

# Determinazione mediante EBSD della tessitura cristallografica di acciai basso carbonio prodotti per laminazione a caldo

C. Mapelli, R. Venturini, R. Riva

*La diffrazione di elettroni retrodiffusi (EBSD) è basata sull'acquisizione di figure di diffrazione da campioni massivi in un microscopio elettronico a scansione (SEM). L'automazione di questo metodo ha permesso di mettere a punto una tecnica affidabile per la caratterizzazione quantitativa dei materiali cristallini. Questo studio vuole focalizzare l'attenzione sulle possibilità dell'analisi EBSD nell'affiancare in modo rapido ed esaustivo le tradizionali prove meccaniche, portando con l'indagine della tessitura ulteriori argomenti per la conoscenza dell'influenza delle variabili del processo produttivo (parametri termomeccanici e composizione chimica) sulle prestazioni meccaniche finali, soprattutto riguardanti la formabilità, del manufatto. L'analisi delle tessiture di 4 differenti gradi di acciaio, caratterizzati da un basso tenore di carbonio (0.04 %wt) e dalla presenza di elementi microalliganti quali Nb (0.024%wt), V (0.039 %wt), V-Nb (0.014 %wt, 0.021 %wt), prodotti in un impianto industriale per il colaggio in sottile con laminazione in linea, ha permesso di evidenziare in modo netto la presenza di un gradiente nello spessore per quanto riguarda l'orientazione dei grani cristallini. Tale fenomeno, tipico del processo di laminazione rende necessario determinare i contributi delle diverse zone sulla base delle componenti maggiormente presenti, verificandone l'apporto in senso positivo o negativo. La tessitura riscontrata non è particolarmente marcata e, come i parametri di anisotropia, non differisce da quella trovata per materiali e processi simili; tuttavia in funzione dei risultati ottenuti è possibile ottimizzare i diversi parametri in gioco al fine di migliorare le caratteristiche desiderate.*

**Parole chiave:** deformazione plastica, EBSD, tessitura cristallografica, laminazione a caldo, ricristallizzazione, acciai microlegati

## INTRODUZIONE

La diffrazione di elettroni retrodiffusi, più nota in lingua inglese come Electron BackScattered Diffraction (EBSD), è basata sull'acquisizione di figure di diffrazione da campioni massivi in un microscopio elettronico a scansione (SEM) [1,2]. L'automazione di questo metodo ha permesso di mettere a punto una tecnica affidabile per la caratterizzazione quantitativa della formabilità plastica dei materiali cristallini [3]: oltre alla determinazione delle strutture di grani e subgrani, è possibile ricavare importanti parametri microstrutturali, che non sono ottenibili con i metodi metallografici tradizionali, in particolare quelli legati all'orientazione cristallografica e ai bordi grano. Tale tecnica permette l'analisi di campioni con dimensioni che variano dall'ordine di grandezza dei centimetri sino a quelli dei nanometri, esempio tipico dei film sottili [1,3,4]. Questa memoria si focalizzerà sulla determinazione mediante EBSD della tessitura cristallografica di acciai a basso carbonio prodotti per laminazione a caldo in un impianto per il colaggio in sottile con laminazione in linea. In questi acciai le tessiture dipendono in modo significativo dai dettagli della strategia termomeccanica utilizzata per la laminazione a caldo: i processi che terminano nella regione ferritica mostrano tessiture residue tipiche della deformazione da laminazione, oltre che a gradienti di

orientazione lungo lo spessore. Infatti, generalmente in questo caso è riscontrabile una evidente transizione dal centro alla superficie in conseguenza del regime deformativo superficiale, che è caratterizzato dall'attrito presente tra la superficie del nastro e i rulli di lavoro, nonché dalla geometria dei rulli e dal profilo termico. Viceversa gli acciai laminati completamente in campo austenitico mostrano una maggiore dispersione delle componenti di tessitura risultanti al termine del processo. Tuttavia, nonostante opinioni erroneamente diffuse, la trasformazione da fase austenitica a fase ferritica non è in grado di eliminare gli effetti della riorientazione cristallina indotta ad alta temperatura, poiché esistono relazioni piuttosto precise tra le tessiture genitrici formatesi in fase austenitica e quelle successivamente generatesi in fase ferritica. Allo stesso modo anche la temperatura di fine laminazione e quella di avvolgimento dei laminati possono rivestire un carattere fondamentale, poiché temperature più elevate possono favorire processi di accrescimento dei grani con la soppressione di alcune componenti di tessitura da parte di altre caratterizzate maggiori velocità di accrescimento [5]. Oltre a tali fenomeni, nelle leghe con presenza di microalliganti può aggiungersi l'influenza della formazione dei nanoprecipitati che condizionano i fenomeni di nucleazione e velocità di accrescimento dei grani cristallini.

C. Mapelli, R. Venturini, R. Riva  
Politecnico di Milano - Dipartimento di Meccanica  
Sezioni Materiali per Applicazioni Meccaniche, Milano

Memoria pervenuta il 17 maggio 2005

STATO DELL'ARTE CIRCA LA TESSITURA PRODOTTA  
DAL PROCESSO LAMINAZIONE A CALDO

Per garantire adeguate proprietà di formabilità, nel materiale deformato deve essere indotta un'opportuna disposizione

dei reticoli cristallini. Numerosi lavori [5,6,7,8,9] sono stati svolti sulla formazione della tessitura negli acciai a basso carbonio durante la laminazione a freddo, evidenziando, nei casi di elevati valori del parametro di anisotropia normale ( $r_m$ ), la presenza di piani  $\{111\}_\alpha$  paralleli al piano di laminazione. In anni recenti, tuttavia, la domanda di acciai a costi competitivi ha stimolato lo sviluppo della produzione nastri laminati a caldo, prodotti con un notevole risparmio di energia e con un'inferiore usura degli utensili. Questa opzione produttiva è ancora più efficace qualora le proprietà meccaniche, resistenza e tenacità, richieste al nastro siano elevate e si debbano abbinare a un alto grado di formabilità [10]: in quest'ottica lo sviluppo di impianti di colaggio in sottile e laminazione in linea ha permesso di ottenere la produzione industriale di laminati a caldo con spessori inferiori a 2 mm del tutto competitivi rispetto ai nastri laminati a freddo [11]. Da un punto di vista microstrutturale, le tessiture cristallografiche degli acciai sottoposti ad un trattamento termomeccanico risentono dell'influenza di molti fattori (Tab.1), che inducono modifiche nella distribuzione delle orientazioni [12].

Le componenti di tessitura prodotte dalla laminazione in campo austenitico (reticolo cubico a facce centrate) giacciono prevalentemente su quella che è denominata fibra  $\beta$ , che va dalla componente denominata Copper (Cu)  $\{112\}<111>_\gamma^{(1)}$ , passando per la S  $\{123\}<634>_\gamma$ , alla Brass (Br)  $\{110\}<112>_\gamma$  [13]. L'intensità di queste componenti dipende dall'entità della deformazione accumulata, e dal valore dell'energia di stacking fault (SFE) del materiale [14,15,16]. In particolare, il valore di questo parametro, influenzato soprattutto dalla composizione chimica [17], permette l'aumento in modo selettivo dell'intensità di queste componenti: infatti per valori alti della SFE, situazione tipica in metalli con elevata purezza, è favorita la componente Copper, mentre per valori bassi della SFE, situazione simile a quella degli acciai, le componenti Brass e Goss sono maggiormente sviluppate. Queste tessiture, formatesi durante la deformazione plastica, sono trasformate successivamente dai processi di ricristallizzazione e di trasformazione di fase: a seguito di questi due fenomeni si può riconoscere un certo indebolimento nelle componenti di tessitura

<sup>(1)</sup> La tessitura nei laminati è solitamente indicata come  $\{hkl\}<uvw>$ , dove  $\{hkl\}$  rappresentano i piani paralleli alla superficie del laminato e  $<uvw>$  le direzioni parallele alla direzione di laminazione.

della ferrite generatesi da quelle austenitiche precedenti secondo precise relazioni [15].

Il processo di ricristallizzazione è subordinato ad una barriera energetica [18,19], che può essere espressa attraverso una temperatura limite di non ricristallizzazione  $T_{nr}$  [20,21], al di sotto della quale il processo stesso diventa cinematicamente sfavorito; la possibilità per un acciaio di andare incontro a fenomeni di ricristallizzazione dipende così dai fattori che caratterizzano la microstruttura (composizione chimica, presenza di precipitati e dimensione del grano cristallino) e dai parametri operativi del processo di laminazione (entità della deformazione e sua velocità di applicazione, tempo di interpasso tra una gabbia e la successiva). Se l'acciaio in campo austenitico viene laminato al di sopra della propria  $T_{nr}$ , sarà in grado di sviluppare una tessitura di ricristallizzazione, caratterizzata in modo preponderante dalla presenza di una dispersione di orientazioni che comprende sia la componente cubica (C)  $\{100\}<001>_\gamma$ , che la Goss (G)  $\{110\}<001>_\gamma$  [8]. In caso contrario le componenti prodotte dalla deformazione non subiscono alcuna modifica, se non nell'intensità. Negli acciai HSLA (High Strength Low Alloy) l'effetto della presenza di elementi in soluzione e della precipitazione di carbonitruir indotta dalla deformazione plastica ritardano fortemente i fenomeni di ricristallizzazione innalzando la  $T_{nr}$ . A tale riguardo è noto il consistente effetto ritardante dovuto alla presenza di Nb [4,22,23,24].

Il meccanismo con cui la trasformazione di fase da austenite a ferrite induce una modifica delle componenti di tessitura è illustrato dalle relazioni di orientazione, la più importante delle quali, limitatamente al caso degli acciai, è la relazione di Kurdjumov-Sachs, nella quale il reticolo cfc dell'austenite ruota in modo da portare i piani  $\{111\}_\gamma$  in corrispondenza dei piani  $\{011\}_\alpha$ , e le direzioni  $<011>_\gamma$  a coincidere con le direzioni  $<111>_\alpha$  (a meno delle varianti dovute alla simmetria dei reticoli). Le principali componenti originate dalle tessiture tipiche della laminazione in campo austenitico sono la  $\{332\}<113>_\alpha$  e la  $\{113\}<110>_\alpha$ , generate rispettivamente dalla Br  $\{110\}<112>_\gamma$  e dalla Cu  $\{112\}<111>_\gamma$ . La componente di ricristallizzazione  $\{100\}<001>_\gamma$  produce invece le componenti cubica ruotata  $\{001\}<110>_\alpha$ , Goss  $\{110\}<001>_\alpha$  e Goss ruotata  $\{110\}<011>_\alpha$ . È poi da verificare la stabilità delle singole componenti ad una possibile laminazione a freddo: le componenti  $\{001\}<110>_\alpha$  e  $\{113\}<110>_\alpha$  si dimostrano molto stabili, tanto più che nella

**Gruppi Principali dei Fattori di Influenza delle Tessiture di acciai laminati a caldo**

**Fattori principali all'interno di ogni gruppo**

Gruppo 1: Processo	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Condizioni di colaggio (colata continua, strip casting, ecc.);</li> <li>- trattamento della bramma (T di riscaldamento, tempo di mantenimento, ecc.);</li> <li>- sbazzatura;</li> <li>- programma di laminazione (laminazione in campo austenitico e in campo ferritico, riduzioni, velocità di deformazione nello spessore, ecc.).</li> </ul>
Gruppo 2: Termodinamica	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Quantità e tipo di elementi alliganti;</li> <li>- impurezze;</li> <li>- energia di deformazione immagazzinata;</li> <li>- temperatura di trasformazione;</li> <li>- energia di stacking fault (austenite).</li> </ul>
Gruppo 3: Microstruttura	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Dimensione e forma dei grani;</li> <li>- temperatura e tempo di ricristallizzazione;</li> <li>- precipitati;</li> <li>- bande di taglio.</li> </ul>
Gruppo 4: Cristallografia	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sistemi di scorrimento attivi;</li> <li>- tessiture precedenti;</li> <li>- relazione di orientazioni durante la trasformazione di fase.</li> </ul>

Tab. 1 - Parametri principali che portano a differenti tessiture nei nastri laminati a caldo [12].

Tab. 1 - Main parameters which lead to different classes of hot band steel textures [12].

deformazione in campo ferritico vedono aumentare la loro intensità, mentre la componente  $\{332\}\langle 113 \rangle_{\alpha}$  è piuttosto instabile, ed evolve al procedere della deformazione verso le componenti  $\{554\}\langle 225 \rangle_{\alpha}$ ,  $\{111\}\langle 112 \rangle_{\alpha}$  e  $\{111\}\langle 110 \rangle_{\alpha}$  [15,8]. E' un'opinione accettata che lo sviluppo della componente  $\{332\}\langle 113 \rangle_{\alpha}$  determina un aumento sia nella formabilità che nella tenacità, mentre la componente  $\{113\}\langle 110 \rangle_{\alpha}$  ha un effetto dannoso su entrambe [25]. Diversi studi [10] hanno messo in evidenza che la componente di trasformazione  $\{332\}\langle 113 \rangle_{\alpha}$  aumenta in intensità quando elementi sostituzionali come Mn e Ni sono aggiunti nell'acciaio insieme al Nb, quando la velocità di raffreddamento aumenta e quando la dimensione del grano austenitico diminuisce.

Il processo di laminazione a caldo generalmente conferisce al nastro una tessitura non omogenea lungo lo spessore. Si possono rintracciare diversi fattori che determinano questo effetto: l'effetto dell'attrito tra rulli e nastro, limitato generalmente ad uno strato sottile, il gradiente di temperatura e la geometria dei rulli nella tessitura degli strati più interni [12,26]. Infatti, mentre la deformazione nello strato centrale è assimilabile a uno stato di deformazione piana, gli strati più vicini alla superficie subiscono una deformazione di taglio molto intensa, in quanto caratterizzata anche da un'inversione di verso della deformazione e per questo accumulano una maggiore quantità di energia. Nel caso di laminazione in campo completamente austenitico, il gradiente di deformazione e di temperatura porta a una trasformazione più rapida e a una ricristallizzazione più forte nello strato sub-superficiale, determinando una tessitura quasi completamente casuale, o al più con una debole fibra- $\alpha$  concentrata nello strato centrale. La laminazione in campo ferritico solitamente produce una tessitura più pronunciata, specialmente nello strato centrale. Si ricorda inoltre che più alta è la temperatura di laminazione, maggiore è l'omogeneità del laminato sia lungo lo spessore che lungo la lunghezza del nastro. E' stato mostrato [12] che, poiché la tessitura cristallografica è all'origine delle proprietà di formabilità, essa risulta essere un indicatore significativo al fine di determinare l'omogeneità dei nastri laminati a caldo, condizione necessaria per garantire proprietà e caratteristiche costanti.

**DETERMINAZIONE DELLA TESSITURA MEDIANTE TECNICA EBSD**

L'uso della sonda EBSD permette una caratterizzazione più dettagliata delle caratteristiche dei grani e in particolare può essere determinata una relazione tra la dimensione dei grani e dei subgrani e la loro orientazione cristallografica. Le orientazioni in un materiale policristallino che ha subito processi termomeccanici, quali la laminazioni a caldo in controllo di temperatura, sono in genere lontane dall'essere casuali e data la dipendenza delle proprietà meccaniche e fisiche dei materiali dalla tessitura, è presente un grande interesse circa il loro controllo durante i processi produttivi [4,5,6]. Convenzionalmente le tessiture sono determinate dall'analisi di figure polari ottenute tramite diffrazione di raggi X, da cui è possibile ottenere mediante metodi matematici la funzione distribuzione delle orientazioni (ODF). Il tempo richiesto per questo genere di prove, abbastanza laboriose, è dell'ordine di diverse ore. Il metodo sperimentale per ottenere la descrizione della tessitura da un campione

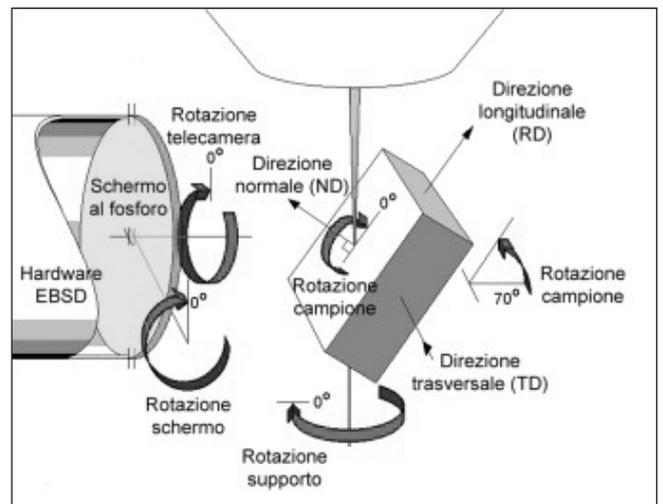


Fig. 1 – Geometria 'standard' dell'EBSD.

Fig. 1 – EBSD 'standard' geometry.

mediante EBSD (Fig.1) è invece di tipo più diretto: il campione viene solitamente preparato nel piano RD-ND (Rolling Direction-Normal Direction), poiché nei laminati questa sezione presenta una microstruttura più significativa rispetto al piano di laminazione [4], e le figure di diffrazione vengono ottenute analizzando l'intero provino o una sua porzione. Per ottenere una tessitura rappresentativa del materiale è importante che siano considerati i dati provenienti da tutta la microstruttura. Il numero dei punti analizzati deve essere tale da produrre una distribuzione delle orientazioni statisticamente significativa: sperimentalmente è stato ricavato che è necessario determinare un numero di orientazioni compreso tra 500 e 1500 [4]. Ottenere un risultato di questo tipo richiede tempi, che, a seconda dei parametri impostati, del tipo di microscopio elettronico, della finitura superficiale del campione, sono nell'ordine delle decine di minuti, con un notevole risparmio di tempo. In molti metalli laminati la deformazione e la ricristallizzazione può variare nello spessore del nastro; in questi casi può essere semplice analizzare opportune porzioni della sezione ND-RD per ricavare informazioni sulla tessitura lungo lo spessore in una frazione di tempo inferiore rispetto a quello richiesto per analizzare una serie di campioni sezionati parallelamente al piano a diverse profondità di laminazione in un'analisi convenzionale ai raggi X. L'EBSD, inoltre, permette di ricavare le relazioni che sussistono tra forma, dimensione dei grani e dei subgrani e le loro orientazioni, fornendo ad esempio informazioni dettagliate e utili nel valutare e nell'interpretare il comportamento delle leghe metalliche deformate plasticamente durante il seguente trattamento termico di ricottura [4,6].

**METODI SPERIMENTALI**

**Materiali**

Nel presente studio sono stati analizzati 4 differenti gradi di acciaio caratterizzati da un basso tenore di carbonio (~0.04 %) e dalla presenza di elementi microalloganti quali niobio (0.024%), vanadio (0.039%), vanadio-niobio (0.021 % V, 0.014 %Nb) (Tab. 2) prodotti in un impianto industriale per

Tab. 2 – Composizione chimica degli acciai indagati.

Tab. 2 – Chemical composition (%wt).

	Acciaio	Composizione chimica (% Wt)								
		C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	V	N
1	Mild Steel	0.043	0.18	0.04	0.005	0.002	0.045	-	-	0.008
2	Nb	0.044	0.19	0.03	0.009	0.001	0.04	0.024	-	0.008
3	V	0.044	0.48	0.02	0.006	0.001	0.039	-	0.039	0.009
4	V-Nb	0.038	0.59	0.03	0.005	0.001	0.04	0.014	0.021	0.01

Nastro	Gabbie di laminazione				$r_m$	$\Delta r$	YTS [Mpa]	$A_3$ °C
	Bramma	Sbozzato	FM5	Coil				
<b>Mild Steel</b>								
Spessore, mm	50	13,5	1,5		0,91	-0,11	350	848
Riduzione, %	73		89					
T, °C	-	-	-	580				
<b>Nb</b>								
Spessore	50	13,5	1,5		0,91	-0,24	420	848
Riduzione, %	73		89					
T, °C	-	-	-	580				
<b>V</b>								
Spessore	55	15	1,5		0,95	-0,10	400	847
Riduzione, %	73		90					
T, °C	-	-	-	580				
<b>Nb-V</b>								
Spessore	55	15	1,5		0,91	-0,22	440	848
Riduzione, %	73		90					
T, °C	-	-	-	580				

Tab. 3 – Parametri di processo e caratteristiche degli acciai analizzati.

Tab. 3 – Processing parameters and mechanical properties for the strips.

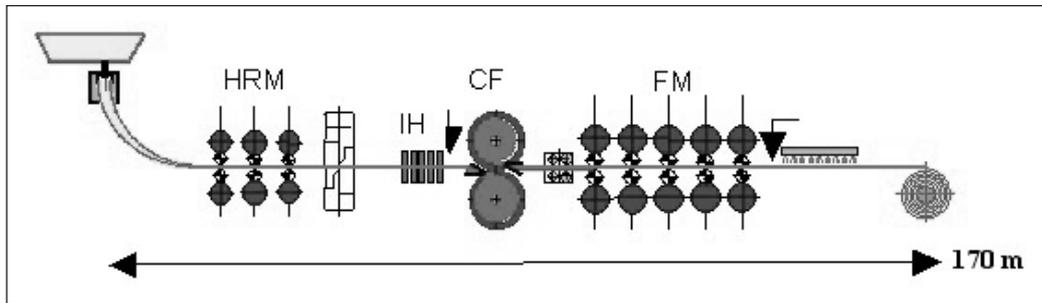


Fig. 2 – Layout dell'impianto AST di colaggio in sottile.

Fig. 2 – Layout of AST line.

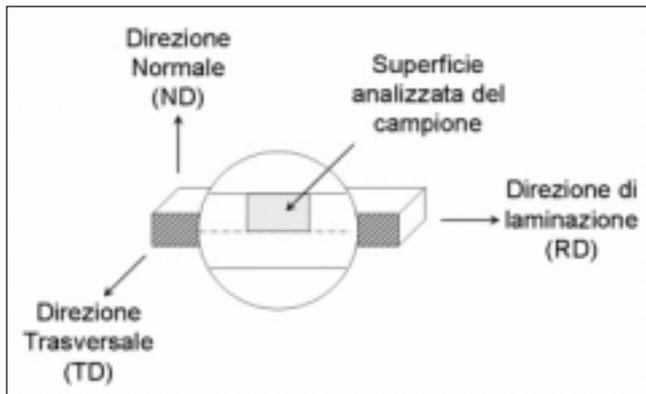


Fig. 3 – Diagramma schematico del nastro con il piano utilizzato per le analisi.

Fig. 3 – Schematic diagram of the strip with the position, which were sampled for the analysis.

il colaggio in sottile e laminazione in linea, con uno stretto controllo dei parametri di processo. La Fig.2 mostra un diagramma schematico dell'impianto da cui sono stati prelevati i campioni, che prevede la laminazione in linea alla macchina di colata continua [11]. I parametri di processo unitamente ai valori del parametro di anisotropia planare,  $\Delta r$ , e normale,  $r_m$ , [27,28] e ai valori della temperatura critica  $A_3$  rilevata tramite indagini calorimetriche sono riportati (Tab. 3). I campioni, di spessore 1.5 mm, sono stati prelevati nella parte centrale del coil a 300 mm circa dai bordi.

**Analisi della Tessitura: EBSD**

La misura della tessitura è stata realizzata mediante il sistema Inca Crystal montato su un microscopio elettronico a scansione Oxford Instrument lavorando a 20 kV. I campioni sono stati inglobati in una resina conduttiva e preparati nel piano RD-ND (Fig. 3). La lucidatura finale è stata realizzata mediante silice colloidale per conseguire la finitura superfi-

ziale necessaria all'esecuzione dell'analisi. Per lo studio della tessitura lungo lo spessore è possibile definire lo spessore normalizzato come  $s=a/(d/2)$ , con a distanza dello strato in studio dal centro del nastro e d metà spessore del nastro stesso, che assume quindi valore pari a 0 in corrispondenza del centro e 1 in superficie. Lo strato a  $s=0$ , così come quello compreso tra  $s=0.7$  e  $s=0.8$  rivestono particolare importanza nello studio delle tessiture indotte da laminazione a caldo, dal momento che mostrano rispettivamente le tessiture da stato di deformazione piano ( $s=0$ ), tipico della deformazione per laminazione, e quelle da scorrimento ( $s=0.7\div 0.8$ ) generalmente più intense [13]. Infatti la tessitura dei campioni è stata misurata, a un ingrandimento di 150 X e una risoluzione di  $\sim 6 \mu m^2$ , in tre aree: la prima comprensiva di metà spessore ( $750 \times 300 \mu m - 2h30'$ ), cioè  $s$  compreso tra 0 e 1, la seconda,  $s$  compreso tra 0.8 e 1, e la terza,  $s$  compreso fra 0 e 0.2, rappresentanti la zona superficiale e il cuore rispettivamente ( $150 \times 350 \mu m - 1h15'$ ).

In accordo con la simmetria cubica del cristallo e la geometria ortorombica del campione, le tessiture saranno presentate nello spazio di Eulero ridotto ( $0 < \Phi, \phi_1, \phi_2 < 90^\circ$ ). L'utilizzo delle ODF per la rappresentazione della tessitura è un metodo più preciso e meno ambiguo dell'uso delle figure polari, che sono solo proiezioni bidimensionali lungo alcune direzioni dello spazio di Eulero.

**RISULTATI**

La microstruttura dei nastri laminati ottenuta mediante microscopia ottica (MO) è mostrata in Fig.4 (a)-(d). La dimensione del grano è espressa secondo il grado ASTM E112 (Tab. 4).

Acciaio	Mild Steel	Nb	V	V-Nb
Grado (ASTM)	10	11	11	12

Tab. 4 – Dimensioni del grano.

Tab. 4 – Grain size.

Fig. 4 – Microstrutture al centro dello spessore; (a) Acciaio 1; (b) Acciaio 2; (c) Acciaio 3; (d) Acciaio 4.

Fig. 4 – Microstructure of the middle thickness; (a) Steel 1; (b) Steel 2; (c) Steel 3; (d) Steel 4.

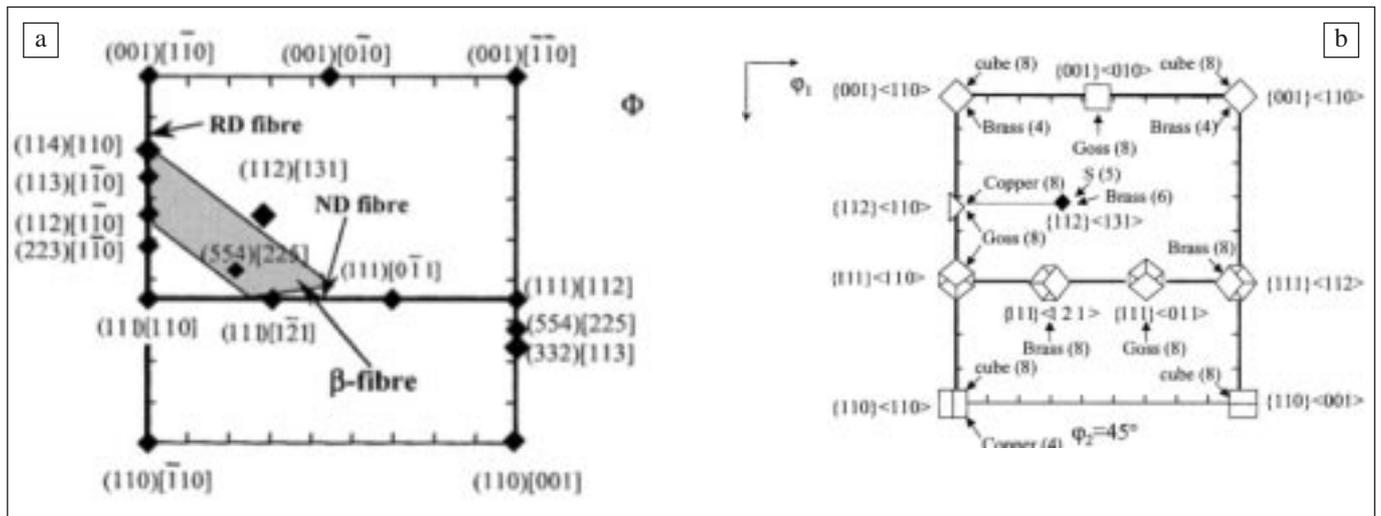
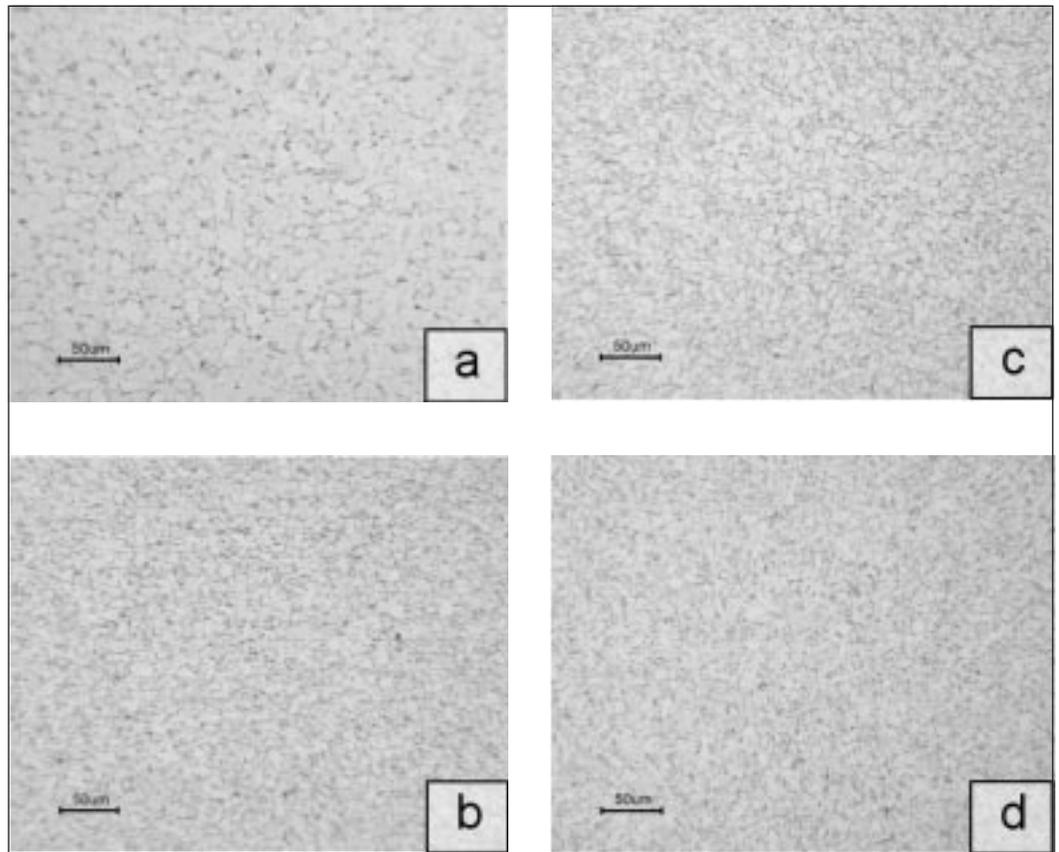


Fig. 5 – (a) Sezione a  $\phi_2=45^\circ$  dello spazio di Eulero (Notazione di Bunge) con le più importanti componenti della tessitura della ferrite [10]. (b) Visualizzazione delle orientazioni BCC nella sezione a  $\phi_2=45^\circ$  mostrate insieme alle orientazioni della fase genitrice FCC dalle quali sono state originate [29].

Fig. 5 – (a)  $\phi_2=45^\circ$  of the Eulero space with the most important ferrite texture components [10]. (b) Selected BCC product orientations in the  $\phi_2=45^\circ$  section showed together with FCC parent orientations from which they originate [29].

Di seguito, sono riportate le sole sezioni dello spazio di Eulero a  $\phi_2=45^\circ$  (notazione di Bunge), poiché contengono tutte le componenti cristallografiche, prodotte nella laminazione e durante la ricristallizzazione, che risultano di maggiore interesse tecnologico nel caratterizzare le proprietà di formabilità del materiale (Fig.5). Le Fig.6 (a)-(d) presentano le sezioni ODF a  $\phi_2=45^\circ$  dello spazio di Eulero misurate a metà spessore del laminato, le Fig.7 (a)-(d) quelle misurate in superficie, e infine le Fig.8 (a)-(d) si riferiscono a tutto lo spessore.

L'ODF dell'acciaio 1 (Mild Steel) mostra a cuore (Fig.6a) un massimo assoluto a  $\{001\}\langle 110\rangle$ , che corrisponde all'orien-

tazione cubica ruotata, e un massimo relativo vicino a  $\{110\}\langle 001\rangle$ ; queste componenti sono caratteristiche della ferrite trasformata da austenite ricristallizzata con orientazione cubica (Fig.5). E' inoltre possibile evidenziare la presenza, con intensità nettamente inferiori di componenti associate alla trasformazione della ferrite da austenite deformata, quali  $\{332\}\langle 113\rangle$ ,  $\{554\}\langle 225\rangle$ ,  $\{111\}\langle 112\rangle$  e  $\{111\}\langle 110\rangle$ . Nello strato superficiale (S tra 1 e 0.8) è evidente (Fig.7a) la presenza delle componenti  $\{113\}\langle 110\rangle$ ,  $\{112\}\langle 110\rangle$ ,  $\{223\}\langle 110\rangle$  e  $\{111\}\langle 110\rangle$  con intensità elevata e con intensità appena inferiore delle componenti  $\{111\}\langle 112\rangle$ ,  $\{554\}\langle 225\rangle$ ,  $\{332\}\langle 113\rangle$  e  $\{110\}\langle 001\rangle$ , quasi tutte da con-

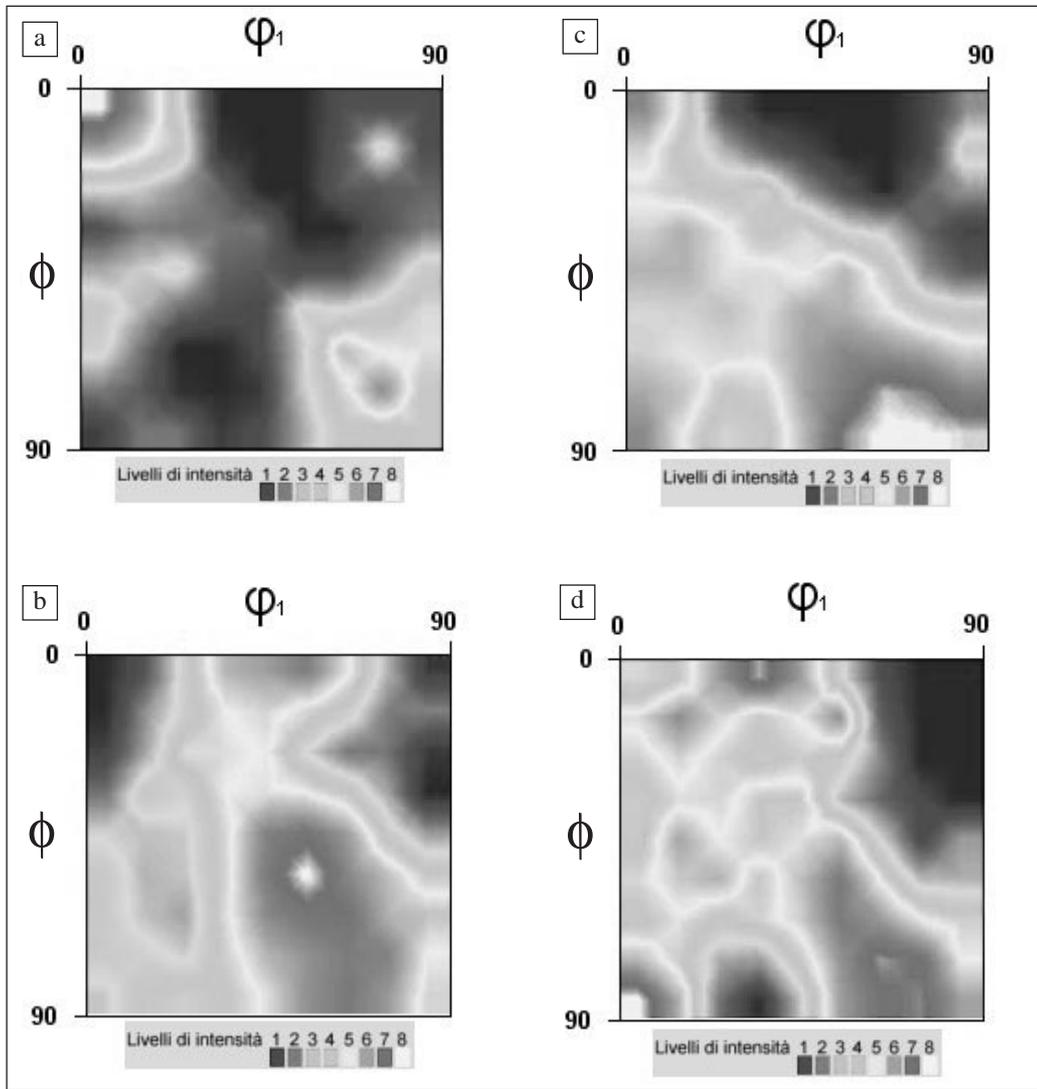


Fig. 6 – Tessitura in corrispondenza dello spessore normalizzato  $s=0$  ( $\phi_2=45^\circ$ ); (a) Acciaio 1; (b) Acciaio 2; (c) Acciaio 3; (d) Acciaio 4.

Fig. 6 – Middle thickness (normalized thickness  $s=0$ ) texture of the strips ( $\phi_2=45^\circ$ ); (a) Steel 1; (b) Steel 2; (c) Steel 3; (d) Steel 4.

siderare derivanti da austenite deformata. Meno marcata, ma presente risulta la componente  $\{110\}\langle 111 \rangle$ . Poco diversa, più dispersa (Fig.8a), si presenta la tessitura misurata considerando metà spessore (S tra 0 e 1).

L'ODF dell'acciaio 2 (contenete 0.024 % Nb) presenta a cuore (Fig.6b) un massimo assoluto a  $\{111\}\langle 011 \rangle$ ; emergono, pur con intensità inferiore, componenti vicine a  $\{332\}\langle 113 \rangle$  e si nota un massimo relativo intorno a  $\{001\}\langle 010 \rangle$ . Data la presenza di Nb, tutte queste componenti possono essere identificate come prodotte dalla trasformazione di austenite non ricristallizzata. Lo strato superficiale (Fig.7b) risulta molto simile a quello descritto per l'acciaio 1, è però presente un massimo più marcato in  $\{110\}\langle 111 \rangle$ ; lo stesso vale per lo spessore (Fig.8b) dove però le componenti risultano più disperse e la tessitura molto meno marcata.

L'ODF dell'acciaio 3 (contenente 0.029 % V) a cuore (Fig.6c) rivela la tipica tessitura della ferrite trasformata da componenti cubiche dell'austenite: cubica ruotata  $\{001\}\langle 110 \rangle$ , Goss  $\{110\}\langle 001 \rangle$ , Goss ruotata  $\{110\}\langle 110 \rangle$ , con il massimo per componenti prossime alla Goss. Si rilevano però anche componenti derivanti da austenite deformata con una serie di orientazioni che formano quella che è nota come fibra  $\beta$ . Inoltre risultano presenti, pur con intensità inferiore, una serie di componenti lungo la fibra ND (fibra  $\gamma$ ). Infine si evidenzia la presenza delle componenti  $\{554\}\langle 225 \rangle$ ,  $\{332\}\langle 113 \rangle$ .

L'analisi della tessitura degli strati superficiali mostra che essa differisce in parte da quella degli acciai 1 e 2. Infatti si

trova (Fig.7c) un massimo assoluto in  $\{001\}\langle 110 \rangle$ , e un massimo relativo in  $(112)\langle 111 \rangle$ .

E' presente anche una dispersione di componenti a circa  $10^\circ$  da  $\{001\}\langle 111 \rangle$ . Per quanto riguarda lo spessore (Fig.8c), emergono tra le altre la componente cubica ruotata  $\{001\}\langle 110 \rangle$  e con un'intensità maggiore la Goss.

L'ODF dell'acciaio 4 (Fig.6d) mostra una certa similitudine con quella dell'acciaio 3.

Si differenzia però per una tessitura più debole e dispersa che presenta due massimi: la componente Goss ruotata  $\{110\}\langle 110 \rangle$  e soprattutto la componente a circa  $10^\circ$  dalla  $\{001\}\langle 010 \rangle$ . Pur trovando un massimo relativo a  $\{554\}\langle 225 \rangle$ , non è ben definita né una fibra  $\beta$  né una fibre  $\gamma$ . In superficie (Fig.7d) si ha un massimo presso  $\{112\}\langle 111 \rangle$  e una serie di componenti che vanno da  $\{111\}\langle 110 \rangle$  fino a  $\{110\}\langle 111 \rangle$ , simile a quella presente nell'acciaio 2.

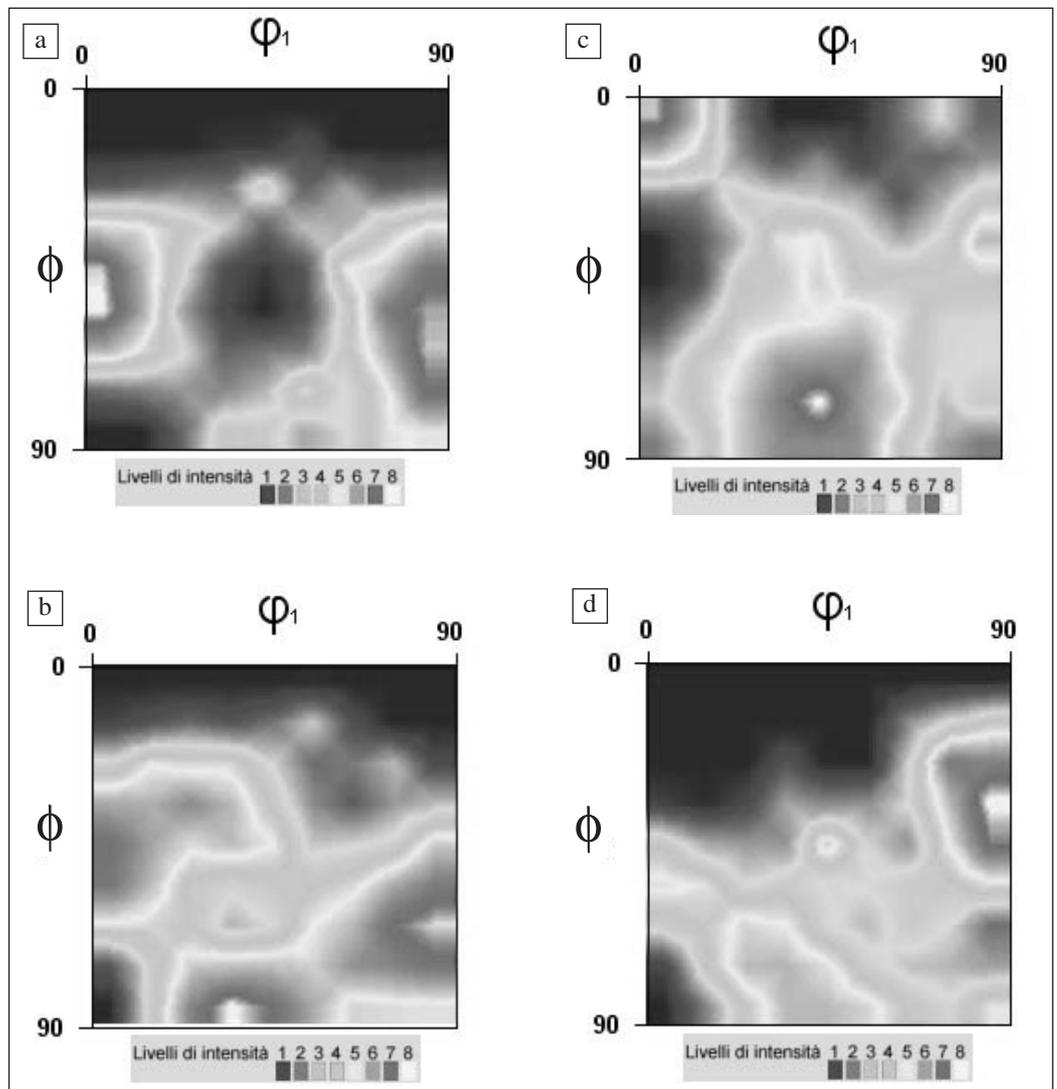
Nello spessore la tessitura risulta molto diffusa (Fig.8d), si possono riconoscere componenti molto disperse lungo la fibra  $\beta$  e la fibra  $\gamma$  ad esempio, ma è da sottolineare un massimo nella componente  $\{001\}\langle 010 \rangle$ .

#### DISCUSSIONE

La dimensione dei grani è un importante parametro strutturale, che influenza la tenacità degli acciai così come le caratteristiche di formabilità, ed è quindi usato per una caratterizzazione quantitativa della microstruttura. Questo parametro in

Fig. 7 – Tessitura in corrispondenza dello spessore normalizzato  $s=0.8$  ( $\phi_2=45^\circ$ ); (a) Acciaio 1; (b) Acciaio 2; (c) Acciaio 3; (d) Acciaio 4.

Fig. 7 – Surface texture (normalized thickness  $s=0.8$ ) of the strips ( $\phi_2=45^\circ$ ); (a) Steel 1; (b) Steel 2; (c) Steel 3; (d) Steel 4.



genere varia in funzione della composizione chimica e del processo deformativo. Un'osservazione generale riguarda la microstruttura, che nella sezione dei laminati si presenta formata da grani ferritici uniformemente distribuiti, e non si evidenziano differenze tra lo strato centrale e quello superficiale. Il maggior affinamento del grano si riscontra per gli acciai 2,3,4, come conseguenza della presenza di elementi microalliganti. I grani di ferrite nell'acciaio 1, mild steel, presentano una dimensione superiore. Le informazioni tratte dall'analisi della tessitura sulla base delle indicazioni sopra riportate nel paragrafo precedente che costituiscono un riferimento da un punto di vista teorico – bibliografico, permettono di ricostruire le influenze di composizione chimica e trattamento termomeccanico nell'evoluzione della microstruttura degli acciai osservati, e di conseguenza di stabilire un nesso con le proprietà meccaniche di interesse. L'analisi compiuta (Fig. 6-8) ha permesso di evidenziare la formazione di tessiture differenti a seconda della posizione lungo spessore (Fig. 9, Fig. 10); questo gradiente è generato dalle differenti condizioni di stato di deformazione tra superficie e cuore del laminato e dalla diversa storia termica.

Tale effetto va letto alla luce della diversa composizione chimica, che a sua volta ha influenza marcata sullo sviluppo di tessiture cristallografiche. Il Mild Steel (Acciaio 1) presenta in superficie componenti derivanti dalla trasformazione dell'austenite non ricristallizzata, mentre a cuore sono più evidenti orientazioni che indicano l'avvenuta ricristallizzazione,  $\{001\}\langle 110\rangle$ ,  $\{110\}\langle 001\rangle$ ,  $\{110\}\langle 110\rangle$ . La presenza degli elementi microalliganti, Nb e V, sembra comportare la forma-

zione di una tessitura meno concentrata su singole componenti soprattutto a cuore dove è possibile notare come la dispersione delle componenti di tessitura sia principalmente da attribuire alla presenza del V, al cui contenuto sono associate anche le migliori proprietà di formabilità. Al Nb viene associata la capacità di ritardare le cinetiche del processo di ricristallizzazione; negli acciai in esame che presentano Nb in lega questo effetto risulta meno evidente, sia per il tipo di impianto che prevede la laminazione in linea, lasciando nel laminato una temperatura più alta al centro dello spessore, sia perché la percentuale di questo elemento risulta molto limitata. È comunque evidente il fatto che in tutti gli acciai studiati la ricristallizzazione avviene, seppur in modo parziale negli acciai microalligati, soprattutto a cuore.

CONCLUSIONI

L'analisi delle tessiture delle quattro classi di acciai (Figg. 6, 7, 8) ha permesso di evidenziare in modo netto il gradiente di orientazioni dei grani cristallini, proprio del processo di laminazione. Più precisamente, le due differenti tessiture risentono del fatto che in corrispondenza dei diversi valori dello spessore normalizzato  $s$  il processo deformativo è differente. La tessitura complessiva può allora essere interpretata come somma pesata delle tessiture evidenziate a metà spessore ed in superficie (Fig.9, Fig. 10), nonostante debba sempre essere tenuto presente che la tessitura di superficie tenda a caratterizzare la microstruttura sino ad una profondità massima

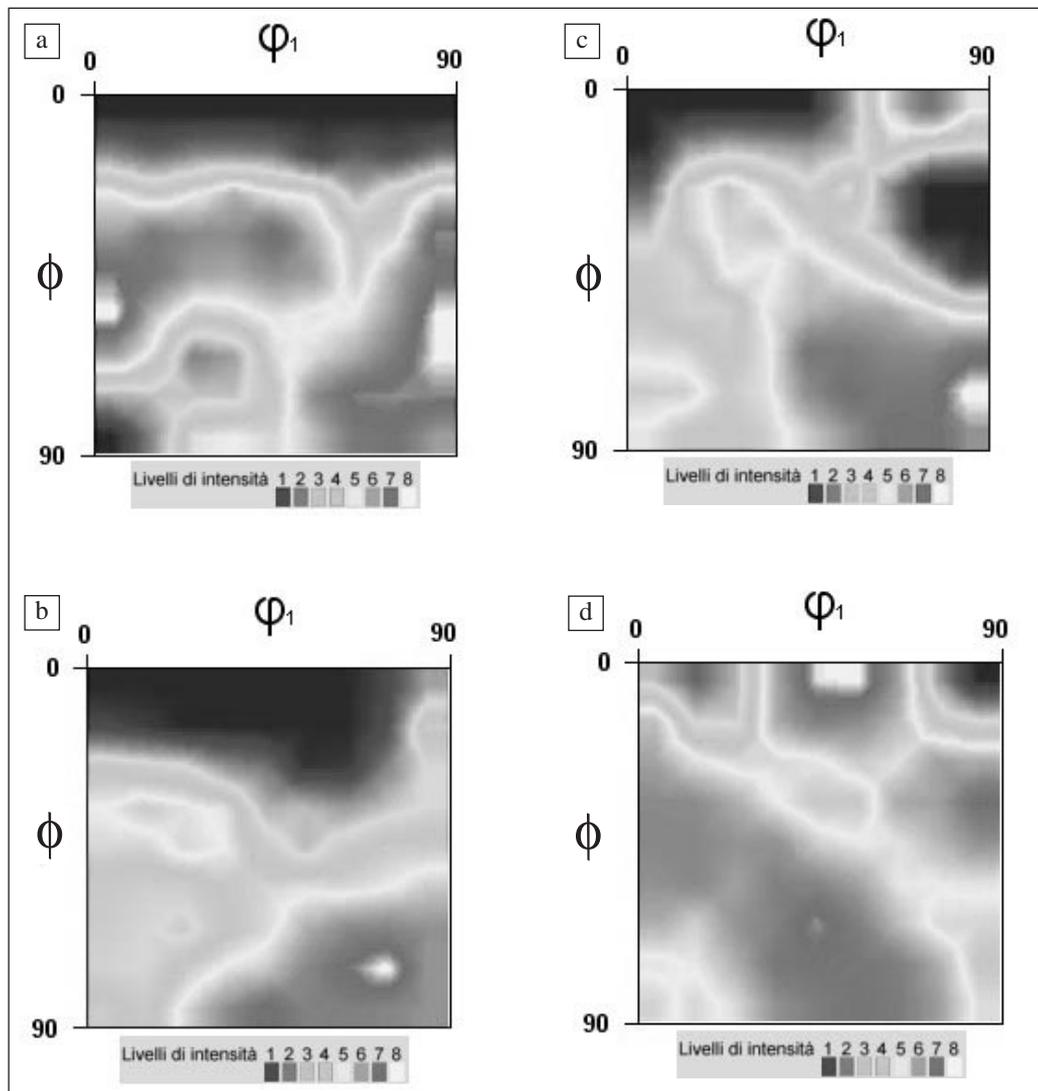


Fig. 8 – Tessitura in corrispondenza dello spessore normalizzato  $s=0.5$  ( $\phi_2=45^\circ$ ); (a) Acciaio 1; (b) Acciaio 2; (c) Acciaio 3; (d) Acciaio 4.

Fig. 8 – Texture (normalized thickness  $s=0.5$ ) in the strips ( $\phi_2=45^\circ$ ); (a) Steel 1; (b) Steel 2; (c) Steel 3; (d) Steel 4.

pari a uno spessore normalizzato di circa 0.75. Le proprietà meccaniche del nastro che ne discendono possono essere altrettanto considerate come somma di contributi provenienti dagli strati superficiale e centrale, ciascuno dei quali è caratterizzato da una differente tessitura. Diventa necessario allora evidenziare questi contributi, sulla base delle componenti maggiormente presenti, verificandone l'apporto in senso positivo o negativo.

Il trattamento termomeccanico considerato imprime al materiale una tessitura non particolarmente marcata; le proprietà di anisotropia che ne derivano si collocano a livelli buoni, simili a quelli riscontrati per materiali e processi simili, tuttavia in funzione dell'analisi delle tessiture risultanti sarà possibile ottimizzare i parametri di processo, quali composizione chimica, temperatura, distribuzione di deformazione nelle diverse gabbie di finitura, temperatura di fine laminazione al fine di migliorare tali caratteristiche. L'analisi tessiturale svolta attraverso la sonda EBSD si dimostra uno strumento utile nell'affiancare in modo rapido ed esaustivo le tradizionali prove meccaniche, anche nei laminati a caldo, dove, nonostante la deformazione plastica e la contestuale riorientazione cristallina avvengano in fase austenitica, la fase ferritica, successivamente formata, presenta orientazioni preferenziali indotte dalla fase genitrice. Tali fenomeni tessiturari influenzano in modo tutt'altro che trascurabile la formabilità plastica del laminato e rivestono un ruolo fondamentale soprattutto nelle nuove tecnologie che prevedono una precisa regolazione dei trattamenti termici volti a regolare le proprietà finali del prodotto.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano l'Acciaieria Arvedi Spa per aver fornito gli acciai analizzati in questo studio, il Sig. Piero Pellin, Politecnico di Milano, per la disponibilità e la competenza nell'utilizzo del SEM e l'Ing. Luca Signorelli per l'aiuto nello svolgimento delle prove meccaniche.

BIBLIOGRAFIA

- [1] F.J. Humphreys, Scripta Materialia, 51 (2004), pp. 771-776.
- [2] T. Mailand, Advanced Materials & Processes, Vol. 162, 5(2004), pp. 34-36.
- [3] H. Garmestani and K. Harris, Scripta Materialia, 41 (1999), pp. 47-53.
- [4] F.J. Humphreys, Journal of Materials Science, 36 (2001), pp. 3833-3854.
- [5] U.F. Kocks, C.N. Tomè, H.R. Wenk, Texture and Anisotropy, Cambridge University Press, 2000.
- [6] M. Hatherly and W. B. Hutchinson, An Introduction to Texture in Metals, London, (1969).
- [7] Burns R.S., Heyer R.H., Orientation and Anisotropy in Low Carbon Steel Sheets, in Proceedings from the International Symposium on The Annealing of Low Carbon Steels, (1957).
- [8] Ray R.K. et al, Transformation Textures in Steels, ISIJ

Fig. 9 – Figure Polari inverse (ND) per gli acciai 3 e 4 a cuore, in superficie e nello spessore.

Fig. 9 – Inverse pole figure along normal direction for Steel 3 and Steel 4 in the middle thickness, in surface and in the entire tickness.

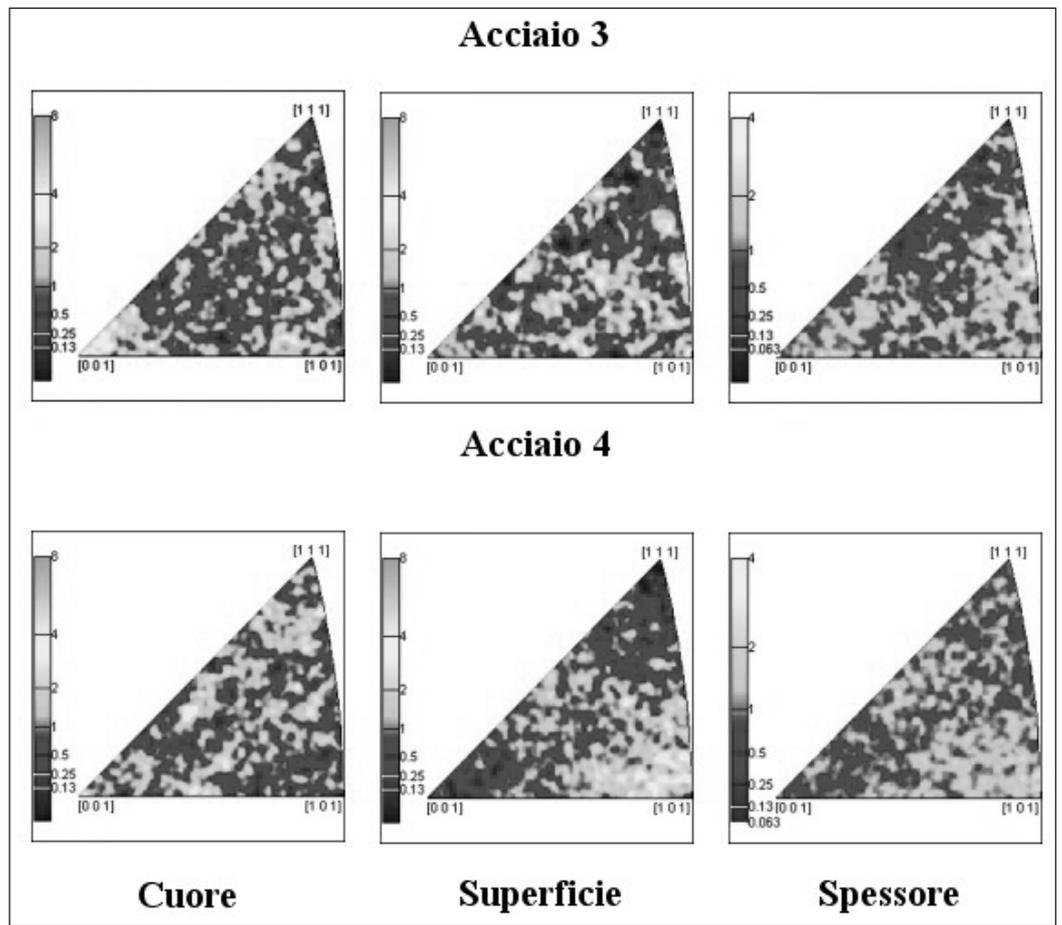
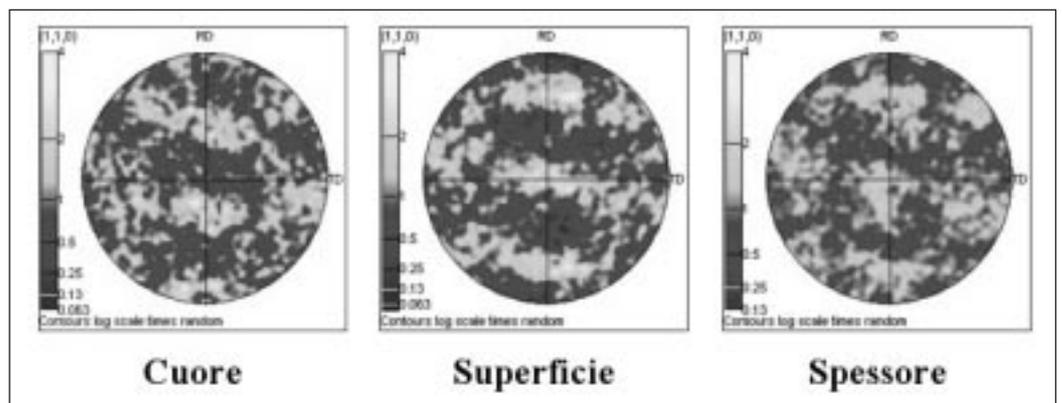


Fig. 10 – Figure polari (110) per l'acciaio 4 a cuore, in superficie e nello spessore.

Fig. 10 – Pole figure (110) for Steel 4 in the middle thickness, in surface and in the entire tickness.



International, 34 (1994), 12.  
 [9] Daniel D., Jonas J.J., Metall. Trans., 21A (1990), 331.  
 [10] R. Petrov, L. Kestens et al., ISIJ International, 43 (2003), 3, pp. 378-385.  
 [11] Arvedi G., Bianchi A., Guindani A., Manini L., Stahl und Eisen, 3 (2003).  
 [12] Raabe D., Lucke K., Scripta Metall. 27 (1992), pp. 1533-1538.  
 [13] B.Hutchinson, L.Ryde, E. Lindh, K.Tagdshiva, Material Science and Engineering, A 257 (1998), pp 9-17.  
 [14] Hutchinson W.B., Hatherly M., An introduction to texture in metals. The institution of metallurgist, monograph 5.  
 [15] Waterschott T., Kestens L., De Cooman B.C., Metallurgical and Materials Transactions A, 33A, April 2004, 1091.  
 [16] Humphreys F.J., Hatherly M., Recrystallization and related annealing phenomena, 2nd edition, Elsevier, (2004).

[17] Massalsky T.B., Structure and stability of alloys, in Cahn R.W., Haasen P., Physical Metallurgy, 4th edition, North Holland (1996).  
 [18] McQueen H.J., Yue S., Ryan N.D., Fry E., Journal of Materials Processing Technology, 53 (1995), 293-310.  
 [19] Doherty R.D. et al., Materials Science and Engineering, A238 (1997), 219-274.  
 [20] Medina S.F., Mancilla J.E., Hernández C.A., ISIJ International, 34 (1994), 8.  
 [21] Maccagno T.M., Jonas J.J., et al., ISIJ International, 34 (1994), 11.  
 [22] M.Gomez, S.F. Medina, G. Caruana, ISIJ International, 43 (2003), 8, pp. 1228-1237.  
 [23] S.F. Medina, Scripta Metallurgica, Vol.32, No. 1 (1995), pp 43-48.  
 [24] T. Gladman: The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels, Institute of Materials, Minerals and Mining, London 1997.  
 [25] Lequeu Ph., Jonas J.J., Metallurgical Transactions A,

19A (1988), 105.

- [26] Park Y.J., Oh K.H., Ra H.Y., ISIJ International, 40 (2000), 12.  
 [27] Standard ASTM E517-00, Standard Test Method for Plastic Strain Ratio  $r$  for Sheet Metal, (August

2000).

- [28] Del Moro A., R. Riva, Tesi di Laurea, Politecnico di Milano, 2004.  
 [29] M.P. Butron Guillen, J.J. Jonas, R.K. Ray, Acta Metall. Mater., 42 (1994).

A B S T R A C T

**CHARACTERISATION OF CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE OF HOT ROLLED LOW CARBON MICROALLOYED STEEL BY ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION (EBSD)**

**Key words: plastic deformation, EBSD, crystallographic texture, hot rolling, recrystallization, HSLA**

Electron BackScattered Diffraction (EBSD) is based on the acquisition of diffraction patterns from bulk samples in the Scanning Electron Microscope (SEM). Recent developments in automated electron backscattered diffraction suggest that this technique should now be regarded as an important tool for quantitative metallography: there are a number of important microstructural parameters which are now routinely available from EBSD but which are not obtainable from conventional methods of grain characterisation, i.e. the grain orientation, boundary character and textures. The aim of the present paper is to explore the possibility of the use of EBSD as an exhaustive technique to complete and interpretate the

data coming from the formability mechanical tests about the influence of processing parameters on microstructure and textures. The analysis has been performed on low carbon microalloyed steels produced by thin slab casting and in-line rolling. In the present study 4 grades of steels, featured by a low carbon content (~0.04 %) and the presence of microalloying elements such as niobium (0.024%), vanadium (0.039%), vanadium-niobium (0.014 % Nb, 0.021%V) were examined. Since textures of steels often vary through the sample thickness, EBSD technique permits also to investigate the crystallographic texture of hot bands in different through-thickness layers and to relate them with the applied working parameters. In the analysis of the distribution of texture components it is important to determine the influence (negative or positive) of the different layers on the final forming properties of the steel sheets. The obtained experimental data confirm that by proper control of processing parameters it is possible to obtain thin hot rolled strips with appropriate textures providing satisfactory deep drawability.