

Caratterizzazione strutturale e tensionale di acciaio inox austenitico laminato a freddo

A. Zambon, B. Badan

Vengono descritti i risultati di indagini tensionali e strutturali su nastro sottile di acciaio inossidabile austenitico AISI 301 laminato a freddo. Le verifiche tensionali, eseguite mediante diffrattometria a raggi X, vengono correlate con variazioni di microdurezza rilevate lungo lo spessore, e con variazioni di rapporto volumetrico tra austenite e fasi prodottesi in conseguenza della sua destabilizzazione, indotta dalla deformazione plastica. Vengono altresì presentate figure polari relative ad analisi di tessitura sulla giacitura parallela al piano di laminazione e ne vengono confrontate le modificazioni in relazione alla distanza dalla superficie.

Parole chiave: acciaio inox, trasformazione di fase, lav. plastiche a freddo, caratterizzazione materiali

INTRODUZIONE

Allo stato solubilizzato gli acciai austenitici presentano limite di snervamento e resistenza meccanica relativamente modesti. Tra i meccanismi adottabili per incrementarne i rispettivi valori, è sovente impiegato il metodo del rafforzamento per incrudimento. Nelle condizioni incrudite si possono ottenere valori di resistenza paragonabili a quelli riscontrabili negli acciai da costruzione (Tab. 1).

Come è noto l'austenite negli acciai deve considerarsi fase comunque metastabile, essendo invece stabilizzata da opportune aggiunte di elementi in lega. La struttura degli acciai pertanto tende, nel caso il tenore di elementi gammagegni lo consenta, a trasformarsi in fasi termodinamicamente più stabili. Alcuni acciai inossidabili austenitici annoverati tra i "metastabili", e tra questi l'AISI 301, possono sviluppare, in seguito a deformazione plastica a freddo, il fenomeno della trasformazione strutturale in entità particolarmente significativa, che si concretizza, in particolare, nella precipitazione di martensite in corrispondenza ad intersezioni tra piani di scorrimento. Pertanto tali acciai, se sottoposti mediante deformazione a freddo alle medesime variazioni dimensionali, possono sviluppare maggiori resistenze e durezza di acciai appartenenti ai tipi "stabili" (per esempio AISI 304).

Si raffrontino i grafici di fig. 1: considerando, ad esempio, una deformazione del 60% (deformazione vera = 0,47) a 20°C nel caso dell'AISI 304 sarebbe prevedibile una percen-

tuale di martensite α' inferiore al 20%, mentre nel caso dell'AISI 301, nelle medesime condizioni temperatura-deformazione, si supererebbe il 60%. Nel caso di deformazioni condotte ad una temperatura dell'ordine di 80-90°C, la percentuale di martensite stimolata da deformazione nell'AISI 304 è trascurabile (e forse non facilmente apprezzabile), mentre è significativamente più elevata nel caso dell'AISI 301.

La trasformazione dell'austenite, che risulta tanto più facilitata quanto più bassi sono i tenori degli elementi gammagegni, può avvenire o per raffreddamento dell'austenite sotto la temperatura M_s (Martensite start per attivazione da sottoraffreddamento termico) (martensite α') o per deformazione plastica in martensite ϵ e α' . In questo caso la trasformazione è possibile qualora la temperatura del materiale sia inferiore a M_d (Martensite start per attivazione da deformazione), il cui valore è in ogni caso superiore a M_s . Quindi deformazioni plastiche di una definita entità non inducono trasformazione martensitica qualora la temperatura sia superiore al corrispondente M_d . La frazione volumetrica di martensite che si forma è funzione contemporaneamente della composizione chimica dell'acciaio, della temperatura di laminazione, dell'entità ϵ , presumibilmente, della velocità di deformazione.

Quindi la trasformazione $\gamma \Rightarrow \alpha'$ (ovvero $\gamma \Rightarrow \epsilon \Rightarrow \alpha'$) avviene spontaneamente a temperature minori di M_s e per deformazione plastica per $M_s < T < M_d$.

Nel caso di attivazione per deformazione, la frazione volu-

Tabella 1 – Valori minimi di proprietà meccaniche degli acciai austenitici tipo AISI 301 ed AISI 304 a temperatura ambiente [1].

Table 1 – Room temperature minimum mechanical properties of austenitic stainless steels AISI 301 and AISI 304 [1].
B=Bar, F=wire, P=Plate, L=Sheet, N=Strip

| Forma | Condizione | Resistenza MPa (ksi) | Rp0.2 MPa (ksi) | Allungamento % | Durezza HRB |
|------------------------------|---------------------------|----------------------|-----------------|----------------|-------------|
| AISI 301 (UNS S30100) | | | | | |
| B, F, P, L, N | solubilizzato | 515 (75) | 205 (30) | 40 | 88 max |
| L, N | 1/4 Hard | 860 (125) | 515 (75) | 25 | ... |
| L, N | 1/2 Hard | 1030 (150) | 760 (110) | 18 | ... |
| L, N | 3/4 Hard | 1210 (175) | 930 (135) | 12 | ... |
| L, N | 4/4 Hard | 1280 (185) | 965 (140) | 9 | ... |
| AISI 304 (UNS S30400) | | | | | |
| P, L, N | solubilizzato | 515 (75) | 205 (30) | 40 | 88 max |
| L, N | Alta resistenza (grado B) | 550 (80) | 310 (45) | ... | ... |
| L, N | Alta resistenza (grado C) | 860 (125) | 515 (75) | ... | ... |
| B, F | Alta resistenza (grado D) | 1030 (150) | 690 (110) | ... | ... |

B= Barra, F= Filo, P=Piastra, L=Lamiera, N=Nastro

A. Zambon, B. Badan
DIMEG – Università di Padova

Memoria presentata
al 30° Convegno nazionale AIM,
Vicenza 17-19 novembre 2004

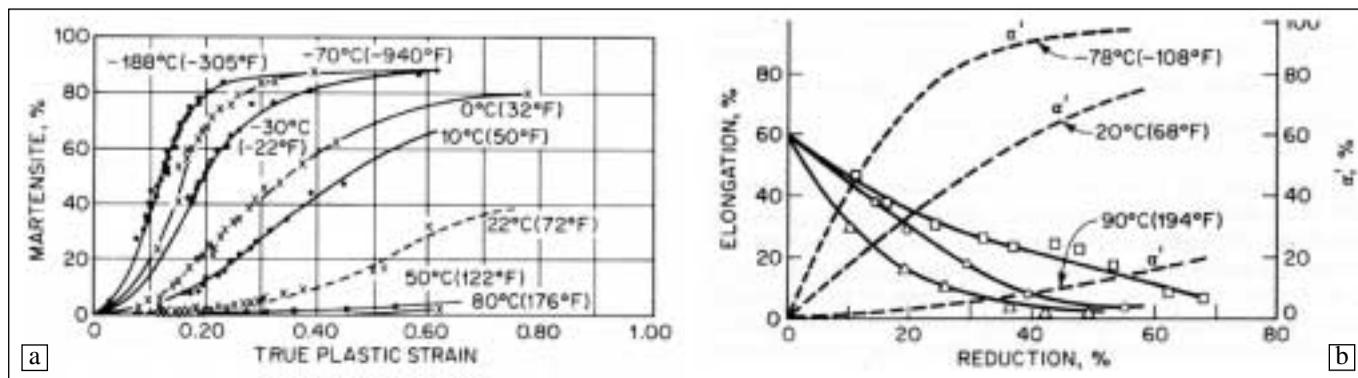


Fig. 1 – (a) Formazione di martensite α' in acciaio inox 18-8. (b) Effetto della laminazione sul tenore in martensite in acciaio inox AISI 301 [2].
 Fig. 1 – (a) Formation of α' martensite in 18-8 stainless steel. (b) Effect of rolling on the amount of martensite in AISI 301 stainless steel [2].

metrica di fase trasformata aumenta diminuendo la temperatura, oltre che aumentando la deformazione. In Fig. 1(a) si trovano le curve di trasformazione in funzione dell'entità di deformazione vera per un acciaio austenitico 18Cr-8Ni per valori costanti di temperatura, ottenute da Angel secondo la seguente equazione:

$$(1) \ln(f/1-f) = n \ln \epsilon_{true} + K$$

dove f è la frazione trasformata ed n e k sono costanti. Studiando una serie di leghe, Angel ha trovato che il valore di n è all'incirca 3, ed è indipendente sia dalla composizione che dalla temperatura. Al contrario, il valore di k risulta funzione sia della composizione che della temperatura [2].

Angel ha inoltre proposto una formula che consente di determinare la temperatura alla quale si produrrebbe una frazione volumetrica di martensite del 50% qualora l'acciaio austenitico, sottoposto ad uno stato di trazione semplice, fosse sede di deformazione reale del 30%; tale temperatura denominata M_{d30} è data da:

$$(2) M_{d30} = 413 - 462(\%C + \%N) - 9,2(\%Si) - 8,1(\%Mn) - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 18,5(\%Mo)$$

Adottando le composizioni indicative per l'acciaio AISI 301 (Tab. 2) [1], si ottiene $M_{d30} = 18,9^\circ C$ (si confronti con la relativa curva a tratti in Fig. 1b).

Un acciaio che mantenga le doti di inossidabilità, quantomeno in ambienti moderatamente aggressivi, potendo nel contempo garantire doti di resistenza meccanica apprezzabili ai fini della sua utilizzazione in organi di macchina e componenti di impianti, è senz'altro di un certo interesse.

Infatti un siffatto acciaio trova applicazione in spine elastiche per accoppiamenti di componenti, nella realizzazione di molle elicoidali (nella forma di filo) o a tazza (a partire da laminati o nastri opportunamente tranciati e deformati plasticamente), nella realizzazione di membrane elastiche, nella realizzazione di accoppiamenti flessibili e, nel contempo, resistenti e rigidi rispetto alla torsione, per la realizzazione di giunti di trasmissione.

L'acciaio inossidabile austenitico AISI 301 è quindi un ottimo candidato per tali applicazioni.

L'incrudimento, indotto da deformazione plastica a freddo, porta a una distribuzione tensionale in qualche misura influenzata dalla configurazione dell'orientamento cristallografico (tessitura) che si accompagna al processo di deformazione plastica. Recentemente sono apparsi studi tendenti

| C | Mn | Si | Cr | Ni | P | S |
|------|------|------|-----------|---------|-------|------|
| 0.15 | 2.00 | 1.00 | 16.0-18.0 | 6.0-8.0 | 0.045 | 0.03 |

Tabella 2 – Composizione tipica di acciaio inox austenitico AISI 301 (UNS S30100).

Table 2 – Typical composition of AISI 301 (UNS S30100) stainless steel.

a valutare le implicazioni derivanti dalla contemporanea presenza dello stato tensionale residuo e delle tessiture [3, 4]. In tali articoli, tuttavia, sono state esaminate separatamente le correlazioni tra stato tensionale e tessiture, oppure tra resistenza a fatica e parametri produttivi.

Nel presente lavoro, che si collega ad alcune esperienze iniziate alcuni anni or sono, vengono descritte le condizioni tensionali e tessiture, correlandole con aspetti microstrutturali e determinazioni di andamenti di microdurezza in nastri sottili di acciaio AISI 301 laminati a freddo.

Vengono altresì esaminate alcune morfologie di organizzazione di dislocazioni in campioni ottenuti con la tecnica "thin foil".

MATERIALI

Il materiale dei campioni studiati è costituito da acciaio austenitico AISI 301, laminato a freddo in un laminatoio reversibile di precisione (Sendzimir 1-2-3-4) [5], in diverse condizioni finali di fornitura.

È stato preso in esame essenzialmente un nastro ottenuto mediante incrudimento per laminazione a freddo nelle condizioni di incrudimento Full Hard (4/4H), del quale, dalla brochure della ditta fornitrice, si rilevano le indicazioni di Tab. 3 sostanzialmente in accordo con quanto riportato più sopra in Tab. 1.

Lo spezzone di nastro a disposizione, dello spessore finale nominale pari a 0.60 mm, era stato ottenuto mediante progressive passate, successive ad una ricottura intermedia, (preservando tuttavia le caratteristiche di resistenza a corrosione), con una riduzione cumulata di spessore pari a circa il 67%, computata dalla condizione di ricottura intermedia.

Alcune verifiche sperimentali sono state eseguite, oltre che su un campione di nastro allo stato ricotto, anche su uno spezzone di nastro, della medesima composizione, incrudito 3/4H, con una singola passata di riduzione di circa il 29%.

Anche in questo caso lo spessore finale nominale del nastro

| C% | Mn% | Si% | Cr% | Ni% | Stato di fornitura | Rm N/mm ² | Rp0.2 N/mm ² | HV indicativo |
|------|-----|------|-----|-----|--------------------|----------------------|-------------------------|---------------|
| 0.12 | 1.2 | 0.75 | 17 | 7 | 4/4 H | >1300 | >1000 | >400 |

Tabella 3 – Composizione e caratteristiche meccaniche di fornitura (dalla brochure del fornitore).

Table 3 – Typical composition and mechanical properties of the steel (as from the supplier's brochure).

disponibile era pari a 0,60 mm. Sono state eseguite verifiche di composizione e dimensionali sui nastri a disposizione, che hanno confermato i limiti di chiarati.

PARTE SPERIMENTALE

Indagini microstrutturali mediante microscopia ottica

Da ogni lamierino fornito sono stati ottenuti mediante sezioni eseguite con microtroncatrice di precisione dei campioni, su ciascuno dei quali è stata contrassegnata la direzione di prelievo.

Successivamente, prima dell'inglobamento in resina epossidica per la preparazione metallografica, si è provveduto alla nichelatura mediante elettrodeposizione allo scopo di preservare il bordo della lamina.

Si è preventivamente provveduto a collegare ai campioni dei fili conduttori per poter poi sottoporre i provini ad attacco metallografico elettrolitico.

La preparazione metallografica è stata condotta secondo le normali procedure con lubrorefrigerazione in flusso di acqua su carte da 800, 1000, 1200 Grit, concludendo con lucidatura su panni con paste diamantate da 7 μm e da 1 μm .

L'attacco metallografico è stato condotto elettroliticamente con flusso di soluzione acquosa di acido ossalico al 10%, a 6 V per 20 s.

L'osservazione al microscopio ottico ha permesso preliminarmente di individuare inequivocabilmente l'orientamento dello spezzone di nastro fornito in relazione alla direzione di laminazione ed ovviamente di procedere ad una verifica microstrutturale.

Analisi di fase

Metodi diffrattometrici e spettroscopici [6] risultano agevoli da applicare, unitamente alla soddisfacente precisione nelle determinazioni, quando si tratti di valutare le frazioni volumetriche di fasi, quali quella a reticolo CCC e CFC nelle leghe del ferro. Forse più agevole, ma di più incerta risoluzione spaziale, può essere in questo caso il metodo magnetoscopico.

Nel caso in esame si è fatto ricorso alla determinazione con metodo diffrattometrico, utilizzando la radiazione $\text{MoK}\alpha$ ($\lambda = 0,709317\text{\AA}$) (filtrata con Zr). L'analisi di fase è stata effettuata scegliendo la "finestra" di angoli θ compresi tra 9° e 24° . In questo intervallo ricadono i riflessi 110, 200, 211, 220, 310 della fase α ed i riflessi 111, 200, 220, 311 della fase γ .

Le intensità di radiazione diffratta sono state corrette per i fattori di Lorentz, polarizzazione e assorbimento (LPA) prima di procedere alla valutazione dei rapporti tra opportune combinazioni di aree sottese dai picchi di diffrazione, condotta mediante software Dosophatex™. All'uopo, da opportuno campione di limatura fine, ricotto in atmosfera protettiva a 1130°C , si sono ottenute intensità integrate per i riflessi prescelti e per il segnale di fondo.

Ai fini della determinazione del rapporto delle fasi, non è stato considerato il volume, peraltro presumibilmente esiguo, di fasi "secondarie" precipitate; conseguentemente, nella esposizione dei risultati, le fasi α e γ sono complementari rispetto al 100%.

I campioni esaminati sono stati montati su un portacampione che ne consente l'inclinazione e la rotazione, in modo da compensare gli effetti di tessitura.

Per l'analisi dei diffrattogrammi si è fatto dapprima uso di diverse combinazioni di riflessi, appartenenti ad una o all'altra delle fasi e, verificata la congruenza dei valori ottenuti con le diverse combinazioni, si è fatto poi riferimento ai riflessi $\alpha\{200\}$, $\gamma\{220\}$, $\alpha\{211\}$, $\gamma\{311\}$, verificando i valori dei rapporti di fase in superficie del campione incrudito

4/4 H e a 0,1 mm dalla superficie originaria sul medesimo campione, previa "gentile" asportazione mediante lucidatura elettrolitica.

Tensioni residue

Scopo di questa analisi è delineare un profilo di tensioni residue lungo lo spessore di un campione incrudito 4/4 H, secondo la direzione di laminazione (RD) e secondo la direzione (TD) ad essa normale.

Il metodo diffrattometrico, che utilizza raggi X di opportuna lunghezza d'onda, è stato impiegato per determinare l'andamento delle tensioni residue nelle direzioni ortogonale e parallela alla direzione di laminazione in funzione della profondità nello spessore del punto sul quale veniva operata l'analisi. L'accesso ai punti via via più profondi è stato possibile asportando elettroliticamente il materiale, curando comunque di mantenere la planarità della superficie ed il parallelismo alla superficie originale.

Il metodo utilizzato è il ben noto "metodo del $\text{sen}^2\psi$ " [7, 8], che prevede l'inclinazione del campione in modo che l'angolo ψ tra la normale al campione nel punto della superficie indagato e la bisettrice tra "pennello" di raggi incidenti e la porzione di pennello di raggi diffratti che viene raccolta dal rivelatore, sia diverso per successive acquisizioni. Ciò è possibile inclinando il portacampioni. Il movimento dei goniometri, nonché l'acquisizione dei dati, sono automatizzati e prevedono la possibilità di effettuare rilevazioni per angoli ψ variabili discretamente.

In considerazione dei risultati dell'analisi di fase, si è fatto ricorso alla determinazione dello stato tensionale relativo alla sola fase a reticolo CCC, fase prevalente negli strati superficiali, utilizzando il riflesso 211. Il riflesso di detta famiglia di piani, utilizzando la radiazione $\text{CrK}\alpha$ ($\lambda = 2,2898\text{\AA}$), si colloca alla posizione angolare theta di circa 78° . Un angolo theta così elevato consente, come è noto, di rendere minimi gli errori di natura "geometrica" relativi al posizionamento del campione. Con misure per angoli positivi ψ (0° , 15° , 30° , 45°) si sono acquisiti diffrattogrammi in superficie e a profondità progressivamente crescenti fino a 0,3 mm. L'area indagata si presenta (a $\psi = 0^\circ$) delle dimensioni di circa $1 \times 1 \text{ mm}^2$.

Ovviamente i dati raccolti, che concernono spostamenti angolari in theta del riflesso considerato in funzione dell'angolo di inclinazione ψ , necessitano una elaborazione per la conversione in valori di tensione.

Tali valori, a parte quello determinato per la superficie, devono essere corretti per tener conto progressivamente degli effetti degli strati via via rimossi sul valore misurato alla profondità in esame, e le costanti elastiche utilizzate per calcolare i valori di tensione devono essere quelle "radiocristallografiche".

Tessiture cristallografiche

La figura polare diretta è l'informazione sperimentale che si ottiene dal diffrattometro per la determinazione degli orientamenti preferenziali ed è stata determinata per la superficie esterna di vari campioni di AISI 301.

Le direzioni di riferimento sono coincidenti con quelle caratteristiche della lavorazione di laminazione. Preliminarmente si è quindi provveduto a fissare, rispetto al piano di laminazione, la direzione (TD) trasversale a quella di laminazione (RD), marcandola su di un lato del campione con una microtroncatrice.

Per la stima della distribuzione della densità polare si sono utilizzate misure in riflessione [9]. In tale configurazione sorgente di raggi X e rivelatore stanno dallo stesso lato del campione, il quale è posto in rotazione mediante stepping motor intorno ad un asse normale alla sua superficie (ND).

L'acquisizione avviene per incrementi regolari dell'angolo di rotazione intorno a ND, provvedendo a successivi incre-

menti dell'angolo di tilt. A causa delle limitazioni derivanti dalle dimensioni di sorgente e rivelatore il massimo angolo di tilt consentito è ~ 80°.

Considerando i sopracitati movimenti del campione e i conseguenti effetti di defocalizzazione e di assorbimento, il metodo per riflessione consente la determinazione della figura polare per χ che, nel sistema di acquisizione utilizzato, varia tra 0° e 79,2°.

La posizione del rivelatore è stata impostata per rilevare i riflessi dei piani {110} della fase α per i nastri incruditi, mentre si è utilizzato il riflesso $\gamma\{111\}$ per il nastro solubilizzato. Per queste determinazioni è stata utilizzata la radiazione $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$).

Esame al microscopio elettronico a trasmissione

Sono stati osservati campioni ottenuti con la tecnica della lamina sottile dal nastro incrudito 4/4H e, per confronto, da nastro solubilizzato. Il microscopio elettronico in trasmissione usato per le osservazioni è un JEOL 200 CX.

La preparazione dei campioni previo assottigliamento mediante abrasione, levigatura e lucidatura con tecnica metallografica seguita da punzonatura, si è conclusa con l'assottigliamento elettrolitico finale in dual-jet-thinner in soluzione refrigerata al 5% di acido perclorico (al 70%), in butilglicole.

Determinazioni di microdurezza

In occasione delle progressive asportazioni di spessore per l'esecuzione delle determinazioni delle tensioni residue, sono stati altresì rilevati i valori di durezza sul piano superficiale del laminato e su piani ad esso paralleli, sequenzialmente portati a coincidere con il piano superficiale, grazie alla progressiva asportazione, mediante attacco elettrolitico in soluzione refrigerata di HClO_4 in glicole etileno, di spessori incrementali di acciaio.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Analisi microstrutturale

Dall'esame della superficie del campione AISI 301 (4/4 H) si osserva che i grani sono allungati secondo una direzione preferenziale (vedi Fig. 2a); questo ha consentito di determinare esattamente la direzione di laminazione (RD). In Fig. 2(b) è rappresentata la struttura cristallina sulla sezione parallela a (RD): i grani sono allungati secondo tale direzione e si osservano delle linee di flusso dovute a sovrastrutture piane, effetto della lavorazione a freddo.

In Fig. 2(c) è rappresentata la microstruttura sulla sezione (TD) trasversale a quella di laminazione.

I grani sono praticamente equiassici, ma leggermente schiacciati secondo la direzione (TD) e si osservano ancora le bande di deformazione plastica.

Esame al microscopio elettronico a trasmissione

Sono state osservate sperimentalmente, su scala ridotta rispetto alle dislocazioni principali, le reti di dislocazioni esagonali secondarie definite teoricamente da Whelan proprio per gli acciai inossidabili austenitici [10]. Tali reti sono generate dall'interazione tra superdislocazioni indotte nell'austenite durante deformazione; queste, nella successiva ricottura, generano dei supernodi e tendono ad adottare la configurazione a minore energia possibile che, per l'appunto, in materiali disordinati è spesso una rete esagonale su piani {111}.

Nell'AISI 301 studiato, sia nei campioni laminati a freddo e quindi ricotti, sia in quelli laminati, ricotti e successivamente incruditi, queste reti si osservano con la stessa intensità, ma ciò che più colpisce è la loro estrema regolarità e la loro uniforme distribuzione su tutta la struttura osservata.

Più specificamente le reti esagonali sono generate dall'interazione tra due superdislocazioni $1\langle 110 \rangle$ che formano un angolo di 120° tra i propri vettori di Burgers producendo una terza superdislocazione $1\langle 110 \rangle$. Ciascuna superdislocazione consta di un paio di dislocazioni $1/2\langle 110 \rangle$, poste su uno stesso o su un diverso piano {111}, connesse da un APB (antiphase boundary), particolare difetto caratteristico di strutture CFC, come è l'austenite, in presenza di dislocazioni.

Infine ognuna delle dislocazioni $1/2\langle 110 \rangle$ si può considerare composta da due dislocazioni $1/6\langle 211 \rangle$ [11]. Questo schema di interazioni tra dislocazioni genera reti di superdislocazioni esagonali con supernodi ai punti di confluenza.

Pertanto i campioni a struttura austenitica presentano reti esagonali di dislocazioni con vettori di Burgers uguali ad $1/6\langle 211 \rangle$, giacenti sul piano d'interfaccia. Si osserva che la spaziatura di queste reti è molto regolare e varia tra 35 e 50 nm, compensando in parte il disadattamento indotto da deformazione nella struttura.

Tali dislocazioni risultano invisibili quando il vettore di diffrazione g è parallelo alla direzione della linea di dislocazione e sono associate a diversi gradini interfacciali. Per mantenere mediamente un'interfaccia (111) questi gradini sono combinati come schematizzato in Fig. 5(a) per una sezione trasversale, così che le dislocazioni $1/6\langle 211 \rangle$ risultano associate o ad un singolo gradino inferiore o ad un doppio gradino superiore. È chiaro che sono possibili tre livelli d'interfaccia che indichiamo con -1, 0, e +1 e la Fig. 5(b) rappresenta una vista sul piano dei gradini richiesti affinché una rete di dislocazioni risulti complessivamente piana [12].

Oltre alle reti di dislocazioni più sopra descritte, nei campio-

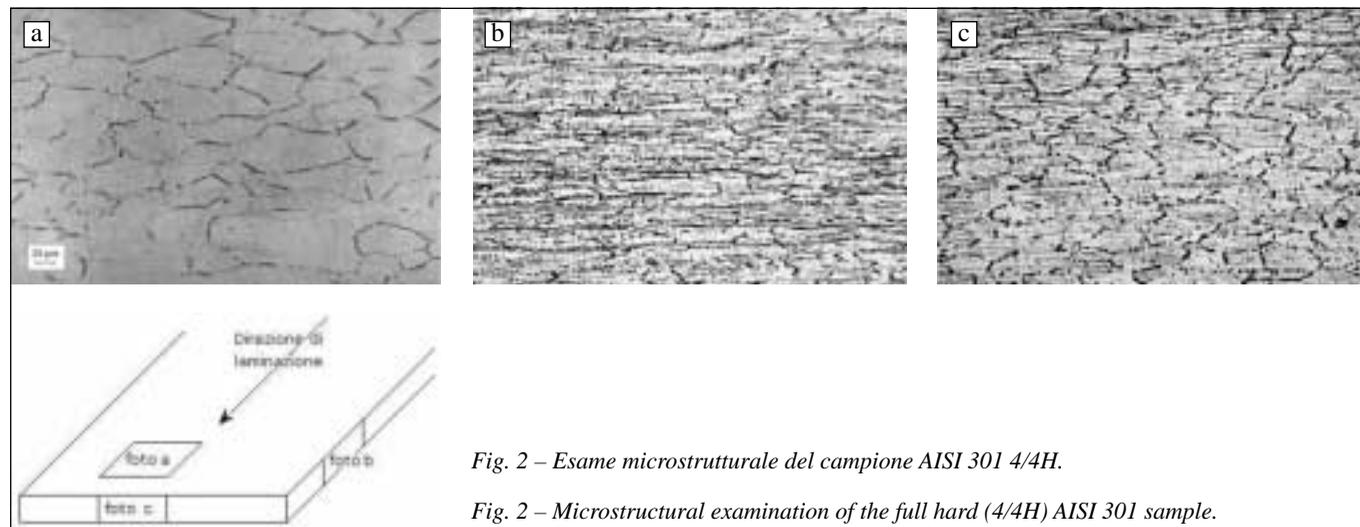


Fig. 2 – Esame microstrutturale del campione AISI 301 4/4H.

Fig. 2 – Microstructural examination of the full hard (4/4H) AISI 301 sample.

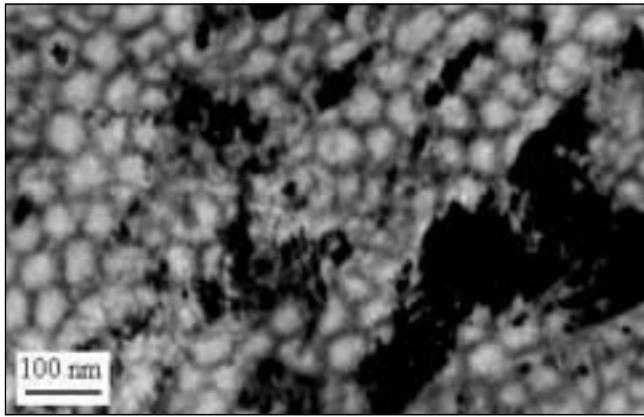


Fig. 3 – Rete di dislocazioni esagonali nell'interfaccia (111) di AISI 301 laminato, ricotto ed incrudito 4/4H.

Fig. 3 – Dislocations network in the (111) interface of formerly annealed AISI 301, cold rolled to full hardness (4/4H).



Fig. 4 – Rete di dislocazioni esagonali nell'interfaccia (111) di AISI 301 laminato e ricotto a 1130°C. Sono inoltre visibili stacking faults e struttura a geminati tipica dell'austenite.

Fig. 4 – Dislocations network in hexagonal mesh in the (111) interface of AISI 301, cold rolled to full hardness (4/4H) and subsequently annealed at 1130°C. Stacking faults and twins typical of the austenitic structure are also visible.

ni esaminati si osservano dislocazioni primarie aventi ordine di grandezza maggiore, la cui distribuzione è completamente casuale.

Dall'analisi delle micrografie, come era da attendersi, si rileva una densità di queste dislocazioni molto bassa nel materiale ricotto, al contrario, in quello incrudito, se ne osservano veri e propri ammassi con densità stimabile $\rho \approx 10^{12}$

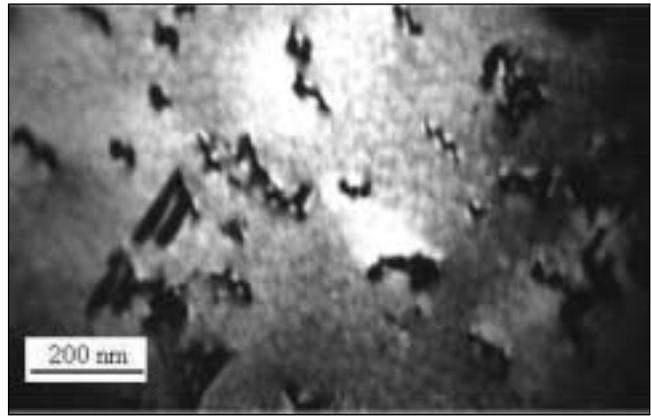


Fig. 6 – Dislocazioni primarie in AISI 301 laminato e ricotto a 1130°C. Sono inoltre visibili stacking faults e sullo sfondo la rete di dislocazioni esagonali secondarie.

Fig. 6 – Primary dislocations in AISI 301 cold rolled and annealed at 1130°C. Stacking faults are also visible and the hexagonal network of dislocations in the background.

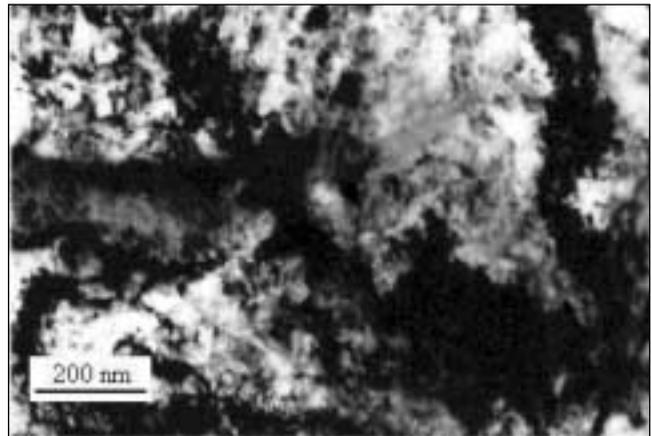


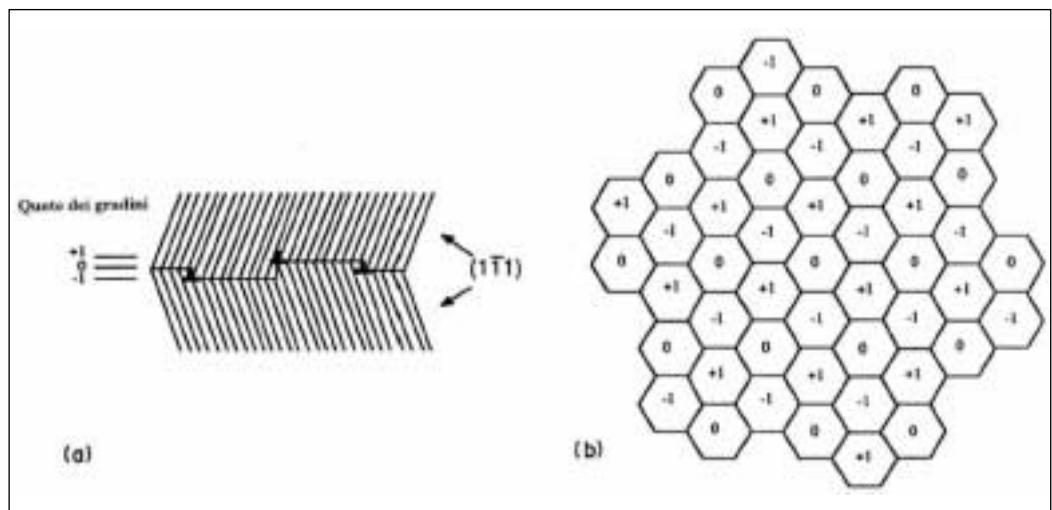
Fig. 7 – Ammassi di dislocazioni in AISI 301 laminato, ricotto ed incrudito 4/4H.

Fig. 7 – Dislocation piles in formerly annealed AISI 301 and cold rolled to full hardness (4/4H).

cm². In Fig. 6 e Fig. 7 sono messe a confronto le strutture delle due diverse tipologie di campioni. Nella prima, oltre ad alcuni difetti di impilaggio si riconosce ancora la rete esagonale.

La Fig. 8, relativa al campione ricotto, illustra grani convergenti in un punto triplo; il grano centrale mostra una struttura a geminati e stacking faults. In corrispondenza del bordo

Fig. 5 – (a) Sezione trasversale schematica di dislocazioni $1/6\langle 211 \rangle$ associate ai gradini d'interfaccia. (b) Schema di vista sul piano delle quote d'interfaccia per un reticolo di dislocazioni esagonali che compensano la deformazione (Adattata da [12]).
Fig. 5 – (a) Scheme of the transverse section of the arrangement of dislocations $1/6\langle 211 \rangle$ associated with the interface steps. (b) Scheme of the view on the plan of the interfaces for an hexagonal dislocation network which compensate the strains (adapted from [12]).



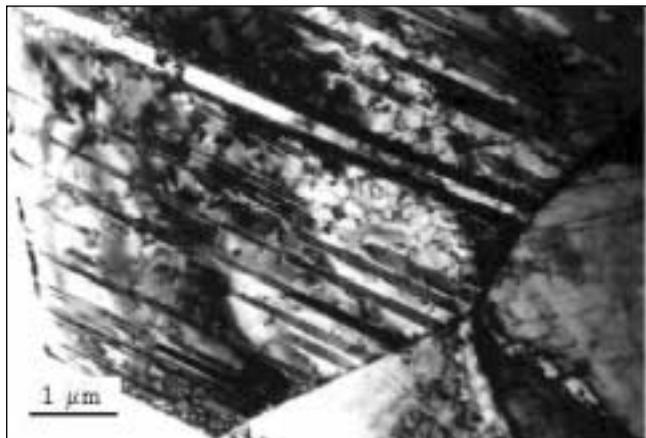


Fig. 8 – Geminati in AISI 301 laminato e ricotto a 1130°C. Sono inoltre visibili stacking faults arrestati a bordo grano e sullo sfondo la rete di dislocazioni esagonali secondarie.

Fig. 8 – Twins in cold rolled AISI 301, subsequently annealed at 1130°C. Stacking faults piled up at a grain boundary and the hexagonal network of dislocations in the background are also visible.

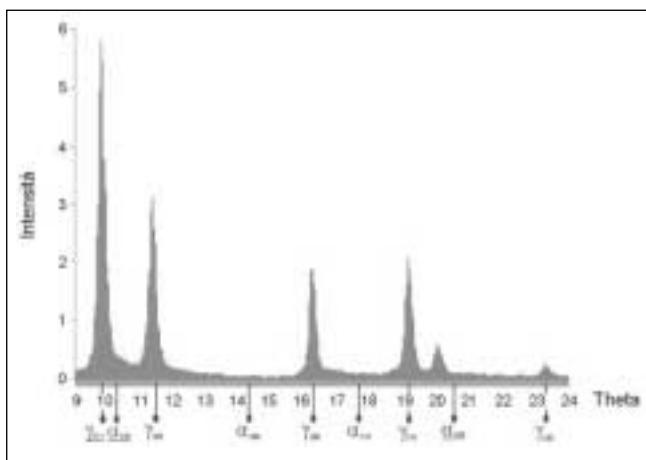


Fig. 9 – Analisi di fase per AISI 301 ricotto.

Fig. 9 – X-Ray spectrum for phase analysis of annealed AISI 301.

| h [mm] | Picchi di riferimento | Intensità integrata | α % | γ % |
|--------|-----------------------|---------------------|--------|--------|
| 0,00 | γ{200} | 5,3202 | 81 ± 3 | 19 ± 3 |
| | α{200} | 15,7054 | | |
| | γ{220} | 10,5566 | | |
| | α{211} | 42,2133 | | |
| -0,10 | γ{200} | 10,1406 | 63 ± 3 | 37 ± 3 |
| | α{200} | 10,2695 | | |
| | γ{220} | 17,7712 | | |
| | α{211} | 27,7352 | | |

Tabella 4 – Analisi di fase con MoKα (λ = 0,709317 Å) per AISI 301 4/4 H.

Table 4 – Results of phase analysis determinations of rolled (4/4H) AISI 301, MoKα (λ = 0,709317 Å) radiation.

grano gli stacking faults si arrestano, mentre la densità di dislocazioni primarie, comunque modesta, aumenta intorno ai precipitati; sullo sfondo è sempre visibile la rete esagonale.

Determinazione delle fasi cristallografiche

La determinazione delle fasi cristallografiche presenti nei campioni esaminati ha consentito di verificare che, in seguito a ricottura a 1130°C (spettro di Fig. 9), la struttura del-

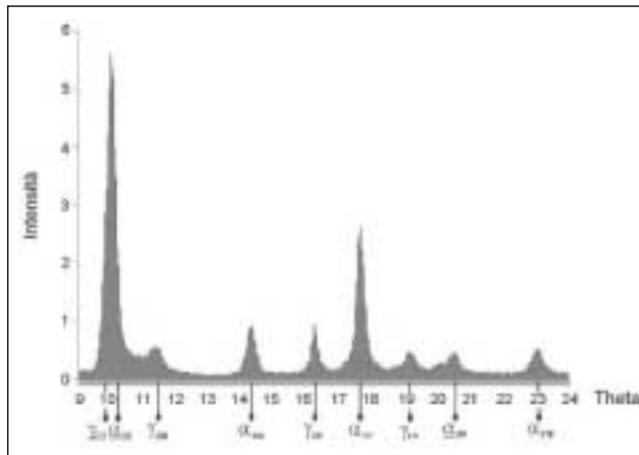


Fig. 10 – Analisi di fase per AISI 301 incrudito 4/4H ad h=0,00 mm.

Fig. 10 – X-Ray spectrum for phase analysis on the rolled surface of strain hardened (4/4H) AISI 301.

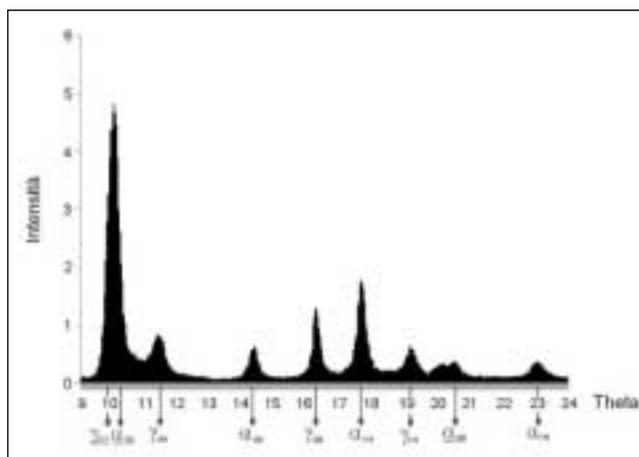


Fig. 11 – Analisi di fase per AISI 301 incrudito 4/4H ad h = -0,10 mm.

Fig. 11 – X-Ray spectrum for phase analysis 0.10 mm below the rolled surface of strain hardened (4/4H) AISI 301.

l'AISI 301 è completamente austenitica e di stabilire la percentuale di trasformazione in martensite α' di austenite deformata in seguito a laminazione a freddo.

Dal confronto dei risultati ottenuti analizzando i due spettri in Fig. 10 e 11, ottenuti sul medesimo campione, rispettivamente in superficie e ad una profondità h = 0,10 mm (Tab. 4), si osserva come la percentuale di fase α' sia molto elevata, massima in superficie per poi diminuire verso l'interno, confermando come la parte più esterna, sottoposta a maggior deformazione, sia più incrudita (vedi anche il profilo di microdurezza di Fig. 16). I valori di fase α' rilevati concordano allora con le curve di Fig. 1(b) per una temperatura di laminazione di 20°C [2].

Misura delle tensioni residue

In Tab. 5 si riportano i valori di tensione residua sul piano superficiale, in direzione RD e TD. Per ogni successivo incremento di profondità assieme ai valori di tensione così come valutati applicando il metodo del $\sin^2\psi$, sono riportati i fattori di correzione, funzione dello spessore incrementale rimosso e dei valori di tensione "vera" via via determinati per lo step precedente. La tabella, di conseguenza, riporta anche i valori di tensione "veri". In base a preliminari ripetute determinazioni è stato stimato un intervallo di errore dell'ordine del 10%.

Il profilo ottenuto correggendo i valori misurati in direzione

Tabella 5 – Valori di tensioni residue misurati e veri per AISI 301 in direzione (RD) e (TD). Errore stimato 10% sul valore della tensione vera.

Table 5 – As measured and corrected for redistribution after incremental layer removal residual stresses, along the rolling direction (RD) and transverse direction (TD). Estimated error is 10% of corrected value.

| h [mm] | $\sigma^{RD}_{misurata}$ [MPa] | c(z) [MPa] | σ^{RD}_{vera} [MPa] | $\sigma^{RD}_{misurata}$ [MPa] | c(z) [MPa] | σ^{RD}_{vera} [MPa] |
|--------|--------------------------------|------------|----------------------------|--------------------------------|------------|----------------------------|
| 0,00 | -280 | 0 | -280 | -173 | 0 | -173 |
| 0,02 | -362 | 37 | -325 | -158 | 23 | -135 |
| 0,05 | -391 | 93 | -298 | -158 | 58 | -100 |
| 0,08 | -407 | 149 | -258 | -192 | 92 | -100 |
| 0,11 | -376 | 205 | -171 | -207 | 127 | -80 |
| 0,20 | -17 | 373 | 356 | -92 | 231 | 139 |
| 0,30 | 65 | 560 | 625 | -174 | 346 | 172 |

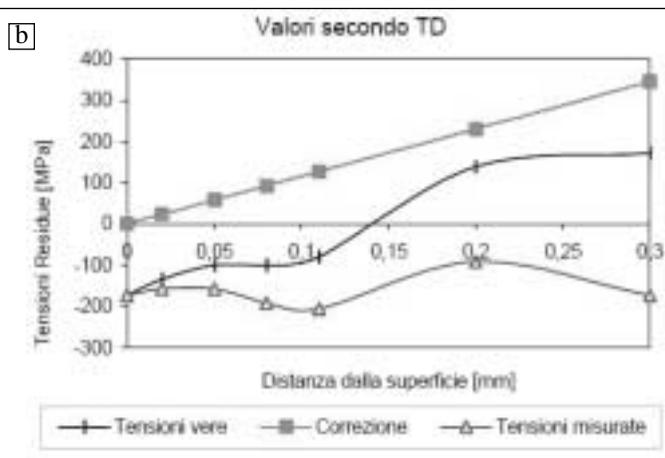
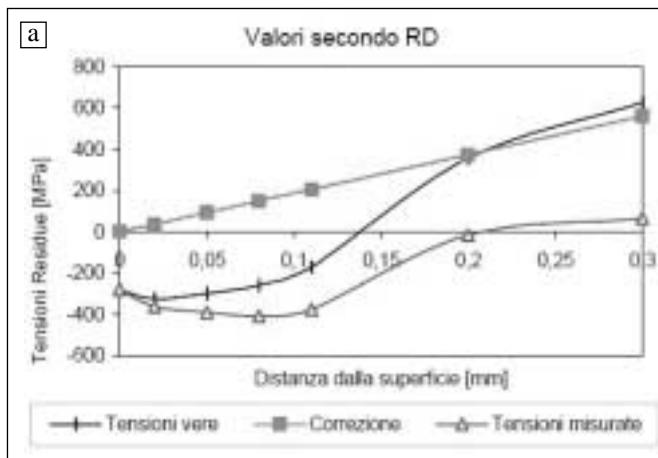


Fig. 12 – Profili di tensioni residue nelle direzioni (RD) e (TD).

Fig. 12 – Residual stresses profiles along the RD and TD directions.

longitudinale (Fig. 12(a)) indica, a partire dallo stato di compressione superficiale a 280 MPa, un aumento in valore assoluto fino a 325 MPa ad $h = 20 \mu\text{m}$, valore al quale la pendenza della curva si inverte e, per un valore h di circa $140 \mu\text{m}$, la tensione cambia segno. Ciò è in accordo con osservazioni analoghe riferite in letteratura [13], condotte tuttavia su materiali diversi da quello qui esaminato. Lo stato di trazione permane fino alla profondità di $300 \mu\text{m}$, ultimo valore indagato, corrispondente al piano medio del campione. Non è possibile andare oltre questo valore di profondità poiché l'assottigliamento del campione, combinato al crescente incurvamento della superficie, impedisce un'asportazione omogenea di materiale.

A questo punto è da attendersi comunque un nuovo cambiamento della pendenza della curva. Il profilo di tensioni residue deve infatti presentare un certo grado di simmetria rispetto al piano di laminazione medio del lamierino. Inoltre

lo stato di trazione interno deve necessariamente equilibrare lo stato di compressione presente in prossimità della superficie, pertanto è da attendersi un'equivalenza delle aree sottese dalla curva (σ, h) rispetto alla linea a 0 MPa.

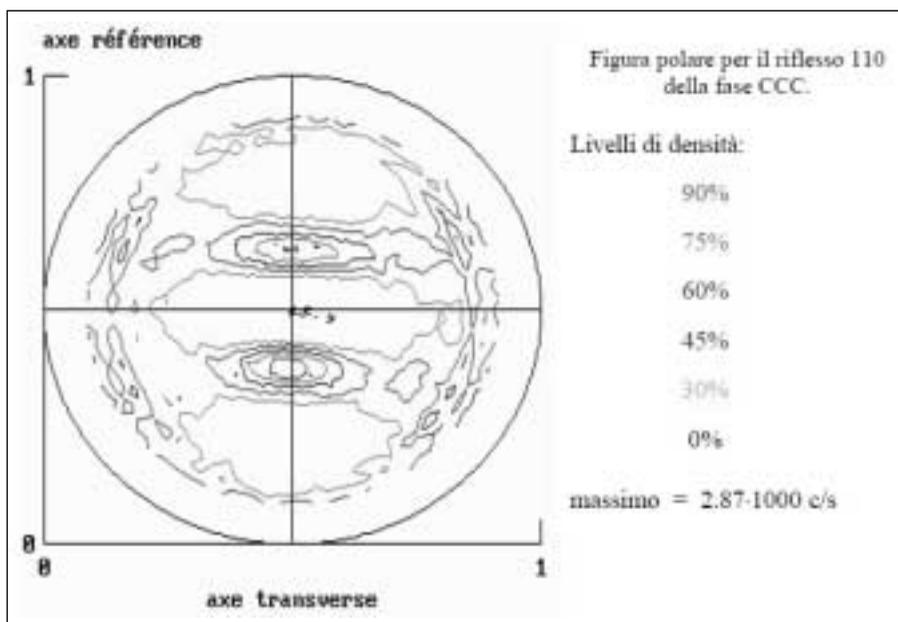
Dei due profili, quello sulla direzione longitudinale, più importante essendo in questa direzione che maggiormente si sviluppano le tensioni residue ($-325 \text{ MPa} < \Delta\sigma < 625 \text{ MPa}$), è quello avente l'andamento più "regolare", l'altro, quello sulla direzione trasversale, presenta un andamento un po' diverso dall'atteso, ma si deve comunque considerare che qui la tensione varia in un intervallo più contenuto, (tra -173 e 172 MPa) (Fig. 12b).

I valori in Tab. 5 sono stati ottenuti mediante correzione fino al secondo termine. Come si vede dalla corrispondente Fig. 12, questa correzione si avvicina maggiormente all'ipotesi di equivalenza delle aree più sopra introdotta.

Come già detto, contestualmente alla determinazione delle

Fig. 13 – Figura dei poli $\alpha\{110\}$ di AISI 301 laminato a freddo 4/4H. Axe référence = RD

Fig. 13 – XRD pole figure of α' martensite $\{110\}$ in cold rolled (4/4H) AISI 301. Axe référence = RD



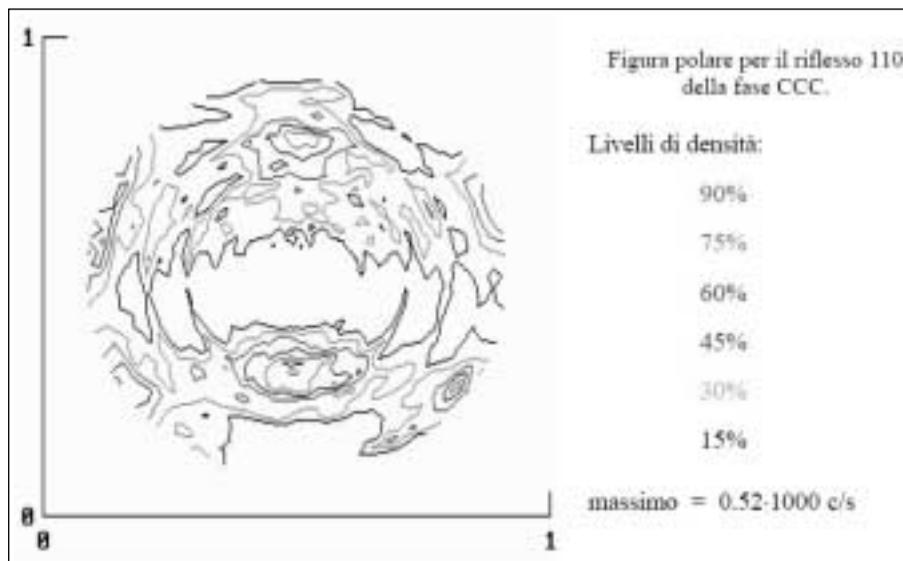


Fig. 14 – Figura dei poli α' {110} di AISI 301 laminato a freddo 3/4H. Axe référence = RD.

Fig. 14 – XRD pole figure of α' martensite {110} in cold rolled (3/4H) AISI 301. Axe référence = RD

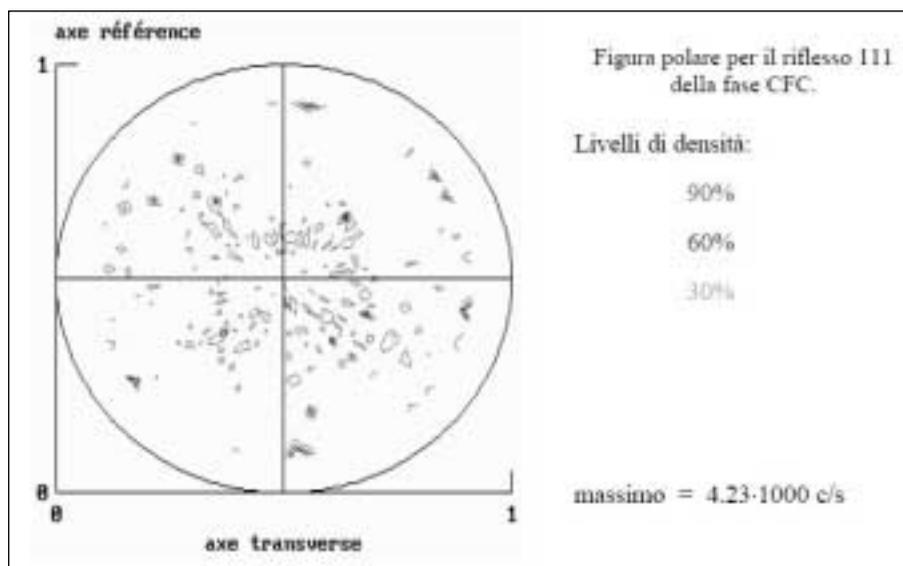


Fig. 15 – Figura dei poli γ {111} di AISI 301 allo stato ricotto. Axe référence = RD.

Fig. 15 – XRD pole figure of γ austenite {111} in annealed AISI 301. Axe référence = RD

tensioni residue, si è provveduto a rilevare per ogni nuovo piano esposto mediante asportazione per via elettrochimica, il corrispondente valore di microdurezza Vickers. Si è ottenuto così un profilo di microdurezze a valori decrescenti verso il cuore della sezione (Fig. 16).

Tessitura cristallografica

Per la figura sperimentale dei poli α {110} di figura 13, relativa al campione incrudito 4/4H, si ha piena simmetria e massima densità di poli pari a 2.870 conteggi al secondo. Entrambe le varianti dell'orientazione $\{110\}<112>$ risultano localizzate entro i contorni delimitanti il livello al 90% di tale valore di densità massima, concordando, in questo, con quanto atteso, essendo quella indicata una delle orientazioni preferenziali dominanti caratteristiche degli acciai inossidabili deformati mediante laminazione [9].

I poli dell'altra direzione dominante $\{110\}<001>$ non sono rilevabili, poiché in riflessione non si arriva a determinare la densità di distribuzione in corrispondenza della circonferenza massima di proiezione ($\chi=90^\circ$) (si ricorderà il valore limite strumentale di $\sim 80^\circ$).

Per la figura polare sperimentale α {110} di Fig. 14, relativa ad un campione AISI 301 incrudito 3/4H, si rileva una certa distorsione delle densità proiettate in prossimità della direzione (TD) e la massima densità di poli, pari a 520 conteggi al secondo, è presente solo sul semicerchio inferiore.

Solo una delle due varianti dell'orientazione $\{110\}<112>$ ri-

sulta così localizzata su linee delimitanti il livello al 90% del valore di densità massima, l'altra su una linea al 45%.

In corrispondenza a livelli con un massimo di 390 c/s (75%), sono rilevabili, in entrambi i semicerchi, famiglie di orientazioni del tipo $\{110\}<111>$ e, solo nel settore inferiore destro, poli di tipo $\{111\}<123>$.

La figura polare sperimentale di Fig. 15 relativa ad un campione AISI 301 in condizioni di ricottura intermedia dopo una prima laminazione, è necessariamente calcolata sui poli (111) della fase γ , essendo i picchi di fase α di intensità molto ridotta e non potendo considerare i picchi γ (110) avendo questi $\theta = 17,6^\circ$ troppo basso. Si sono usati solo tre livelli significativi, comunque sufficienti a definire la posizione dei poli di orientazione preferenziale. Si osserva ancora una lieve asimmetria nella disposizione di poli della stessa famiglia. Il massimo numero di conteggi è pari a 4.230 e per il 90% di questo valore si individuano le direzioni $\{100\}<001>$, caratteristiche di strutture laminate a freddo sottoposte ad un successivo processo termico di ricristallizzazione. Per densità di poli pari al 60% del valore massimo si rileva, ancora, la presenza delle direzioni della famiglia $\{110\}<112>$ caratteristica del processo di laminazione a freddo cui è stato precedentemente sottoposto il materiale.

Si conferma che la ricottura a 1130 °C determina pertanto una ridistribuzione soltanto parziale dei cristalliti secondo le direzioni $\{100\}<001>$, rispetto all'orientazione preferenziale $\{110\}<112>$ indotta in laminazione a freddo.

Determinazioni di microdurezza

L'andamento delle microdurezze misurate a profondità via via crescenti, su superfici parallele al piano di laminazione che venivano progressivamente esposte grazie ad asportazione elettrolitica di materiale come precedentemente descritto, presenta valori sempre decrescenti verso l'interno della sezione, indicando chiaramente che l'incrudimento, effetto della deformazione di laminazione, diminuisce muovendo dalla superficie verso il piano medio del lamierino. Si può ritenere che queste misure risentano in parte dello stato tensionale caratteristico dei piani di volta in volta esposti, che, si noti bene, è quello fornito dalle tensioni σ_{vere} effettivamente misurate.

CONCLUSIONI

L'analisi della distribuzione di tensioni residue in superficie e nello spessore del nastro ha portato a rilevare, per i campioni incruditi 4/4H (70% di riduzione), uno stato tensionale piano di componente massima in direzione (RD) di laminazione e di componente più modesta sulla trasversale (TD). Entrambi i profili ottenuti indagando piani a diverse profondità, presentano compressione in prossimità della superficie e trazione nel cuore della sezione.

L'analisi dell'orientazione preferenziale dei cristalliti ha confermato gli orientamenti attesi per il materiale in esame ed ha consentito di verificare la ridistribuzione indotta, sullo stesso tipo di campioni, dal trattamento termico di ricottura. L'entità delle trasformazioni strutturali dell'austenite deformata in martensite ($\gamma \Rightarrow \alpha'$) ha messo in evidenza le spiccate caratteristiche di metastabilità della lega AISI 301 in esame. Appare esistere una buona correlazione tra i valori di durezza rilevati e la percentuale di martensite di deformazione a pari profondità; ciò costituisce una verifica sperimentale del maggior incrudimento che il materiale subisce negli strati più prossimi alla superficie del lamierino.

Gli alti valori di frazione volumetrica di α' rilevati verificano le curve sperimentali presentate da precedenti studi, mettendo in evidenza la diretta dipendenza di tali valori dalla temperatura e dalla riduzione percentuale impostate in laminazione.

L'indagine TEM mostra ammassi di dislocazioni, con densità locale estremamente elevata nel nastro incrudito, e la riorganizzazione della struttura, mediante riassetto favorito dalla comparsa di difetti di impilaggio e di bande di geminazione, nel campione ricotto. In entrambe le tipologie di campioni permane, distribuita su tutta la struttura, una rete di superdislocazioni a maglia esagonale.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori sono grati al personale di Arinox s.r.l. Sestri Levante (Ge), ed in particolare al sig. Montepagano ed all'ing. Peri. La loro squisita cortesia ha reso possibile la realizzazione di questo lavoro. Ringraziano inoltre l'ing. Romio per la collaborazione.

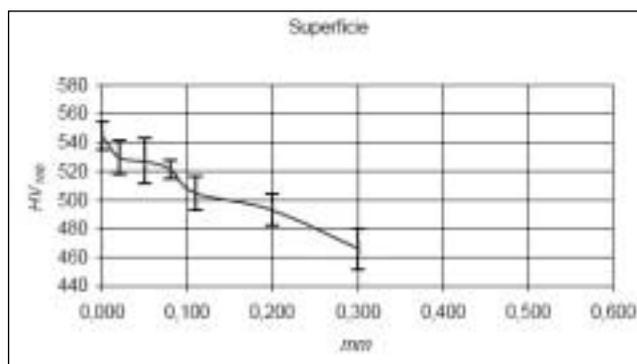


Fig. 16 – Andamento della microdurezza per valori crescenti di h , indagati su sezioni parallele ad (RD).

Fig. 16 – Microhardness profile determined on sections parallel to RD of cold rolled (4/4H) AISI 301, plotted against depth from surface.

BIBLIOGRAFIA

- 1) Wrought Stainless Steels, Metals Handbook Vol. 3 Ninth edition, ed. ASM International.
- 2) PECKNER, BERNESTEIN, Handbook of Stainless Steels, pp. 4-27 e 4-33 McGraw-Hill, ISBN 0 07 049147 X, 1977.
- 3) Y.D. WANG, R. LIN PENG, X.-L. WANG, R.L. MCGREEVY, Acta Materialia 50 (2002) 1717-1734.
- 4) A. SKOLYSZEWSKI, M. RUMIŃSKI, F. WITEK, M. PACKO, Journal of Materials Processing Technology 125-126 (2002) 219-227.
- 5) F. CARI, A. NEBBIA, E. MARINO, Impianti di laminazione a freddo per nastri di acciaio a basso tenore di carbonio AIM 1981.
- 6) BONISSONI, RICCI BITTI, La Diffrazione dei raggi X per materiali policristallini, ed. Tecniche nuove ISBN 88 7081 400 9, 1988.
- 7) P. S. PREVEY, X-ray Diffraction Residual Stress Techniques, Metals Handbook Vol. 10 Ninth edition, ed. ASM International.
- 8) SAE J784a, Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction, 1971.
- 9) B. L. ADAMS, Crystallographic Texture Measurement and Analysis, Metals Handbook Vol. 10 Ninth edition, ed. ASM International.
- 10) M. J. WHELAN, Proc. R. Soc. A219, 114 (1959).
- 11) G. S. HILLIER, C. M. F. RAE, H. K. D. H. BHADRESHIA, Acta metall. 36, 95 (1988).
- 12) DAYKIN et al., Defects in Ni and Co silicide, Acta metall. mater., Vol. 40, Suppl., (1992) S195-S205.
- 13) GROUPEMENT FRANCAIS POUR L'ANALYSE DES CONTRAINTES RESIDUELLES, Actes de la reunion du 4/11/94.

**STRUCTURAL AND STRESS CHARACTERIZATION
OF COLD ROLLED AUSTENITIC STAINLESS STEEL**

Keywords: *stainless steel, phase transformation,
cold plastic deformation, material characterization*

The results of stress evaluations and microstructural investigations carried out on a cold rolled austenitic stainless steel AISI 301 strip are described. The stress evaluations, performed by means of X-Ray diffraction, are related to microhardness values changes through the thickness of the strip, and to the volumetric ratio of the austenite and the phases rising from its destabilization, induced by plastic deformation. Moreover pole figures concerning the crystallographic texture on the strip surface are shown, which are compared to other ones concerning the situation below the surface, obtained after metal removal.

The analysis of the distribution of residual stresses on the surface and throughout the thickness of the strip permitted to obtain, for fully hardened samples (4/4H, corresponding to 70% reduction in thickness), the stress distribution on the rolling plane; maximum compressive values are observed along the rolling direction (RD). By determining the stress values on surfaces at increasing depth (obtained removing thin layers of metal and polishing the new surfaces in an electrolytic cell), it is shown that both along the rolling di-

rection and the transverse direction (TD) the stress values are compressive, also at some distance from the surface, while the stresses are reversed in the middle zone of the strip.

The orientation of the crystallites confirmed the expected texture and afforded to verify the absence of preferred orientation after annealing.

The extent of austenite-martensite ($\gamma \Rightarrow \alpha'$) structural transformations evidence the characteristic metastability of the examined alloy AISI 301. A correlation appears to exist between the hardness values and the amount of martensite found at the different depths; this can be considered an experimental evidence of the higher amount of strain hardening that the material undergoes on the layers next to the surface.

The high values of α' volumetric fraction confirm the experimental curves published in literature, and point out the direct dependence of such values from the percentage of reduction set up in cold rolling at a given temperature.

TEM investigations showed piles of dislocations, with high local densities in the strain hardened strip, and the rearrangement of the structure, thanks to the generation of stacking faults and of twinning bands in the annealed sample. However both in the strain hardened and in the annealed samples hexagonal-meshed superdislocation networks are visible, distributed throughout the whole structure.