

## Ricerca del migliore compromesso delle caratteristiche meccaniche degli acciai per utensili a caldo dopo bonifica. Comportamento della tenacità per effetto dei tempi prolungati alle temperature della nitrurazione

L. Cislaghi, D. Mattavelli

*La bonifica degli acciai per utensili a caldo rende stabile il comportamento termomeccanico dovuto allo stress a cui sono sottoposti i componenti per pressocolata o stampaggio a caldo. L'interesse di questo studio è rivolto a tutti i margini di miglioramento industrialmente applicabili tramite trattamento termico per ottenere una resa ed una performance che rispettino le attese anche a fronte di differenti stati di fornitura del materiale. Utensili e stampi, dopo trattamento termico e finitura, sono spesso nitrurati. Indipendentemente dal metodo, la nitrurazione sottopone il pezzo a temperature site nell'intervallo della fragilità da rinvenimento con più lunghe permanenze. L'indagine è stata anche condotta con lo scopo di verificare in che modo ed in quale misura sia influenzata la tenacità di un materiale bonificato con durezza e resilienza caratteristiche di uno stampo di pressocolata simulando la tipica temperatura e i tempi adottati per la nitrurazione*

**Keywords:** Carburi - Solubilizzazione - Ricottura isoterma - Tenacità - Fragilità da rinvenimento

### INTRODUZIONE

La scelta di un acciaio per la costruzione di parti meccaniche di stampi per pressocolata o stampaggio a caldo è vincolata alla composizione chimica e alle caratteristiche di fornitura, sia per quanto riguarda l'integrità e la purezza del materiale, sia per quanto riguarda la sua omogeneità microstrutturale. Cromo, molibdeno e vanadio sono gli elementi fondamentali che determinano le proprietà di resistenza a caldo. Sin da quando il materiale è colato e poi forgiato, questi tre elementi si legano al carbonio con precipitazione di carburi di differente morfologia in funzione della loro temperatura e tempo di formazione, e quindi delle temperature e tempi di forgiatura. Lo stato di lavorabilità finale è fornito da una ricottura che determina la formazione e distribuzione di carburi globulari contenenti la maggiore frazione di elementi leganti nella microstruttura cristallina.

Considerando la forgiatura come un vero trattamento termico accompagnato da una deformazione plastica, è chiaro che i tempi di passaggio da alte temperature a temperature più basse sono tra i fattori primari che determinano la qualità dell'acciaio, proprio perché sono attraversate in continuo le temperature di esistenza dei carburi [1].

La nucleazione e la distribuzione dei composti appartiene anche allo stato del materiale prima della forgiatura, che, per quanto possa essere condotta con metodi adeguati, può presentare disomogeneità, se già erano presenti tutte le condizioni per facilitarla.

Lo stato finale prima della lavorazione meccanica non nasce quindi solo dai metodi di ricottura, ma è concreta natura sia di come il materiale era sin dall'inizio, sia di come l'acciaio è stato forgiato.

### BONIFICA

- La bonifica della maggior parte degli acciai di questa classe segue le indicazioni delle normative (ISO 4957) e delle acciaierie. Generalmente la temperatura di austenitizzazione è tra 1010 e 1050 °C, ad esclusione di casi in cui l'acciaio è elaborato e forgiato con tecnologie speciali, in cui la temperatura può essere più bassa con valore indicato dall'acciaieria stessa.

**L. Cislaghi - D. Mattavelli**

T.T.N. S.p.A.

Via 1° Maggio, 30 - 20014 Nerviano (MI)

- Lo spegnimento è eseguito con metodo diretto o scalare (martempering [2]) in funzione della tecnologia di tempra, delle dimensioni dei pezzi e dell'acciaio stesso.
- Il rinvenimento segue tre step: il primo nell'intorno dell'indurimento secondario, il secondo alla temperatura per ottenere la durezza desiderata ed il terzo per una finale distensione. È stato tuttavia dimostrato che, anche discostandosi completamente da questo metodo di condurre i rinvenimenti, si raggiungono i medesimi risultati [3].

La temperatura di austenitizzazione genera il fenomeno di dissoluzione parziale o completa dei carburi e può causare la crescita delle dimensioni del grano cristallino rispetto allo stato di partenza. Stabilito quindi il metodo di rinvenimento per ottenere la durezza desiderata dopo bonifica, le proprietà meccaniche intrinseche, resilienza e resistenza a caldo, sono dettate quindi da tre fattori: le condizioni di fornitura, la temperatura di austenitizzazione e ciò che avviene nel materiale nel corso del raffreddamento in continuo, compreso il metodo scalare.

## INDURIMENTO SECONDARIO E TEMPERATURA DI NITRURAZIONE

L'indurimento secondario [4] è correlato con la precipitazione di carburi che forniscono resistenza al materiale, ma provocano anche il suo infragilimento.

Questo effetto è normalmente ridotto al minimo o annullato dal secondo rinvenimento a temperatura più alta. Tuttavia, quando i particolari sono sottoposti a nitrurazione, la temperatura del trattamento termochimico, se eseguito tra 510 e 530 °C, riporta l'acciaio nello stesso intervallo a cui si sviluppa il suo infragilimento. Poiché i tempi di nitrurazione possono essere molto lunghi, quando si vuole ottenere su parti stampanti una maggiore profondità di resistenza alla fatica termica, è plausibile che nel corso del processo si verifichi un ritorno dell'infragilimento. Ha una fondamentale importanza sapere in che misura questo fenomeno si verifichi e se la temperatura di nitrurazione abbia un effetto deleterio, trascurabile o, al contrario, benefico.

## TRATTAMENTI TERMICI

### Alterazione delle condizioni di partenza ed analisi di confronto

Per investigare a fondo su come una condizione di partenza possa influenzare i risultati dopo il trattamento termico, sono stati scelti N.8 campioni tondi diametro 60 mm, lunghezza 70 mm di AISI H11. I campioni sono stati estratti dal pieno di una barra già bonificata di un forgiato accettabile, ma non di qualità. Su questi sono stati eseguiti trattamenti termici mirati ad ottenere diverse condizioni iniziali.

Lo scopo principale è il confronto dopo bonifica tra uno stato di completa solubilizzazione dei carburi, uno stato di solubilizzazione e rigenerazione della microstruttura, uno

stato di sola ricottura ed uno stato di ricottura e rigenerazione. Per riuscire in una completa solubilizzazione, è stato necessario imporre una temperatura superiore rispetto a quella classica di austenitizzazione, tenendo soprattutto in considerazione che i carburi di vanadio si dissolvono completamente a temperature molto alte.

La rigenerazione della struttura cristallina è stata condotta con il metodo della ricottura isoterma, che permette la decomposizione del grano austenitico con formazione di cristalli più fini [5,6]. Gli otto campioni sono stati poi temprati con lo stesso metodo, distinguendo le temperature di rinvenimento allo scopo di ottenere valori di durezza differenti. Quattro campioni sono stati portati ad una durezza di 43.3-43.8HRC, mentre gli altri quattro ad una durezza più alta, 44.5-46HRC. La tabella 1 mostra tutto lo spettro dei trattamenti termici eseguiti sui campioni e le durezze riscontrate.

Campione	1° Trattamento Termico	2° Trattamento Termico	3° Trattamento Termico	Durezza (HRC)
RB1	Ricottura	//	Bonifica 1	43.4
RRB1	Ricottura	Ricottura isoterma		43.6
SB1	Solubilizzazione	//		43.8
SRB1	Solubilizzazione	Ricottura isoterma		43.3
RB2	Ricottura	//	Bonifica 2	45.4
RRB2	Ricottura	Ricottura isoterma		44.5
SB2	Solubilizzazione	//		45.5
SRB2	Solubilizzazione	Ricottura isoterma		46

**Tab. 1 - Trattamenti termici analisi di confronto tra differenti condizioni iniziali**  
**Chiave di Lettura // = Nessun Trattamento Termico**

*Table 1 - Heat Treatments and comparison analysis of the different supplying condition*  
*Key // = No Heat Treatment*

La solubilizzazione ad alta temperatura rende più omogeneo il materiale, ma causa l'ingrossamento del grano: la rigenerazione è quindi un passo necessario, ma comporta l'attraversamento dell'intervallo di temperature di esistenza dei carburi. Tramite la ricottura isoterma, se non accade nel corso del raffreddamento alla temperatura a cui si ha la maggiore capacità di trasformazione da austenite a ferrite e carburi, si verifica nel corso della permanenza l'inevitabile formazioni di carburi.

### Temperatura di nitrurazione: 520 °C

N.5 tondi delle stesse dimensioni ed estratti dalla stessa barra sono stati bonificati in un'unica carica industriale a 44.1 HRC. Uno di questi è stato preservato, gli altri quattro

sono stati sottoposti separatamente ad una temperatura di 520 °C per 10, 30, 70 e 120 ore.

In questo modo è stato possibile verificare il discostamento dalle caratteristiche di un pezzo già bonificato in considerazione di un progressivo tempo di esposizione a questa temperatura caratteristica della nitrurazione. La tabella 2 mostra i dati essenziali dei trattamenti termici.

Campione	1° Trattamento Termico	2° Trattamento Termico Temperatura	2° Trattamento Termico Tempo (h)
AS	Bonifica	//	//
1		520 °C	10
3			30
7			70
12			120

**Tab. 2 - Trattamenti termici dei campioni sottoposti a 520 °C**

**Chiave di Lettura // = Nessun Trattamento Termico.**

**AS = campione non sottoposto alla temperatura di 520 °C**

Table 2 - Heat Treatment of the samples submitted to 520 °C  
Key // = No Heat Treatment AS = Sample just hardened and not submitted to 520 °C

## RISULTATI

### Alterazione delle condizioni di partenza ed analisi di confronto

Sui campioni sono state eseguite prove di resilienza con intaglio a V a temperatura ambiente, ispezione visiva della frattura ed analisi metallografica. La tabella 3 riporta i dati dei valori riscontrati dopo le prove meccaniche.

Le Figg. 1- 4 mostrano immagini relative a fratture ed ispezione visiva.

Nelle Figg. 1a e 1b è visibile per i due campioni RB1 ed RRB1 un comportamento principalmente plastico con frattura tipo duttile e tracce di fragilità. Il campione RRB1 (Fig. 1b) ha un comportamento più plastico.

La frattura del campione SB1 (Fig. 2a) evidenzia una marcata grossolanità con comportamento di tipo fragile ed intergranulare. Differente aspetto presenta invece il campione SRB1 (Fig. 2b), con carattere più fine e presenza di una più chiara duttilità.

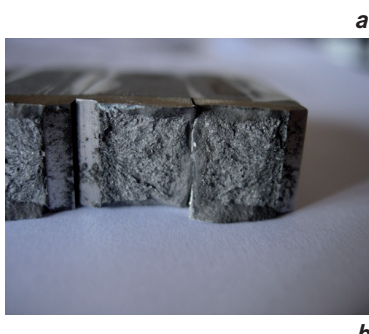
Il campione RB2 (Fig. 3a) offre una superficie di frattura tendenzialmente grossolana e fragile, mentre il campione RRB2 (Fig. 3b) mostra una frattura più fine, ma con comportamento misto.

La frattura SB2 (Fig. 4a) è comparabile a quanto si riscontra nel campione SB1. Tale condizione non appare per il campione SRB2 (Fig. 4b).

Campione	Resilienza Kv (J)	Avg. (J)
RB1	21-22-24	22
RRB1	21-25-26	24
SB1	15-18-20	18
SRB1	25-27-31	28
RB2	10-10-11	11
RRB2	12-17-17	15
SB2	10-12-13	12
SRB2	17-18-18	18

**Tab. 3 - Risultati prove meccaniche di resilienza sui campioni sottoposti a differenti condizioni iniziali prima della bonifica**

Table 3 - Impact strength results of the samples submitted to different starting condition before the hardening



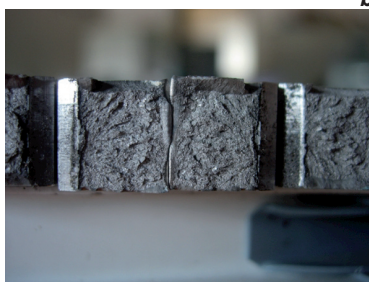
**Fig. 1 - a) Frattura Campione RB1 Kv 21 J; b) Frattura Campione RRB1 Kv 25J**

Fig. 1 - a) RB1 Sample Fracture Kv 21 J; b) RRB1 Sample Fracture Kv 25J



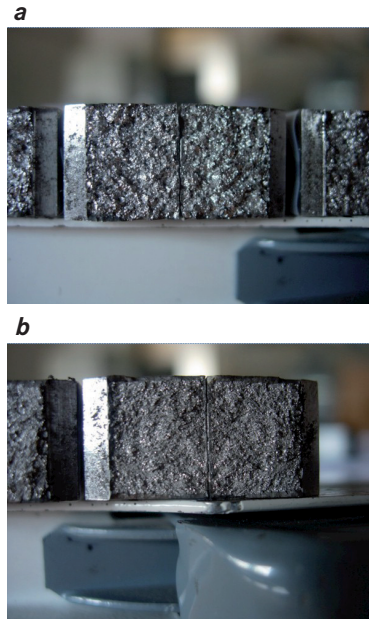
**Fig. 2 - a) Frattura Campione SB1 Kv 15J; b) Frattura Campione SRB1 Kv 31J**

Fig. 2 - a) SB1 Sample Fracture Kv 15J; b) SRB1 Sample Fracture Kv 31



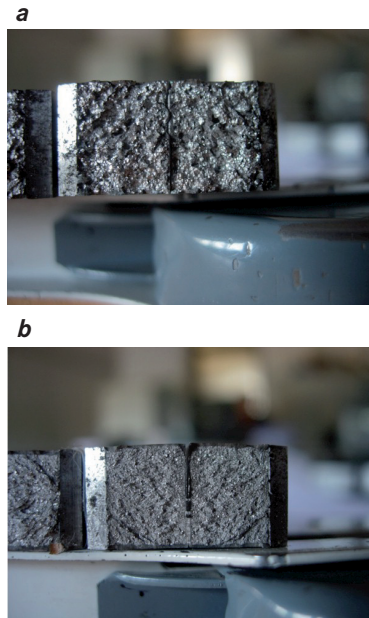
**Fig. 3 – a) Frattura Campione RB2 Kv 10J; b) Frattura Campione RRB2 Kv 17J**

Fig. 3 – a) RB2 Sample Fracture Kv 10J; b) RRB2 Sample Fracture Kv 17J



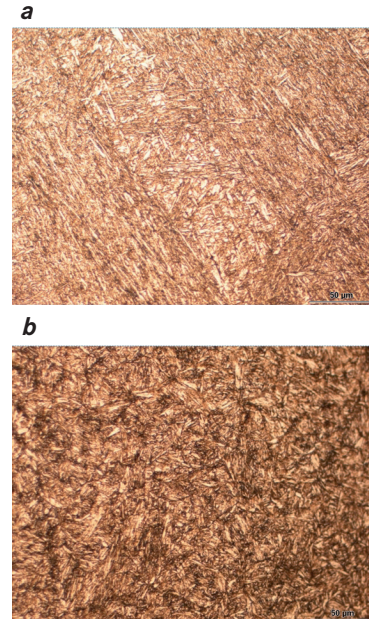
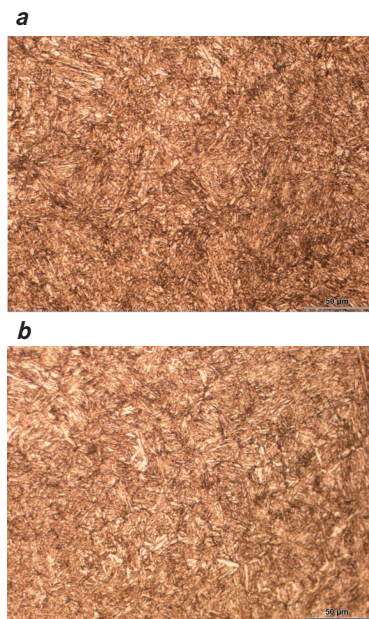
**Fig. 4 – a) Frattura Campione SB2 Kv 10J; b) Frattura campione SRB2 Kv 17J**

Fig. 4 – a) SB2 Sample Fracture Kv 10J; b) SRB2 Sample Fracture Kv 17J



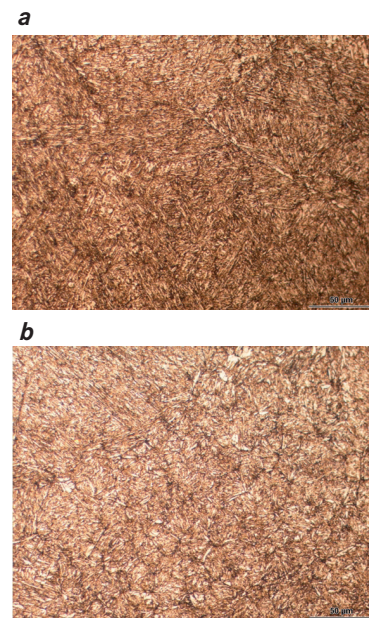
**Fig. 5 – a) Micrografia del Campione RB1 Kv 21 J; b) Micrografia Campione RRB1 Kv 25J**

Fig. 5 – a) RB1 Sample Micrograph Kv 21 J; b) RRB1 Sample Micrograph Kv 25J



**Fig. 6 – a) Micrografia Campione SB1 Kv 15J; b) Micrografia Campione SRB1 Kv 31J**

Fig. 6 – a) SB1 Sample Micrograph Kv 15J; b) SRB1 Sample Micrograph Kv 31J



**Fig. 7 – a) Micrografia Campione RB2 Kv 10J; b) Micrografia Campione RRB2 Kv 17J**

Fig. 7 – a) RB2 Sample Micrograph Kv 10J; b) RRB2 Sample Micrograph Kv 17J

Le Figg. 5-8 mostrano le micrografie dei campioni con attacco acido Nital 2%. La loro microstruttura è costituita da martensite rinvenuta. I campioni RB1 (Fig. 5a) ed RRB1 (Fig. 5b) hanno caratteristiche simili, con tuttavia maggiore finezza per il campione RRB1.

Il campione SB1 (Fig. 6a) mette alla luce una grossolanità che non si riscontra nel campione SRB1 (Fig. 6b). Tale comportamento rispecchia quanto riscontrato sulla superficie di frattura.

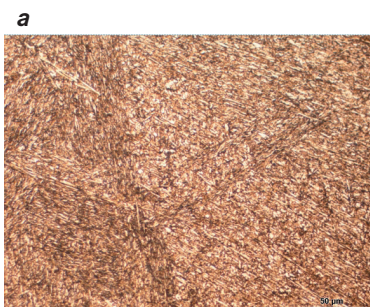
La microstruttura dei campioni RB2 (Fig. 7a) evidenzia una forma di parziale grossolanità non più presente nel campione RRB2 (Fig. 7b).

Come per i campioni SB1 ed SRB1, anche in questo caso si ha un sostanziale miglioramento della microstruttura da SB2 (Fig. 8a) ad SRB2 (Fig. 8b).

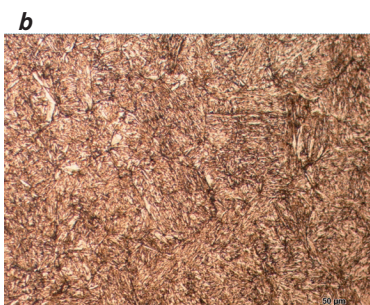
La Fig. 9 mostra le micrografie di due campioni con attacco acido Murakami.

La micrografia KRB1 del campione RB1, ricotto bonificato, mostra un aggregato di fini carburi indisciolti ad una cor-

**Fig. 8 - a) Micrografia Campione SB2 Kv 10J; Micrografia Campione SRB2 Kv 25J**



*Fig. 8 - a) SB2 Sample Micrograph Kv 10J; b) SRB2 Sample Micrograph Kv 25J*

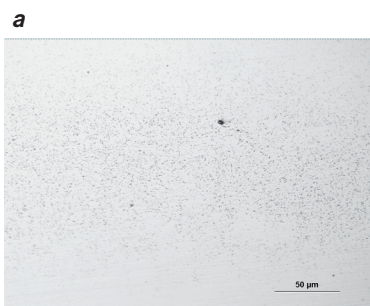


Campione	Durezza (HRC)	Resilienza Kv (J)	Avg (J)
AS	44.1	21-18-24	21
1 - 10 ore	44.1	27-20-23	23
3 - 30 ore	44.0	28-30-21	27
7 - 70 ore	43.3	30-30-28	29
12 - 120 ore	42.9	31-31-28	30

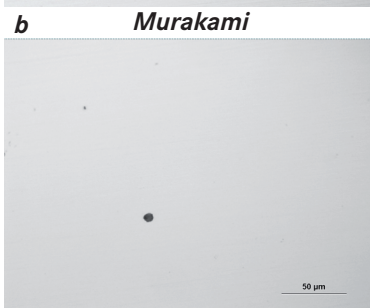
**Tab. 4 - Risultati prove meccaniche di resilienza sui campioni sottoposti a differenti tempi di esposizione alla temperatura di 520 °C**

*Table 4 - Impact Strength and Hardness results of the samples submitted at different nitriding stays: temperature 520 °C*

**Fig. 9 - a) Micrografia KRB1 Campione RB1 Kv 21 J; b) Micrografia KSB1 Campione SB1 Kv 15J**



*Fig. 9 - a) SB2 Sample Micrograph Kv 10J; b) SRB2 Sample Micrograph Kv 25J*



**Murakami**

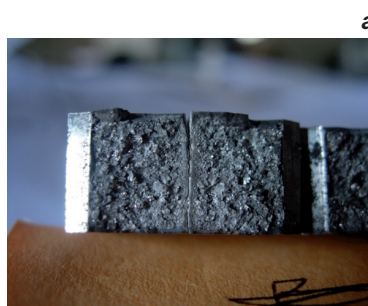
retta temperatura di austenitizzazione (1020 °C): questi sono completamente scomparsi dopo la solubilizzazione ad alta temperatura. La micrografia KSB1 del campione SB1 evidenzia solo un'inclusione non metallica.

### Temperatura di nitrurazione: 520 °C

La tabella 4 riporta i valori di durezza e resilienza con intaglio a V a temperatura ambiente del campione AS, cioè solo bonificato, e dei campioni 1, 3, 7 e 12, sottoposti a differenti tempi di esposizione alla temperatura di 520 °C. Le Figg. 10 e 11 documentano la superficie di frattura.

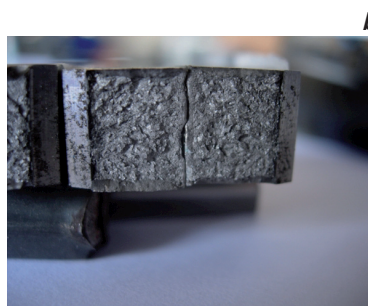
La frattura del campione AS (Fig. 10a) è di carattere misto, ma con tendenza alla grossolanità ed evidenti dimples. Tale grossolanità è ancora presente nella frattura del campione 1 (Fig. 10b), dove tuttavia è visibile un inizio di plasticità e duttilità.

Le fratture del campione 3 e del campione 12 possono



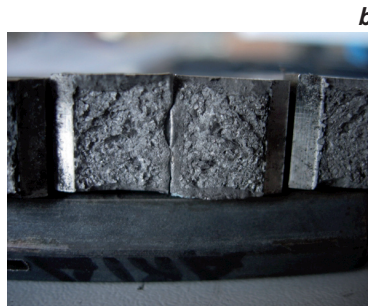
**Fig. 10 - a) Frattura Campione AS Kv 18J; b) Frattura Campione 1 Kv 23J**

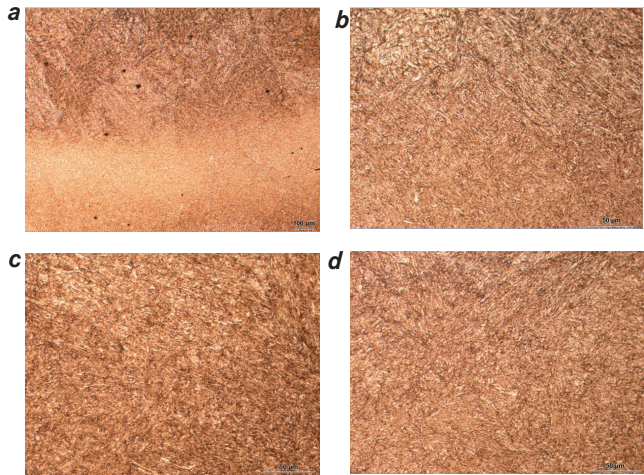
*Fig. 10 - a) AS Sample Fracture Kv 18J; b) Sample 1 Fracture Kv 23J*



**Fig. 11 - a) Frattura Campione 3 Kv 28J; b) Frattura Campione 12 Kv 31J**

*Fig. 11 - a) Sample 3 Fracture Kv 28J; b) Sample 12 Fracture Kv 31J*





**Fig. 12 – a) Micrografia Campione AS Kv 18J; b) Micrografia Campione AS Kv 18J; c) Micrografia Campione 3 Kv 28J; d) Micrografia Campione 12 Kv 31J**

Fig. 12 – a) AS Sample Micrograph Kv 18J; b) AS Sample Micrograph Kv 18J; c) Sample 3 Micrograph Kv 28J; d) Sample 12 Micrograph Kv 31J

considerarsi comparabili, e sono visibili i tratti di una maggiore plasticità e duttilità.

Le Figg.12a-12d mostrano le micrografie dopo attacco acido Nital 2%.

Le micrografie del campione AS, come anche quelle degli altri campioni (Fig. 12), sono rappresentative di una microstruttura completamente martensitica: sono visibili disomogeneità provenienti dallo stato di partenza.

## CONCLUSIONI

### **Alterazione delle condizioni di partenza ed analisi di confronto**

- I dati delle prove meccaniche, la morfologia della frattura e le micrografie mettono alla luce differenti situazioni. Il fatto principale è il miglioramento della tenacità di una microstruttura rigenerata.
- La più chiara evidenza è l'incremento del valore di resilienza proveniente da solubilizzazione e rigenerazione. La temperatura scelta ha consentito un miglioramento nell'omogeneità, portando in soluzione nella microstruttura gli elementi di lega fondamentali, cromo, molibdeno e vanadio, indispensabili per la resistenza a caldo. La ricottura isoterma ha determinato una nuova e necessaria formazione di finezza microstrutturale.
- Questi due passaggi hanno quindi posto il materiale in uno stato che facilita alla bonifica, cioè lo step finale del trattamento termico, il concreto miglioramento delle proprietà dell'acciaio per rispondere agli stress di esercizio.
- È stato dimostrato che una temperatura di austenitizzazione corretta di 1020°C non disciolse tutti i tipi di carburi provenienti dallo stato di fornitura, micrografia

KRB1 ricotto e bonificato, ma che per fare questo occorre salire a temperature più alte: micrografia KSB1 solubilizzato e bonificato.

- Va tenuto in considerazione che, confrontando i valori di resilienza delle bonifiche B1 e B2, è riscontrata la sensibilità al calo della tenacità al crescere della durezza (SRB1 28J Avg. durezza 43.3HRC Vs. SRB2 18J Avg. durezza 46.0 HRC): questo fenomeno è meno evidente, ma sempre presente, nei materiali di maggiore qualità e già di partenza più omogenei. È molto probabile che tale sensibilità cresca al crescere di condizioni di fornitura molto critiche.

### **Temperatura di nitrurazione: 520 °C**

- La temperatura di 520 °C con tempi di permanenza lunghi non ha un effetto deleterio sulla resilienza, ma benefico. Ciò accade quando si ha un graduale, ma modesto, calo della durezza (campione AS solo bonificato a 44.1 HRC e 21J Avg. Vs. campione 7 con durezza 43.3 HRC e 29J Avg.). Per tempi più brevi il materiale rimane molto stabile: i valori medi di resilienza del campione AS solo bonificato e del campione N.1 10 ore a 520 °C sono comparabili (campione AS 21J Avg. Vs. campione N.1 23J Avg , durezza invariata 44.1 HRC).
- È chiaro perciò che la temperatura di 520 °C determina con un fenomeno di iper-invecchiamento la sola coalescenza dei carburi già precipitati dopo il primo rinvenimento.

## BIBLIOGRAFIA

- 1] J.H. Stuhl, A.M. Schindler. New materials study of 5% chromium type Steel G T75 053. Detroit 17-20 Marzo 1975
- 2] ASM Handbook, Vol.4
- 3] D. Mattavelli, M.Pirovano, L.Cislaghi. Acciaio da lavorazione a caldo H11 bonificato: incidenza della struttura e delle dimensioni del grano sulla tenacità. Convegno nazionale trattamenti termici 2009
- 4] H.K.D.H Bhadeshia, R.Honeycombe. Steels : Microstructure and Properties
- 5] C. Zener. Kinetics of the decomposition of austenite. Trans. AIME, Vol.167, p.550 (1946)
- 6] A.Hultgren. Isothermal transformation of austenite. Trans. ASM, Vol.29, p.915 (1947)

## A study of the best compromise of the mechanical properties of the hot work tool steels after hardening. Behaviour of the toughness as effect of the long times at the typical temperatures of the nitriding

**Keywords:** Carbides - Solution Annealing - Isothermal annealing - Toughness - Temper embrittlement

The hardening of the hot-work tool steels makes stable the thermo-mechanical behaviour due to the stress the parts for die-casting and hot forming are submitted to. The focus of this study is directed to all the industrially applicable improvements coming from the heat treatment in order to obtain yield and performance that meet expectations despite of different supplying conditions. Tools and moulds, after heat treatment and machining, are often nitrided. Regardless the method, the nitriding submits the part to temperatures in the range of the tempering embrittlement for longer stays. The survey was also conducted to understand how and to what extend the toughness of a quenched and tempered material, with the die-casting mould hardness and impact strength features, could be influenced by simulating the typical temperature and time used for the nitriding process.