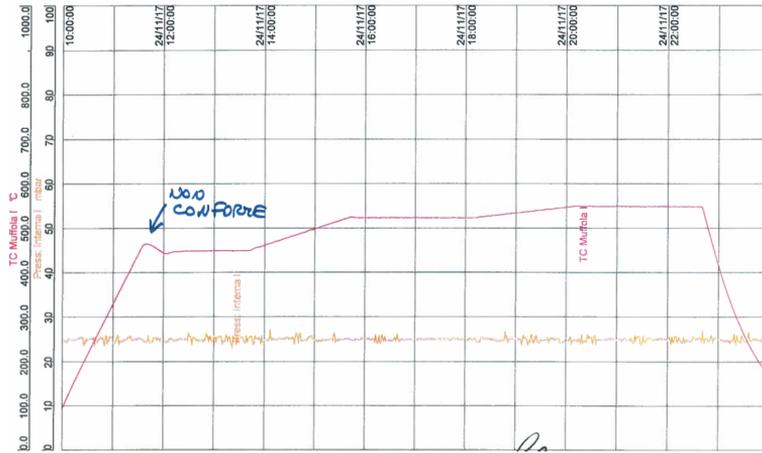


Figura 3.4. Grafico TUS di nitrurazione

Dal grafico vengono ricavati i valori massimi e minimi delle TC di qualifica dell'impianto, si ricorda che per essere accettati devono rimanere in una tolleranza di $\pm 8^{\circ}\text{C}$, come si vede dalla tab.3.2, lo scarto massimo è $5,7^{\circ}\text{C}$ quindi accettabile.

La strumentazione è risultata tutta conforme alle richieste della classe D.

TC	1	2	3	4	5	6	7	8	9
MIN [°C]	528,3	527,4	527,1	527,8	527,6	527,3	525,1	526,5	529,1
MAX [°C]	529,0	528,1	527,8	528,5	528,2	527,9	525,7	527,2	529,7
Dif. set point min	4,3	3,4	3,1	3,8	3,6	3,3	1,1	2,5	5,1
Dif. set point max	5,0	4,1	3,8	4,5	4,2	3,9	1,7	3,2	5,7

Tabella 3.2. Temperature TC

3.4 Processo di nitrurazione

Per la qualifica del processo di nitrurazione gassosa, MT ha inviato nove provini e una corona fig.3.5. Tutto il materiale prima di essere



Figura 3.5. Corona in Nitralloy N

trattato deve essere sgrassato ed effettuato un processo di sabbiatura spigolosa, 120-220 mesh, prestando attenzione a non scoprire le superfici ramate. I nove provini dopo essere stati numerati sono stati posizionati sul cestello si carica, nelle stesse posizioni delle termocoppie TUS vedi figura3.3, la corona di prova è stata posizionata all'interno del cestello insieme ad altro materiale di scarto fino a raggiungere un carico di 30 Kg, peso confrontabile con un carico di produzione reale. Il ciclo di trattamento, vedi in fig.3.6, è composto da un preriscaldamento a 450°C in N_2 , durante la salita a 510°C viene immessa NH_3 , il trattamento a 524°C è suddiviso in 2 fasi, la prima di arricchimento della

durata di 10 ore, tolleranza di ± 1 ora, con dissociazione compresa fra 68-72%, la seconda fase di diffusione della durata di 55 ore, tolleranza 1 ora, la dissociazione compresa fra 28-32%.

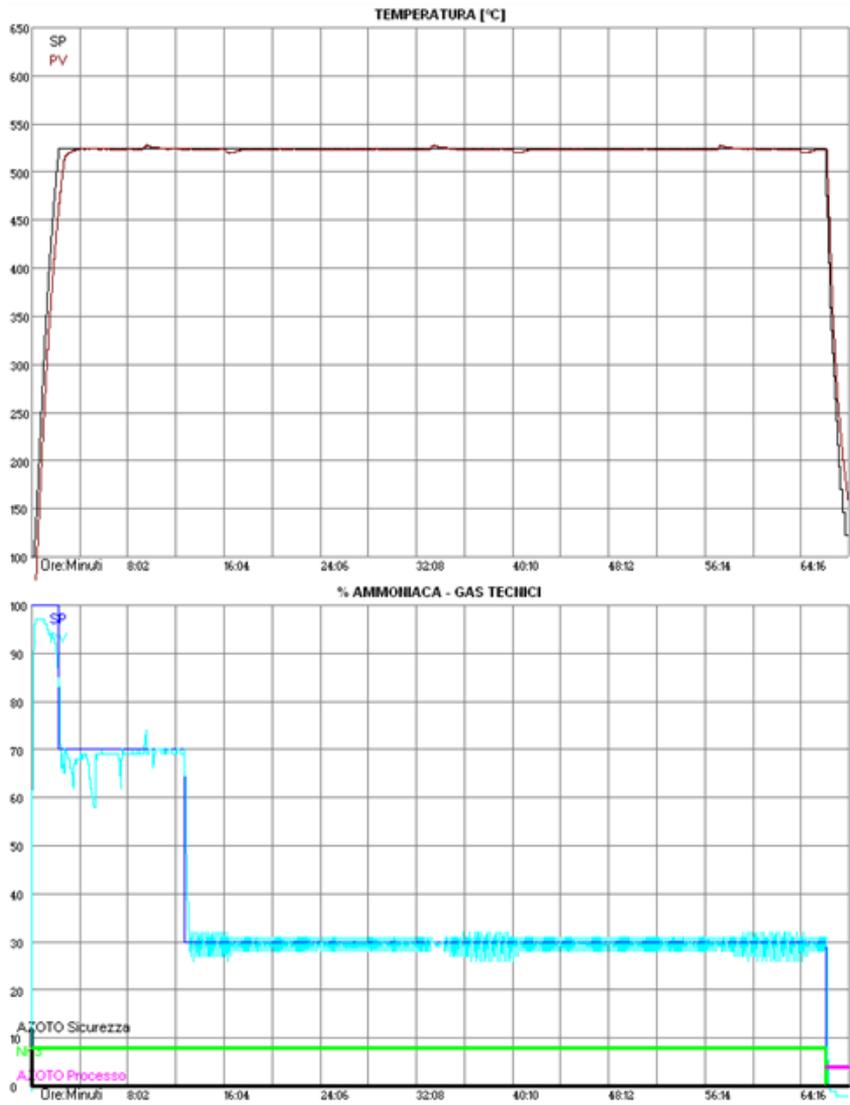


Figura 3.6. Ciclo di nitrurazione

3.5 Confronto dei risultati

MT e fornitore esterno hanno effettuato i controlli di profondità di nitrurazione, controllo durezza a cuore, controllo durezza superficiale, controllo coltre bianca e controllo attacco NITAL. I vari controlli sono stati effettuati sui 9 provini, posizionati nelle zone delle termocoppie di qualifica del forno, e sulla corona, eccezione è l'attacco NITAL che è stato effettuato solo sulla corona e solo dal fornitore esterno dato che MT non ha il processo qualificato. I valori riscontrati devono rientrare nei limiti di accettabilità imposti dal disegno tecnico.

3.5.1 Controllo durezza a cuore

Il controllo durezza a cuore viene effettuato con scala HRC , cioè utilizza un penetratore di diamante ed il carico è di 150 kgf, la durezza richiesta da progetto è 38-44 HRC. Il controllo viene effettuato sui provini dopo essere stati sezionati in modo da poter valutare il cuore e sulla corona viene effettuato nella zona deramata, cioè dove la nitrurazione non è avvenuta.

A titolo di esempio viene inserita in figura 3.7 una misurazione effettuata sulla corona.

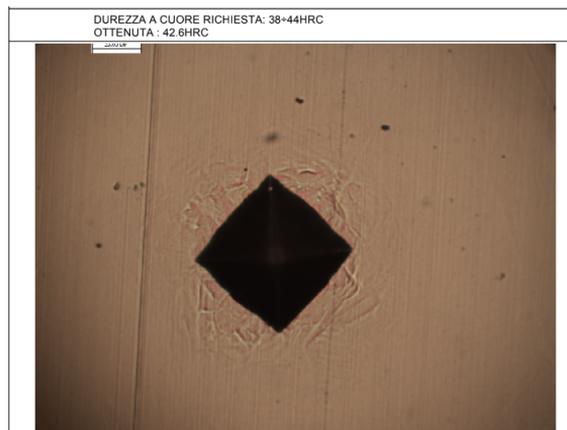


Figura 3.7. Rilevazione durezza a cuore su diametro non nitrurato

Questo controllo si effettua per tre motivi:

- permette di valutare la durezza a cuore, quindi se la precipitazione dei carburi del Nitralloy è andata a buon fine;
- controllare che non siano state nitrurate anche le zone coperte da ramatura, soprattutto la testa del dente, vedi fig.3.8, che è soggetta a rottura se diventa troppo dura e di conseguenza fragile;



Figura 3.8. Testa dente non nitrurata

- Il valore è necessario per il calcolo del limite inferiore della zona nitrurata.

I risultati in tab.3.3 ottenuti dalle due aziende risultano molto simili e tutti all'interno del range di accettabilità.

n° provino	Dur a cuore MT [HRC]	Dur a cuore fornitore [HRC]
1	42	42
2	40	43
3	42	42
4	43	42
5	42	42
6	43	42
7	41	41
8	41	41
9	41	41
Profilo dente	***	***
Diametro esterno	43	41

Tabella 3.3. Durezze a cuore

3.5.2 Controllo profondità efficace di nitrurazione

Per valutare la profondità efficace deve essere effettuata una cucitura di microdurezza sui 9 provini e su alcune zone della corona: il diametro esterno nitrurato e il profilo del dente.

La prima rilevazione deve essere effettuata 0,05 mm dal bordo nitru-



Figura 3.9. Cucitura di durezza Vickers [Granit Engineering]

rato e procedendo verso il cuore a intervalli di 0,1 mm come si vede in figura 3.9. Su questo pezzo la nitrurazione è accettata se raggiunge una profondità di 0,45 mm. La profondità efficace per la nitrurazione gassosa è definita come la profondità, dopo lavorazioni di macchina, alla quale si misura il valore di durezza a cuore (convertita in Vickers) più 100HV1.

Le zone più interessanti da valutare sono il diametro esterno e il profilo del dente. Si analizza tramite il grafico 3.10, ricavato dallo strumento, la profondità di nitrurazione sul diametro esterno:

Si è arrivati al valore di 534 HV, con il quale si è valutata la profondità di nitrurazione calcolando la durezza a cuore, in questo caso 43 HRC,

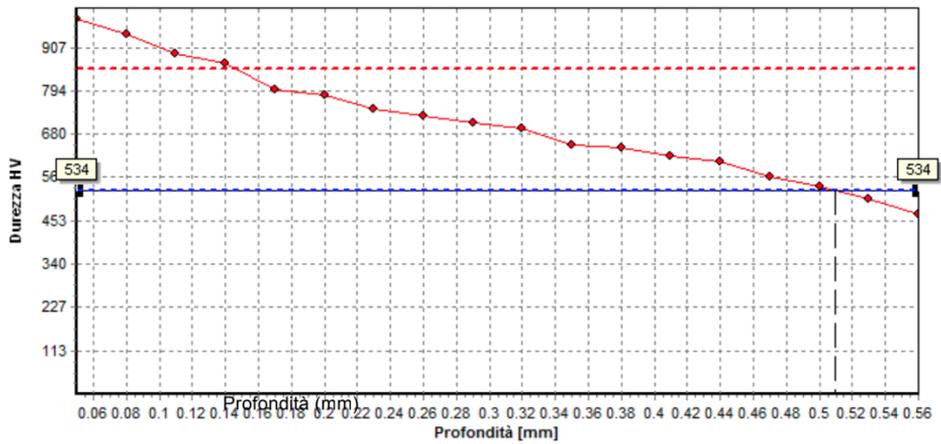


Figura 3.10. Grafico profondità di nitrurazione sul diametro esterno

convertita in Vickers, quindi 434 HV e sommati 100 punti HV. Per il diametro esterno i valori si scalano di 0,10/0,15 mm, perché questi vengono asportati dall'operazione di rettifica, infatti per questa zona la si richiede una profondità efficace a pezzo finito è di 0,35 mm, naturalmente la rettifica ha un range di materiale che viene asportato, quindi in caso di nitrurazione che va meno in profondità si rettifica meno. Per la durezza superficiale si arriva ad un valore leggermente inferiore a 850 HV ma viene comunque accettata.

Si analizza la profondità di nitrurazione sul profilo del dente tramite grafico in figura 3.11, vengono considerati i due lati del dente per vedere se la diffusione è venuta in maniera uniforme. Si osserva in tab. 3.4 che



Figura 3.11. Grafico profondità di nitrurazione sulla dentatura

i valori riscontrati sono conformi alle richieste del progettista. Per il profilo del dente la profondità di nitrurazione è molto importante perché si effettueranno successive lavorazioni di macchina su di esso (rettifiche, sbavature, lucidature), quindi non si potranno effettuare correzioni come per esempio un rettifica che asporti meno materiale.

n° provino	Prof efficace MT [mm]	Prof efficace fornitore [mm]
1	0.50	0.46
2	0.50	0.45
3	0.50	0.45
4	0.50	0.47
5	0.51	0.45
6	0.51	0.45
7	0.49	0.46
8	0.51	0.46
9	0.51	0.47
Profilo dente	0.51	0.46
Diam esterno	0.51	0.50

Tabella 3.4. Profondità di nitrurazione

I valori riscontrati dal laboratorio MT e da fornitore esterno si discostano leggermente, la differenza è imputabile ad una catena di diverse valutazioni che le due aziende compiono, la diversa durezza a cuore anche se diversa di un punto va ad influire sul valore a cui viene rilevata la profondità efficace. I valori riscontrati rientrano comunque nel range di accettabilità e quindi non si ha alcun problema nell'accettazione di essi.

3.5.3 Controllo durezza superficiale

Il controllo durezza superficiale viene effettuato con scala HR15N, cioè utilizza un penetratore di diamante ed il carico è di 15 kgf, si utilizza una scala differente rispetto alla durezza a cuore perché necessita una minore profondità e di conseguenza un minore carico, la durezza richiesta da progetto è 850HV, quindi il valore ottenuto con la scala HR15N deve essere convertito per essere confrontato, per la conversione utilizzare tabella ASTM-E-140.

n° provino	Dur superficiale MT [HV]	Dur superficiale fornitore [HV]
1	988	1033
2	949	929
3	995	977
4	988	1033
5	1036	960
6	988	948
7	962	917
8	974	921
9	968	964
Profilo dente	968	956
Diam esterno	981	968

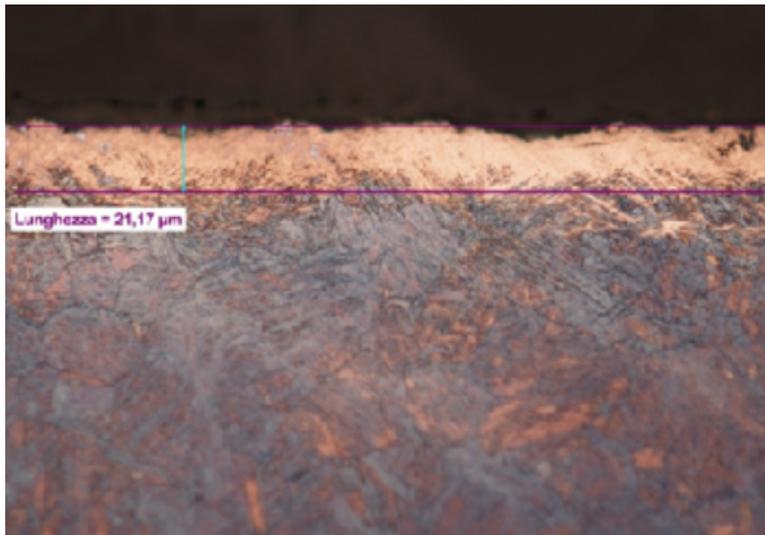
Tabella 3.5. Durezza superficiale

La tab.3.5 mostra risultati ottenuti dalle due aziende risultano molto simili e tutti all'interno del range di accettabilità.

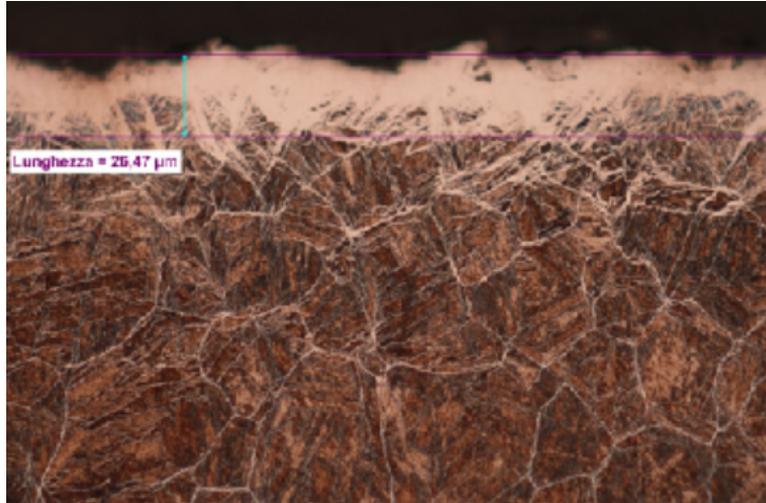
3.5.4 Controllo coltre bianca

La coltre bianca è formata da nitruri ϵ e γ' e da soluzione solida Fe-N che però si formano solo se la decarburazione determina una percentuale di C inferiore allo 0,15%. La coltre bianca è un problema perché conferisce una durezza superficiale molto elevata, superiore ai 1100 HV, e di conseguenza un infragilimento. Per la valutazione della coltre bianca i nove provini e la corona sono stati attaccati con una soluzione di NITAL 3% in modo da poter mettere in risalto la microstruttura. La valutazione della coltre bianca è fatta per confronto visivo, questo è stata fatta sia da MT che dal fornitore da qualificare. Vengono presi tre possibili casi di strutture del Nitralloy N:

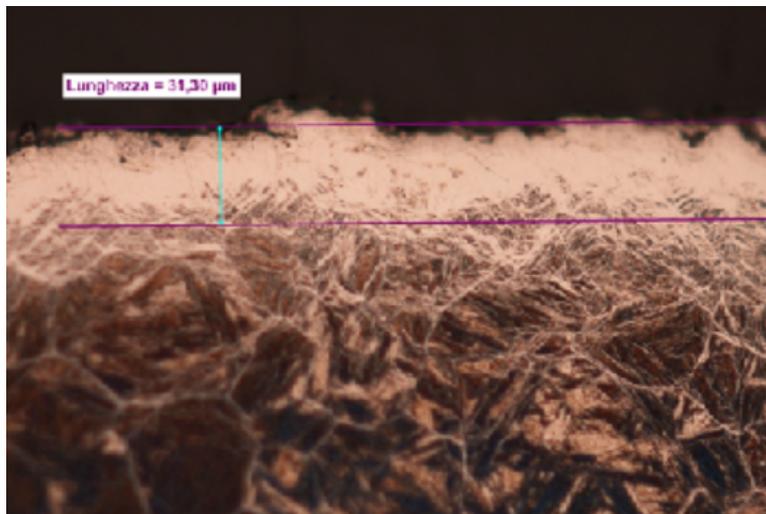
1. Nitruri sottili e disposti parallelamente alla superficie, coltre bianca è inferiore a 30 μm . Accettabile.



2. Nitruri sottili e disposti a reticolo chiuso, coltre bianca inferiore a 30 μm . Non accettabile.



3. Nitruri grossolani e disposti a reticolo chiuso, coltre bianca superiore a 30 μm . Non accettabile.



Vengono confrontati i risultati ottenuti dal processo con i 3 casi campione in modo da capire in che condizione si trova il pezzo trattato. Il risultato ottenuto dopo il processo di nitrurazione fig3.12 da uno spessore della coltre bianca di 26 μm con un assenza di nitruri disposti a reticolo chiuso, quindi il risultato è accettabile.



Figura 3.12. Valutazione coltre bianca attacco Nital 3% 500X

3.5.5 Controllo attacco Nital

L'attacco Nital ha lo scopo di rilevare anomalie sulle superfici indurite (cementare, nitrurate o temprate per induzione) e su particolari con durezza superiore a 39 HRC, il cui ciclo di lavorazione preveda operazioni di rettifica dopo l'effettuazione del trattamento termico finale. Il Nital è una soluzione di acido nitrico 2,5 - 5% (in volume) in acqua o alcol. Il controllo deve essere eseguito prima di eventuali trattamenti superficiali (verniciatura, pallinatura, ecc.), prima di eventuali

finiture di superficie di tenuta con rugosità finale richiesta $<0,25$ Ra o con planarità $<0,0005$ mm e prima di assemblaggio con particolari non ferrosi. Bisogna ricordare che, pur essendo l'attacco nital definito come controllo non distruttivo, non deve essere ripetuto troppe volte per non variare le dimensioni finali dei particolari, dato che si effettua un'immersione in acido nitrico che provoca un'asportazione di materiale proporzionale al tempo di immersione.

Il controllo effettuato da MT è stato fatto per valutare se le aree sono nitrurate correttamente e se è presente diffusione di nitrurazione nelle zone coperte da ramatura.

Le zone nitrurate si presentano come aree di colore grigio molto scuro o nero, rispetto al grigio chiaro delle aree non nitrurate. Se è presente diffusione significa che la nitrurazione è presente dove non richiesta, al controllo visivo risulta un'anomalia evidenziata da una variazione di intensità (grigio scuro o nero) all'interno delle zone grigio chiaro, la durezza di tali aree è decisamente superiore a quella delle zone adiacenti. I particolari non sono accettabili se:

- Diffusione di nitrurazione in zone non consentite da disegno, salvo diversamente indicato in zone vicine ma non contigue all'area nitrurata non sono accettabili diffusioni il cui difetto singolo sia superiore a 1 mm^2 e che per ogni cm^2 di superficie l'area cumulata sia $\geq 1 \text{ mm}^2$.
- Manca la nitrurazione.
- Aree ritemperate
- Aree rinvenute in modo anomalo la cui durezza non risulti conforme alle richieste del disegno

Il controllo viene fatto per confronto visivo con componenti che sono presentano difetti, dato che il nostro componente ha subito solo il processo di nitrurazione non può presentare difetti dovuti ad aree ritemperate, rinvenute in modo anomalo, bruciature da rettifica; sul pezzo gli unici difetti da cercare sono la mancanza di nitrurazione e la diffusione sotto la zona ramata.

L'attacco Nital è stato fatto su metà corona dopo la sezionatura, le zone che risultano interessanti sono: la dentatura dove può mancare la nitrurazione fig.3.13, il diametro esterno nitrurato e quello coperto da ramatura fig.3.13.

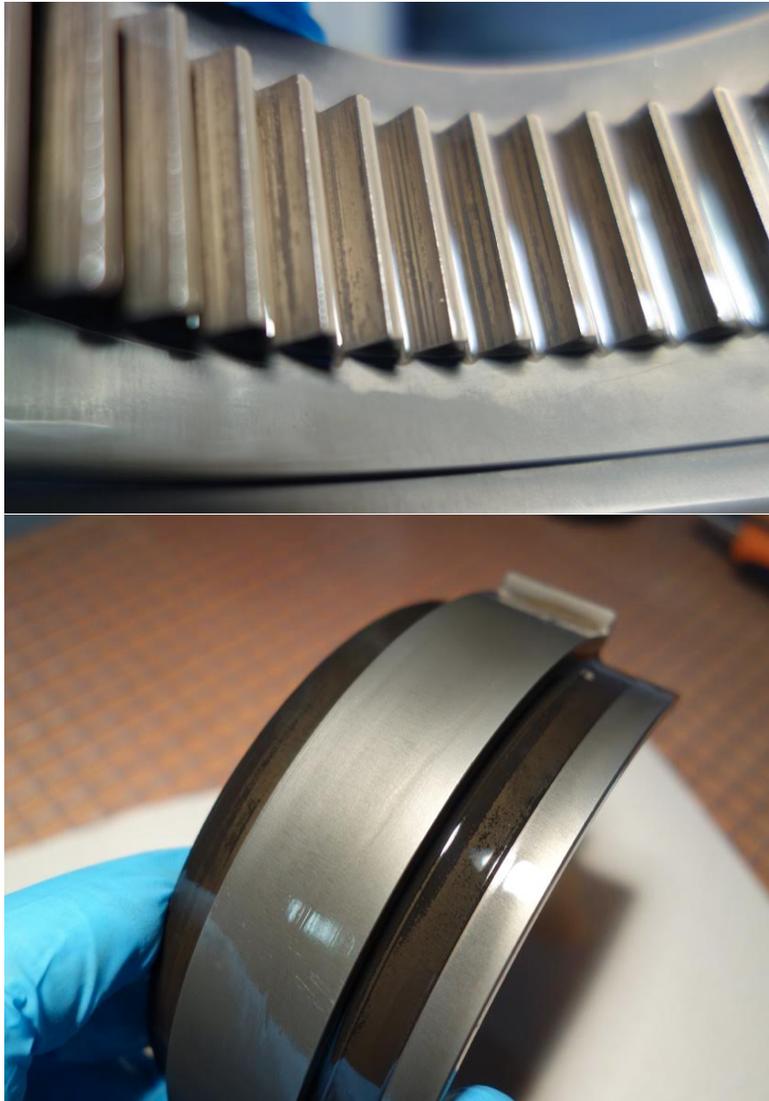


Figura 3.13. Attacco Nital dentatura e diametro esterno

Il diametro esterno risulta ben nitrurato infatti le zone scure sono uniformi, stessa cosa vale per le zone coperte da ramatura che sono di colore grigio chiaro uniforme e non presentano variazioni che indicherebbero diffusione. Per la dentatura sembrerebbe esserci mancanza di nitrurazione perché dal controllo visivo risulta striata, il problema potrebbe essere l'attacco Nital che non ha avuto la stessa efficacia nello spazio presente fra i due denti. Sulla dentatura è stato effettuato un ulteriore controllo per verificare che la nitrurazione sia presente, la corona è stata sezionata inglobata nella zona dei denti ed osservata la struttura con un ingrandimento di 50X. La fig3.14 mostra che la

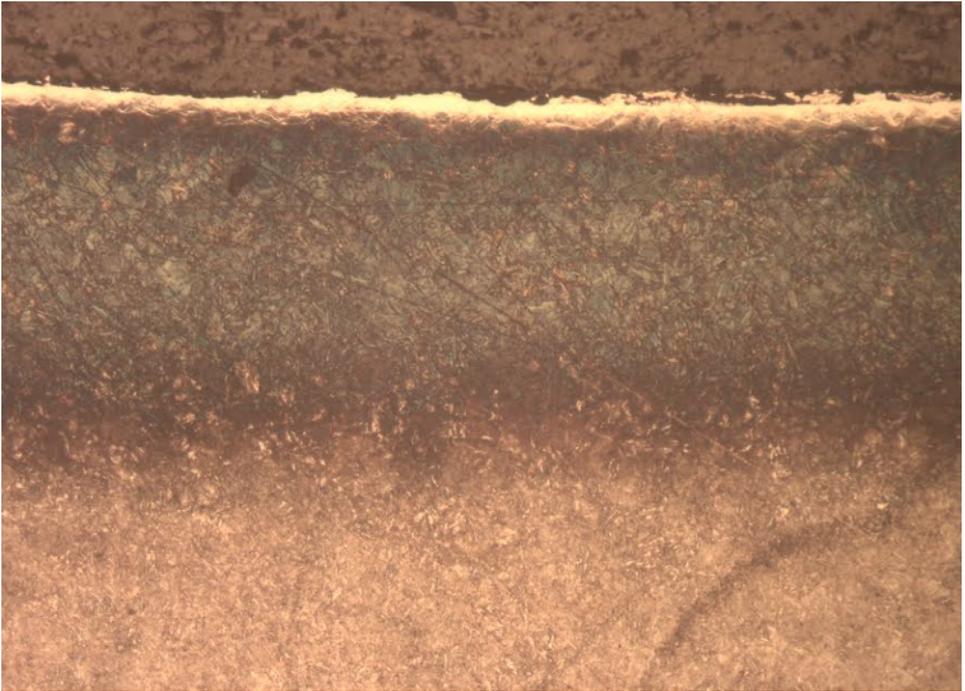


Figura 3.14. Controllo struttura nella zona della dentatura

nitrurazione è avvenuta perché nel primo strato è presente la coltre bianca, appena sotto si osserva lo strato nitrurato di colore blu/grigio, oltre questo controllo è stato effettuato il controllo durezza superficiale

che è risultato superiore a 850 HV che è possibile sono per uno strato nitrurato.

3.5.6 Controllo dimensionale della corona

Il controllo dimensionale è stato effettuato sia prima che dopo il trattamento termico, per controllare che lo shock termico non alteri le dimensioni del componente. Il controllo è stato effettuato sul diametro esterno nitrurato e sulla dentatura, il controllo post trattamento ha riscontrato un restringimento di 0,1 mm del diametro relativo alla dentatura ed è accettabile come valore. Un errore di cilindricità sul diametro esterno di 0,007 mm che è accettabile dato la richiesta a disegno di 0,01 mm, errore leggermente elevato per il lavoro che deve svolgere in opera e per l'operazione di rettifica ma è dovuto alla struttura del pezzo, presenta due spuntoni sul diametro che non permettono la dilatazione in tutte le direzioni radiali durante il trattamento termico, provocando così un'ovalizzazione della corona.

3.6 Conclusioni

Il processo di nitrurazione presso il fornitore esterno ha riscontrato alcune anomalie, una di queste è riferita alla profondità di nitrurazione efficace, vedi tab.3.4, nella quale si osserva che i risultati ottenuti dalle due aziende sono diversi. Il fornitore esterno sottostima la misura, rimanendo molto vicino al limite di accettabilità di 0,45mm che potrebbe sembrare buono perché molto cautelativo ma potrebbe causare nel tempo un maggior numero di scarti.

La causa del problema è la durezza a cuore, che viene utilizzata per ricavare il limite della profondità di nitrurazione, infatti prendendo come esempio il diametro esterno che ha una durezza di 43 HRC per MT e 41 HRC per il fornitore esterno, vedi tab.3.3, quando si effettua il calcolo della durezza a cui si ha il limite di nitrurazione si commette un errore di 20 uniti di durezza HV, che da una differenza di 5 centesimi sulla profondità valutata dalle due aziende.

Un secondo problema è l'attacco Nital che non ha dato evidenza di nitrurazione sulla dentatura della corona fig.3.13, è stato così effettuato un secondo controllo, andando a vedere la microstruttura della dentatura, dalla fig.3.15 , la nitrurazione sulla superficie del dente sembrerebbe esserci.



Figura 3.15. Microstruttura dentatura

Ulteriore controllo è stato fatto sulla durezza superficiale che ha dato un valore superiore a 850 HV, vedi 3.5, che è possibile raggiungere solo con un trattamento di indurimento superficiale. Dopo tutti i vari controlli il processo è stato accettato dalla direzione tecnica, con l'obbligo di dovere sezionare una corona di ogni lotto che viene mandato a nitrurare presso il fornitore esterno.

Bibliografia

- [1] L. Paracchini, *Manuale di trattamenti e finiture*, Tecniche nuove, Milano, 2003.