



19° Convegno nazionale trattamenti termici
Salsomaggiore, 20-22 maggio 2003

VALUTAZIONE DELLO SPESSORE DI NITROCARBURAZIONE CON METODO NON DISTRUTTIVO

G.Pasello - Pasello Trattamenti Termici srl
R.Ricciardelli - CERMET srl
V.Francia - PWF Technics sas

www.pasello.com



VALUTAZIONE DELLO SPESSORE DI NITROCARBURAZIONE CON METODO NON DISTRUTTIVO

V. Francia ⁽¹⁾, G. Pasello ⁽²⁾, R. Ricciardelli ⁽³⁾

⁽¹⁾ P.W.F. Technics - Bologna

Tel. +39+051+555772 Fax +39+051+555772

⁽²⁾ PASELLO trattamenti termici Srl - Calderara di Reno - BO

Tel. +39+051+28778 Fax +39+051+728851

e-mail: pasello@pasello.com

⁽³⁾ CERMET S.cons.r.l. – Cadriano di Granarolo – Italy

Tel. +39+051+764880 Fax +39+051+763382

e-mail: lcr.bo@cermet.it

RIASSUNTO

La nitrocarburaione è un processo termochimico che mediante la diffusione nei materiali ferrosi di azoto e carbonio a temperatura inferiore ad AC1 migliora fundamentalmente le caratteristiche tribologiche e di resistenza a fatica in seguito alla formazione di uno “strato dei composti” e di una “zona di diffusione”.

Il processo, che offre ottime caratteristiche tecniche, economiche ed ambientali, si è sempre più diffuso in Italia con l'esecuzione del ciclo in ambiente gassoso, sostituendo parzialmente il classico ciclo termochimico della carbocementazione.

Il trattamento è attualmente “normato” dalla UNI 10931:2001, che ne dettaglia ampiamente anche i metodi di prova; il controllo dello spessore efficace deve però passare inevitabilmente attraverso un metodo distruttivo, consistente in una sezione della provetta o del particolare stesso, una preparazione della superficie a livello metallografico ed una valutazione del gradiente di durezza. Ciò rappresenta un ciclo di controllo oneroso, specie in fase di accettazione presso il committente, per questo s'intuisce facilmente l'interesse degli utilizzatori di tale trattamento verso metodi di controllo più rapidi e meno costosi.

Il presente articolo riporta i risultati di un'attività che, attraverso un semplice controllo di durezza superficiale, ricerca una correlazione tra tale valore e lo spessore di indurimento riscontrabile con il metodo distruttivo previsto dalla normativa.

L'attività si è svolta in due fasi :

- ⇒ nella prima è stata valutata (sullo stesso materiale e con lo stesso ciclo termico) l'influenza dello stato preliminare, della forma geometrica e del grado di finitura meccanica della superficie
- ⇒ nella seconda sono stati esaminati i risultati ottenuti su alcuni dei tipi di materiale più frequentemente usati e sottoposti a diverso ciclo di trattamento termico

PAROLE CHIAVE: nitrocarburaione, spessore, durezza, acciai, strato dei composti

1) Introduzione

E' noto che la nitrocarburatione è un processo termochimico che prevede la diffusione di azoto e carbonio nei materiali ferrosi a temperature comprese nel campo ferritico (cioè inferiori ad AC1) , diversamente dal trattamento di carbonitrurazione che viene realizzato in campo austenitico.

Gli scopi fondamentali del trattamento sono quelli di migliorare le caratteristiche di resistenza all'usura, al grippaggio ed alla corrosione in seguito alla formazione in superficie di uno "strato dei composti", e di alzare il limite di resistenza a fatica per la presenza di azoto nella sottostante "zona di diffusione".

E' importante sottolineare che tali miglioramenti sono ottenibili anche su acciai non legati o debolmente legati, cioè su quei materiali che non possono essere sottoposti a cicli a bassa temperatura (tipo nitrurazione gassosa) per la modesta risposta a tali trattamenti, o ad alta temperatura (tipo carbocementazione e tempra), per evitare l'insorgere di deformazioni inaccettabili.

Le esigenze di riduzione dell'impatto ambiente, specie nell'industria automotive, richiedono soluzioni efficaci ed a costi ancora sostenibili; ciò giustifica quindi la rapida diffusione della nitrocarburatione, che ha trovato impiego in svariate applicazioni (sia su acciai che su ghisa) quali ingranaggi di piccole e medie dimensioni e di alta precisione, particolari di pompe idrauliche, ecc.

2) Normativa di riferimento

Il trattamento di nitrocarburatione ferritica è contemplato dalla UNI 10931 – 2001.

Da tale norma si riportano le definizioni di :

spessore di nitrocarburatione ferritica totale: distanza fra la superficie esterna dello strato nitrocarburato e la superficie interna in cui la microstruttura e la durezza sono quelle del cuore del pezzo

spessore di nitrocarburatione ferritica efficace: distanza fra la superficie esterna dello strato indurito chiamato convenzionalmente anche strato di diffusione e la superficie interna in cui la durezza assume il valore convenzionale HV del cuore+100

spessore dello strato dei composti: distanza fra la superficie esterna dello strato nitrocarburato costituito solo da nitruri e carbonitruri e la superficie interna in cui inizia lo strato di diffusione

e le prescrizioni dei metodi di prova per :

spessore dello strato dei composti : la misurazione dello spessore dello strato dei composti deve essere eseguita, mediante esame metallografico, sulla sezione di una provetta o pezzo.....dopo opportuno inglobamento e successiva lucidatura ...(curando di)...garantire la planarità del bordo e l'integrità dello strato

gradiente della durezza dalla superficie verso il cuore : il gradiente della durezza dalla superficie verso il cuore deve essere misurato sulla sezione di una provetta o pezzo.....dopo opportuno inglobamento e successiva lucidatura...

Appare quindi evidente che per la valutazione dello strato di carbonitruri e dello spessore efficace e/o totale è necessaria una sezione trasversale del particolare, ed una successiva preparazione della superficie a livello metallografico. Tale preparazione richiede inoltre una particolare accuratezza in quanto bisogna evitare l'arrotondamento degli spigoli o l'asportazione parziale dello strato dei composti a causa delle intrinseche porosità e fragilità; a tale scopo si dovrebbero eseguire protezioni superficiali con nichelatura o ramatura, od inglobamenti in resine particolarmente dure.

3) Scopo della ricerca

Alla luce di quanto sopra appare evidente come il controllo dei risultati appaia oneroso sia per l'esecutore del ciclo termico che per il committente in fase di accettazione, e che la possibilità di una valutazione almeno semiquantitativa ma rapida e meno costosa rivesta notevole interesse.

Si è quindi tentato, attraverso un controllo di durezza superficiale eseguito con diversi carichi di prova, di stabilire una correlazione fra tali valori e gli spessori di indurimento riscontrabili con il metodo distruttivo previsto dalla normativa.

L'attività si è articolata in due distinte sezioni :

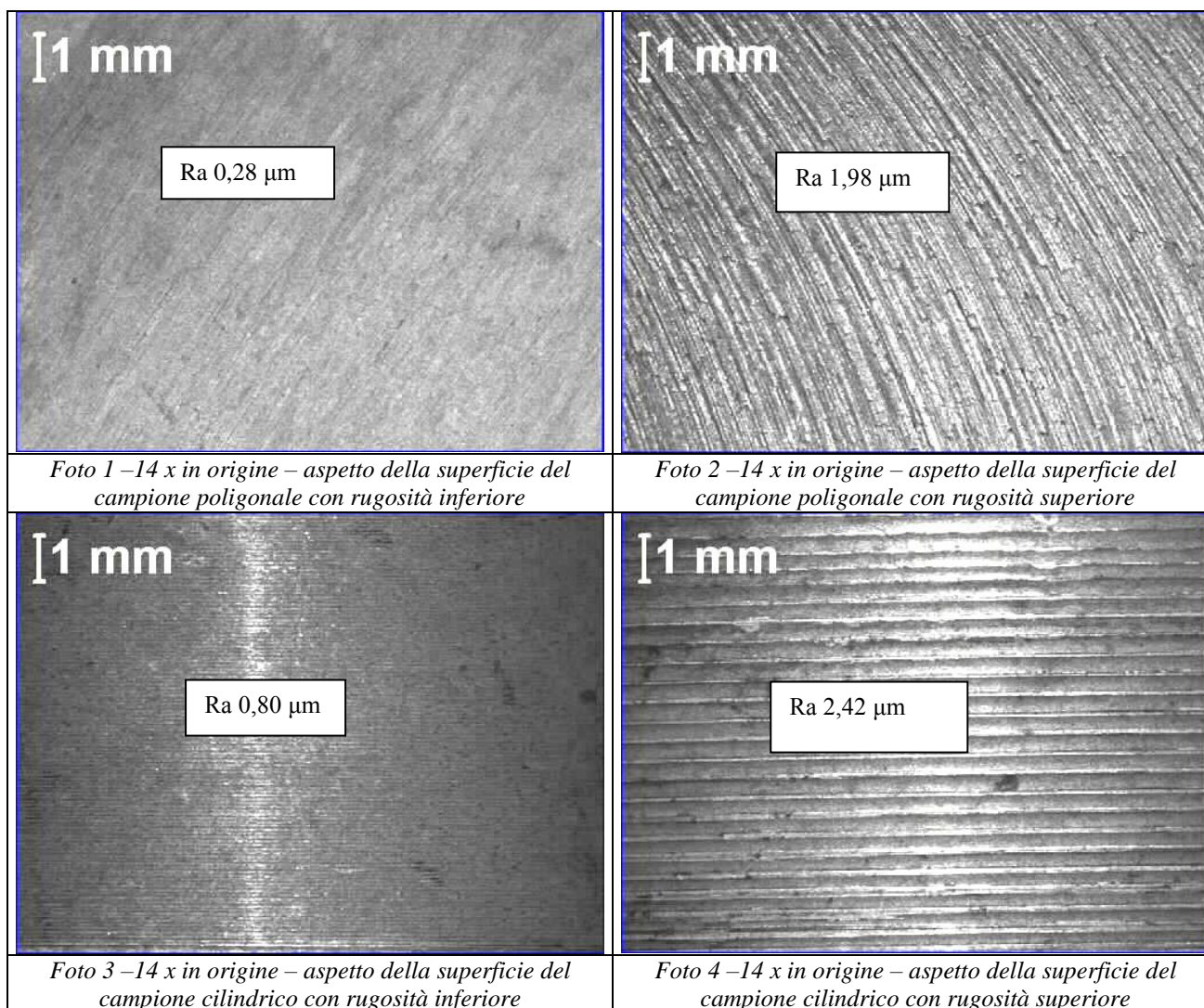
- una “**fase preliminare**”, in cui sullo stesso materiale e con un unico ciclo termico è stata valutata l’eventuale influenza dello stato di trattamento termico preventivo, della forma geometrica, della variazione dimensionale e del grado di finitura meccanica delle superfici
- una “**fase sperimentale**” successiva, in cui sono stati valutati i risultati ottenuti su alcuni dei materiali più frequentemente utilizzati, dopo l’esecuzione di cicli termici diversi.

4) Fase preliminare

Sono state utilizzate provette di forma poligonale con spessori variabili di 10 e 25 mm, e di forma cilindrica con diametro variabile di 6 e 30 mm, in acciaio tipo 36CrNiMo4 (UNI EN 10083-1) allo stato ricotto con una durezza di 210 ÷ 220 HV, ed allo stato bonificato con una durezza di 300 ÷ 310 HV.

Per ognuna delle variabili le lavorazioni meccaniche delle superfici sono state eseguite con modalità finalizzate ad ottenere diversi livelli di rugosità, compresi nell’intervallo Ra 0,17 ÷ 2,51 µm.

A titolo esemplificativo si riporta nelle foto 1, 2, 3 e 4 l’aspetto delle superfici rilevato con l’osservazione stereomicroscopica.



Le provette sono state poi congiuntamente sottoposte ad un ciclo industriale di nitrocarburazione, eseguito alla temperatura di 570°C per una durata di tre ore.

Le successive prove di durezza superficiale HV 0,2 – HV 0,5 – HV 1 – HV 5 e le durezze HV 0,1 effettuate nelle sezioni trasversali a distanza progressivamente crescente dal bordo, hanno consentito di stabilire le seguenti valutazioni :

- la forma geometrica non ha influenza significativa
- la diversità di diametro o spessore non ha influenza significativa
- un maggiore grado di finitura superficiale sembra aumentare tendenzialmente lo spessore totale

- lo stato bonificato “alza” i valori della durezza in sezione lungo tutta la curva, ma tendenzialmente ne diminuisce lo spessore efficace a causa della maggiore durezza del nucleo rispetto a quella dello stato ricotto

5) Fase sperimentale

5.1) Materiali

Per l'esecuzione delle prove sono state realizzate provette con alcuni degli acciai più frequentemente sottoposti al trattamento di nitrocarburazione; nella Tab. 1 sono indicati i materiali utilizzati, con la relativa composizione chimica rilevata, lo stato di pretrattamento ed il valore di durezza iniziale.

Materiale	Analisi chimica percentuale									Stato, durezza
	C	Si	Mn	S	Cr	Mo	Ni	Al	Cu	
S355JR	0,14	0,28	0,42	0,008	0,08	0,03	0,09	0,006	0,26	Ricotto, 150÷160 HV
36SMnPb14	0,35	0,23	1,69	0,115	0,26	0,02	0,03	0,001	0,05	Ricotto, 210÷220 HV
17NiCrMo6-4	0,19	0,29	0,90	0,033	0,96	0,21	1,25	0,016	0,28	Ricotto, 205÷215 HV
36CrNiMo4	0,39	0,28	0,69	0,009	0,83	0,20	0,82	0,021	0,19	Bonificato, 315÷325HV
42CrMo4	0,41	0,25	0,78	0,025	0,94	0,19	0,14	0,018	0,30	Bonificato, 310÷320HV

Tabella 1 – materiali utilizzati

5.2) Provette

Sono state costruite provette di forma cilindrica con diametro pari a 25 mm e lunghezza di 35 mm, con superfici rettificata ad un grado di rugosità Ra compreso nell'intervallo 1,04 ÷ 1,66 µm. Nella Foto 5 è visibile l'aspetto delle superfici rilevato con l'osservazione stereomicroscopica.

Per ogni variabile sono state realizzate quattro provette (tre da utilizzare per le successive prove di durezza ed una da utilizzare per gli esami microstrutturali).

5.3) Cicli termici

Le provette, inserite in normali cicli di produzione, sono state sottoposte a tre trattamenti termici di nitrocarburazione, diversificati nel tempo ed i cui parametri sono riportati nella Tab. 2.

Ciclo	Atmosfera	Temperatura / tempo	Mezzo raffreddamento
1	NH ₃ + CO ₂	570°C / 1 ora	Azoto forzato
2	NH ₃ + CO ₂	570°C / 2 ore	Azoto forzato
3	NH ₃ + CO ₂	570°C / 3 ore	Azoto forzato

Tabella 2 – cicli termici effettuati

5.4) Metodologia di controllo

Tutte le prove (durezze superficiali, durezze nella sezione ed esami microstrutturali) sono state eseguite sulla superficie piana della testa delle provette.

Per l'esecuzione delle prove di durezza superficiale è stata eseguita una preparazione (tela 1000 e pasta diamantata da 6 µm) atta ad ottenere una sufficiente specularità; tale fase è risultata importante in quanto i valori di durezza ottenuti con bassi carichi di prova risentivano in modo significativo degli eventuali residui locali di strato poroso. Nella foto 6 è documentato tale aspetto.

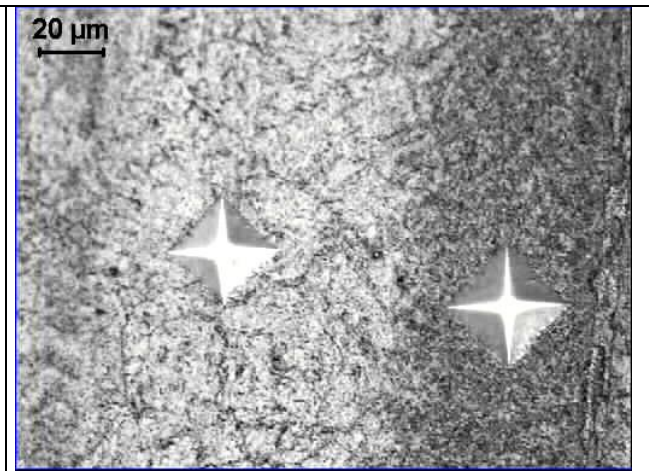
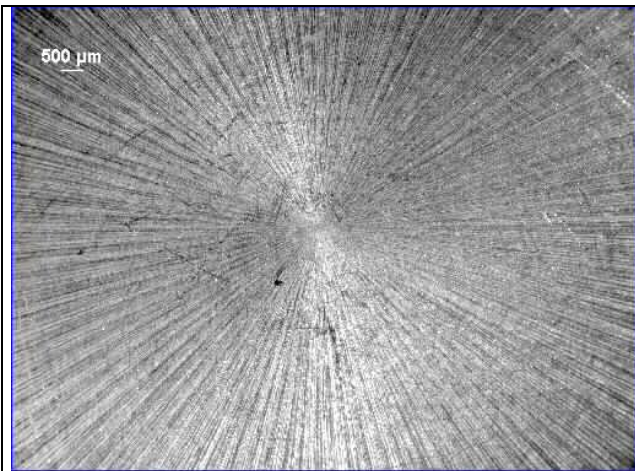


Foto 5 – 10 x in origine - aspetto della superficie in testa provetta

Foto 6 – 500 x in origine - impronte Vickers in zona a porosità differenziata

Le superfici esterne delle provette destinate agli esami microstrutturali ed alle microdurezze in sezione non sono invece state levigate. Dopo sezionatura ed inglobamento, le provette sono state sottoposte ad una normale preparazione metallografica.

5.5) Durezza superficiale

Per ogni materiale ed ogni ciclo termico si è rilevato il valore di durezza superficiale con prove HV 0,2 – HV 0,5 – HV 1 – HV 2 – HV 5 – HV 10 – HV 30 – HV 50 e HV 100.

Nei diagrammi 1, 3, 5, 7, e 9 sono riportate le medie dei risultati ottenuti.

5.6) Variazione durezza nella sezione

Per ogni materiale ed ogni ciclo termico si è rilevato il profilo di durezza in sezione con prova HV 0,1.

Nei diagrammi 2, 4, 6, 8 e 10 sono riportate le medie dei risultati ottenuti.

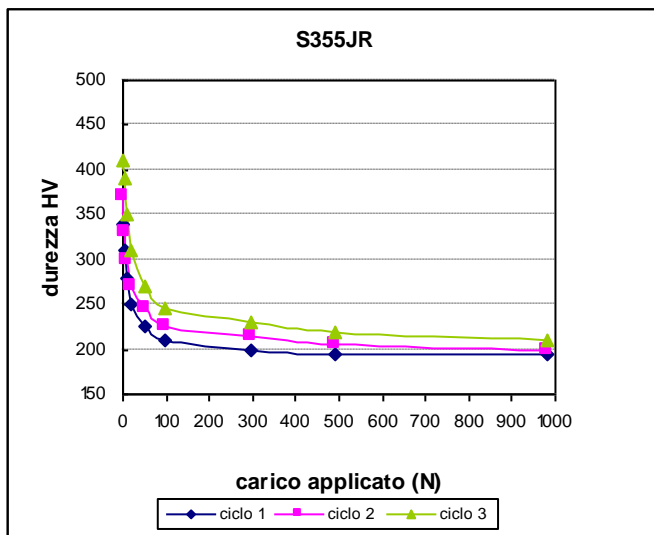


Diagramma 1 – variazione delle durezza superficiali in funzione del carico di prova

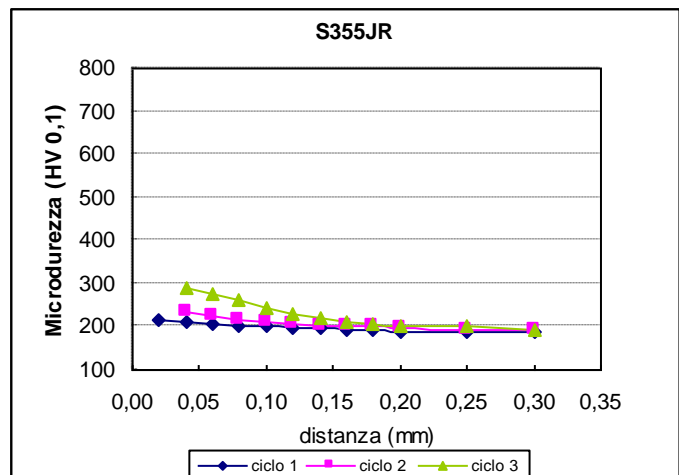


Diagramma 2 – variazione delle durezza nella sezione in funzione della distanza dal bordo

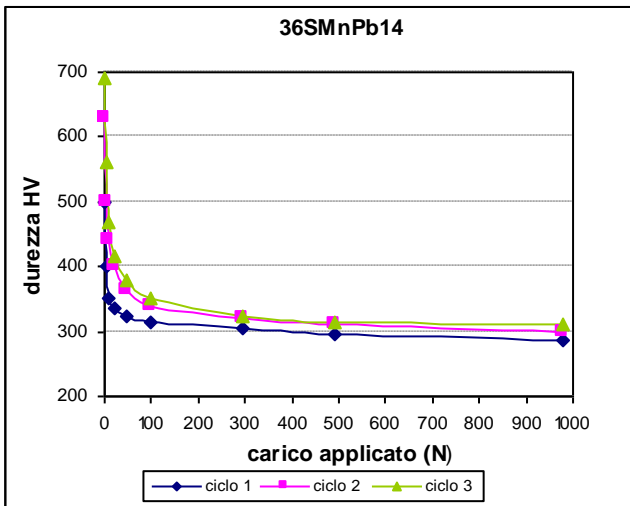


Diagramma 3 – variazione delle durezza superficiali in funzione del carico di prova

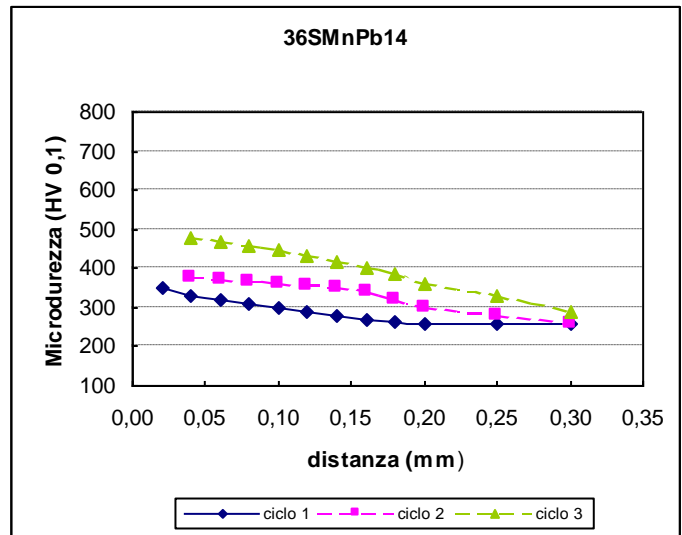


Diagramma 4 – variazione delle durezza nella sezione in funzione della distanza dal bordo

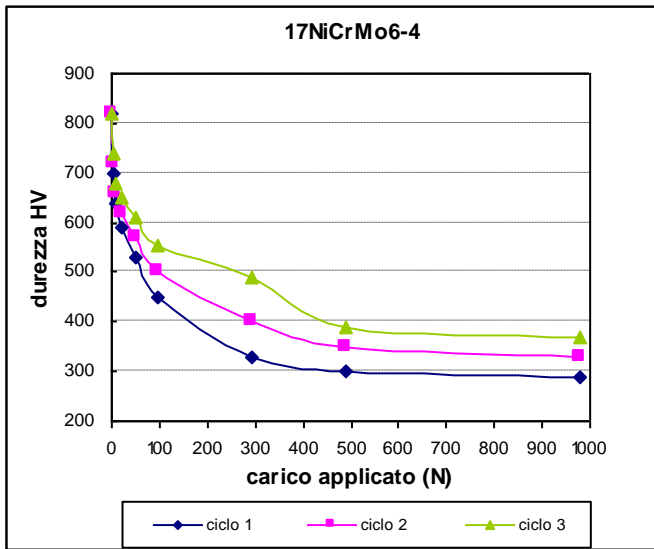


Diagramma 5 – variazione delle durezza superficiali in funzione del carico di prova

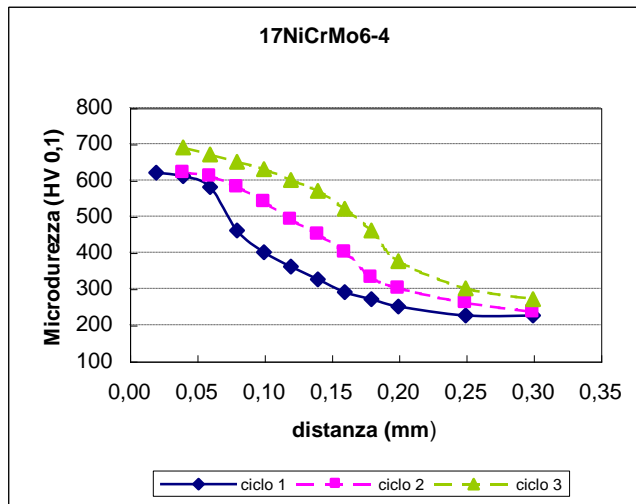


Diagramma 6 – variazione delle durezza nella sezione in funzione della distanza dal bordo

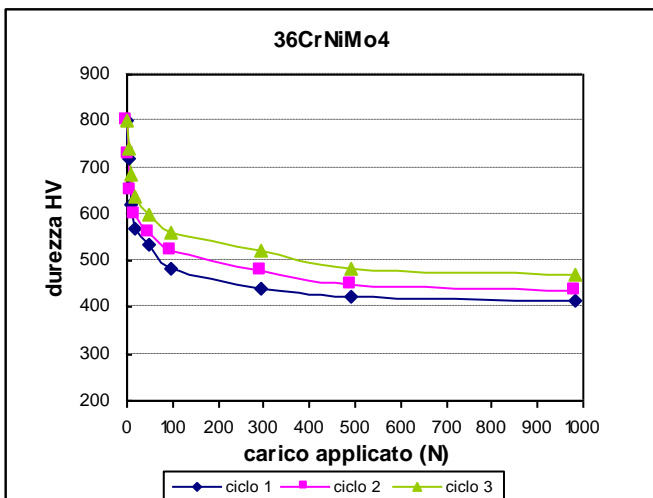


Diagramma 7 – variazione delle durezza superficiali in funzione del carico di prova

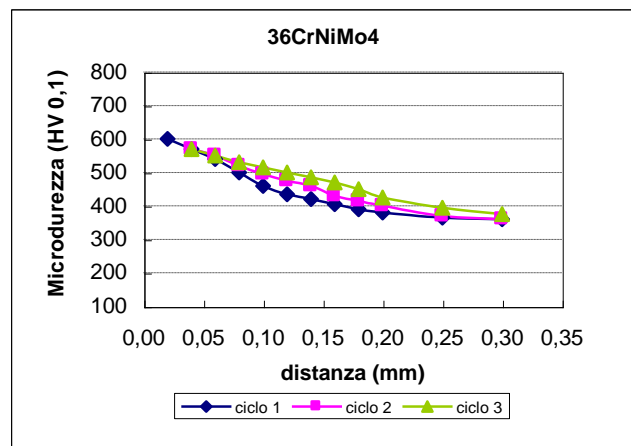


Diagramma 8 – variazione delle durezza nella sezione in funzione della distanza dal bordo

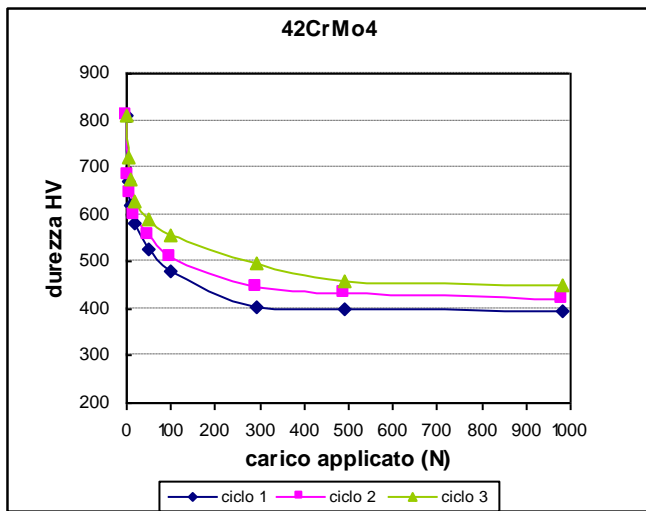


Diagramma 9 – variazione delle durezza superficiali in funzione del carico di prova

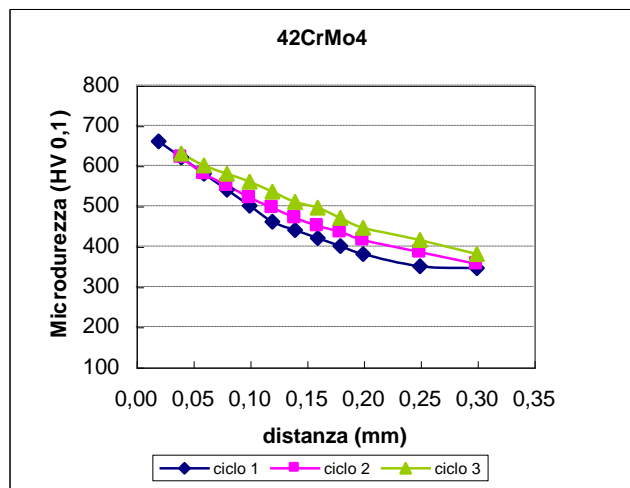


Diagramma 10 – variazione delle durezza nella sezione in funzione della distanza dal bordo

5.7) Esami microstrutturali

Nelle foto 7, 8, 9 e 10 sono rilevabili le strutture di nucleo dei vari materiali, mentre le foto da 11 a 22 documentano l'estensione e la morfologia dello strato dei composti e della successiva zona di diffusione per i vari materiali e cicli termici. Per tutti, nello strato dei composti, appare evidente la differenziazione fra la zona compatta e quella porosa, il cui livello non è comunque mai risultato molto elevato.

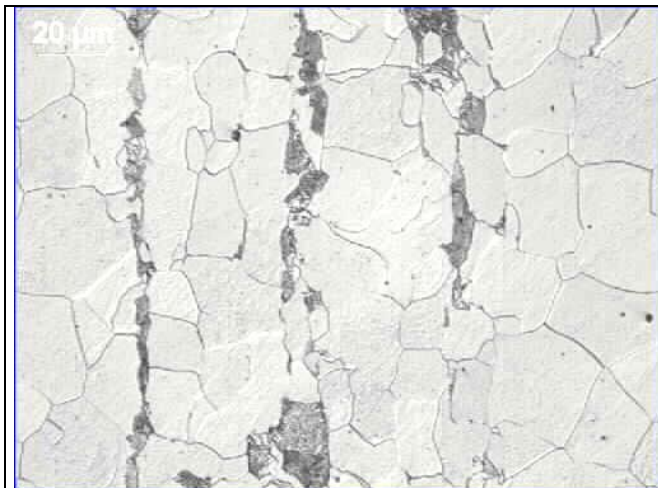


Foto 7 – 500 x in origine - struttura di nucleo del S355JR

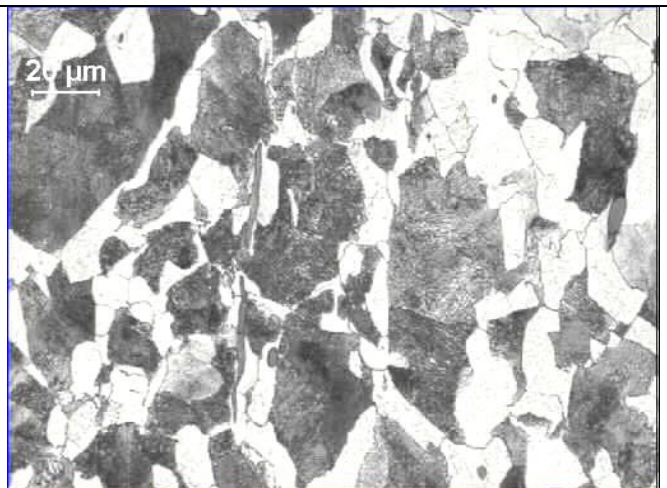


Foto 8 – 500 x in origine - struttura di nucleo del 36SMnPb14

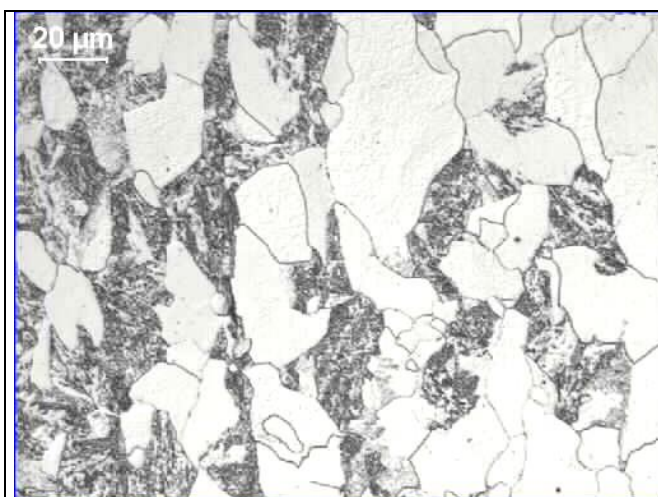


Foto 9 – 500 x in origine - struttura di nucleo del 17NiCrMo6-4

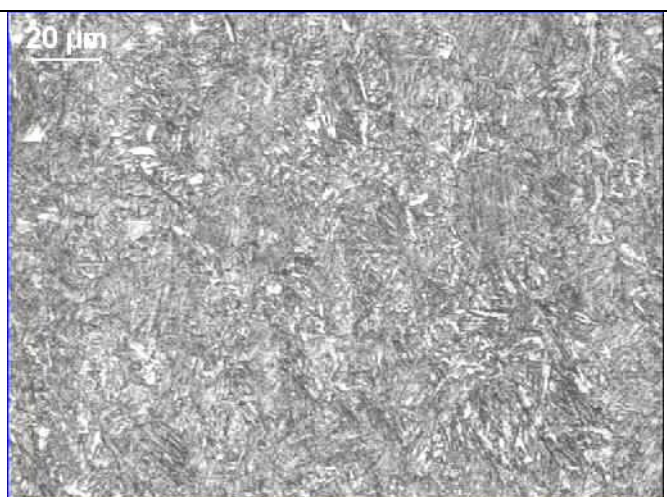


Foto 10 – 500 x in origine - struttura di nucleo del 42CrMo4

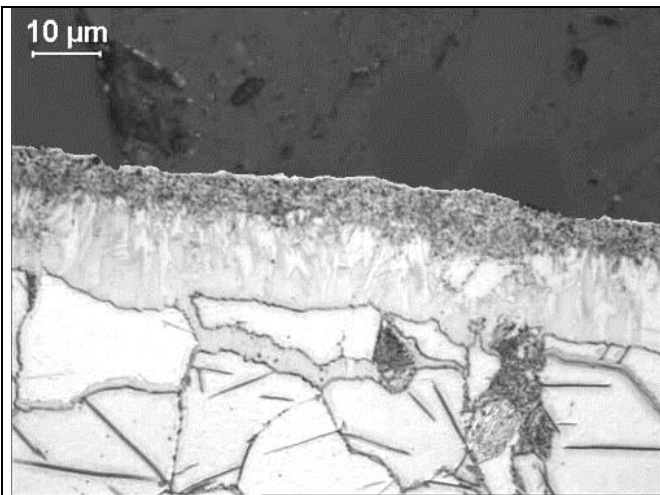


Foto 11 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del S355JR – ciclo 3



Foto 12 – 200 x in origine – strato composti e zona di diffusione del S355JR – ciclo 2

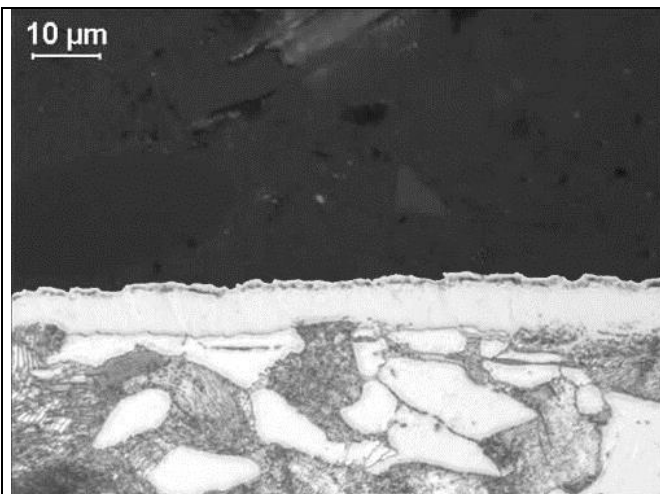


Foto 13 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 36SMnPb14 – ciclo 1

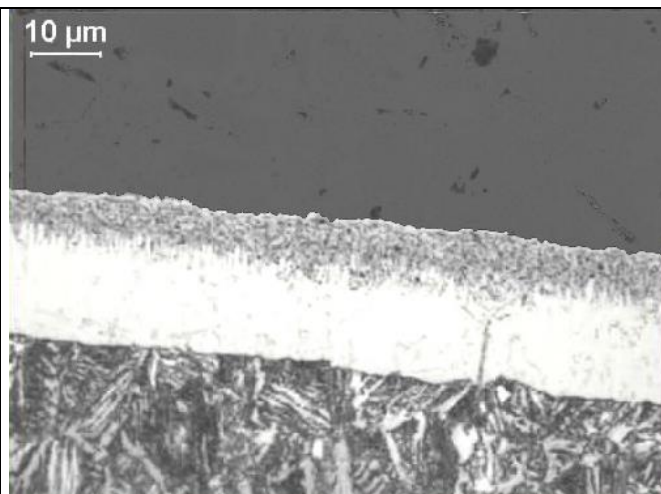


Foto 14 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 36SMnPb14 – ciclo 3

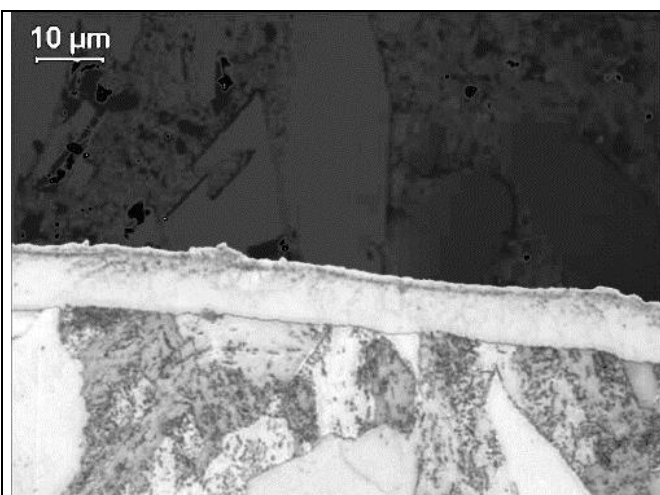


Foto 15 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 17NiCrMo6-4 – ciclo 1

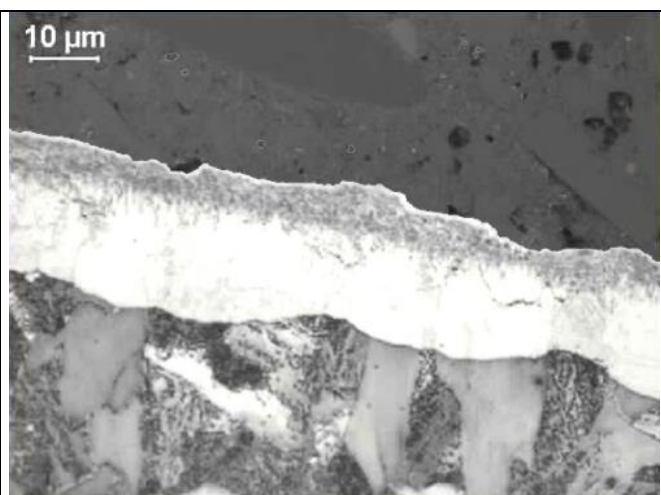


Foto 16 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 17NiCrMo6-4 – ciclo 3

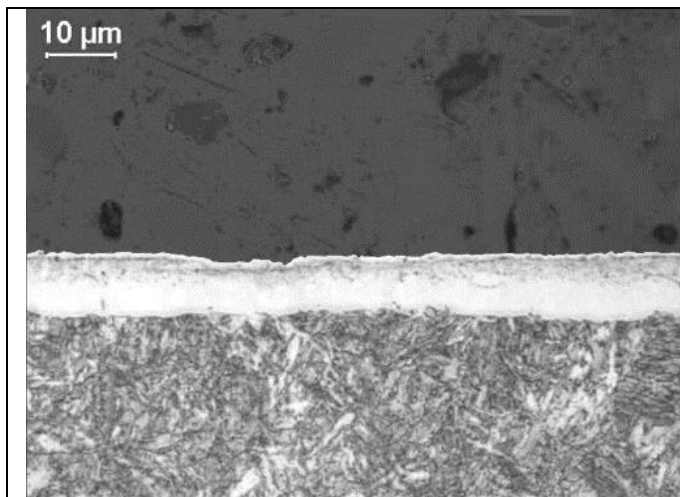


Foto 17 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 36CrNiMo4 – ciclo 1

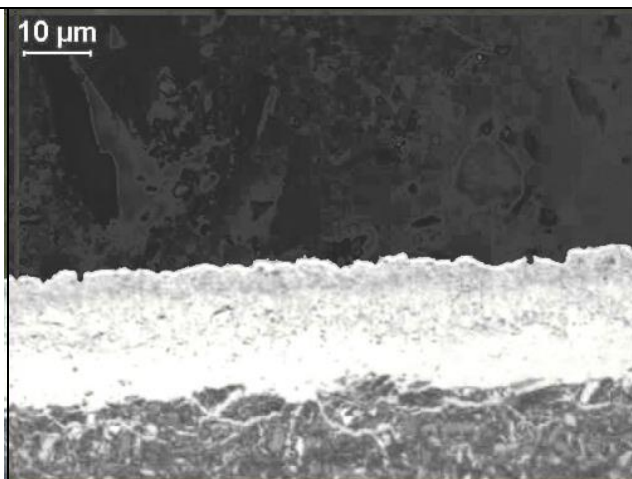


Foto 18 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 36CrNiMo4 – ciclo 3

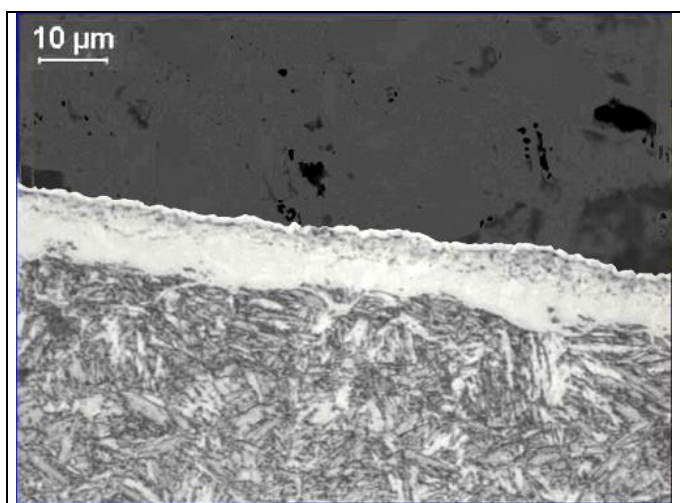


Foto 19 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 42CrMo4 – ciclo 2

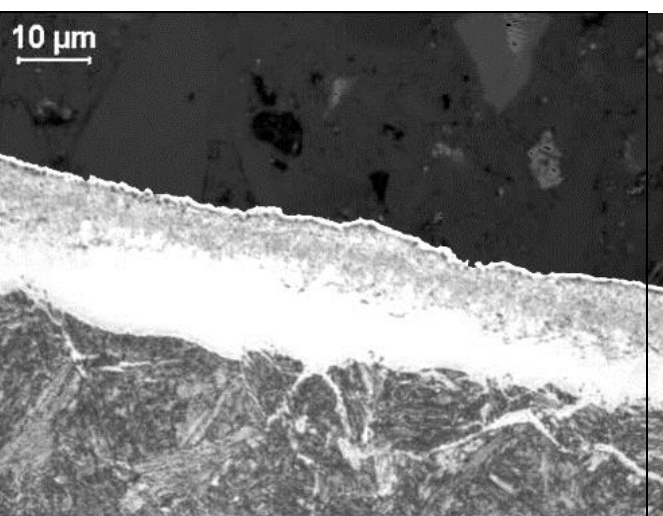


Foto 20 – 1000 x in origine – strato composti e zona di diffusione del 42CrMo4 – ciclo 3

6) Considerazioni sulle caratteristiche dei trattamenti termici

I risultati ottenuti su campioni sottoposti a cicli industriali di nitrocarburazione permettono di formulare, o confermare, alcune considerazioni:

- lo spessore dello strato dei composti, a parità di ciclo termico eseguito, risulta uguale per tutti i materiali, sia per la zona porosa che per quella compatta
- lo spessore della zona porosa, per tutti i materiali e cicli termici, è risultato pari a circa il 40% dello spessore totale della zona dei composti
- lo spessore totale di nitrocarburazione a parità di ciclo termico eseguito risulta uguale per gli acciai legati ; quello degli acciai non legati è inferiore di circa il 20% rispetto a quello degli acciai legati, ed ancora uguale fra loro
- lo spessore efficace di nitrocarburazione a parità di ciclo termico risulta più elevato negli acciai legati allo stato ricotto che in quelli allo stato bonificato a causa della minore durezza di nucleo
- lo spessore efficace di nitrocarburazione degli acciai legati è risultato pari al 40÷50 % in meno dello spessore totale, per tutti i cicli
- lo spessore efficace di nitrocarburazione dell'acciaio bonificato al Cr-Ni-Mo è risultato tendenzialmente inferiore a quello dell'acciaio bonificato al Cr-Mo per tutti i cicli

Il confronto è numericamente riportato nella Tab.3

Materiale	Ciclo 1			Ciclo 2			Ciclo 3		
	strato composti (μm)	spess. eff. (μm)	spess. tot. (μm)	strato composti (μm)	spess. eff. (μm)	spess. tot. (μm)	strato composti (μm)	spess. eff. (μm)	spess. tot. (μm)
S355JR	8 ÷ 9	---	200	12 ÷ 13	---	250	19 ÷ 20	40	300
36SMnPb14	8 ÷ 9	20	200	12 ÷ 13	100	260	19 ÷ 20	200	320
17NiCrMo6-4	8 ÷ 9	140	250	12 ÷ 13	180	300	19 ÷ 20	220	350
36CrNiMo4	8 ÷ 9	110	250	12 ÷ 13	150	300	19 ÷ 20	180	350
42CrMo4	8 ÷ 9	130	250	12 ÷ 13	170	300	19 ÷ 20	200	350

Tabella 3 – confronto caratteristiche degli strati nitrocarburiati

7) Valutazioni sui risultati di prova

I risultati ottenuti dalle prove di durezza eseguite con diverso carico ed il collegamento con i vari materiali e lo spessore efficace di indurimento sono riassunti nel Tab.4, e permettono le seguenti valutazioni :

1. Per gli acciai legati allo stato ricotto :

- La diminuzione percentuale del valore di durezza superficiale rilevata con la prova HV 0.2 e quello rilevato con HV 30 si può ritenere pari al :
 - 60 % per uno spessore efficace di 0,10 ÷ 0,15 mm
 - 50 % per uno spessore efficace di 0,15 ÷ 0,20 mm
 - 40 % per uno spessore efficace di 0,20 ÷ 0,25 mm
 (La relativa ampiezza del valore di intervallo dello spessore è conseguente alla struttura “disomogenea” del materiale in stato di ricottura)

2. Per gli acciai legati allo stato bonificato :

- La diminuzione percentuale del valore di durezza superficiale rilevata con la prova HV 0.2 e quello rilevato con HV 30 si può ritenere pari al :
 - 45 ÷ 50 % per uno spessore efficace di 0,11 ÷ 0,13 mm
 - 40 ÷ 45 % per uno spessore efficace di 0,15 ÷ 0,17 mm
 - 35 ÷ 40 % per uno spessore efficace di 0,18 ÷ 0,20 mm

3. Lo strato dei composti è pari all' 8 ÷ 10 % dello spessore di nitrocarburazione efficace

Materiale	Ciclo 1				Ciclo 2				Ciclo 3			
	Durezza Sup. HV 0.2	Durezza Sup. HV 30	Δ %	Sp. eff. μm	Durezza Sup. HV 0.2	Durezza Sup. HV 30	Δ %	Sp. eff. μm	Durezza Sup. HV 0.2	Durezza Sup. HV 30	Δ %	Sp. eff. μm
S355JR	340	200	-	-	370	215	-	-	410	230	-	40
36SMnPb14	500	305	-	20	630	320	-	100	690	325	-	200
17NiCrMo6-4	820	330	60	140	820	400	50	180	820	490	40	220
36CrNiMo4	800	440	45	110	800	480	40	150	800	520	35	180
42CrMo4	810	405	50	130	810	445	45	170	810	495	40	200

Tabella 4 – confronto dei risultati

8) Conclusioni

Nel presente lavoro, di cui si ribadisce lo spirito “di collaudo” finalizzato alle esigenze sia del trattamentista che del committente, è stata valutata la possibilità di stimare il valore dello spessore di nitrocarburazione efficace (sicuramente il più significativo) senza dover eseguire il delicato ed oneroso controllo distruttivo previsto dalla normativa, ma eseguendo solamente prove di durezza superficiale con carichi differenziati.

I risultati delle prove non hanno consentito di riscontrare la validità del metodo per gli acciai non legati a causa della diversità del valore di durezza superficiale (anche se misurata con bassi carichi di prova) ottenuta su cicli di diversa durata.

Per gli acciai legati il metodo si è invece dimostrato affidabile, come confermato inoltre da numerose successive prove di confronto sulla normale produzione.