

POLITECNICO DI MILANO

Scuola di Ingegneria Industriale e dell'Informazione

Corso di Laurea Magistrale in
Ingegneria Meccanica



Caratteristiche di strati nitrurati ottenuti su acciai speciali da costruzione

Relatore: Prof. Marco Virginio BONIARDI

Correlatore: Ing. Andrea CASAROLI

Tesi di Laurea di:

Samuele ARNABOLDI

Indice

Introduzione	1
I Parte teorica	3
1 Nozioni generali sugli acciai	5
1.1 Generalità	5
1.2 Ferro: forme allotropiche e punti critici	5
1.3 Diagramma ferro carbonio	7
2 Trattamenti termici	13
2.1 Generalità sui trattamenti termici	13
2.1.1 Punti critici	14
2.1.2 Trasformazioni strutturali dell'austenite al raffreddamento	16
2.1.3 Trasformazioni strutturali isotermeche ed anisotermeche . .	20
2.2 Trattamenti termici di interesse applicativo	34
2.2.1 Trattamenti che prevedono un riscaldamento a temperature superiori ai punti critici	34
2.2.2 Trattamenti a temperature inferiori all'intervallo critico senza variazioni di fasi	43
2.2.3 Trattamenti termochimici di diffusione	48
	iii

II	Parte sperimentale	53
3	Parte sperimentale	55
3.1	Introduzione	55
3.2	Piano sperimentale	56
3.3	Preparazione dei campioni	58
3.4	Variazione di finitura superficiale	62
3.4.1	Conclusioni sull'analisi del peggioramento della finitura superficiale	68
3.5	Profili di durezza	69
3.5.1	Conclusioni sulle analisi svolte dai dati dei profili di durezza	104
3.6	Prove di scratch	107
4	Analisi di laboratorio	109
4.1	Analisi chimica	109
4.2	Analisi metallografica	110
4.2.1	Preparazione dei campioni	110
4.2.2	Analisi al microscopio ottico	111
4.3	Analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM)	130
4.3.1	Analisi morfologica dello strato poroso e compatto	130
4.3.2	Analisi morfologica della superficie nitrurata	132
4.3.3	Analisi delle impronte di scratch	134
4.4	Conclusioni sulle analisi di laboratorio	144
5	Conclusioni	147
	Ringraziamenti	149
	Bibliografia	151

Sommario

Nella realtà industriale è pratica comune svolgere il trattamento termico di nitrurazione su tipologie di acciai speciali da costruzione non studiati appositamente per il trattamento. In questo elaborato vengono caratterizzati gli effetti derivanti dallo svolgimento del processo al variare dei fattori *materiale*, *trattamento termico* e *finitura superficiale* propedeutici allo stesso. Nel particolare si studiano le proprietà meccaniche e le modificazioni morfologiche della coltre bianca e della sottostante zona di diffusione. A tale scopo sono state eseguite diverse tipologie di analisi (analisi della varianza, analisi metallografica, analisi SEM) che evidenziano come il tenore degli elementi di lega e la microstruttura cristallina condizionino la diffusione dell'azoto nell'acciaio.

Abstract

This work reflex the industrial problematic to perform the nitriding heat treatment on different kind of steels that have not been developed to be nitrided. In this dissertation are examined the effects of *material*, *heat treatment* and *surface roughness* factors on the nitriding process. In particular the mechanical properties and the morphological modifications of the compound layers (white layer) and of the effective nitriding thickness are studied. For this purpose several methods of analysis have been performed (analysis of the variance, metallographic and scanning electron microscopy analysis) to show how the diffusion of nitrogen into the substrates of the steel changes in relation to the chemical compositions and microstructural characteristics.

Introduzione

Nel mondo industriale è abitudine svolgere il trattamento termico di nitrurazione su tipologie di acciai speciali da costruzione non studiati appositamente per essere sottoposti allo stesso. In questo lavoro di tesi si pone l'obiettivo di indagare gli effetti derivanti dal cambiamento dei parametri, propedeutici al processo di nitrurazione, sui quali generalmente si opera per ottimizzarne il rendimento.

Dopo aver definito i fattori del piano sperimentale si passa alla descrizione del processo che ha portato all'ottenimento dei provini sui quali si sono successivamente svolte diverse prove meccaniche. Il primo parametro studiato è il cambiamento di rugosità delle superfici dei campioni a valle del trattamento termico di nitrurazione; successivamente si espongono ed analizzano i dati derivanti dai profili di durezza ricavati dalle diverse repliche del piano sperimentale, in modo da studiare le caratteristiche della zona di diffusione al di sotto della superficie nitrurata. Si passa poi all'analisi metallografica ed al microscopio elettronico a scansione di elettroni (SEM) con i quali si indagano le modificazioni morfologiche e le proprietà meccaniche della coltre bianca dall'osservazione delle impronte tracciate dalla prova meccanica di scratch.

Capitolo 3

Parte sperimentale

3.1 Introduzione

Come precedentemente accennato, uno degli obiettivi di questo lavoro di tesi è quello di indagare circa l'influenza dei fattori *materiale*, *trattamento termico* e *rugosità* sulle proprietà meccaniche degli acciai presi in considerazione. Nel particolare si vogliono studiare gli effetti dei fattori considerati nella successiva analisi della varianza sulle caratteristiche della coltre bianca e della sottostante zona di diffusione formatasi a valle del trattamento termico di nitrurazione. Nel mondo industriale esistono diverse abitudini, talvolta la coltre bianca che ricopre la superficie degli acciai trattati viene considerata in modo positivo; talvolta, in talune applicazioni, essa viene eliminata prima della messa in esercizio del componente. In questo manoscritto si elabora un piano sperimentale atto a studiare i cambiamenti delle proprietà e della morfologia delle superfici degli acciai presi in considerazione al variare delle diverse condizioni sperimentali. Si sono scelti come fattori i parametri sui quali generalmente, nella realtà industriale, si agisce quando si svolge il trattamento termico di nitrurazione in modo da caratterizzare gli effetti degli stessi sulle proprietà della coltre bianca e del substrato ricco di nitruri.

Per ottenere dei parametri di valutazione oggettivi dell'esperimento svolto i

risultati ottenuti sono poi elaborati con Minitab 17, programma con il quale si sono svolte le analisi ANOVA, utilizzando come risposte i valori derivanti dalle prove meccaniche al fine di indagare circa l'influenza dei fattori considerati nel piano sperimentale costruito.

3.2 Piano sperimentale

In fase di progettazione dell'esperimento si è scelto di svolgere un piano fattoriale completamente casualizzato. I fattori sui quali si agisce nello studio del modello statistico sono:

Materiale

Sono stati adottati due diversi tipi di acciaio: *42CrMoS4*, che è un tipico acciaio da bonifica, e *20MnCrS5* che è un acciaio da cementazione. Lo scopo della tesi è studiare gli effetti della nitrurazione al variare di diversi fattori, per il fattore materiale si sono scelti due acciai di uso diffuso sui quali si svolge il trattamento nonostante non siano stati studiati per lo stesso.

Trattamento termico

Per quanto riguarda il fattore trattamento termico l'analisi è stata svolta utilizzando quattro livelli: trattamento di tempra con raffreddamento in olio seguito da rinvenimento svolto ad una temperatura di 550 °C, tempra con raffreddamento in olio seguita da rinvenimento a 600 °C, trattamento termico di normalizzazione svolto a 850 °C ed infine normalizzazione eseguita ad una temperatura di 1050 °C.

Finitura superficiale

Per questo fattore sono stati utilizzati due livelli: $R_a=0,2 \mu\text{m}$ e $R_a=0,8 \mu\text{m}$. La scelta dei valori è stata presa considerando i tipici valori di rugosità derivanti dalle lavorazioni meccaniche di rettifica e lappatura, generalmente eseguite a monte del trattamento di nitrurazione. Da un punto di vista dell'analisi ANOVA, i livelli

sono stati scelti in modo da garantire una differenza sufficientemente netta per poterne apprezzarne l'effetto nei risultati dell'esperimento.

Il piano costruito è quindi composto da 16 condizioni sperimentali. Durante il lavoro di tesi verranno eseguite diverse analisi ANOVA basate sulle prove di scratch e sui valori dei profili di durezza. Per questi ultimi sono state svolte 3 repliche¹ per ogni condizione sperimentale, per un totale di 48 campioni. È stato dunque necessario introdurre una opportuna codifica in modo tale da poter identificare in modo univoco ogni campione. La codifica è composta indicando in sequenza il materiale [A per il *20MnCrS5* e B per il *42CrMoS4*], il trattamento termico eseguito [TR per tempra e rinvenimento e N per normalizzazione], la temperatura del trattamento [°C], la finitura superficiale del campione espressa in R_a [μm]² ed il numero della replica. Ad esempio il codice *A - TR550 - 02 - 1* individua la prima replica di un campione di *20MnCrS5* temprato e rinvenuto a 550°C con una rugosità $R_a=0,2 \mu\text{m}$.

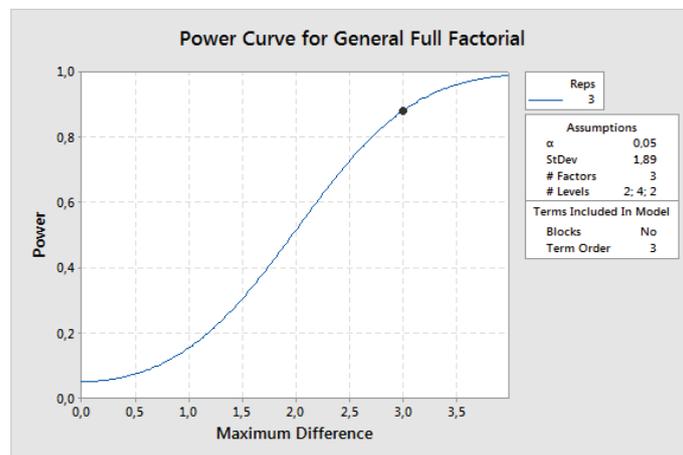


Figura 3.1: Potenza del test.

¹Il numero delle repliche garantisce una potenza del test superiore al 90%.

²È stato omesso il separatore decimale dopo lo zero.

3.3 Preparazione dei campioni

In questo paragrafo si espone la procedura sperimentale adottata per la realizzazione dei provini. I campioni sono ricavati a partire da barre di un metro di lunghezza reperite da un fornitore esterno. Nello specifico le barre sono state realizzate attraverso un processo di trafilatura a freddo e successivo taglio meccanico, questo aspetto si rifletterà sulla dimensione dei grani cristallini a seguito dei trattamenti termici eseguiti. Dal materiale a disposizione si sono ricavate, con una troncatrice a disco, delle barrette da 160 millimetri di lunghezza circa, così da poter trattare in modo omogeneo le repliche di provini caratterizzate dal medesimo materiale, trattamento termico e finitura superficiale. La lunghezza dei semilavorati è stata scelta tenendo in considerazione:

- La realizzazione di quattro repliche da 32 millimetri di altezza ciascuno;
- Di uno spessore di circa 2 millimetri del disco della troncatrice;
- Dell'eliminazione di 10 millimetri di materiale ad ogni estremità della barretta.

Si vuole sottolineare che, da un punto di vista teorico, le diverse repliche avrebbero dovuto subire i trattamenti termici singolarmente; da un punto di vista pratico ciò è stato impossibile da realizzare, data la quantità di tempo e materiale richiesti, e tenendo in considerazione il tempo di immobilizzo dei forni del laboratorio nel quale si sono svolti tutti i trattamenti.

Durante l'operazione di taglio si è riposta particolare cautela affinché le superfici di interesse non subissero alterazioni microstrutturali. A tale scopo la zona di taglio viene raffreddata da un flusso di acqua miscelata con additivo oleoso idrosolubile, per protezione del disco contro la corrosione, e per evitare il surriscaldamento del materiale in esame con la formazione di una zona termicamente alterata che potrebbe falsare i risultati della sperimentazione.

Completata la fase di taglio meccanico le barrette sono trattate termicamente, così come delineato nella fase di definizione del set up sperimentale. I trattamenti

sono stati svolti inserendo nel forno due barrette alla volta, in modo da escludere l'influenza di una eventuale autocorrelazione temporale all'interno dei campioni dello stesso materiale caratterizzati dallo stesso trattamento termico. L'ordine di esecuzione dei trattamenti è stato completamente casualizzato e questi sono stati operati su tutti i campioni con gli stessi forni. Questa accortezza è utile per escludere l'influenza dei fattori macchina con l'effetto dei fattori in analisi.

I trattamenti di tempra sono svolti inserendo nel forno due barrette dello stesso materiale ad una temperatura di 850 °C per due ore. Il raffreddamento è operato in olio, onde evitare eccessivi shock termici con possibile innesco di cricche e conseguente perdita dei campioni. Il raffreddamento in olio è realizzato ponendo in movimento relativo il pezzo rispetto al fluido. Terminata l'operazione di tempra le barrette sono inserite nuovamente in forno alle temperature di 550 °C o 600 °C, a seconda della condizione sperimentale considerata, per altre due ore per eseguire il successivo trattamento di rinvenimento. La fase di raffreddamento, relativa a quest'ultimo trattamento, è operata lasciando raffreddare le barrette in aria all'interno del laboratorio.

Le normalizzazioni sono svolte portando il forno alle temperature di 1050 °C e 850 °C ed inserendo per due ore le rispettive barrette di materiale. La fase di raffreddamento è realizzata lasciando riposare le barrette in aria all'interno del capannone dove sono ubicati i forni utilizzati.

All'interno del forno le barrette sono appoggiate in diagonale, tra la base dello stesso ed un mattone di materiale refrattario, in modo da agevolare il loro recupero terminato il trattamento e minimizzare i punti di contatto tra materiale e pareti del forno. Data la dimensione delle barrette, durante la fase di mantenimento la temperatura delle stesse è considerata costante, quindi i campioni sono caratterizzati da uniformità di trattamento.

Tutte le fasi di raffreddamento sono svolte facendo particolare attenzione al posizionamento dei pezzi su dei mattoni di materiale refrattario. Per evitare di ottenere una diversa legge di raffreddamento tra la parte centrale e gli estremi delle barrette, esse sono posizionate sui mattoni in modo da minimizzare i punti di

contatto. Si può osservare, a posteriori, che tali punti di contatto sono caratterizzati da una differente colorazione, apprezzabile ad occhio nudo, rispetto alla parte centrale. Tali porzioni delle barrette sono eliminate nella successiva fase di taglio, dove da ogni barretta da 160 mm di lunghezza si ottengono quattro campioni definitivi di 32 mm di altezza.

Una volta completata la fase di preparazione preliminare dei 48 campioni considerati nel piano, più i 16 necessari alle prove meccaniche di scratch, si passa alla successiva fase di spianatura con lo scopo di ottenere i livelli di rugosità definiti nel piano sperimentale. Inizialmente questa fase della sperimentazione è stata svolta basandosi su dei dati pregressi, derivanti da lavori precedenti. Le 64 facce dalla finitura controllata sono ottenute con spianatura manuale, usando in successione carte abrasive di diversa granulometria, in modo da ottenere i due livelli di rugosità $R_a=0,2 \mu\text{m}$ e $R_a=0,8 \mu\text{m}$ definiti nella fase di elaborazione del piano sperimentale. Dalle informazioni fornite la finitura $R_a=0,8 \mu\text{m}$ si sarebbe dovuta ottenere con l'utilizzo in successione di carte con granulometria 120, 180 e 320; mentre la rugosità $R_a=0,2 \mu\text{m}$ si sarebbe ottenuta usando in successione carte abrasive 120, 180, 320, 600 e 800. Purtroppo, nella successiva fase di controllo della rugosità superficiale, si è constatato che le finiture ottenute erano migliori di quello che ci si aspettava in un primo momento e con una dispersione elevata attorno ai valori medi raggiunti. Dal confronto con esperti di laboratorio si è riscontrato che la rugosità superficiale, ottenibile con l'utilizzo di carte abrasive, varia a seconda del tipo di materiale considerato e della specifica durezza che lo caratterizza. Gli acciai oggetto dello studio sono contraddistinti da elevata durezza, soprattutto dopo i trattamenti termici eseguiti, quindi la loro lucidatura risulta agevolata. Materiali più duttili e deformabili, come l'alluminio, sono caratterizzati da un processo di lucidatura più difficoltoso, soprattutto quando si vuole raggiungere una finitura superficiale "a specchio". La presenza di residui solidi sui panni, piuttosto che di sporco, può portare alla formazione di graffi sulle superfici in studio con il risultato di dover ripetere l'operazione di lucidatura.

I livelli di rugosità stabiliti sono ottenuti svolgendo una seconda campagna di spianatura. Per ridurre l'alta dispersione dei valori di rugosità, e per controllare in modo opportuno il processo, il lavoro è eseguito su una lucidatrice con testa automatica. La testa permette di porre in rotazione i campioni sulla carta abrasiva in movimento sul piatto della macchina. In questo modo è possibile ottenere delle superfici con rugosità controllata ed omogenea, prive di una direzione preferenziale di lavorazione. I campioni sono fissati in modo simmetrico su un piatto, il quale è successivamente fissato sulla testa della macchina lucidatrice. La testa consente di applicare un carico omogeneo su tutti i provini in lavorazione e conferisce una rotazione relativa equiversa rispetto alla rotazione della carta abrasiva sottostante. In questo modo si ottiene una spianatura uniforme e priva di direzioni preferenziali di lavorazione.

Il carico costante applicato dalla testa automatica consente di limitare in maniera efficace la dispersione dei valori di rugosità, tuttavia si ripresenta il problema di ottenere le finiture superficiali decise nella fase di elaborazione del set up sperimentale. Per giungere all'obiettivo sono stati svolti dei test su dei campioni di prova, per studiare la rugosità raggiunta al variare:

- Del carico applicato;
- Della granulometria della carta abrasiva;
- Del tempo.

Date le basse rugosità ottenute nella precedente spianatura manuale, le prove sono svolte con carte grit 80. In seguito ai test eseguiti si è giunti alle rugosità $R_a=0,2 \mu\text{m}$ e $R_a=0,8 \mu\text{m}$ con due differenti iter realizzativi: il livello basso di rugosità è stato raggiunto ponendo 3 provini alla volta sul piatto posizionale ed applicando un carico di livello 3 su 6 alla testa della macchina per circa 120 secondi per l'acciaio 20MnCrS5 e 180 secondi per il 42CrMoS4; il livello alto di rugosità è stato raggiunto ponendo in movimentazione relativa i campioni rispetto alla carta abrasiva, posizionata sul bancone del laboratorio, a mano.

La rugosità delle superfici è influenzata anche dalla condizione della carta abrasiva, una carta nuova è caratterizzata da una maggiore capacità abrasiva e quindi è possibile ottenere il livello di rugosità ricercato in un intervallo di tempo minore rispetto all'uso di una carta abrasiva usata. Carte abrasive eccessivamente usurate non consentono di raggiungere valori di rugosità maggiori di $R_a=0,1 \mu\text{m}$, poiché la granulometria delle stesse cambia completamente a causa dell'abrasione subita.

Raggiunti i livelli di finitura superficiale definiti nel piano sperimentale, verificati con un rugosimetro, e raccolti i dati relativi alla rugosità di ogni faccia oggetto di studio, si sono bulinati i campioni in modo da poterli riconoscere a valle della nitrurazione. La nitrurazione è stata svolta in un'azienda esterna all'università, dotata di forni capaci di svolgere il trattamento termico. Il processo di nitrurazione è stato svolto con tecnica a gas a doppio stadio su tutti i provini in modo uniforme poiché esso non è un fattore oggetto di studio nell'analisi della varianza. Di seguito si riportano i dati relativi al processo di nitrurazione eseguito:

	Temperatura [°C]	Tempo [h]	$\log_{10}(K_N)$
1° stadio	500	2	1,5
2° stadio	530	10	0,5

Tabella 3.1: Parametri del ciclo di nitrurazione.

3.4 Variazione di finitura superficiale

In questa sezione si espongono i risultati relativi alla variazione di finitura superficiale subita dai campioni a seguito dello svolgimento del trattamento termico di nitrurazione. Prima di operare il trattamento, la finitura superficiale di ogni provino è stata controllata con un rugosimetro in modo da registrare il livello raggiunto. I campioni sono stati puliti con acetone in modo da rimuovere eventuali tracce di sporco che avrebbero potuto alterare i valori di rugosità misurati. A seguito della nitrurazione i campioni sono stati nuovamente puliti e misurati

in modo da studiare l'eventuale variazione di finitura superficiale derivante dal trattamento. In Figura 3.2 si può osservare il diagramma che riporta la variazione di rugosità a valle del trattamento termico eseguito.

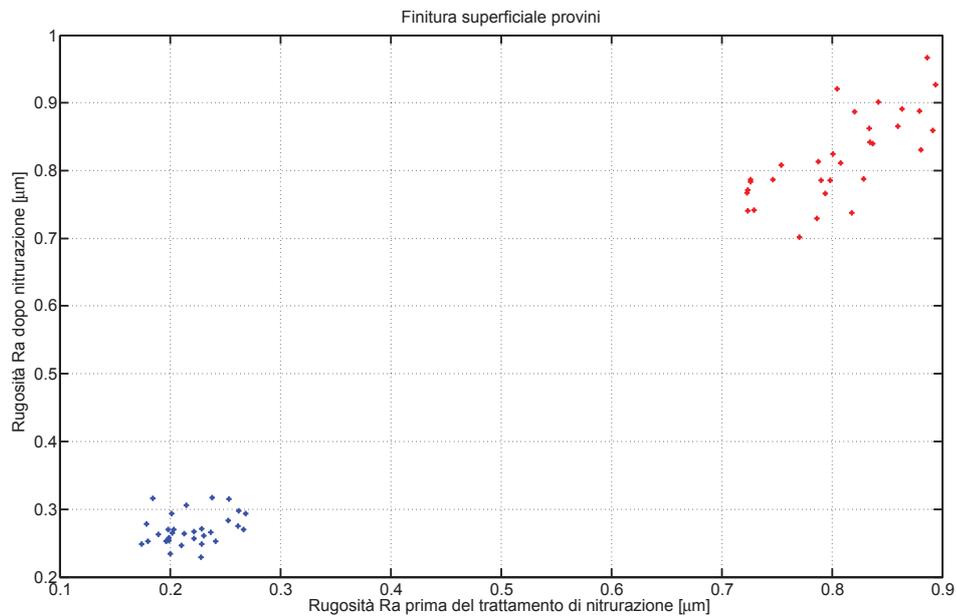


Figura 3.2: Confronto della rugosità dei provini prima e dopo il processo di nitrurazione.

Osservando il diagramma si può notare come la dispersione dei valori di finitura superficiale dei provini con $R_a=0,8 \mu\text{m}$ sia maggiore rispetto a quella dei provini con $R_a=0,2 \mu\text{m}$. Questa differenza è dovuta al metodo con cui si sono raggiunti i valori di finitura: il livello basso di rugosità è stato ottenuto tramite una spianatura con macchina lucidatrice; il livello alto di rugosità, invece, si è raggiunto ponendo i campioni in movimento sulla carta abrasiva a mano. La spianatura manuale è un'operazione meno controllabile che restituisce valori di finitura superficiale più dispersi e caratterizzati da maggiore variabilità.

Dal diagramma si può osservare come i valori di rugosità aumentino a seguito dello svolgimento del trattamento termico di nitrurazione. Il peggioramento della finitura superficiale sembrerebbe più consistente nei campioni facenti parte del livello basso di rugosità ($R_a=0,2 \mu\text{m}$) mentre i campioni appartenenti al livello alto sembrerebbero subire un incremento di rugosità più lieve. Per studiare, da

un punto di vista quantitativo, se il peggioramento subito dai campioni del livello basso di finitura superficiale è di entità superiore rispetto a quello dei campioni del livello alto si svolge un'analisi ANOVA.

Analisi del peggioramento di finitura superficiale

Si procede inizialmente con un'analisi visiva dei dati: guardando l'individual value plot sembra che i valori cambino dispersione al variare del trattamento termico e della finitura superficiale. Dall'osservazione dell'individual value plot sembrerebbe che:

- i fattori più significativi siano la finitura superficiale ed il trattamento termico;
- la variabilità dei dati appare sia maggiore nei trattamenti di normalizzazione rispetto alla tempra seguita da rinvenimento.

Il main effects plot conferma che la finitura superficiale è il fattore di maggiore influenza; tra gli altri due fattori, il Trattamento termico sembra più influente del Materiale. Infine, dall'osservazione dell'interaction plot, si può osservare una possibile interazione tra i fattori Materiale e Rugosità, mentre le altre interazioni non appaiono influenti.

Si procede poi con l'analisi ANOVA vera e propria, di cui si riporta la tabella riassuntiva in Figura 3.3. Andando poi ad osservare i valori di F_0^3 si ottiene la conferma che il fattore Rugosità è quello più influente.

Passando alla verifica delle ipotesi sui residui, facendo riferimento ai grafici di Figura 3.5(a)(b)(c) e considerando un alfa di famiglia al 5%, si osserva che sono verificate le ipotesi di normalità dei residui (p-value = 0,684) e di omogeneità della varianza (p-value = 0,099) e che non sono presenti residui estremi o andamenti particolari dei residui rispetto ai fattori in studio.

Si può quindi concludere che l'unico fattore significativo nell'analisi è la Rugosità.

${}^3F_0 = \frac{MS_{\text{FACTOR}}}{MS_E}$ è la statistica test da confrontare con la distribuzione F di riferimento.

General Linear Model: Dati versus Materiale; Trattamento termico; Rugosità

Method

Factor coding (-1; 0; +1)

Factor Information

Factor	Type	Levels	Values
Materiale	Fixed	2	20; 42
Trattamento termico	Fixed	4	550; 600; 850; 1050
Rugosità	Fixed	2	0,2; 0,8

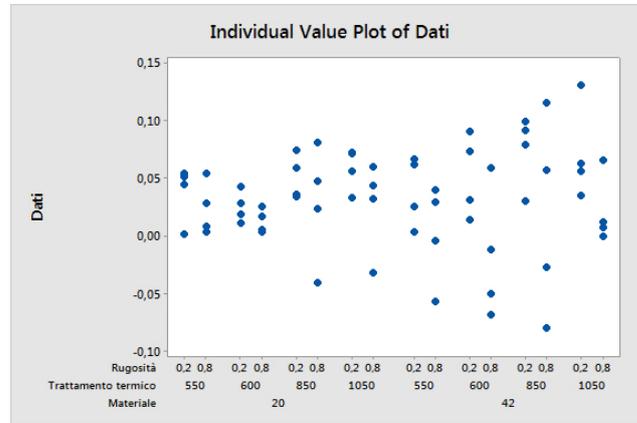
Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Materiale	1	0,000003	0,000003	0,00	0,967
Trattamento termico	3	0,007873	0,002624	1,68	0,183
Rugosità	1	0,022369	0,022369	14,35	0,000
Materiale*Trattamento termico	3	0,000638	0,000213	0,14	0,938
Materiale*Rugosità	1	0,004541	0,004541	2,91	0,094
Trattamento termico*Rugosità	3	0,000711	0,000237	0,15	0,928
Materiale*Trattamento termico*Rugosità	3	0,000968	0,000323	0,21	0,891
Error	48	0,074817	0,001559		
Total	63	0,111920			

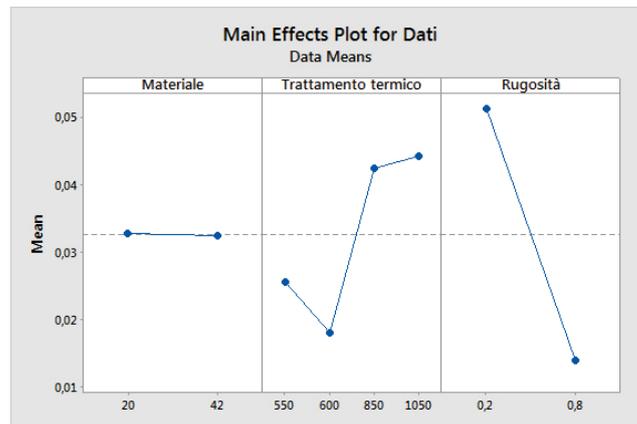
Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,0394803	33,15%	12,26%	0,00%

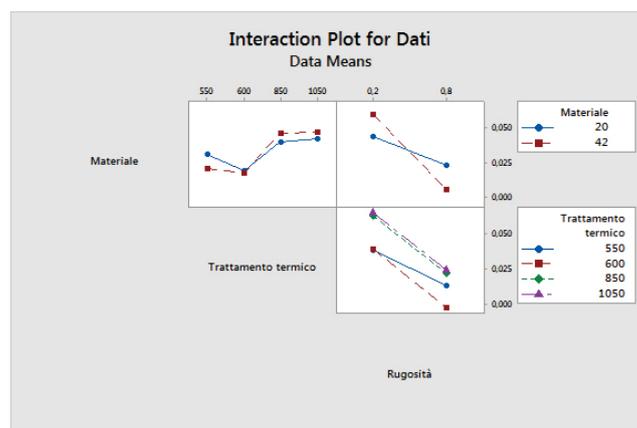
Figura 3.3: Tabella ANOVA dell'analisi sulla variazione di finitura superficiale.



(a) Individual Value Plot.

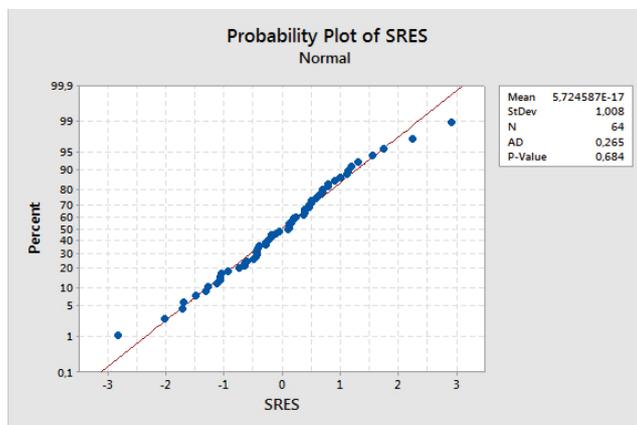


(b) Main Effects Plot.

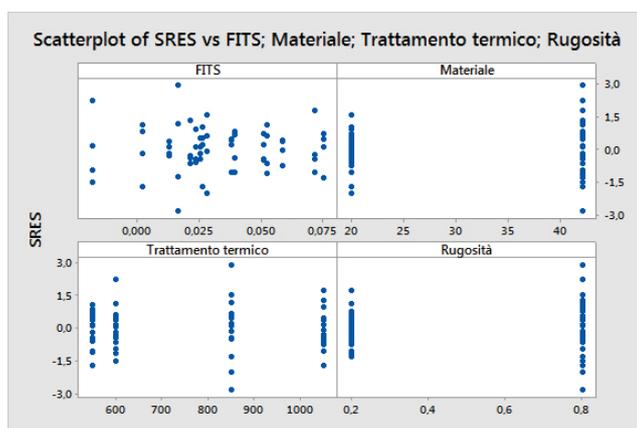


(c) Interaction Plot.

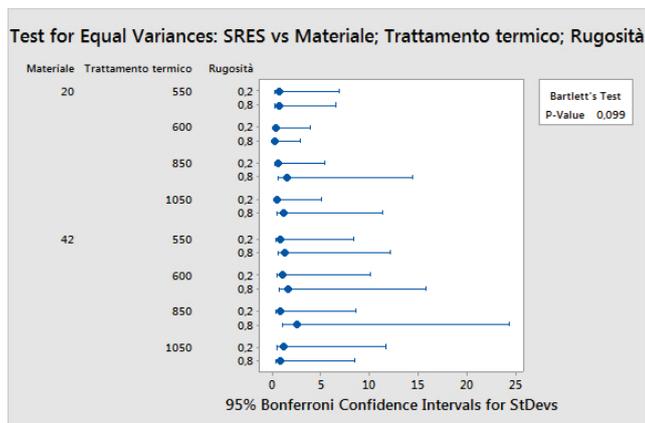
Figura 3.4: Analisi ANOVA finitura superficiale.



(a) Grafico di probabilità normale.



(b) Grafico dei residui standardizzati rispetto ai valori previsti e rispetto ai fattori.



(c) Test di omogeneità della varianza.

Figura 3.5: Verifica delle ipotesi sui residui analisi ANOVA finitura superficiale.

Si esegue il test di Tukey per studiare se i livelli di Rugosità producono differenze statisticamente significative sul peggioramento di finitura superficiale a valle del processo di nitrurazione. In Figura 3.6 si riporta la tabella dell'analisi eseguita, da questa si ricava che i livelli di Rugosità scelti producono differenze statisticamente significative nel cambiamento di finitura superficiale dei campioni a seguito del trattamento termico eseguito. In particolare Minitab evidenzia come l'aumento di rugosità sia più consistente per il livello basso di rugosità.

Comparisons for Dati

Tukey Pairwise Comparisons: Response = Dati, Term = Rugosità

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Rugosità	N	Mean	Grouping
0,2	32	0,0513750	A
0,8	32	0,0139844	B

Means that do not share a letter are significantly different.

Figura 3.6: Test di Tukey eseguito sul fattore Rugosità.

3.4.1 Conclusioni sull'analisi del peggioramento della finitura superficiale

Dai risultati sperimentali delle misure di rugosità (R_a) presentati in Figura 3.2 e dall'analisi ANOVA svolta si possono trarre le seguenti conclusioni:

- si evidenzia un generale incremento di rugosità superficiale a seguito del trattamento termico di nitrurazione;
- la rugosità aumenta maggiormente quando la finitura superficiale iniziale è migliore.

Questi risultati sono in linea con l'articolo 'The Effect of Surface Finishing on Mechanical and Microstructural Properties of Some Nitrided Steels' svolto da M. Boniardi e G. F. Tosi. [6]

3.5 Profili di durezza

Dopo aver studiato l'effetto del processo di nitrurazione sulla variazione di rugosità nei campioni oggetto di studio si è passati ad indagare l'entità dell'incremento di durezza superficiale indotto. La nitrurazione è un trattamento termico svolto per aumentare la durezza superficiale dei componenti trattati, l'incremento di durezza avviene per precipitazione nitruri in prossimità della superficie metallica. In questa sezione si mostrano qualitativamente e quantitativamente gli effetti derivanti dal processo eseguito al variare delle diverse condizioni sperimentali considerate.

Per permettere l'ottenimento dei profili di durezza i campioni, dopo la nitrurazione, sono stati nuovamente tagliati in modo da permettere il processo di inglobatura ed il successivo svolgimento delle prove di microdurezza Vickers. È stato necessario inglobare i campioni in modo da favorire le successive operazioni di spianatura e lucidatura manuale, queste ultime propedeutiche allo svolgimento delle prove di microdurezza. La nuova campagna di spianatura dei campioni è stata svolta manualmente ed è necessaria per rimuovere le asperità derivanti dalle operazioni di taglio. Rimossi i difetti più marcati con le carte a granulometria più elevata si passa alla successiva fase di lucidatura. La lucidatura è la fase finale della preparazione dei campioni e ha lo scopo di creare una superficie a "specchio", esente da graffi, necessaria per la successiva analisi. La tecnica di lucidatura non deve introdurre difettosità superficiali, per questo i panni da lucidatura devono essere trattati con cautela e chiusi dai loro coperchi successivamente all'utilizzo. La macchina lucidatrice è costituita da una serie di piatti rotanti su cui sono fissati panni a pelo basso che vengono caricati con pasta diamantata, che costituisce l'abrasivo di lucidatura. I campioni sono stati lucidati su due diversi panni in successione, caricati con pasta abrasiva di granulometria $6\ \mu\text{m}$ e $1\ \mu\text{m}$. Prima di iniziare a lucidare, i campioni devono essere passati agli ultrasuoni in modo da essere ripuliti da possibili residui presenti sulle facce in lavorazione. Se fossero presenti residui solidi sui panni l'operazione di lucidatura porterebbe alla formazione di graffi e sarebbe impossibile raggiungere una finitura superficiale a "specchio". Il passaggio

agli ultrasuoni, per gli acciai oggetto di studio, deve essere operato utilizzando acetone nel becher in cui vengono riposti i campioni. L'iniziale utilizzo di acqua ha portato la formazione di pitting di corrosione sulla superficie in lucidatura, con il risultato di dover ripetere il passaggio alla carta grit. 2500.

Finita la fase di lucidatura i campioni sono pronti allo svolgimento delle prove di microdurezza Vickers. La prova di microdurezza costituisce un importante passo verso la caratterizzazione meccanica del materiale. Come è noto, la durezza può essere definita quale resistenza opposta alla penetrazione di un altro corpo. Su tale principio sono basati i metodi più usati in campo metallurgico; essi si differenziano per la forma del penetratore (sfera, cono, piramide) e per le condizioni dell'esperienza.

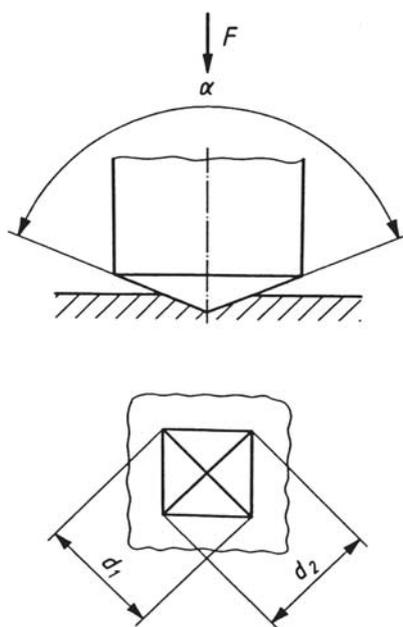


Figura 3.7: Prova meccanica di microdurezza Vickers. [7]

Questa è la modalità utilizzata per svolgere la prova meccanica. Il pezzo è fissato su una piattaforma mobile, grazie a due viti micrometriche posizionate ai lati della piattaforma stessa. La prova consiste nel premere sul pezzo con un penetratore diamantato a forma di piramide retta a base quadrata con un angolo al vertice di 136° , sotto un carico P che può variare tra 1 e 1000 gf, dopo aver selezionato l'area

con il microscopio ottico annesso. Si misurano, in seguito, con quest'ultimo, le diagonali dell'impronta lasciata sulla superficie dopo aver rimosso il carico (Figura 3.7). Per tutte le prove di microdurezza si assume che l'impronta non subisca alcun recupero elastico. Una volta che si sono misurate le diagonali dell'impronta, si calcola il valore della durezza Vickers (HV) secondo la formula presente in norma ISO 6507-1:2005(E):

$$HV = 0,1891 \frac{F}{d^2}$$

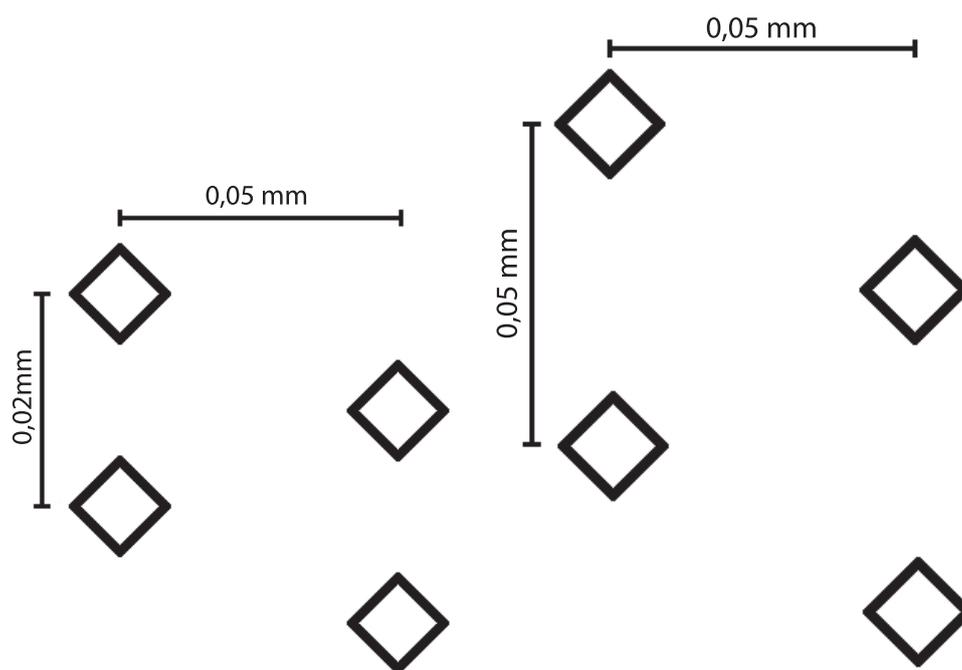
dove con F si designa la forza applicata espressa in Newtons (N) e con d la media aritmetica, in mm, delle diagonali d_1 e d_2 misurate (Figura 3.7). [7]

La misura delle dimensioni dell'impronta è operata mediante un sistema micrometrico con un traguardo fisso ed uno mobile nel campo oculare in cui si acquisiscono le diagonali suddette. Il microdurometro di laboratorio, a questo punto, consente di ricevere automaticamente in uscita su schermo il valore di microdurezza Vickers.

Bisogna prestare particolare attenzione alla scelta della forza applicata, infatti più questa è bassa più piccola risulterà l'impronta e l'errore compiuto nella valutazione della diagonale avrà un maggior peso rispetto al caso in cui si utilizzi un carico superiore. Le principali cause di errore nell'esecuzione del test sono da attribuirsi a vibrazioni, inopportuna progressione del carico applicato, errata stima del carico, scorretta durata del periodo di applicazione ed impatto.

Nel presente lavoro di tesi si studiano gli effetti del trattamento termico di nitrurazione sulle caratteristiche di due diversi tipi di acciaio. L'indurimento superficiale, derivante dal trattamento, interessa poche centinaia di micrometri di massa metallica al di sotto della superficie esposta al processo; ne deriva che l'unico modo per poter raccogliere dati, che possano descrivere correttamente il profilo di durezza ricercato, è lavorare con impronte di poche decine di μm . Per questo motivo ci si è trovati obbligati a svolgere prove di microdurezza e a dover lavorare con impronte di dimensioni ridotte. Le prove sono state svolte con un carico $F = 50g_F$ per un tempo di applicazione del carico di 15 secondi.

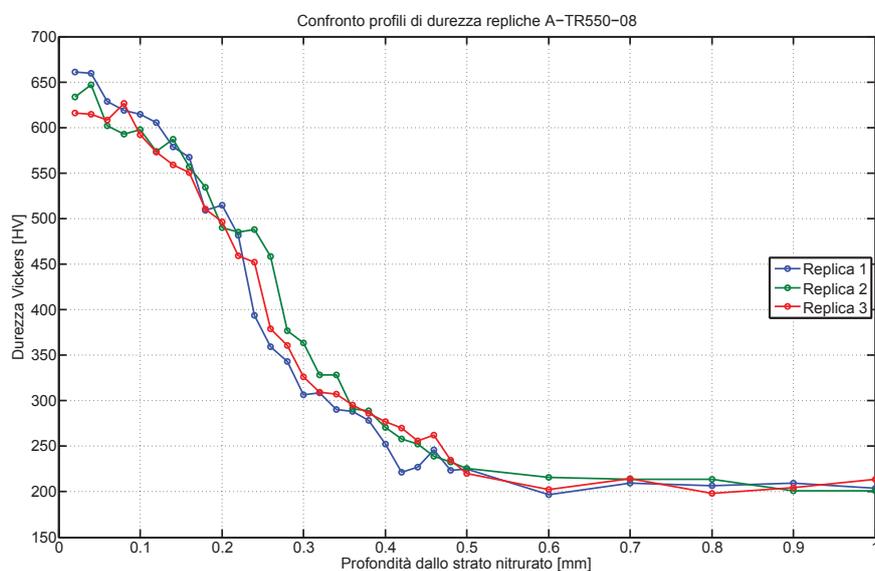
Per una corretta acquisizione dei profili di durezza si è scelto di procedere con un passo di 0,02 mm fino ad una profondità di 0,5 mm per poi aumentarlo a 0,05 mm fino ad 1 mm di profondità dalla superficie interessata al trattamento subito (Figura 3.8). Le impronte sono state sfalsate in modo da mantenere una distanza relativa minima pari a 1,5 volte la dimensione della diagonale. Per poter analizzare i dati da un punto di vista statistico si sono ricavati tre profili di durezza per ogni condizione sperimentale considerata, ognuno dei quali costituisce una replica nelle successive analisi della varianza svolte con Minitab 17. Ogni profilo è stato ricavato da un diverso campione, che rappresenta una replica della condizione sperimentale; dai profili delle tre repliche si è poi ricavato un profilo medio, usato successivamente per confrontare qualitativamente gli andamenti delle diverse condizioni sperimentali a parità dei diversi fattori oggetto di studio.



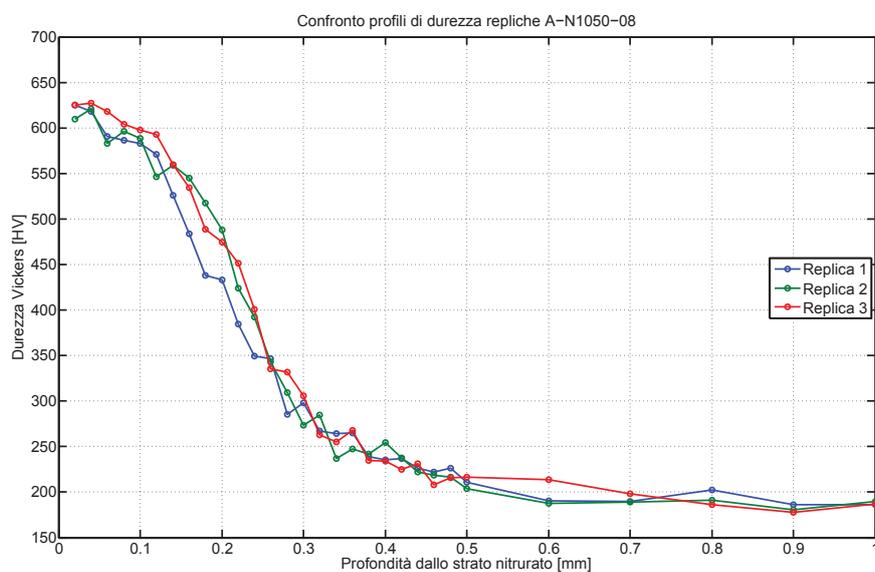
(a) Passo tenuto fino ad una profondità di 0,5 mm.
 (b) Passo tenuto da una profondità di 0,5 mm fino ad 1 mm.

Figura 3.8: Pattern impronte di microdurezza.

L'utilizzo dei profili medi per i confronti qualitativi è giustificato dal fatto che i profili delle tre repliche possiedono andamenti simili tra loro (Figura 3.9).



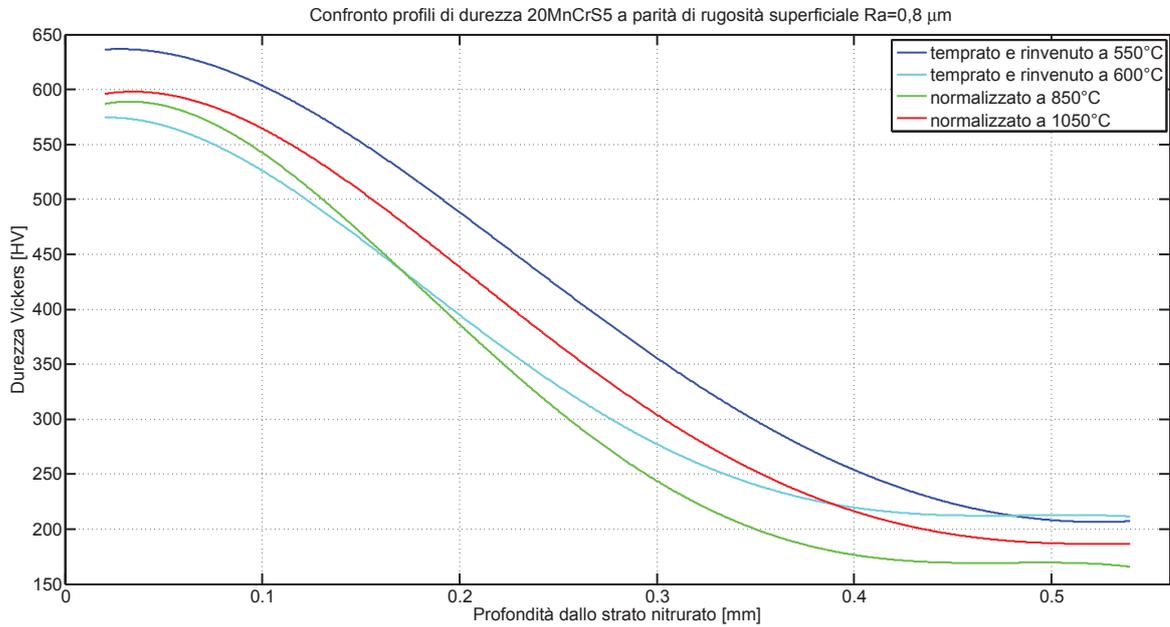
(a) Andamento dei profili di durezza delle repliche A-TR550-08.



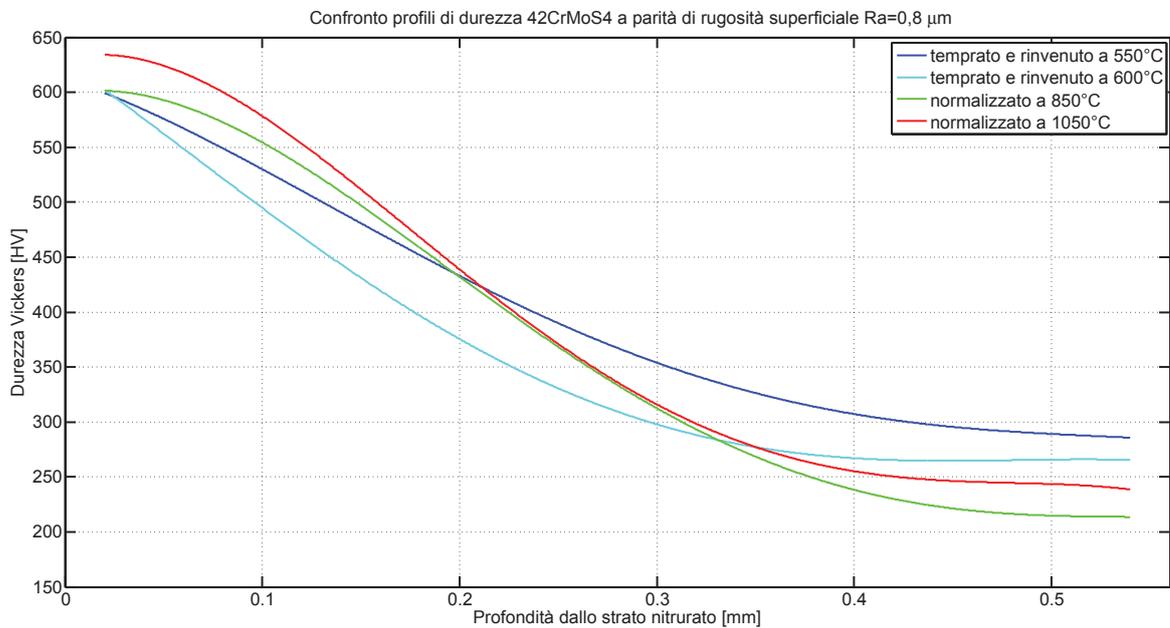
(b) Andamento dei profili di durezza delle repliche A-N1050-08.

Figura 3.9: Andamento dei profili di durezza delle repliche delle condizioni A-TR550-08 e A-N1050-08.

Di seguito si riportano i diagrammi contenenti i confronti dei profili di durezza a parità dei diversi fattori considerati nella successiva analisi della varianza.

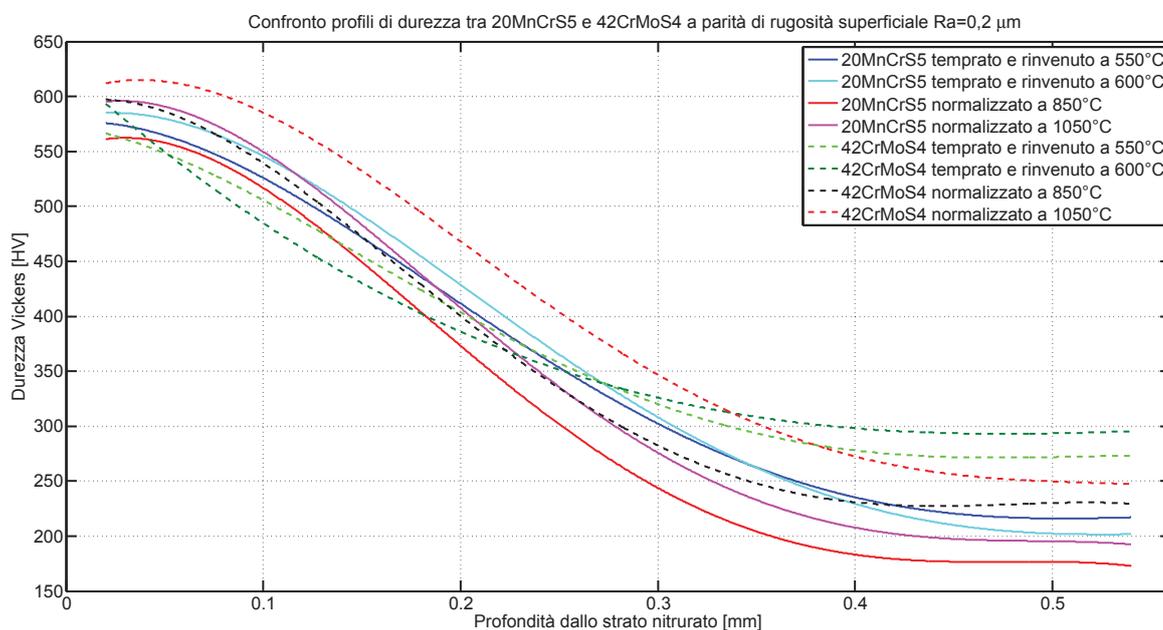


(a) Confronto profili di durezza 20MnCrS5 a parità di rugosità superficiale Ra=0,8 μm.

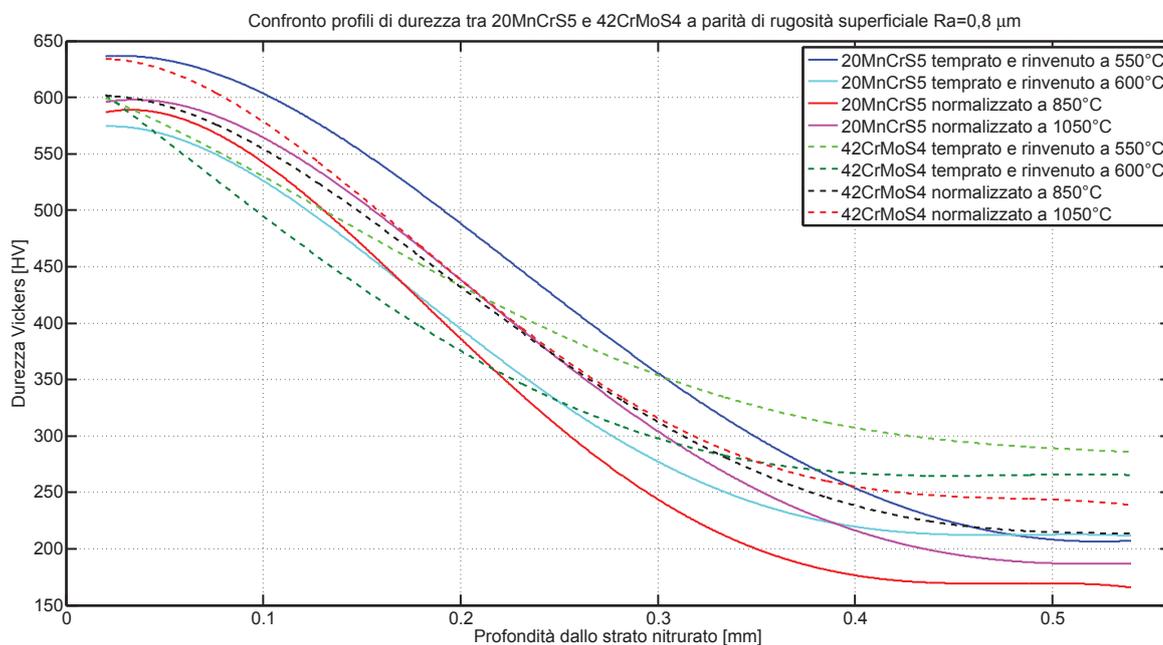


(b) Confronto profili di durezza 42CrMoS4 a parità di rugosità superficiale Ra=0,8 μm.

Figura 3.10: Confronti profili di durezza a parità di rugosità superficiale.

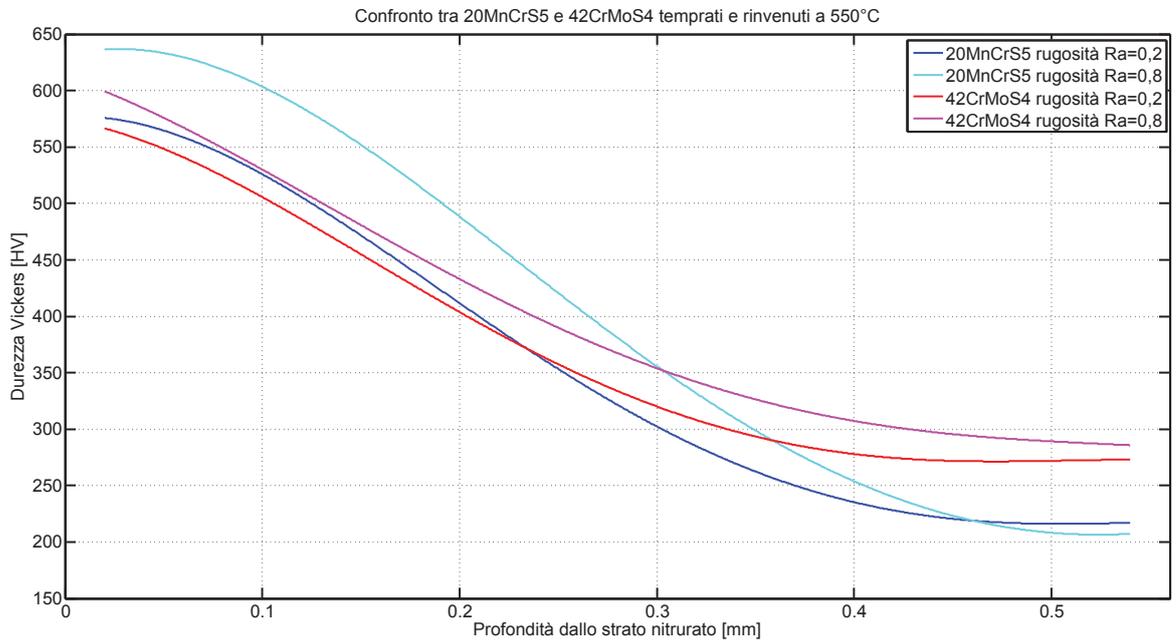


(a) Confronto profili di durezza tra 20MnCrS5 e 42CrMoS4 a parità di rugosità superficiale $Ra=0,2 \mu\text{m}$.

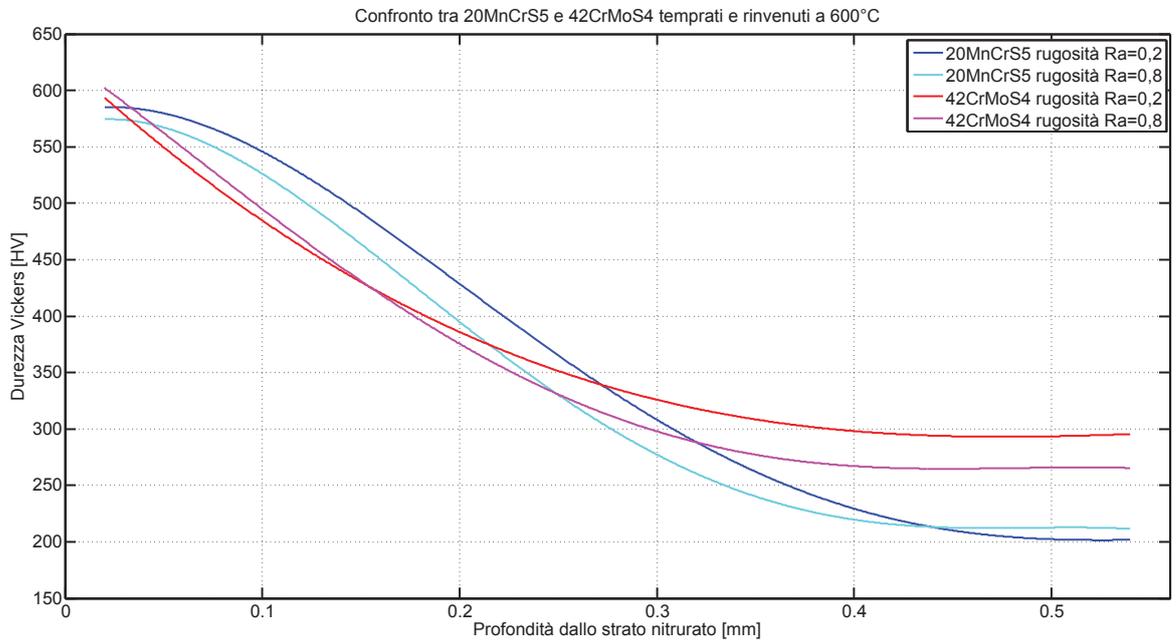


(b) Confronto profili di durezza tra 20MnCrS5 e 42CrMoS4 a parità di rugosità superficiale $Ra=0,8 \mu\text{m}$.

Figura 3.11: Confronti profili di durezza a parità di rugosità superficiale.

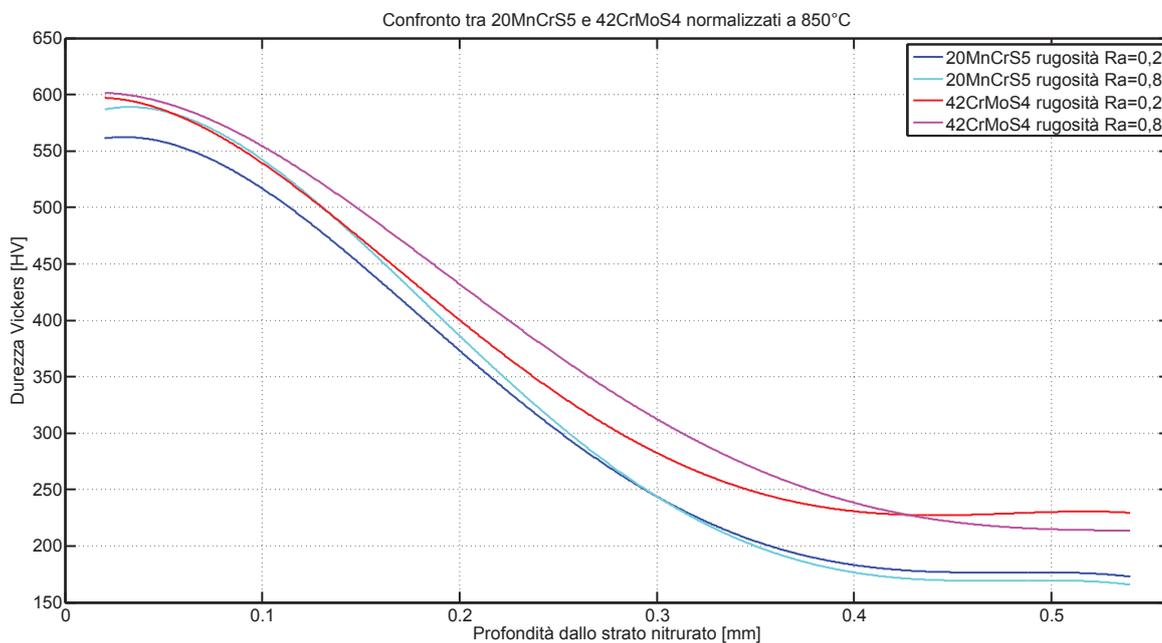


(a) Confronto tra 20MnCrS5 e 42CrMoS4 temprati e rinvenuti a 550°C.

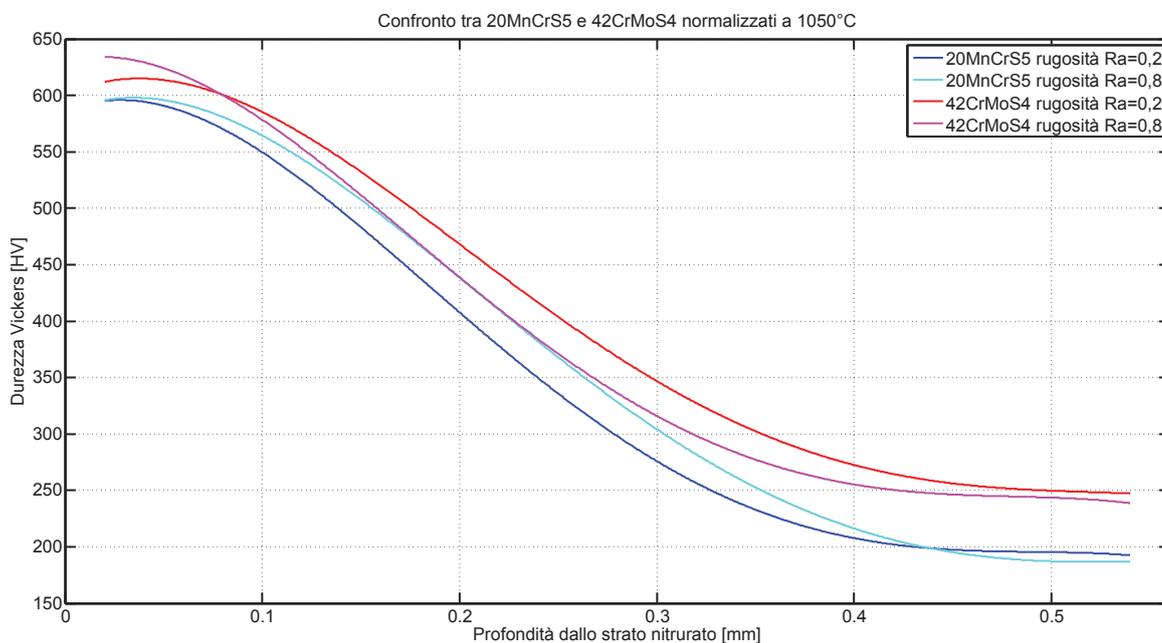


(b) Confronto tra 20MnCrS5 e 42CrMoS4 temprati e rinvenuti a 600°C.

Figura 3.12: Confronti profili di durezza a parità di trattamento termico.

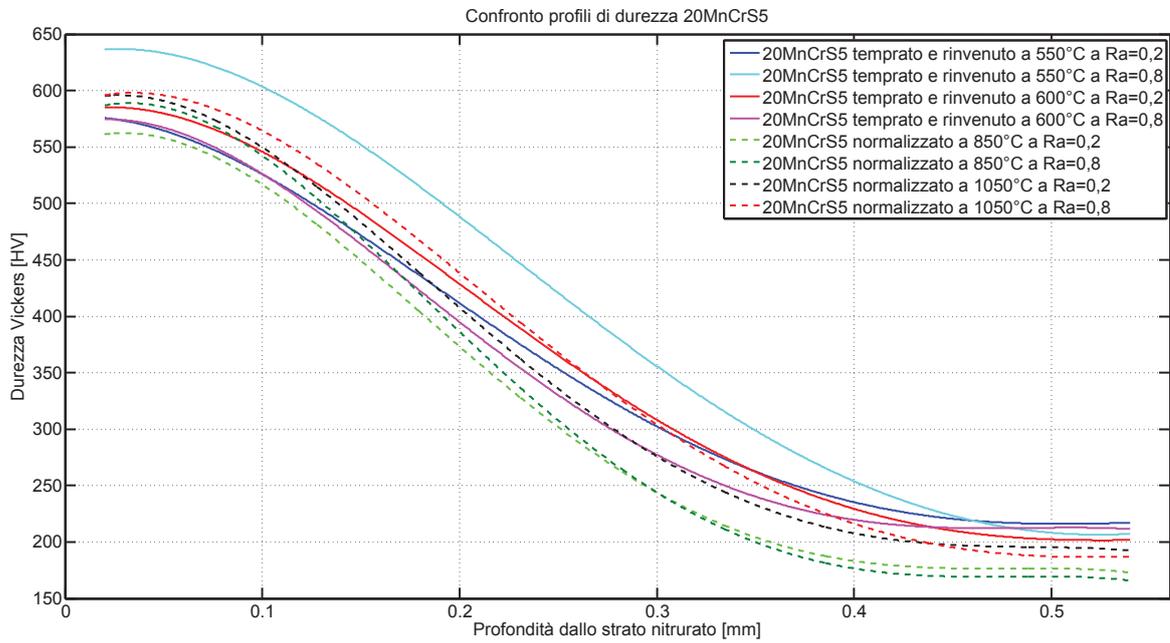


(a) Confronto tra 20MnCrS5 e 42CrMoS4 normalizzati a 850°C.

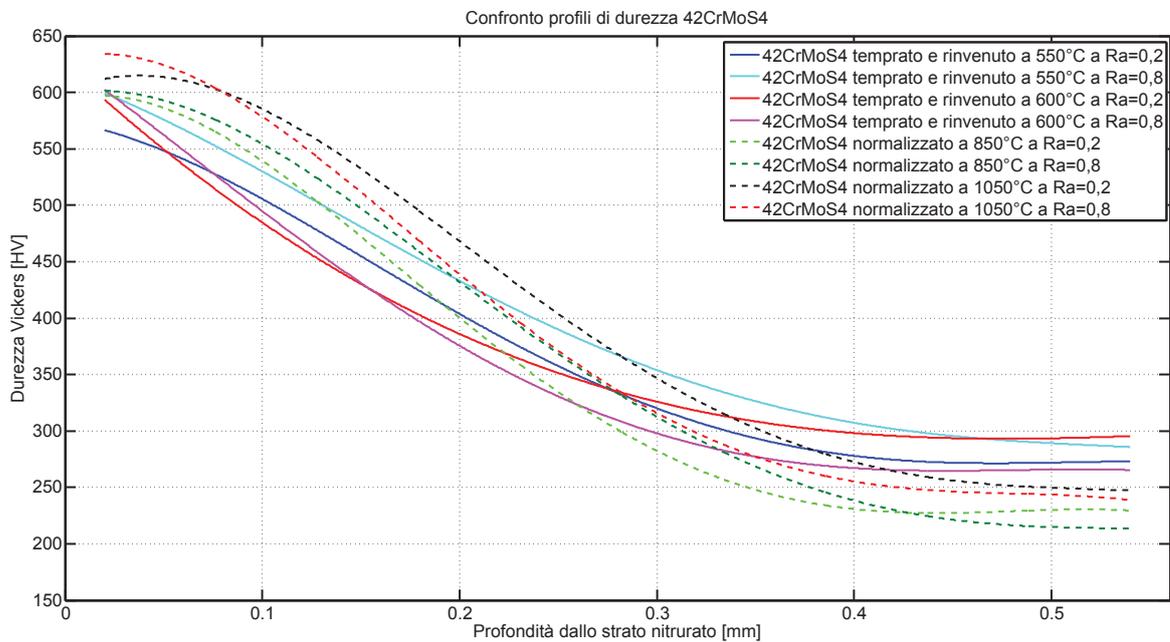


(b) Confronto tra 20MnCrS5 e 42CrMoS4 normalizzati a 1050°C.

Figura 3.13: Confronti profili di durezza a parità di trattamento termico.



(a) Confronto profili di durezza 20MnCrS5.



(b) Confronto profili di durezza 42CrMoS4.

Figura 3.14: Confronti profili di durezza a parità di materiale.

Di seguito si riportano considerazioni qualitative derivanti dall'osservazione dei diagrammi rappresentati. Nelle Figure 3.10(a)(b) sono illustrati i profili di durezza medi dello strato nitrurato relativamente agli acciai 20MnCrS5 ed 42CrMoS4 a parità di rugosità superficiale $Ra=0,8 \mu\text{m}$. Da questi diagrammi si può notare come i profili medi temprati e rinvenuti a 550°C siano caratterizzati, in generale, da una durezza superiore rispetto ai profili medi temprati e rinvenuti a 600°C . Questa caratteristica la si può osservare, a parità di finitura superficiale, indipendentemente dal tipo di trattamento termico svolto e dalla tipologia di acciaio considerata (Figure 3.11(a)(b)). Ponendo attenzione alle stesse immagini si vede come i profili medi dei due acciai normalizzati a 1050°C posseggano durezza maggiori rispetto ai profili trattati allo stesso modo alla temperatura di 850°C . Nelle Figure 3.11(a)(b) si nota che, a parte il profilo medio di durezza dell'acciaio 20MnCrS5 temprato e rinvenuto a 550°C , le durezza massime, raggiunte in prossimità della superficie nitrurata, sono conseguite dalle condizioni sperimentali caratterizzate dai trattamenti termici di normalizzazione. Questa considerazione è particolarmente evidente nelle Figure 3.14(a)(b) dove le linee tratteggiate, rappresentanti i profili di durezza trattati termicamente con delle normalizzazioni, in prossimità della superficie possiedono valori di durezza più elevati rispetto alle linee continue, rappresentanti i profili di durezza dei trattamenti di tempra e rinvenimento. Dalle Figure 3.14(a)(b), inoltre, si vede bene come nel metallo base le durezza massime siano raggiunte, come c'era da aspettarsi, dalle condizioni sperimentali che hanno subito i trattamenti termici di tempra e rinvenimento rispetto a quelle normalizzate.

Nelle Figure 3.12(a)(b) 3.13(a)(b), dove sono disegnati i profili di durezza a parità dei diversi trattamenti termici eseguiti, si può osservare come, in generale, i profili caratterizzati dal livello alto di finitura superficiale ($Ra=0,8 \mu\text{m}$) posseggano durezza massime più elevate rispetto ai profili individuati dal livello basso di rugosità ($Ra=0,2 \mu\text{m}$).

Da tutti i diagrammi si può vedere come la profondità efficace si attesti nell'intorno dei $300 \mu\text{m}$ ($0,3 \text{ mm}$) per tutte le condizioni sperimentali prese in considerazione

nel lavoro di tesi.

Si passa ora alla presentazione delle analisi della varianza svolte per capire come i fattori presi in considerazione (materiale, trattamento termico e finitura superficiale) influiscano sui valori di:

- durezza massima raggiunta;
- durezza del metallo base;
- profondità efficace.

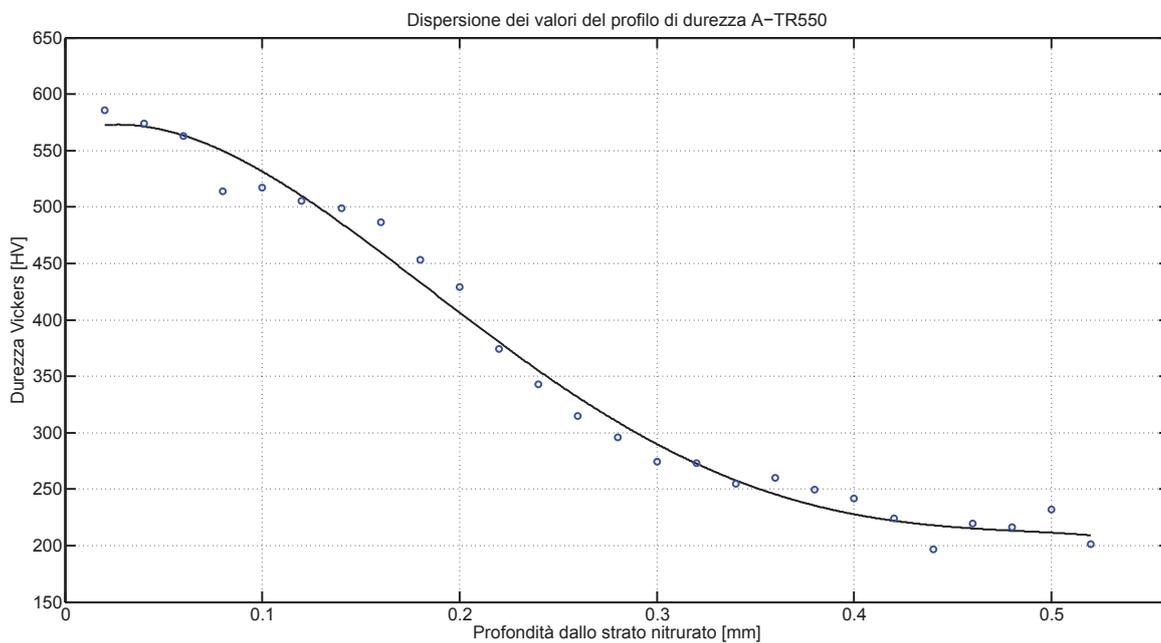
Verrà inoltre svolta un'analisi ANOVA sui valori di RMS calcolati come:

$$RMS = \sqrt{\frac{\sum(\hat{y}_i - y_i)^2}{n}}$$

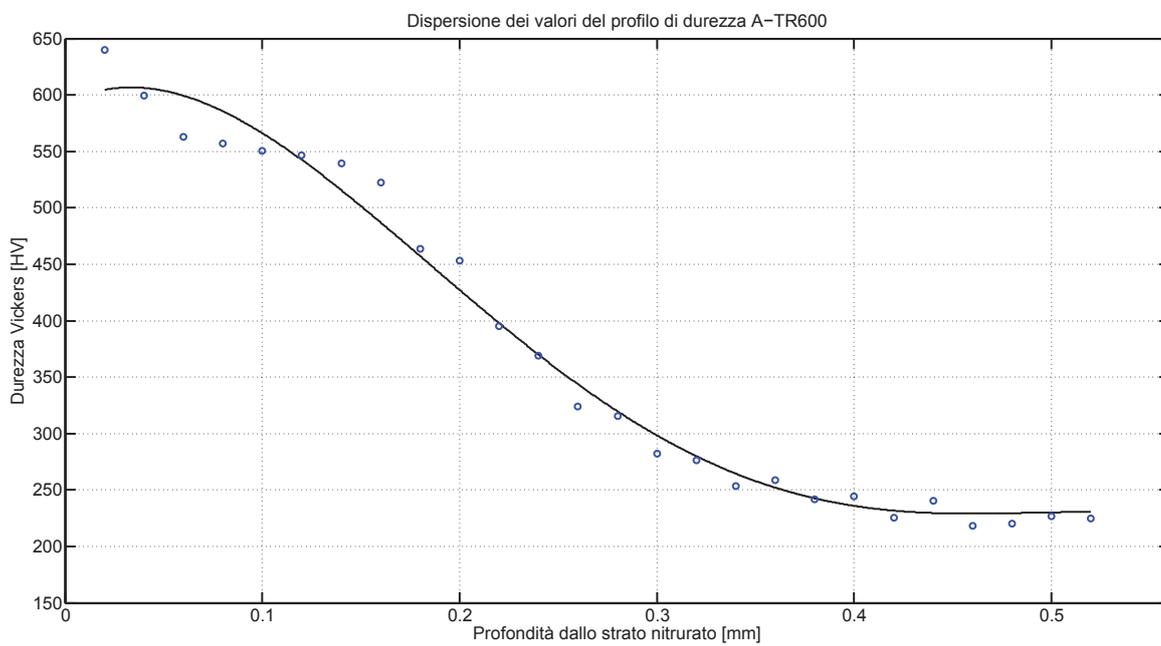
dove \hat{y}_i sono i valori attesi e y_i i valori sperimentali.

Di seguito si riportano dei diagrammi nei quali sono presentati gli andamenti dei dati sperimentali delle prime repliche di ogni condizione sperimentale.

Dall'osservazione delle Figure 3.15, 3.16, 3.17 e 3.18 ci si aspetta dei valori di RMS più elevati per le condizioni sperimentali caratterizzate dal trattamento termico di normalizzazione rispetto a quelle trattate con tempra e rinvenimento; guardando le Figure 3.16(a) e 3.18(a) si nota come i valori dei dati delle normalizzazioni svolte a 850 °C siano più distanti dai valori attesi rispetto alle altre condizioni sperimentali.

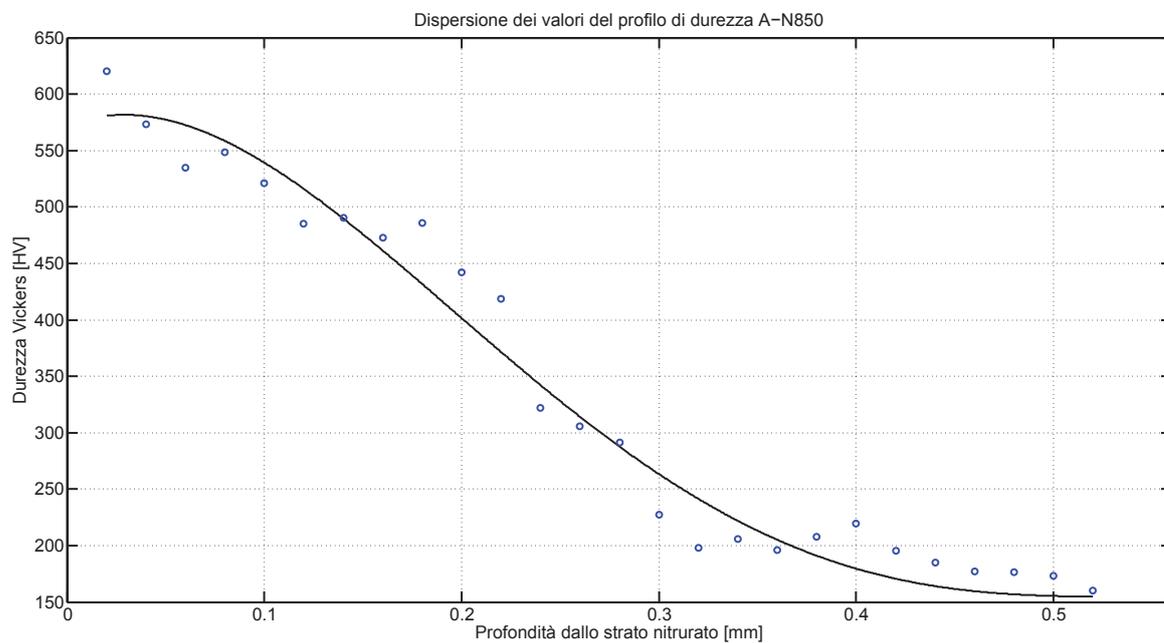


(a) Replica 1 della condizione A-TR550.

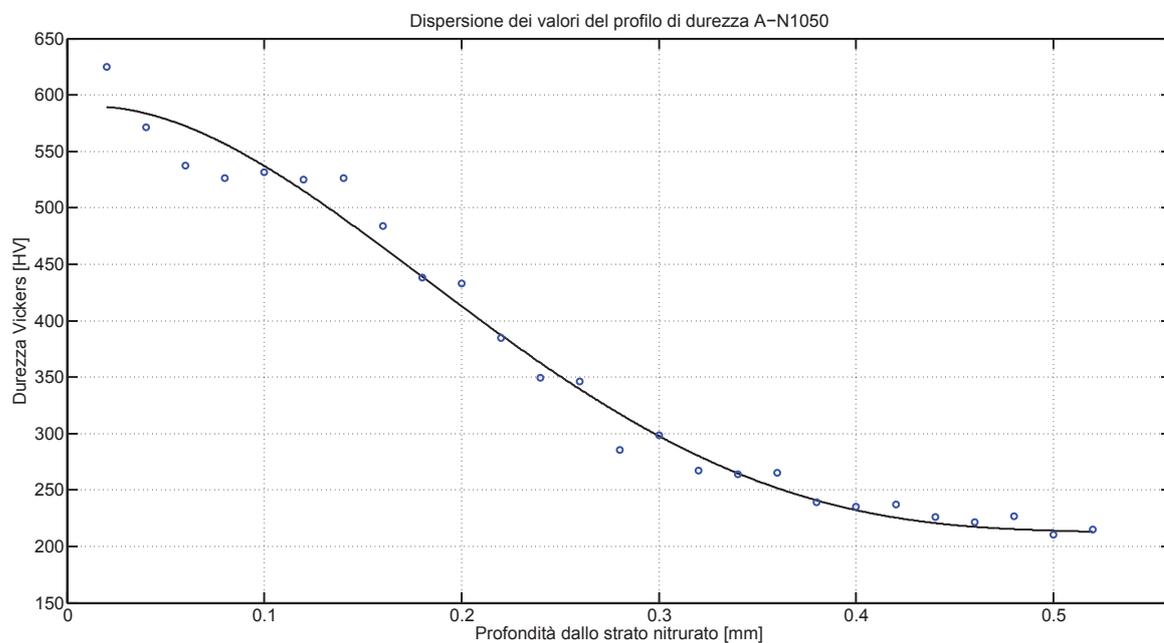


(b) Replica 1 della condizione A-TR600.

Figura 3.15: Diagrammi di dispersione dei valori delle prime repliche dell'acciaio 20MnCrS5.

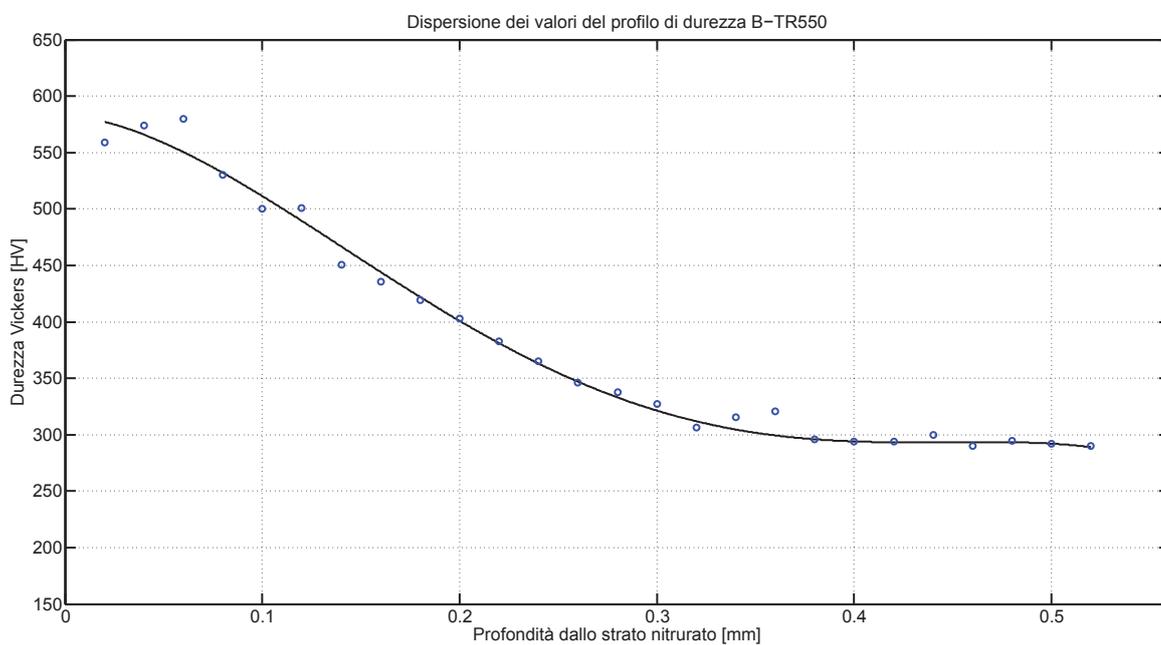


(a) Replica 1 della condizione A-N850.

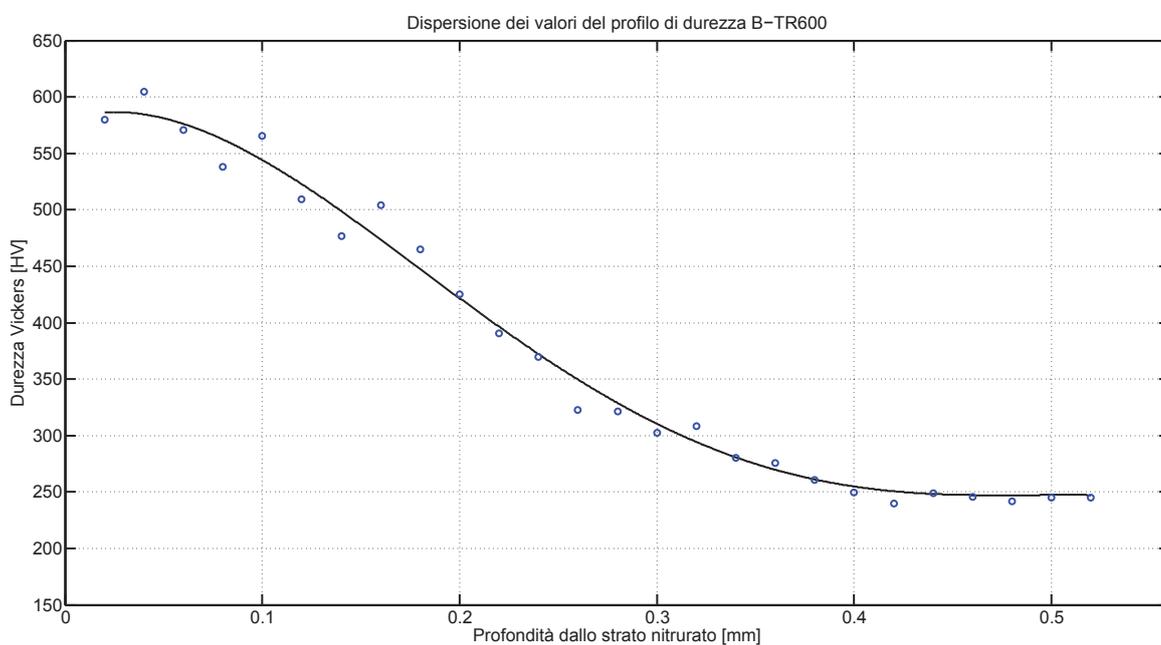


(b) Replica 1 della condizione A-N1050.

Figura 3.16: Diagrammi di dispersione dei valori delle prime repliche dell'acciaio 20MnCrS5.

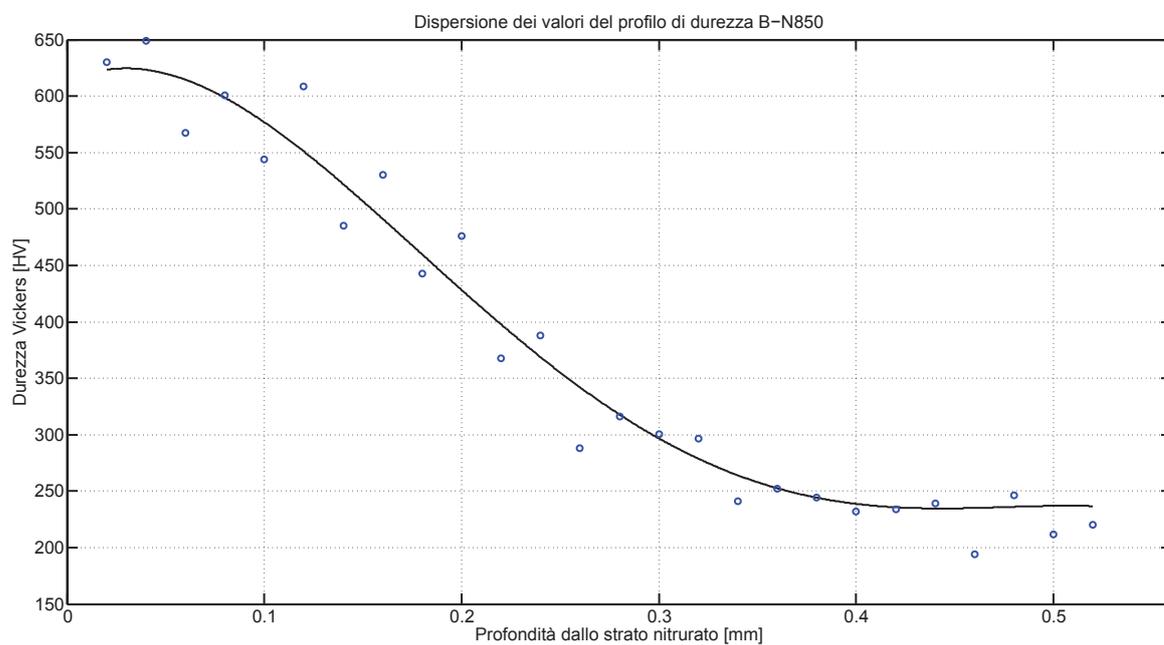


(a) Replica 1 della condizione B-TR550.

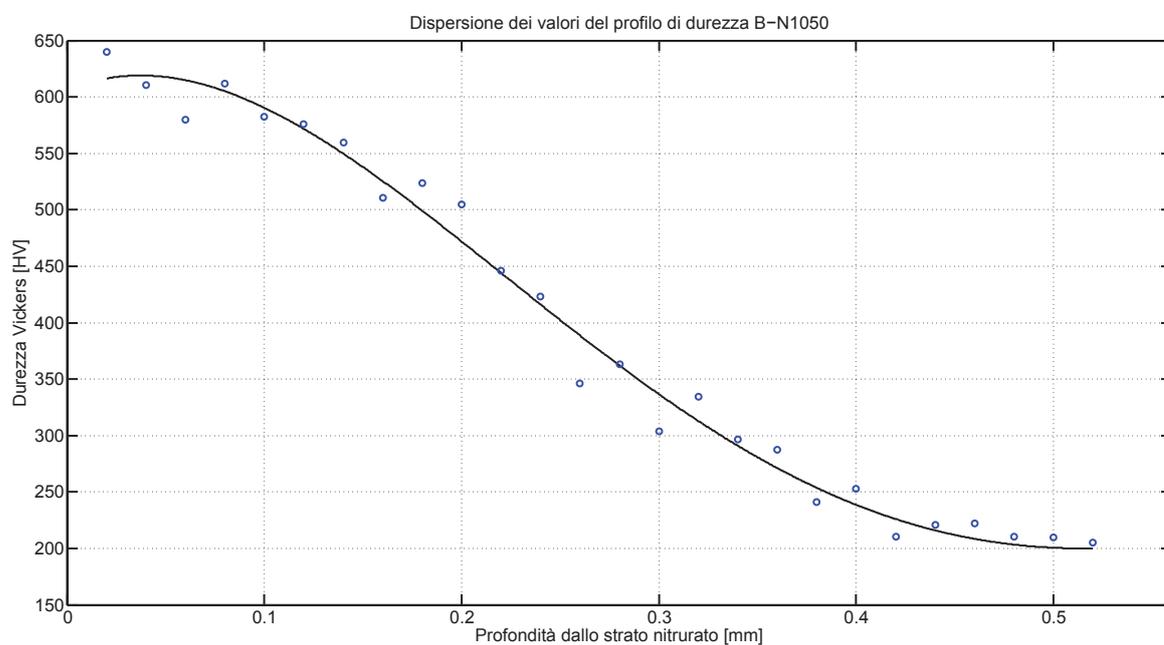


(b) Replica 1 della condizione B-TR600.

Figura 3.17: Diagrammi di dispersione dei valori delle prime repliche dell'acciaio 42CrMoS4.



(a) Replica 1 della condizione B-N850.



(b) Replica 1 della condizione B-N1050.

Figura 3.18: Diagrammi di dispersione dei valori delle prime repliche dell'acciaio 42CrMoS4.

Analisi della durezza massima raggiunta

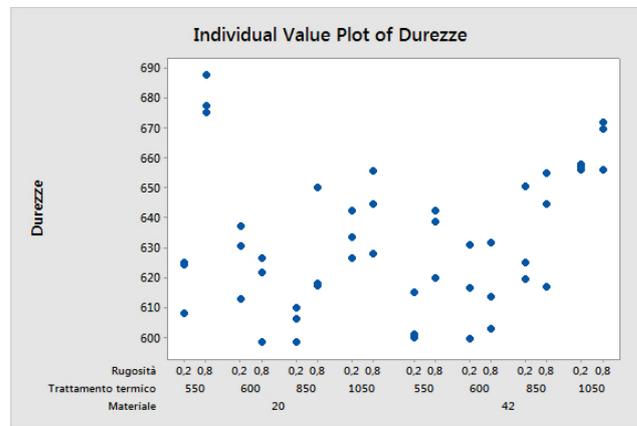
La seguente analisi è svolta sui valori di durezza massima, calcolati come media di 5 misurazioni effettuate sulla superficie di ogni campione ($F = 500g_F$, tempo di applicazione del carico = 15 secondi). Da un'analisi visiva dell'individual value plot sembra che non ci siano dati anomali ed emerge che:

- i fattori di maggiore significatività sembrano essere il trattamento termico e la finitura superficiale;

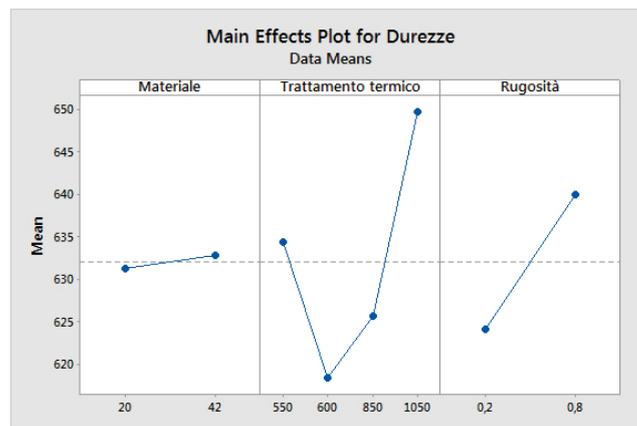
Il main effects plot conferma che il trattamento termico e la finitura superficiale sono i fattori di maggior influenza. Dall'osservazione dell'interaction plot si possono osservare possibili interazioni tra i fattori Materiale e Trattamento termico, Trattamento termico e Rugosità (Figura 3.19).

Condizione sperimentale	Media [HV]	Deviazione standard [HV]
A-TR550-02	618.93	9.68
A-TR550-08	680.03	6.82
A-TR600-02	626.60	12.61
A-TR600-08	615.40	14.95
A-N850-02	604.60	5.91
A-N850-08	628.19	18.75
A-N1050-02	634.07	7.94
A-N1050-08	642.59	13.99
B-TR550-02	605.13	8.37
B-TR550-08	633.38	12.12
B-TR600-02	615.59	15.70
B-TR600-08	615.82	14.49
B-N850-02	631.51	16.43
B-N850-08	638.61	19.75
B-N1050-02	656.76	1.04
B-N1050-08	665.73	8.55

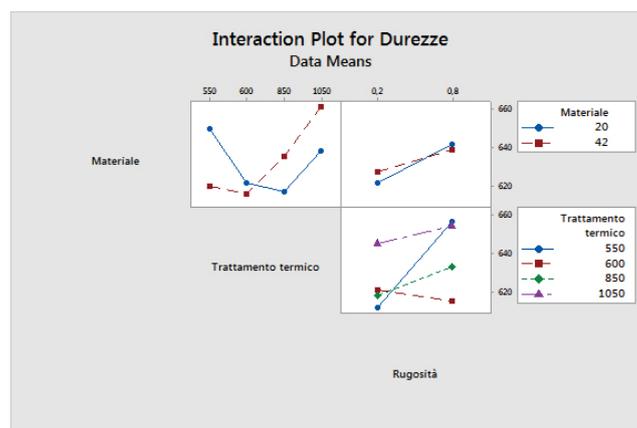
Tabella 3.2: Media e deviazione standard dei valori di durezza massima.



(a) Individual Value Plot.



(b) Main Effects Plot.



(c) Interaction Plot.

Figura 3.19: Analisi ANOVA della durezza massima raggiunta.

In Figura 3.20 si riporta la tabella ANOVA fornita in output da Minitab. Dall'osservazione dei valori di F_0 si evince che il fattore Rugosità è quello più influente, seguito dal fattore Trattamento termico.

General Linear Model: Durezza versus Materiale; Trattamento termico; Rugosità

Method

Factor coding (-1; 0; +1)

Factor Information

Factor	Type	Levels	Values
Materiale	Fixed	2	20; 42
Trattamento termico	Fixed	4	550; 600; 850; 1050
Rugosità	Fixed	2	0,2; 0,8

Analysis of Variance

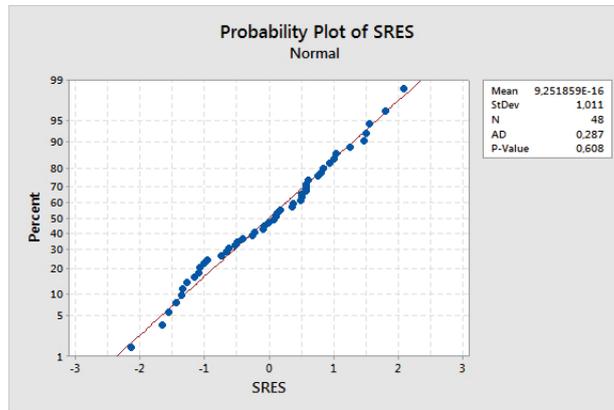
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Materiale	1	27,5	27,54	0,17	0,682
Trattamento termico	3	6570,8	2190,28	13,61	0,000
Rugosità	1	3003,2	3003,22	18,66	0,000
Materiale*Trattamento termico	3	5418,5	1806,15	11,22	0,000
Materiale*Rugosità	1	263,1	263,09	1,63	0,210
Trattamento termico*Rugosità	3	4009,6	1336,55	8,30	0,000
Materiale*Trattamento termico*Rugosità	3	848,4	282,81	1,76	0,175
Error	32	5150,6	160,96		
Total	47	25291,8			

Model Summary

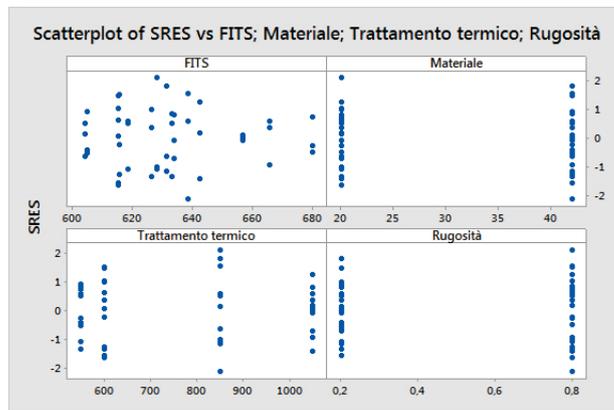
S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
12,6869	79,64%	70,09%	54,18%

Figura 3.20: Tabella ANOVA dell'analisi sulla durezza massima raggiunta.

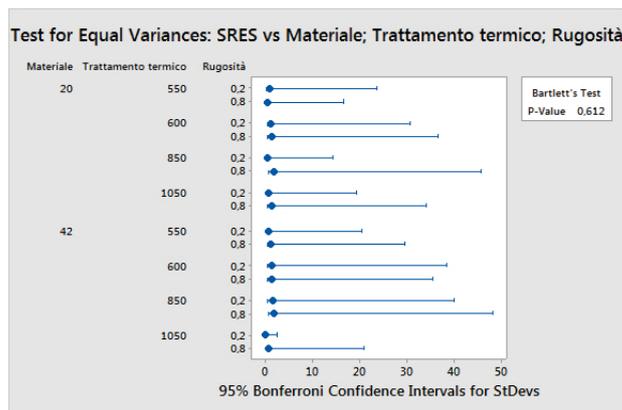
Passando alla verifica delle ipotesi sui residui, facendo riferimento ai grafici di Figura 3.21(a)(b)(c) e considerando un alfa di famiglia al 5%, si osserva che sono verificate le ipotesi di normalità dei residui ($p\text{-value} = 0,608$) e di omogeneità della varianza ($p\text{-value} = 0,612$) e che non sono presenti residui estremi all'intervallo (+2;-2). Di conseguenza le ipotesi di normalità e di omogeneità in varianza non possono essere rifiutate.



(a) Grafico di probabilità normale.



(b) Grafico dei residui standardizzati rispetto ai valori previsti e rispetto ai fattori.



(c) Test di omogeneità della varianza.

Figura 3.21: Verifica delle ipotesi sui residui dell'analisi ANOVA della durezza massima raggiunta.

In conclusione risultano significativi i fattori Rugosità e Trattamento termico così come le interazioni Materiale*Trattamento termico e Trattamento termico*Rugosità.

Si svolge il test di Tukey per determinare quali livelli dei fattori producano un maggior incremento di durezza superficiale . In Figura 3.22 si riportano le tabelle dell'analisi eseguita.

Comparisons for Durezza

Tukey Pairwise Comparisons: Response = Durezza, Term = Materiale*Trattamento termico

Grouping Information Using the Tukey Method and 97,5% Confidence

Materiale*Trattamento termico	N	Mean	Grouping
42 1050	6	661,244	A
20 550	6	649,482	A B
20 1050	6	638,328	A B C
42 850	6	635,061	B C
20 600	6	621,000	C
42 550	6	619,256	C
20 850	6	616,394	C
42 600	6	615,703	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 97,5% CIs

Tukey Pairwise Comparisons: Response = Durezza, Term = Trattamento termico*Rugosità

Grouping Information Using the Tukey Method and 97,5% Confidence

Trattamento termico*Rugosità	N	Mean	Grouping
550 0,8	6	656,704	A
1050 0,8	6	654,161	A
1050 0,2	6	645,411	A B
850 0,8	6	633,400	A B C
600 0,2	6	621,094	B C
850 0,2	6	618,056	C
600 0,8	6	615,608	C
550 0,2	6	612,033	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 97,5% CIs

Figura 3.22: Test di Tukey eseguito sui fattori Materiale*Trattamento termico e Trattamento termico*Rugosità.

Analisi sulla profondità efficace

La profondità efficace è stata determinata come il valore di profondità alla quale si ottiene la durezza del metallo base aumentata di 100 HV.

Da un'analisi visiva dell'individual value plot si nota un andamento simile dei dati a parità del fattore materiale. Il dato della condizione sperimentale 20MnCrS5 temprato e rinvenuto a 550 °C con $R_a=0,8 \mu\text{m}$ potrebbe essere un outlier. Altre impressioni derivanti dall'osservazione dell'individual value plot sono:

- l'unico fattore significativo è il Materiale;
- non sembrano essere presenti interazioni significative.

Il main effects plot conferma che il Materiale è il fattore di maggiore influenza; tra gli altri due fattori, il Trattamento termico sembra più influente della Finitura superficiale. Dall'osservazione dell'interaction plot non sembrano essere presenti interazioni influenti nell'analisi della varianza.

General Linear Model: PE versus Materiale; Trattamento termico; Finitura superficiale

Method

Factor coding (-1; 0; +1)

Factor Information

Factor	Type	Levels	Values
Materiale	Fixed	2	20; 42
Trattamento termico	Fixed	4	550; 600; 850; 1050
Finitura superficiale	Fixed	2	0,2; 0,8

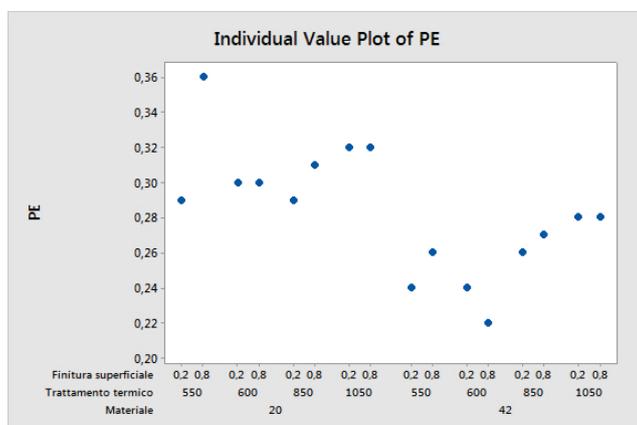
Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Materiale	1	0,012100	0,012100	103,71	0,002
Trattamento termico	3	0,002525	0,000842	7,21	0,069
Finitura superficiale	1	0,000625	0,000625	5,36	0,104
Materiale*Trattamento termico	3	0,001250	0,000417	3,57	0,162
Materiale*Finitura superficiale	1	0,000400	0,000400	3,43	0,161
Trattamento termico*Finitura superficiale	3	0,001725	0,000575	4,93	0,111
Error	3	0,000350	0,000117		
Total	15	0,018975			

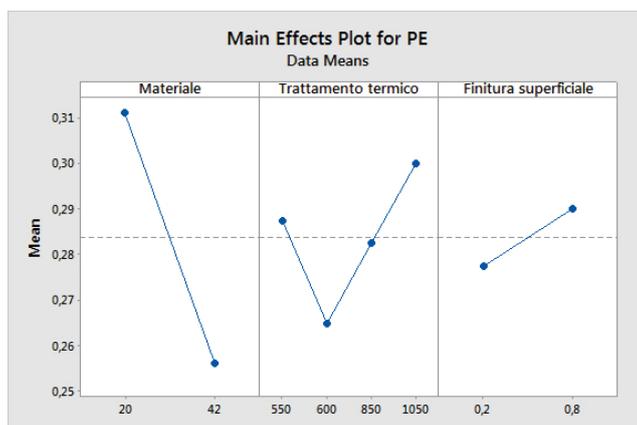
Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,0108012	98,16%	90,78%	47,53%

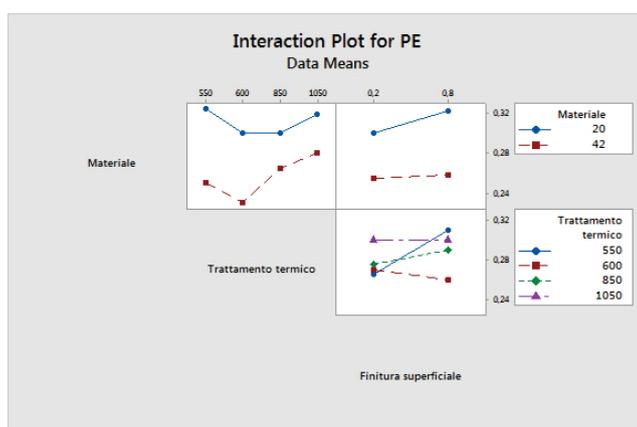
Figura 3.23: Tabella ANOVA dell'analisi sulla profondità efficace.



(a) Individual Value Plot.



(b) Main Effects Plot.

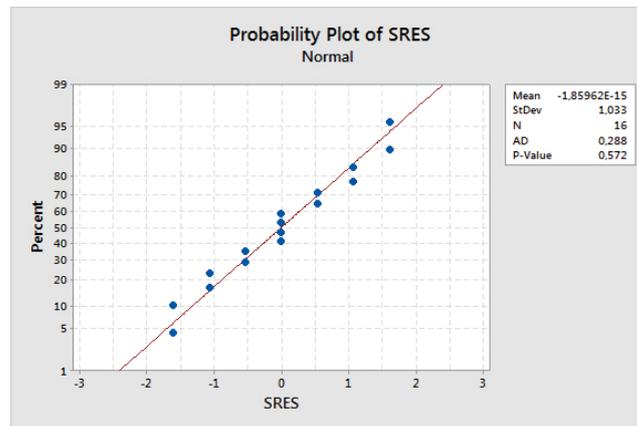


(c) Interaction Plot.

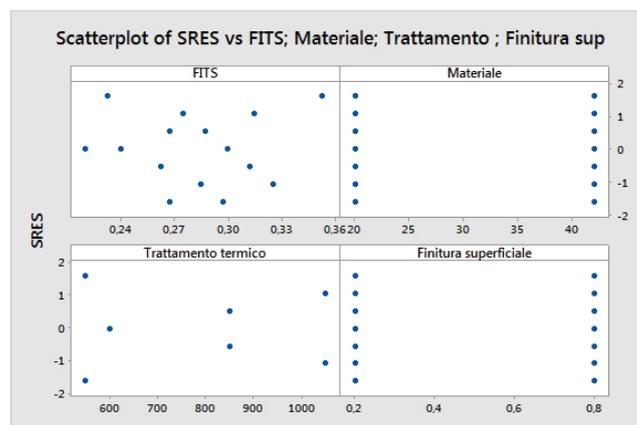
Figura 3.24: Analisi ANOVA della profondità efficace.

Si procede poi con l'analisi ANOVA vera e propria, di cui si riporta la tabella riassuntiva in Figura 3.23. Da questa risulta che l'unico fattore significativo nell'analisi è il Materiale.

Passando alla verifica delle ipotesi sui residui, facendo riferimento ai grafici di Figura 3.25(a)(b) e considerando un alfa di famiglia al 5%, si osserva che è verificata l'ipotesi di normalità dei residui ($p\text{-value} = 0,572$) e che non sono presenti residui estremi o andamenti particolari dei residui rispetto ai fattori in studio (quindi non sono presenti outlier nell'analisi). L'ipotesi sull'omogeneità della varianza non può essere rifiutata.



(a) Grafico di probabilità normale.



(b) Grafico dei residui standardizzati rispetto ai valori previsti e rispetto ai fattori.

Figura 3.25: Verifica delle ipotesi sui residui analisi ANOVA sulla profondità efficace.

Si può quindi concludere che l'unico fattore significativo nell'analisi è il Materiale.

Si esegue il test di Tukey per studiare come il materiale influisca sulla profondità efficace a valle del processo di nitrurazione. In Figura 3.26 si riporta la tabella dell'analisi eseguita, da questa si ricava che i livelli di Materiale scelti producono differenze statisticamente significative sulla profondità efficace dei campioni a seguito del trattamento termico eseguito. In particolare Minitab evidenzia come la profondità efficace sia più consistente per l'acciaio 20MnCrS5.

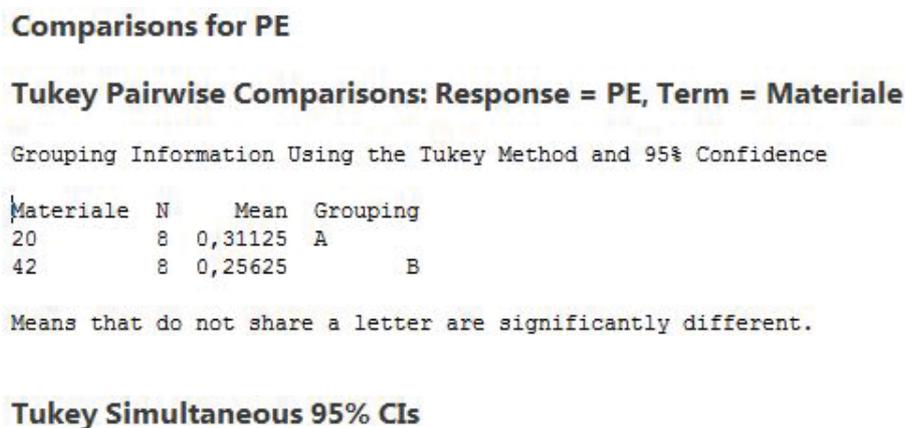


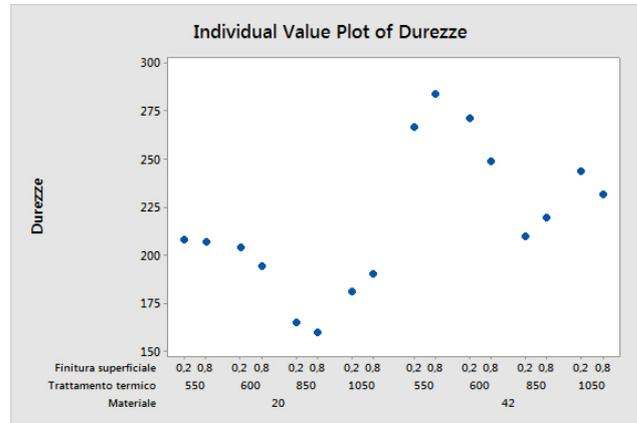
Figura 3.26: Test di Tukey eseguito sul fattore Materiale.

Analisi della durezza del metallo base

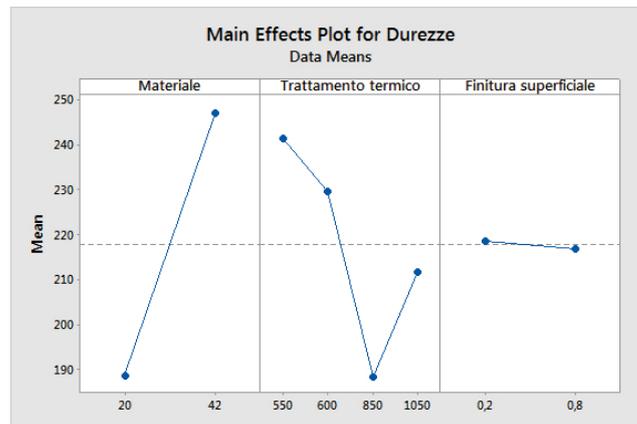
Si analizzano nel seguito i valori di durezza nel metallo base, calcolati come media aritmetica degli ultimi cinque valori dei profili di durezza. Da un'analisi visiva dell'individual value plot sembra che non ci siano dati strani e sembra che:

- il fattore di maggiore significatività sia il materiale;
- i valori di durezza più elevati sembrano legati all'acciaio 42CrMoS4;
- non sembrano essere presenti interazioni significative.

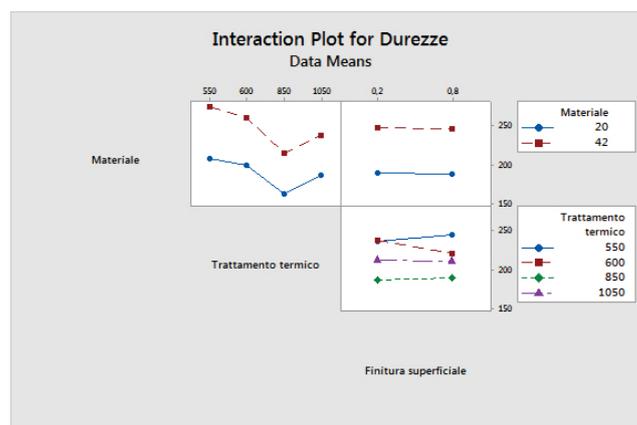
Il main effects plot conferma che il Materiale è il fattore di maggiore influenza seguito dal Trattamento termico. Dall'osservazione dell'interaction plot non si osservano possibili interazioni significative (Figura 3.27).



(a) Individual Value Plot.



(b) Main Effects Plot.



(c) Interaction Plot.

Figura 3.27: Analisi ANOVA della durezza nel metallo base.

In Figura 3.28 si riporta la tabella ANOVA fornita in output da Minitab. Dall'osservazione dei valori di F_0 si evince che il fattore Materiale è di gran lunga quello più influente oltre ad essere l'unico significativo nell'analisi.

General Linear Model: Durezze versus Materiale; Trattamento termico; Finitura superficiale

Method

Factor coding (-1; 0; +1)

Factor Information

Factor	Type	Levels	Values
Materiale	Fixed	2	20; 42
Trattamento termico	Fixed	4	550; 600; 850; 1050
Finitura superficiale	Fixed	2	0,2; 0,8

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Materiale	1	13611,3	13611,3	139,23	0,001
Trattamento termico	3	6363,4	2121,1	21,70	0,015
Finitura superficiale	1	12,0	12,0	0,12	0,750
Materiale*Trattamento termico	3	179,1	59,7	0,61	0,652
Materiale*Finitura superficiale	1	0,0	0,0	0,00	0,998
Trattamento termico*Finitura superficiale	3	326,5	108,8	1,11	0,466
Error	3	293,3	97,8		
Total	15	20785,6			

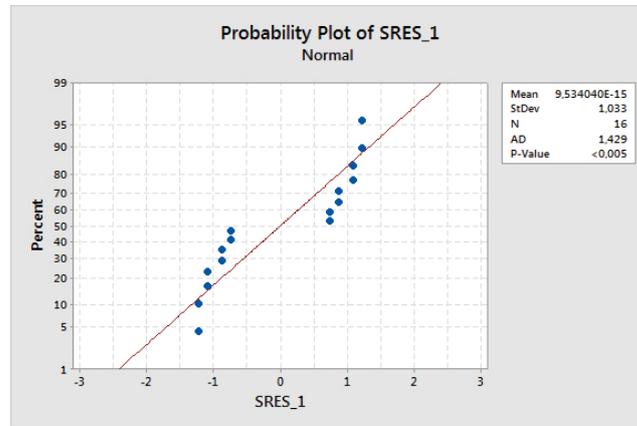
Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
9,88733	98,59%	92,95%	59,87%

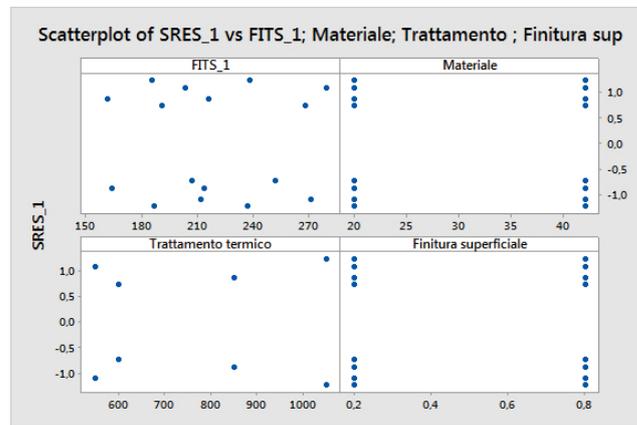
Figura 3.28: Tabella ANOVA dell'analisi sulla durezza nel metallo base.

Passando alla verifica delle ipotesi sui residui, facendo riferimento ai grafici di Figura 3.29(a)(b) e considerando un alfa di famiglia al 5%, si osserva che non è verificata l'ipotesi di normalità dei residui ($p\text{-value} < 0,005$). Per far fronte a ciò si esegue l'analisi della varianza del modello ridotto puramente additivo.

Si riporta in Figura 3.30 la tabella ANOVA del modello ridotto.



(a) Grafico di probabilità normale.



(b) Grafico dei residui standardizzati rispetto ai valori previsti e rispetto ai fattori.

Figura 3.29: Verifica delle ipotesi sui residui dell'analisi ANOVA della durezza nel metallo base.

Eseguendo nuovamente l'analisi utilizzando un modello ridotto con i soli fattori additivi tutti i residui appartengono all'intervallo $(2;-1)$ ed appaiono indipendenti dai fattori. Facendo riferimento ai grafici di Figura 3.31(a)(b) e considerando un alfa di famiglia al 5%, si osserva che è verificata l'ipotesi di normalità dei residui ($p\text{-value} = 0,316$). Di conseguenza le ipotesi di normalità e di omogeneità della varianza non possono essere rifiutate.

In conclusione risultano significativi i fattori Materiale e Trattamento termico.

General Linear Model: Durezza versus Materiale; Trattamento termico; Finitura superficiale

```

Method

Factor coding  (-1; 0; +1)

Factor Information

Factor          Type  Levels  Values
Materiale       Fixed  2       20; 42
Trattamento termico Fixed  4       550; 600; 850; 1050
Finitura superficiale Fixed  2       0,2; 0,8

Analysis of Variance

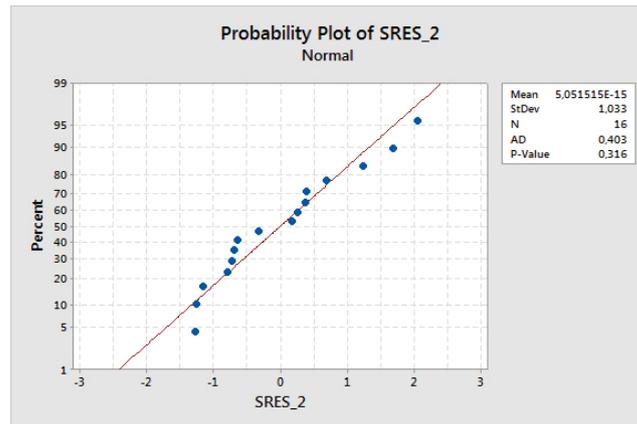
Source          DF  Adj SS  Adj MS  F-Value  P-Value
Materiale       1  13611,3 13611,3   170,38   0,000
Trattamento termico 3   6363,4  2121,1    26,55   0,000
Finitura superficiale 1    12,0    12,0     0,15   0,707
Error           10   798,9    79,9
Total           15  20785,6

Model Summary

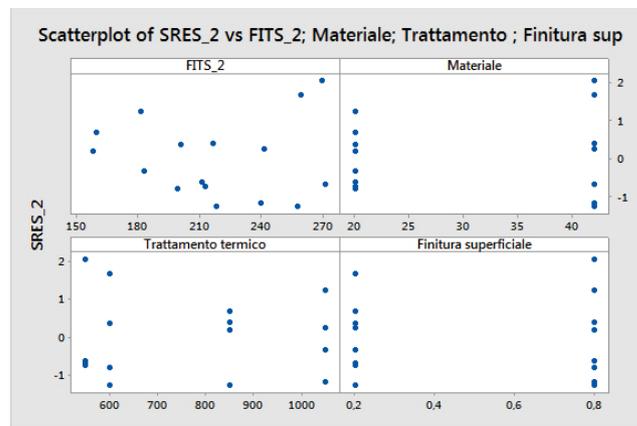
S      R-sq  R-sq(adj)  R-sq(pred)
8,93807  96,16%   94,23%    90,16%
    
```

Figura 3.30: Tabella ANOVA del modello ridotto sulla durezza nel metallo base.

Si esegue il test di Tukey per determinare quali livelli dei fattori significativi nell'analisi producano un maggior incremento di durezza nel metallo base. In Figura 3.32 si riportano le tabelle dell'analisi eseguita. Come c'era da aspettarsi l'acciaio 42CrMoS4, possedendo un più alto tenore di carbonio, restituisce le durezze più elevate dopo essere stato temprato e rinvenuto. Secondo Tukey non c'è differenza statistica tra le temperature di rinvenimento per ottenere la durezza massima possibile nel metallo base.



(a) Grafico di probabilità normale.



(b) Grafico dei residui standardizzati rispetto ai valori previsti e rispetto ai fattori.

Figura 3.31: Verifica delle ipotesi sui residui dell'analisi ANOVA del modello ridotto della durezza nel metallo base.

Comparisons for Durezza

Tukey Pairwise Comparisons: Response = Durezza, Term = Materiale

Grouping Information Using the Tukey Method and 97,5% Confidence

Materiale	N	Mean	Grouping
42	8	246,941	A
20	8	188,607	B

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 97,5% CIs

Tukey Pairwise Comparisons: Response = Durezza, Term = Trattamento termico

Grouping Information Using the Tukey Method and 97,5% Confidence

Trattamento termico	N	Mean	Grouping
550	4	241,405	A
600	4	229,527	A B
1050	4	211,665	B
850	4	188,500	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Figura 3.32: Test di Tukey eseguito sui fattori Materiale e Trattamento termico.

Analisi sui valori di RMS

La seguente analisi è svolta sui valori di RMS, delle diverse condizioni sperimentali, calcolati come la radice della sommatoria dei quadrati delle differenze tra i valori misurati sperimentalmente ed i valori attesi fratto il numero di valori presi in considerazione:

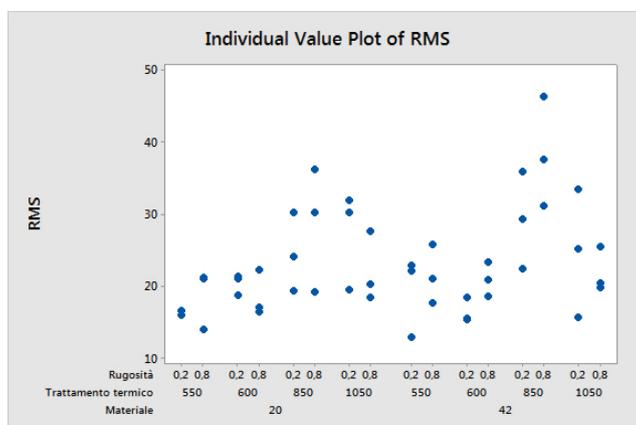
$$RMS = \sqrt{\frac{\sum(\hat{y}_i - y_i)^2}{n}}$$

L'RMS è un indice statistico che misura la differenza tra una popolazione di valori (in questo caso la popolazione è data dai valori sperimentali) ed i valori attesi da un modello od uno stimatore. L'RMS rappresenta la deviazione standard delle differenze tra i valori stimati ed i valori osservati. Queste differenze individuali sono chiamate residui quando esse sono ricavate da valori sperimentali utilizzati per ricavare uno stimatore. L'RMS è una buona misura di accuratezza del modello. [8]

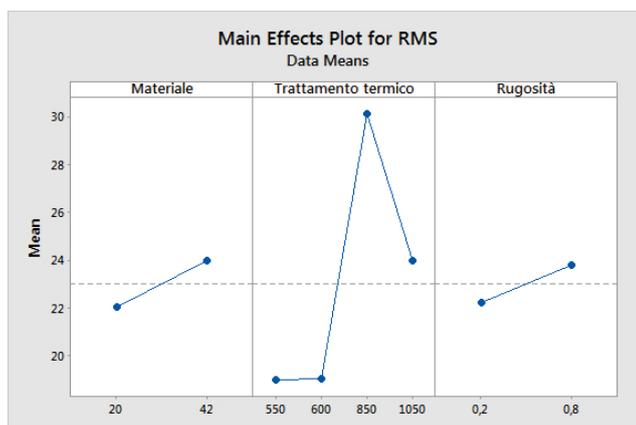
Da un'analisi visiva dell'individual value plot sembra che non ci siano dati strani e sembra che:

- non ci sia una differenza evidente nel valore dei dati dei due materiali;
- l'influenza del fattore Rugosità sia limitata;
- i valori di RMS più elevati sembrano legati al trattamento termico di normalizzazione.

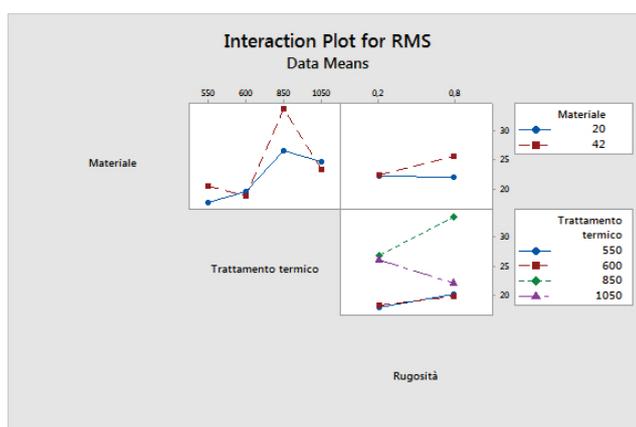
Il main effects plot conferma che il Trattamento termico è il fattore di maggiore influenza e suggerisce che sia anche l'unico significativo. Dall'osservazione dell'interaction plot non si osservano possibili interazioni tra i fattori in analisi (Figura 3.33).



(a) Individual Value Plot.



(b) Main Effects Plot.



(c) Interaction Plot.

Figura 3.33: Analisi ANOVA sui valori di RMS delle diverse condizioni sperimentali.

In Figura 3.34 si riporta la tabella ANOVA fornita in output da Minitab. Dall'osservazione dei valori di F_0 si nota che il fattore Trattamento termico è l'unico influente sui valori di RMS in analisi.

General Linear Model: RMS versus Materiale; Trattamento termico; Rugosità

Method

Factor coding (-1; 0; +1)

Factor Information

Factor	Type	Levels	Values
Materiale	Fixed	2	20; 42
Trattamento termico	Fixed	4	550; 600; 850; 1050
Rugosità	Fixed	2	0,2; 0,8

Analysis of Variance

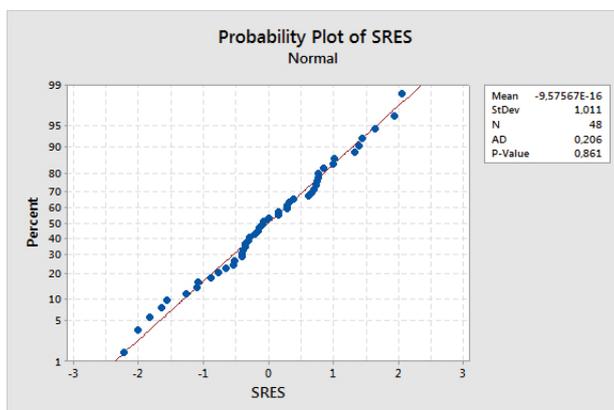
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Materiale	1	46,27	46,266	1,75	0,194
Trattamento termico	3	1010,19	336,732	12,76	0,000
Rugosità	1	29,36	29,362	1,11	0,299
Materiale*Trattamento termico	3	143,23	47,742	1,81	0,164
Materiale*Rugosità	1	33,64	33,642	1,27	0,267
Trattamento termico*Rugosità	3	168,28	56,093	2,12	0,115
Error	35	923,93	26,398		
Lack-of-Fit	3	19,60	6,534	0,23	0,874
Pure Error	32	904,32	28,260		
Total	47	2354,90			

Model Summary

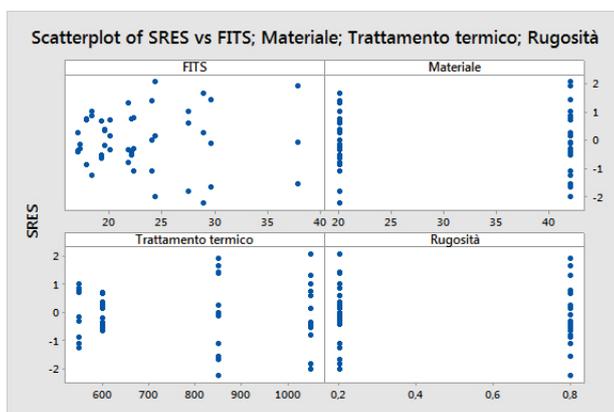
S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
5,13789	60,77%	47,31%	26,21%

Figura 3.34: Tabella ANOVA sui valori di RMS delle diverse condizioni sperimentali.

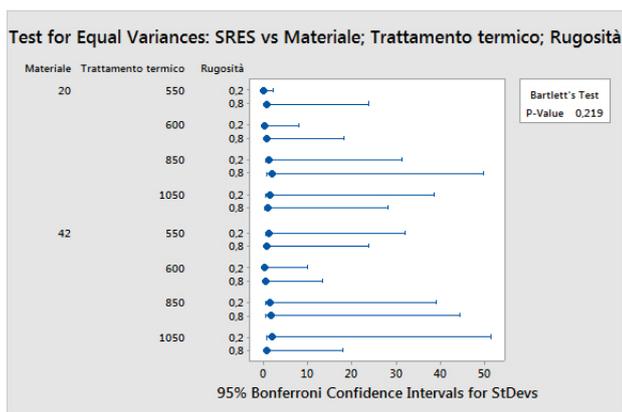
Passando alla verifica delle ipotesi sui residui, facendo riferimento ai grafici di Figura 3.35(a)(b)(c) e considerando un alfa di famiglia al 5%, si può osservare che sono verificati i test di normalità dei residui ($p\text{-value} = 0,861$) e l'omogeneità della varianza ($p\text{-value} = 0,219$) e che non sono presenti residui estremi o andamenti particolari dei residui rispetto ai fattori in studio. Dalle osservazioni fatte risulta che le ipotesi di normalità e di omogeneità in varianza non possono essere rifiutate.



(a) Grafico di probabilità normale.



(b) Grafico dei residui standardizzati rispetto ai valori previsti e rispetto ai fattori.



(c) Test di omogeneità della varianza.

Figura 3.35: Verifica delle ipotesi sui residui dell'analisi ANOVA sui valori di RMS delle diverse condizioni sperimentali.

In conclusione l'unico fattore significativo risulta essere il Trattamento termico.

Di seguito si svolge il test di Tukey per determinare quali livelli del fattore Trattamento termico producano i valori di RMS più elevati. In Figura 3.36 si riporta la tabella dell'analisi eseguita.

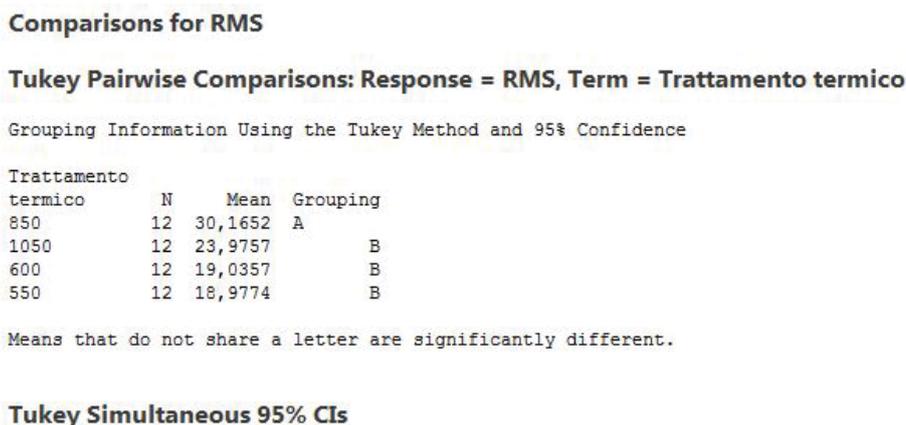


Figura 3.36: Test di Tukey eseguito sul fattore Trattamento termico.

3.5.1 Conclusioni sulle analisi svolte dai dati dei profili di durezza

Dalle analisi della varianza svolte si possono derivare le seguenti conclusioni:

- la durezza massima dello strato nitrurato risulta particolarmente influenzata dalla rugosità e dal trattamento termico;
- l'unico fattore che condiziona la profondità efficace dello strato nitrurato è il materiale;
- la dispersione dei dati sperimentali all'interno dello strato nitrurato è maggiore nei campioni normalizzati rispetto a quelli temprati e rinvenuti.
- la durezza del metallo base è funzione dell'acciaio e del trattamento termico eseguito;

La Finitura superficiale dei campioni è il fattore che condiziona maggiormente la durezza massima ottenuta sulla superficie nitrurata. Ponendo l'attenzione

ai risultati del test di Tukey in Figura 3.22, svolto sull'interazione Trattamento termico*Rugosità, si osserva come nell'insieme dei valori statisticamente più elevati (gruppo contraddistinto dalla lettera A) siano comprese tutte le interazioni con il livello alto di finitura superficiale. Nella stessa tabella si può osservare come i livelli di Trattamento termico siano distribuiti casualmente tra le diverse interazioni dei gruppi con durezze statisticamente differenti. Osservando la prima tabella del test di Tukey si può ancora notare la distribuzione casuale delle interazioni tra i fattori Materiale e Trattamento termico, non si riesce a cogliere una netta differenza tra i livelli di questi due fattori che comporti l'ottenimento di una maggiore durezza superficiale. Si evidenzia inoltre come nella prima tabella (interazioni tra i fattori Materiale e Trattamento termico) le differenze in termini di microdurezza Vickers siano limitate a 10-15 HV, valori che da un punto di vista statistico possono risultare rilevanti ma che da un punto di vista industriale risultano esigui. L'influenza della rugosità è da attribuire alla differente estensione della superficie esposta all'atmosfera nitrurante, che aumenta all'aumentare della rugosità media (R_a).

La profondità efficace è influenzata unicamente dal fattore Materiale. Nel piano sperimentale sono stati presi in considerazione due acciai, dall'analisi della varianza risulta che la penetrazione di azoto è favorita nell'acciaio 20MnCrS5 rispetto al 42CrMoS4. Questo può essere dovuto al maggior contenuto di carbonio presente in quest'ultimo rispetto al 20MnCrS5, gli elementi di lega rendono più difficoltosa la penetrazione dei azoto limitando la profondità efficace.

Osservando i risultati dell'analisi della varianza svolta sui valori di RMS si ricava che essi sono influenzati unicamente dalla tipologia di trattamento termico eseguito. In particolare il test di Tukey mostra che il trattamento di normalizzazione svolto a 850 °C restituisce valori di RMS statisticamente più elevati rispetto agli altri livelli del fattore Trattamento termico. Questo risultato può essere spiegato osservando la microstruttura formatasi in seguito allo svolgimento dei trattamenti termici. Dall'osservazione delle metallografie si può apprezzare come le normalizzazioni svolte a 850 °C restituiscano una struttura ferritico-perlitica con grani cristallini

equiassici. L'alternanza di ferrite e perlite sfavorisce l'omogenea penetrazione dell'azoto nella massa metallica, portando all'alternanza di zone dove l'azoto si è diffuso maggiormente (zone ricche di fase α) e zone dove la penetrazione di azoto è avvenuta con più difficoltà; questo porta all'osservazione di valori di microdurezza più dispersi attorno ai valori attesi e conseguentemente a valori di RMS più elevati.

Scendendo nel metallo base la durezza è funzione dell'acciaio considerato (e quindi dal tenore di carbonio e dagli elementi di lega presenti) e dei trattamenti termici eseguiti. Osservando il test di Tukey in Figura 3.32 si può apprezzare la netta differenza di durezza derivante dall'utilizzo dei due acciai considerati, ovviamente maggiore è il contenuto di carbonio e maggiore è la durezza a cuore del metallo. Il trattamento termico che restituisce il valore di durezza maggiore è la tempra seguita dal rinvenimento, le normalizzazioni restituiscono durezze statisticamente inferiori; questo risultato (perfettamente in accordo con la letteratura) è dovuto alla microstruttura ottenuta a valle dell'esecuzione dei trattamenti termici stessi. Dal test di Tukey svolto risulta che la durezza ottenuta temprando e rinvenendo l'acciaio a 600°C non è statisticamente differente da quella derivante da una normalizzazione svolta a 1050°C . La spiegazione a questo risultato la si può trovare nell'osservazione della struttura cristallina ottenuta a valle dei trattamenti eseguiti e della quale si tratterà nella prossima sezione. Dall'osservazione delle metallografie si può vedere come i grani cristallini ottenuti a valle della normalizzazione siano molto deformati e distorti a causa della forte escursione termica subita dal materiale, questo porta ad un forte aumento di durezza dello stesso ed al raggiungimento di durezze caratteristiche della tempra seguita da rinvenimento svolto a 600°C .

3.6 Prove di scratch

Per studiare l'interazione esistente tra un rivestimento ed il substrato adiacente si eseguono prove di scratch. Esse sono un modo intuitivo ed efficiente per caratterizzare l'adesione e la coesione di un rivestimento. I risultati ottenuti permettono di valutare l'eventuale distacco del rivestimento o il cedimento dell'interfaccia al carico imposto. Nella realtà industriale questi danneggiamenti portano ad una perdita di efficienza del materiale e del componente riducendo la vita utile di questi. E' indispensabile utilizzare, nelle applicazioni ingegneristiche, la coppia substrato-rivestimento con le migliori caratteristiche di adesione e coesione in modo da ridurre al minimo gli interventi di manutenzione o sostituzione. In questo lavoro di tesi si vuole indagare il comportamento della coltre bianca e valutare il carico critico per il quale si osservano i primi distacchi di materiale (Figura 3.38). Si vogliono inoltre indagare le eventuali differenze di comportamento della coltre al variare delle diverse condizioni sperimentali misurando la larghezza dell'impronta e svolgendo un'analisi della varianza per ottenere risultati oggettivi di valutazione della prova.

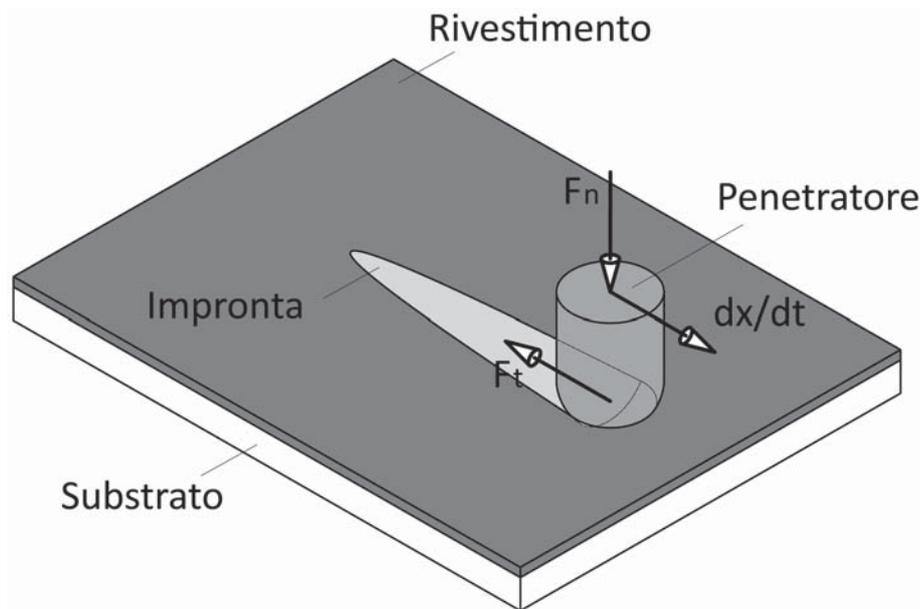


Figura 3.37: Schematizzazione della prova meccanica di scratch.

La prova svolta è del tipo ‘Progressive Load Scratch Test’, il carico (F_n) cresce linearmente dallo zero fino ad un valore massimo di 30 N (Figura 3.37). Per descrivere nel modo più corretto possibile il comportamento generale del materiale si opera uno scratch di lunghezza 3 mm.

I risultati della prova, e le analisi della varianza, verranno presentati nel prossimo capitolo nel paragrafo riguardante le analisi al SEM poiché in quella sezione verranno presentate le immagini acquisite ed utilizzate per la misurazione dei parametri studiati.

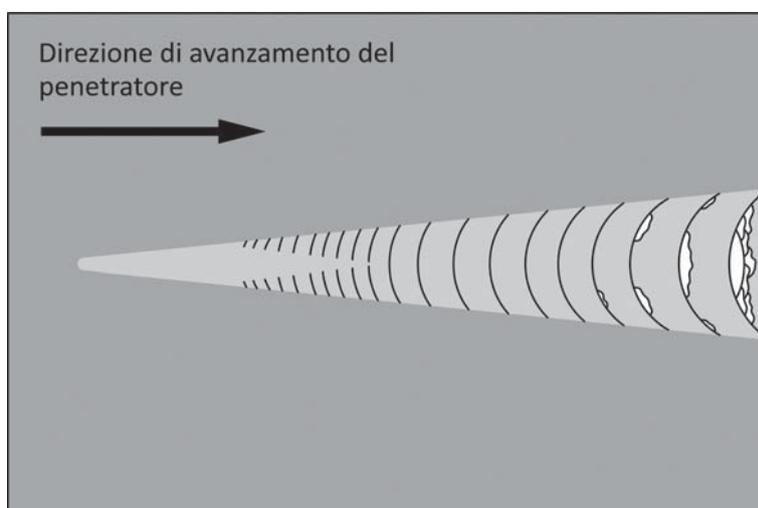


Figura 3.38: Modalità di esecuzione della prova meccanica di scratch.

Capitolo 5

Conclusioni

Nella pratica industriale è abitudine svolgere il trattamento termico di nitrurazione su tipologie di acciai speciali da costruzione non studiati appositamente per il trattamento. Questo lavoro di tesi è stato svolto per studiare gli effetti derivanti dal cambiamento dei parametri del processo produttivo a cui un componente può essere sottoposto prima di essere nitrurato.

In particolare si sono analizzate le proprietà della coltre bianca e della sottostante zona di diffusione in seguito all'utilizzo di diverse tipologie di acciaio, allo svolgimento di diversi trattamenti termici e all'attribuzione di diverse finiture superficiali. Si riportano di seguito i principali risultati ottenuti.

Zona di diffusione

La diffusione dell'azoto nella massa metallica è funzione della tipologia di acciaio, e quindi del tenore degli elementi di lega in esso contenuti. Maggiore è la percentuale in peso degli elementi di lega maggiore è la difficoltà di penetrazione dell'azoto all'interno del reticolo cristallino, nel lavoro svolto infatti risulta che l'acciaio 20MnCrS5 possiede una profondità efficace statisticamente più elevata rispetto al 42CrMoS4. Il controllo del processo, tuttavia, è legato al tipo di trattamento termico eseguito a monte della nitrurazione: dall'esperimento risulta che una

microstruttura omogenea, figlia di un trattamento di tempra e rinvenimento, favorisce una uniforme precipitazione di nitruri al di sotto della coltre bianca; svolgere un trattamento termico di normalizzazione significa avere un diverso livello di diffusione dell'azoto in diverse zone del componente trattato, a causa della disomogenea distribuzione dei grani di ferrite e perlite nella microstruttura dell'acciaio. La penetrazione dell'azoto, infatti, risulta favorita nella ferrite (cristalli omogenei di fase α) poiché povera di carbonio rispetto alla perlite (cristalli a lamelle alternate di fase α e Fe_3C).

Coltre bianca

Al variare delle diverse condizioni sperimentali non si sono osservati cambiamenti rilevanti nella morfologia e nelle caratteristiche della coltre bianca. Dall'analisi metallografica si è evidenziato come la media e la deviazione standard dei valori di spessore della coltre dipendano dalla finitura superficiale del componente sul quale si vuole svolgere il trattamento termico di nitrurazione. I risultati delle analisi della varianza svolte rilevano differenze statisticamente rilevanti; esse tuttavia, da un punto di vista industriale, appaiono esigue a causa della limitatezza del divario tra i valori risultanti. La rugosità appare essere il fattore principale nel valore di durezza massima sulla superficie nitrurata, anche qui tuttavia le differenze rimangono nell'intorno dei 10 HV che, da un punto di vista industriale, risultano ininfluenti. Gli stessi commenti si possono applicare ai risultati delle prove di scratch svolte allo scopo di caratterizzare la risposta alle sollecitazioni della coltre bianca; dalle analisi ANOVA eseguite non emergono fattori significativi in grado di influenzare l'affondamento del penetratore. Ponendo l'attenzione sull'analisi della varianza svolta sui valori di carico critico, in corrispondenza dei quali la coltre inizia a sfaldarsi, risulta che la finitura superficiale gioca un ruolo nella compattezza della superficie nitrurata. Una minore rugosità porta alla formazione di una superficie più regolare ed uniforme, esente dalla presenza di asperità pronunciate, e quindi meno propensa a cedimenti in presenza di sollecitazioni meccaniche agenti sulla stessa.