



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE
FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

**RISPOSTA A CREEP A 600 °C DI UNA LEGA Ti-6Al-4V PRODOTTA PER ADDITIVE
MANUFACTURING E TRATTATA TERMICAMENTE A 1050 °C**

**CREEP RESPONSE AT 600 °C OF A Ti-6Al-4V ALLOY PRODUCED BY ADDITIVE
MANUFACTURING AND HEAT-TREATED AT 1050 °C**

Relatore: Chiar.mo

Prof. Stefano Spigarelli

Tesi di Laurea di:

Roberta Attili

Correlatore: Chiar.ma

Dott. Ing. Chiara Paoletti

A.A. 2020 / 2021

INDICE

INTRODUZIONE	1
1. IL TITANIO	2
1.1 Lega Ti-6Al-4V	3
2. ADDITIVE MANUFACTURING	5
2.1 Powder Bed Fusion	7
2.1.1 Selective Laser Sintering (SLS) e Selective Laser Melting (SLM)	8
2.1.2 Electron Beam Melting	9
3. CREEP	11
3.1 La Curva di creep	12
4. PROCEDURE SPERIMENTALI	15
4.1 Preparazione dei campioni e prove di creep	15
4.2 Inglobatura dei campioni	18
4.3 Analisi al microscopio ottico	21
5. ELABORAZIONE DEI DATI E RISULTATI	24
5.1 Prova 1	24
5.2 Prova 2	27
5.3 Prova 3	29
5.4 Prova 4	30
5.5 Prova 5	31
5.6 Prova 6	32
5.7 Confronto delle prove	34
CONCLUSIONI	36
BIBLIOGRAFIA E SITOGRAFIA	37

INTRODUZIONE

Il fenomeno di *scorrimento viscoso*, o *creep*, strettamente legato al comportamento dei materiali metallici ad alta temperatura, è stato studiato con particolare interesse negli ultimi anni, a causa della necessità di operare a temperature sempre maggiori a livello industriale.

Lo scopo di questo elaborato è quello di indagare il comportamento a *creep* di una lega Ti-6Al-4V ad una temperatura di 600 °C, trattata termicamente a 1050 °C per 60 minuti e precedentemente prodotta per *additive manufacturing*.

Le leghe di titanio stanno assumendo una posizione sempre più centrale nella produzione industriale, grazie alle loro ottime proprietà meccaniche; in particolare la lega Ti-6Al-4V gode di eccellente resistenza a frattura, resistenza a fatica e alla corrosione, e presenta un basso peso specifico e piena biocompatibilità, che la rendono una delle leghe maggiormente utilizzate soprattutto in ambito aeronautico, biomedico e automobilistico.

Lo studio prevede un'analisi di campioni provenienti da manifattura additiva, o *additive manufacturing*, un processo innovativo che si sta sempre più affermando come valido metodo che può affiancarsi o sostituirsi ai tradizionali processi sottrattivi.

L'elaborato presenta inizialmente la lega utilizzata e introduce ai concetti di *creep* e *additive manufacturing*; nella seconda parte sono poi illustrate le procedure sperimentali e l'elaborazione dei dati provenienti dalle sei prove effettuate, in cui ci si è concentrati sulla definizione delle velocità minime di deformazione della prova di *creep* e di cui è stata fatta un'analisi finale.

1. IL TITANIO

Il titanio è un elemento allotropico con una struttura a reticolo esagonale compatto, EC, detta fase α , stabile fino a 883 °C, ed una struttura con reticolo cubico a corpo centrato, CCC, detta fase β , stabile tra 880 °C e la temperatura di fusione.

Gli elementi che possono essere utilizzati come alliganti del titanio vengono suddivisi in due diverse categorie in funzione di come agiscono sul diagramma di stato: α -stabilizzanti e β -stabilizzanti.

I più comuni elementi α -stabilizzanti sono: l'alluminio, l'ossigeno, e l'azoto.

Gli elementi di lega β -stabilizzanti più comuni sono: l'idrogeno, il vanadio, il manganese, il cromo, il ferro, il niobio, il molibdeno e il tantalio.

Le leghe di titanio sono classificate in base alle quantità di fase α o β presenti a temperatura ambiente. Queste vengono divise in:

- *leghe α* se hanno una percentuale di fase β < 5%: queste leghe non rispondono ai trattamenti termici a causa della presenza di elementi stabilizzanti α che aumentano la temperatura di trasformazione. Hanno una resistenza relativamente bassa ma un'elevata saldabilità.

Per migliorare le caratteristiche di resistenza, si possono aggiungere elementi come lo stagno, per indurire la matrice α , oppure si possono utilizzare elementi che stabilizzino la fase β (ad esempio Mo, V, Ta, in tenori inferiori al 2%).

- *leghe β e near β* se hanno percentuali di fase β superiori al 20%: il contenuto degli elementi stabilizzanti della fase β è elevato perciò il reticolo di queste leghe è cubico a corpo centrato. Sono leghe che possono subire trattamenti termici ma non possono essere soggette a trasformazioni martensitiche.

Poiché la struttura cubica del titanio β contiene più piani di scorrimento rispetto alla forma esagonale α , il titanio β è più facilmente deformabile, inoltre non

possono essere usate a temperature superiori a 370 °C a causa dei fenomeni di *creep*.

- *leghe $\alpha+\beta$ e near α* se hanno una percentuale di fase β compresa fra il 10% e 20%: queste leghe contengono sia elementi che stabilizzano la fase α sia elementi che stabilizzano la fase β ; rispondono ai trattamenti termici e possono subire trasformazioni di tipo martensitico;

Attualmente le leghe $\alpha+\beta$ sono le più utilizzate in campo aeronautico e motoristico, nonostante il successo che hanno riscosso negli ultimi anni le leghe β . La lega più utilizzata è la Ti-6Al-4V, che è oggetto della presente trattazione e sperimentazione [1-3].

1.1 Lega Ti-6Al-4V

La lega Ti-6Al-4V è di tipo $\alpha+\beta$ ed è costituita dal 6% di alluminio e dal 4% di vanadio.

Le leghe $\alpha-\beta$ sono le leghe di titanio più diffuse (circa il 70% del titanio utilizzato nell'industria è impiegato nella fabbricazione di queste leghe), in particolare la lega Ti-6Al-4V è quella che trova il più ampio impiego (circa il 45% della produzione complessiva), soprattutto in campo aeronautico, automobilistico e biomedico (per la produzione di protesi). Attualmente non ha trovato alcun concorrente sia per l'ambito strutturale che biomedicale, in quanto è caratterizzata da un'eccellente resistenza agli sforzi e tenacità, con ottima resistenza alla corrosione.

Le leghe $\alpha-\beta$ possono essere trattate termicamente per migliorare le caratteristiche di resistenza meccanica. I principali trattamenti termici che si eseguono su queste leghe sono:

- *Distensione*: serve per ridurre gli effetti delle tensioni residue generate da lavorazioni per deformazione plastica, saldatura e trattamenti termici precedenti;
- *Ricottura in campo β* : è sostanzialmente una ricottura di ricristallizzazione.

- *Tempra di soluzione*: La tempra di soluzione ad elevata temperatura seguita da un rinvenimento a bassa temperatura (invecchiamento) può migliorare le caratteristiche meccaniche della lega rispetto a quelle dello stato ricotto.
- *Invecchiamento*: L'invecchiamento è sostanzialmente un processo di indurimento per precipitazione, dipende quindi dal tempo e dalla temperatura.

Il titanio infine è stato uno dei primi metalli a essere usato nel mondo dell'additive manufacturing (AM) in generale, ed è a oggi utilizzato in quasi tutte le tecniche additive più importanti. Il processo verrà analizzato in dettaglio nei capitoli seguenti [3,4].

2. ADDITIVE MANUFACTURING

La *fabbricazione additiva*, più nota con il termine *Additive manufacturing (AM)*, o *stampa 3D*, sta gradualmente rivoluzionando il modo di progettare e concepire alcune categorie di componenti. Nasce come evoluzione dei metodi di prototipazione, velocizzando e ottimizzando un processo realizzato in modo quasi del tutto manuale, chiamato *rapid prototyping (RP)*; impiegato per realizzare velocemente un prototipo da cui ottenere il prodotto finito e commercializzato.

Si tratta di una tecnica di produzione che si è poi sviluppata grazie al progresso di computer, software e altre tecnologie (laser, sistemi di controllo, ecc.) soltanto a partire dagli Anni 80.

La definizione coniata dal comitato F42 (*Additive Manufacturing Technologies*), dell'*American society for testing and materials (Astm)* nato nel 2009, definisce l'AM un "*processo di giunzione di materiale per costruire un oggetto 3D, partendo dal modello CAD (Computer Aided Design), generalmente strato su strato, in opposizione alle tradizionali tecnologie di manifattura sottrattiva*".

Nelle più comuni tecniche di produzione di un oggetto tridimensionale, infatti, partendo da un prodotto grezzo o semilavorato si ricava la geometria desiderata, applicando lavorazioni di asportazione del truciolo, taglio, foratura, tornitura ecc., che sono tipicamente definite "sottrattive".

È quindi evidente il più grande vantaggio offerto dall'AM, rispetto alle tecniche tradizionali: la possibilità di apportare materiale solo dove è necessario. Questa lavorazione è destinata ad affiancare e/o sostituire le tecniche tradizionali e se ne prevede un utilizzo sempre più diffuso e conveniente.

Fra i principali vantaggi dell'AM ci sono:

- Grande libertà in fase di progettazione, permette la realizzazione di forme estremamente complesse, spesso non facilmente realizzabili con le tecniche convenzionali.

- Ecosostenibilità, dovuta all'elevata riciclabilità delle materie prime.
- Massima personalizzazione dell'oggetto, per questo adatta ad applicazioni biomediche, aerospaziali e automobilistiche.
- Produzione su richiesta, adatto quindi alla produzione anche di piccoli volumi.
- Riduzione dei tempi, dal disegno al prototipo.
- Abbattimento degli sfridi di produzione

Presentano però alcuni svantaggi fra cui: la presenza di stress residui, porosità, elevate rugosità superficiali e per questo motivo, in genere, devono subire lavorazioni successive; altro punto a sfavore per la diffusione di questa tecnologia sono gli elevati costi iniziali e realizzativi che caratterizzano il processo.

La generazione del pezzo, usando una macchina che opera per strati, prevede la creazione dal CAD di un file STL (oggi generato sempre più spesso automaticamente dal software di disegno), il preprocessamento del file STL per definire l'orientamento del pezzo, la direzione di accrescimento ed i supporti, e lo *slicing* (taglio del particolare con una serie di piani paralleli). Seguiti da un eventuale post trattamento per migliorare le caratteristiche meccaniche ed estetiche del prodotto finito.

Le tecnologie additive vengono suddivise in tre macroaree, sulla base della consistenza della materia prima:

- Polveri: tecniche basate sulla sinterizzazione o fusione di polveri.
- Solidi: tecniche che prevedono l'incollaggio stratificato di fogli o l'estrusione di un materiale solido.
- Liquidi: tecniche di fotopolimerizzazione tramite lampade UV o di stampaggio a getto.

L'*American society for testing and materials (ASTM)* suddivide le tecnologie di fabbricazione additiva nei seguenti processi: *Vat Polymerization, Material Extrusion, Material Jetting, Binder Jetting, Powder Bed Fusion, Direct Energy Deposition, Sheet Lamination*.

Negli ultimi anni le tecniche di *additive manufacturing* sono sempre più orientate verso l'utilizzo dei metalli (**Figura 2.1**), di particolare interesse in questa trattazione è l'impiego del titanio e delle sue leghe.

ASTM Categories	Main technologies	Material	Process
Binder Jetting	Binder Jetting (BJ)	Sand-Metal-Plastic	Joined with bonding agent
Powder Bed Fusion	Direct Metal Laser Sintering (DMLS)	Metal	Fused with laser
	Selective Laser Melting (SLM)	Metal	Fused with laser
	Electron Beam Melting (EBM)	Metal	Fused with electron beam
Direct Energy Deposition	Laser Metal Deposition (LMD)	Metal	Fused with laser
	Laser Engineering Net Shape (LENS)	Metal	Fused with laser
	Electron Beam Additive Manuf. (EBAM)	Metal	Fused with electron beam

Figura 2.1, *Tecniche di Additive Manufacturing per metalli* [5]

In generale, questo metallo presenta limitazioni legate alla sua estrema reattività, in quanto il suo ossido è molto stabile. Il vero problema è, quindi, avere delle macchine che garantiscano una non ossidazione del componente. Questo è uno dei motivi per cui il titanio nasce inizialmente nelle tecniche "*Powder Bed Fusion*" (SLM ed EBM), per poi essere applicato anche alla "*Direct Deposition*".

La tecnologia utilizzata per la lega Ti- 6Al-4V, oggetto della presente sperimentazione, è *Powder Bed Fusion* [6,7].

2.1 Powder Bed Fusion

La fusione a letto di polvere tramite laser, o *laser powder bed fusion (LPBF)* è una delle tecnologie di costruzione additiva più diffuse ed utilizza, come materiale di partenza, polveri metalliche pure o pre-legate.

Partendo da un modello CAD, un laser ad alta energia fonde strati consecutivi di polveri metalliche, fino ad ottenere l'oggetto tridimensionale completo.

Durante la lavorazione l'energia termica permette di fondere e solidificare una regione del letto di polvere posta su un piano mobile in direzione verticale. Completato uno strato, la piattaforma mobile si muove verso il basso e un elemento mobile orizzontale deposita nuova polvere per lo strato successivo.

L'interazione tra il laser ad alta energia e le particelle metalliche può causare la contaminazione del letto di polvere tramite fenomeni, tra cui agglomerazione, fusione/ossidazione parziale o totale delle particelle e condensazione di vapore metallico. Questi fenomeni possono modificare sia le proprietà della polvere riutilizzata che quelle superficiali, microstrutturali e meccaniche del pezzo finale.

Il processo si svolge in una camera con atmosfera controllata (in presenza di un gas inerte come azoto o argon a seconda del materiale metallico processato) in modo da limitare la formazione di ossidi metallici indesiderati e migliorare la qualità della parte stampata.

Le principali tecnologie di *Powder Bed Fusion* sono: *Selective Laser Sintering (SLS)*, *Selective Laser Melting (SLM)*, *Electron Beam Melting (EBM)* [8].

2.1.1 Selective Laser Sintering (SLS) e Selective Laser Melting (SLM)

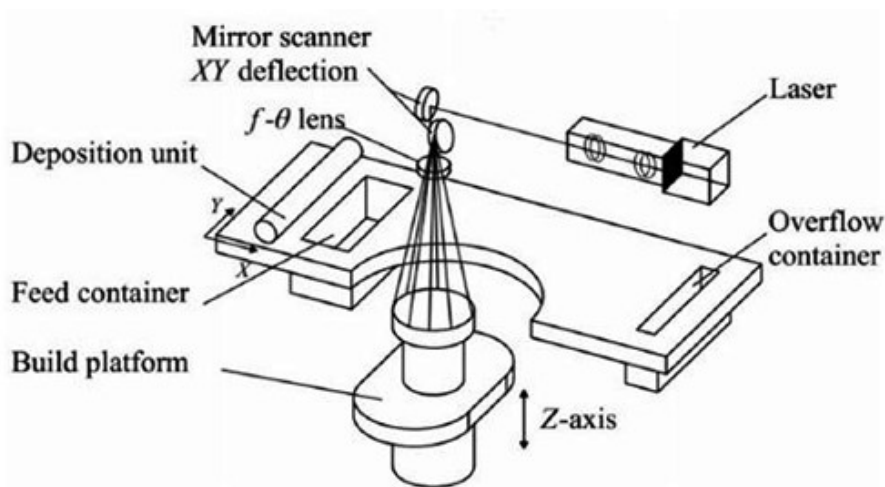


Figura 2.1.1, Schema di una macchina SLM [9]

La *fusione laser selettiva*, o *Selective Laser Melting (SLM)*, è un processo di fabbricazione additiva in grado di produrre pezzi *near net shape* da polveri metalliche, ottenendo una densità quasi totale (del 99% per la lega Ti6Al4V) grazie al processo di fusione delle polveri.

I recenti sviluppi del laser ad alta potenza hanno consentito le lavorazioni per SLM di diversi materiali metallici, come rame, alluminio e tungsteno. Allo stesso modo, questo ha aperto opportunità di ricerca sul SLM di materiali ceramici e compositi.

Uno schema semplificato di una macchina SLM è mostrato in **figura 2.1.1**.

Un raggio laser (in posizione fissa) fonde le polveri grazie ad un sistema di specchi, che permette di avere un fascio il più possibile perpendicolare alla polvere, realizzando così il primo strato. Successivamente, l'elemento centrale o "elevatore", che si muove lungo l'asse z, si abbassa di una quantità pari allo spessore del primo layer.

Sono presenti due "contenitori" di polvere e due di "overflow", dentro i quali è contenuta la polvere in eccesso. Un rullo, muovendosi in direzione orizzontale, prende la polvere dal contenitore e la stende il più uniformemente possibile sulla piastra, portando l'eccesso nell'overflow, appunto.

Il processo si ripete fino al completamento dell'intera parte.

La *sinterizzazione laser selettiva*, o *Selective Laser Sintering (SLS)*, è una tecnologia simile alla precedente ma, anziché fondere la polvere metallica in un pezzo monolitico, questa viene sinterizzata, legandosi ai granelli circostanti con legami molecolari [9,10].

2.1.2 Electron Beam Melting

Il processo di *Electron Beam Melting* è simile al comune processo di *Selective Laser Melting*, ma anziché un raggio laser, viene utilizzato un raggio di elettroni come fonte di calore. Anch'esso è basato sulla tecnica di fusione selettiva delle polveri strato per strato.

L'uso degli elettroni come fonte di energia offre diversi vantaggi: un fascio di elettroni può essere spostato senza inerzia da lenti elettromagnetiche ed è in grado di saltare quasi istantaneamente da un punto all'altro; d'altra parte, è necessario realizzare condizioni di vuoto ed è presente il pericolo di caricare elettrostaticamente la polvere stessa. È quindi limitato all'utilizzo per materiali conduttivi.

La **figura 2.1.2** mostra la camera di una macchina EBM e uno schema dell'intero processo.

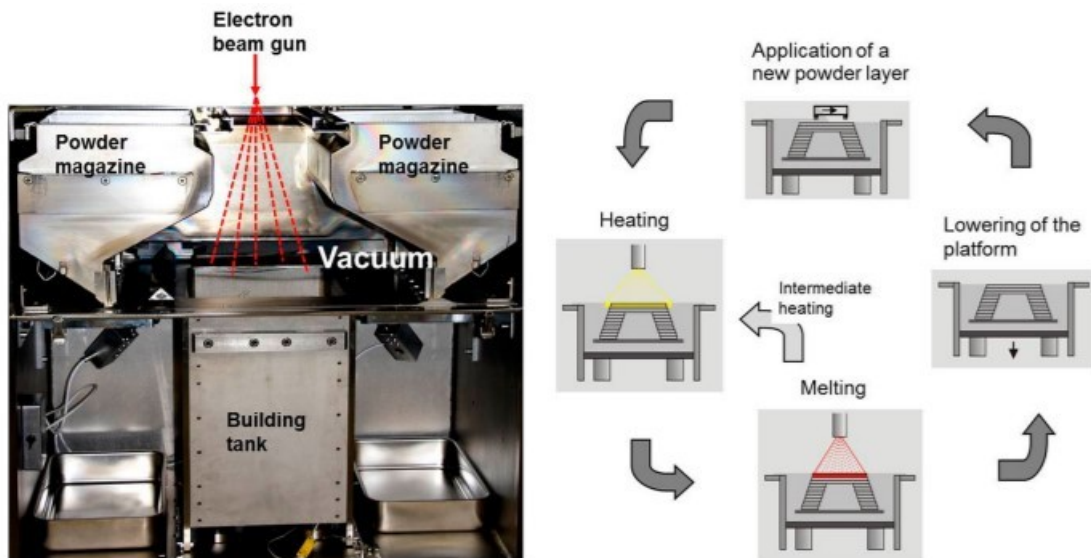


Figura 2.1.2, Schema di una macchina EBM ed intero processo [11]

Nella prima fase del processo viene applicato sull'area centrale uno strato di polvere, che viene poi riscaldato attraverso il fascio di elettroni, in modo da sinterizzare leggermente le particelle di polvere e aumentarne la conducibilità elettrica. La fase successiva consiste nella fusione e ottenimento del pezzo desiderato [11].

3. CREEP

In questa trattazione si vuole studiare il comportamento a *creep* della lega Ti6Al4V. È necessario, quindi, introdurre il fenomeno analizzandone i concetti principali.

Con il termine *creep*, o *scorrimento viscoso*, viene indicata una deformazione di carattere permanente, che aumenta nel tempo quando un materiale è sottoposto ad una sollecitazione costante, anche di ridotta entità, ad elevata temperatura. Il *creep* è un fenomeno caratteristico di tutti i materiali metallici, purché la temperatura sia superiore ad un limite, individuabile nel 30-50% della temperatura assoluta di fusione (TF).

La conoscenza della resistenza a scorrimento viscoso dei metalli è di fondamentale importanza per lo studio e l'utilizzo di materiali metallici, per questo motivo, il fenomeno è stato studiato maggiormente negli ultimi anni, con lo scopo di innalzare la temperatura di esercizio di molti impianti, dalla produzione di motori aeronautici all'industria automobilistica.

Il fenomeno del *creep* viene studiato, solitamente, effettuando prove a carico costante, che possono essere sia a trazione che compressione.

Le prove possono essere di diversi tipi: *Stress rupture*, misura il tempo di rottura e le misurazioni della deformazione non vengono acquisite, *Creep Test*, misura la deformazione e la velocità di scorrimento, solitamente a carico costante, e *Creep Rapture*, vengono misurati la deformazione progressiva del provino e il tempo di rottura.

Lo schema generico di una macchina di prova è presentato in **figura 3.1**.

In particolare, si tratta di un meccanismo che prevede l'applicazione del carico sul provino mediante dei pesi, opportunamente posizionati. Il provino viene mantenuto fermo, tramite degli afferraggi, all'interno di un forno a muffola (**Figura 3.2**) ad elevate temperature. Sono presenti, poi, dei trasduttori LVDT, che misurano costantemente l'allungamento del campione, e delle termocoppie, per controllare la temperatura durante la prova [12].

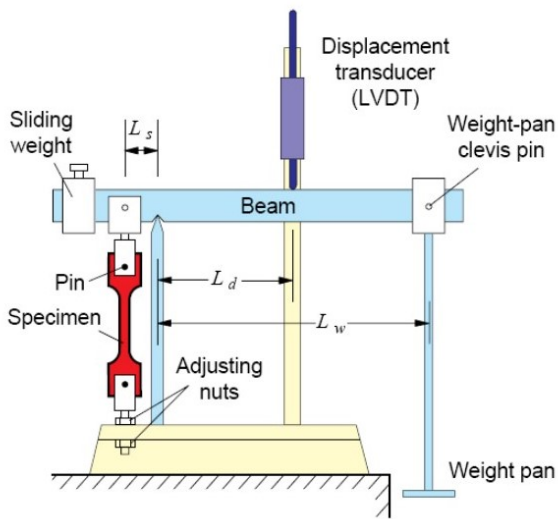


Figura 3.1, Schema di una macchina di prova [13]

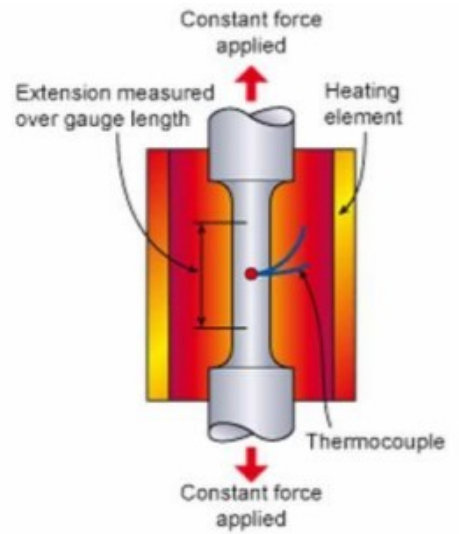


Figura 3.2, Provino montato su una macchina di prova [13]

3.1 La Curva di creep

Dalla prova di *creep* si ottiene una curva deformazione-tempo, il cui andamento è mostrato in **figura 3.1.1**.

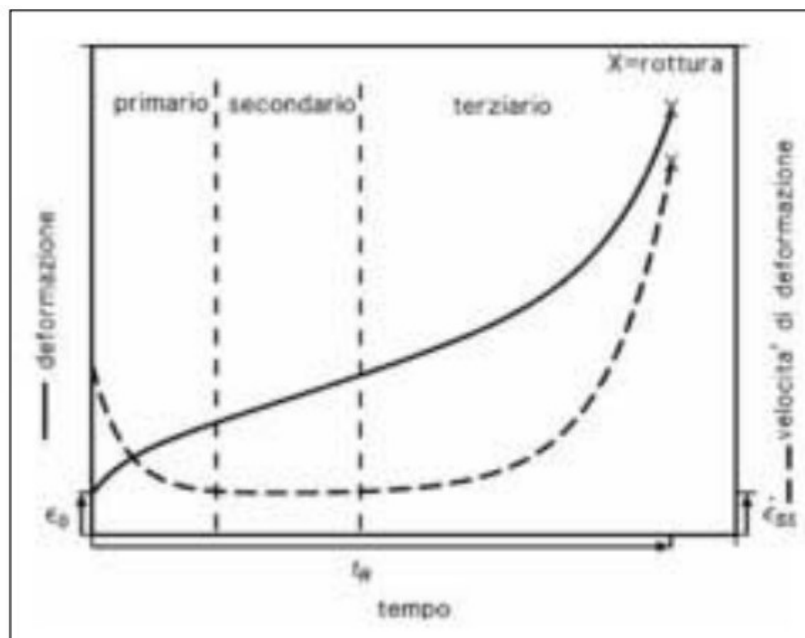


Figura 3.1.1, Andamento curva di creep [12]

La curva di *creep*, in generale, può essere suddivisa in tre diversi stadi:

- I. *Primario*: la velocità di deformazione $\dot{\epsilon} = \frac{\partial \epsilon}{\partial t}$ diminuisce con il tempo, in quanto, le dislocazioni si moltiplicano rendendo difficoltosa la deformazione. La microstruttura al termine dello stadio primario è a sottograni equiassici.
Nella curva ϵ_0 rappresenta la deformazione istantanea.
- II. *Secondario, o stazionario*: la velocità di deformazione assume un valore costante $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{ss}$, in quanto i fenomeni di incrudimento e riassetto si equilibrano.
- III. *Terziario*: la velocità di deformazione aumenta con il tempo fino a rottura. In particolare, l'aumento nella parte finale, dovuta ad un incremento della tensione effettiva, è causato da fenomeni come la cavitazione, la formazione di cricche e la strizione.

Il parametro di maggior interesse, che si ottiene dalla curva di *creep*, è la velocità di deformazione nel secondario, che si può esprimere in funzione della temperatura, della tensione e della microstruttura:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = A \left(\frac{b}{d} \right) \sigma^n \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right)$$

dove d è la dimensione del grano, b è il vettore di Burgers, A dipende dal materiale, Q è l'energia di attivazione del *creep*, p , uguale a 0, per il *creep* da dislocazioni, ed n , pari a 4-5, per i metalli.

Per valutare solamente la dipendenza della velocità di deformazione dalla tensione, ad una data temperatura, si fa riferimento alla legge di Norton:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = A(T) \cdot \sigma^n$$

Dove A dipende dalla temperatura.

Nella **figura 3.1.2a** è rappresentato un grafico bilogarithmico $\log(\sigma)$ - $\log(\dot{\epsilon}_{ss})$, che fornisce una serie di rette isoterme, quindi, ognuna relativa ad una certa temperatura, la cui pendenza è pari ad n .

Nella **figura 3.1.2b** è rappresentato, invece, un grafico in scala semi-logaritmica, che mette in relazione la velocità di deformazione e l'inverso della temperatura assoluta, fornendo una serie di rette isobare, con pendenza $-Q/R$.

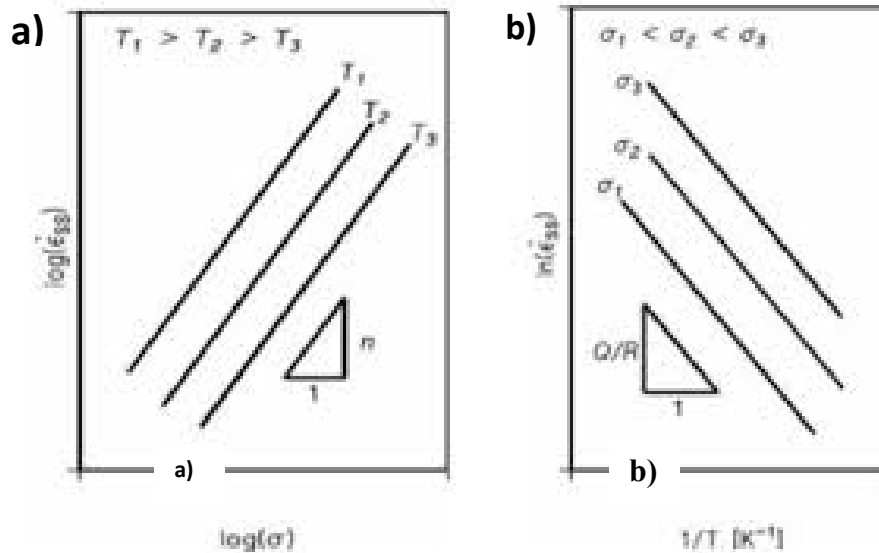


Figura 3.1.2 (a) Rette isoterme con pendenza n (b) Rette isobare con pendenza $-Q/R$ [12]

Un altro parametro importante per studiare la risposta a *creep* di un materiale è il tempo di rottura t_R , in particolare quando si vuole conoscere, per motivi progettuali, la vita a rottura di un componente.

Può essere correlato direttamente alla velocità di deformazione del secondario, attraverso la legge:

$$\dot{\epsilon}_m t_R = C_R$$

Dove C è una costante [12].

4. PROCEDURE SPERIMENTALI

Lo scopo del presente studio è quello di analizzare il comportamento a *creep* di una lega Ti-6Al-4V ad alta temperatura. Le prove sono state effettuate ad una temperatura di 600 °C con applicazione di carichi differenti su campioni, realizzati mediante additive manufacturing e trattati a 1050 °C per 60 minuti al termine della stampa.

4.1 Preparazione dei campioni e prove di creep

I campioni (**Figura 4.1.1**) presentano due elementi principali: le teste, ossia le zone alle estremità, caratterizzate da una sezione molto maggiore, in corrispondenza delle quali il provino viene bloccato dagli afferraggi della macchina di prova; e il tratto utile di lunghezza L_0 , ossia la parte centrale, che rappresenta la zona su cui avviene effettivamente la prova e quindi di maggiore interesse.

Prima di effettuare la prova di *creep*, i provini sono stati sottoposti a lucidatura meccanica, al fine di migliorarne la qualità superficiale, in quanto, essendo stati realizzati attraverso additive manufacturing, presentavano un'elevata rugosità e una scarsa finitura superficiale (**Figura 4.1.1a**), che avrebbero potuto influire sulla prova, causando rotture premature o differenti resistenze alla deformazione.



Figura 4.1.1 (a), Foto di un campione proveniente da additive manufacturing non lucidato



Figura 4.1.1 (b), Foto di un campione lucidato

In generale, il processo di lucidatura meccanica consiste nell'eliminazione delle imperfezioni, generate nelle lavorazioni precedenti, dalla superficie del pezzo, ottenendo così una particolare lucentezza delle superfici stesse (**Figura 4.1.1b**).



Figura 4.1.2, Foto di una lucidatrice

Questo è stato realizzato mediante l'utilizzo di una lucidatrice manuale (**Figura 4.1.2**), un macchinario che pone in rotazione delle carte abrasive in carburo di silicio (SiC), fissate su supporti circolari, opportunamente bagnate con acqua, per diminuire l'attrito nell'interfaccia pezzo-carta e per evitare surriscaldamenti.

Il provino è stato lavorato, prima, utilizzando carte con granulometria P320, ossia con grana maggiore, che graffiano la superficie più in profondità, poi, in modo graduale, con quelle con grana minore, arrivando fino ad una granulometria P1200. Il numero identificativo delle carte è inversamente proporzionale alle dimensioni della grana.

Ottenuta la qualità superficiale desiderata, sono state effettuate diverse misurazioni della lunghezza L_0 del tratto utile, con l'utilizzo del calibro, ottenendo $L_0 = 25.7$ mm, dato di partenza necessario per i successivi studi.

Il campione è stato poi montato nella macchina di prova e bloccato tramite gli afferraggi, in corrispondenza delle teste.

Successivamente, è stato posizionato un forno a muffola, in modo da contenere completamente il provino, al fine di studiarne il comportamento ad alte temperature. La prova di *creep* ha inizio solo quando la camera raggiunge la temperatura desiderata, in questo caso di 600 °C, e stabile nel tempo.

La temperatura viene continuamente monitorata grazie all'utilizzo di termocoppie.

Il provino, a questo punto, è stato posto in trazione posizionando su un piattello dei pesi, corrispondenti al carico da applicare; inizia così la prova di *creep*, utilizzando dei trasduttori LVDT, si misura l'allungamento subito in funzione del tempo.

La macchina di prova è dotata di dadi di regolazione automatici che compensano l'allungamento del provino mantenendo costante il carico della trazione.

Una foto della macchina è mostrata in **figura 4.1.3**.

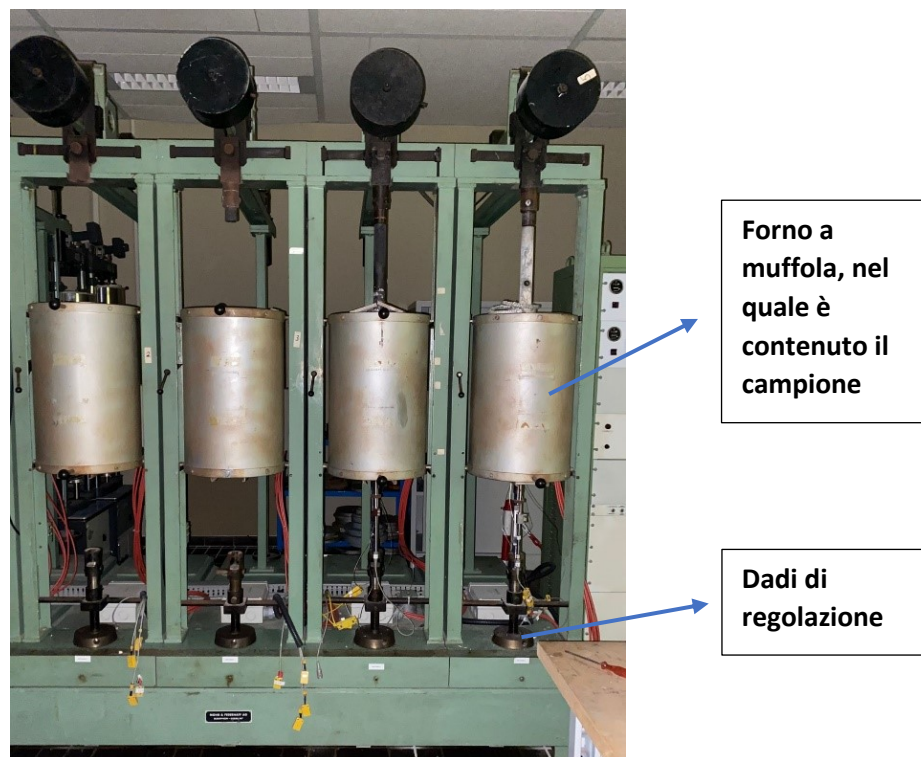


Figura 4.1.3, Foto della macchina di prova

Sono state effettuate sei prove con carichi differenti, alla stessa temperatura di 600 °C; alcune prove sono state condotte a carico costante mentre altre sono state effettuate con variazione di carico una volta raggiunto il secondario nella prima condizione di test:

- *Prova 1:* Carico 100 MPa (nella prima parte), carico 215 MPa (nella seconda parte). Durata totale della prova 188h.
- *Prova 2:* Carico 300 MPa (nella prima parte), carico 400 MPa (nella seconda parte). Durata totale della prova 0.4h.
- *Prova 3:* Carico 400 MPa. Durata prova 0.16h.
- *Prova 4:* Carico 415 MPa. Durata prova 0.13h.
- *Prova 5:* Carico 440 MPa. Durata prova 0.05h.
- *Prova 6:* Carico 160 MPa. Durata prova 40h.

Al termine delle prove, per ognuna è stata studiata la curva deformazione- tempo ottenuta, da cui si è potuta ricavare la velocità di deformazione e successivamente n , dalla legge di Norton, grazie ad un grafico bilogarithmico. I dati saranno analizzati in dettaglio successivamente nel presente lavoro di tesi.

4.2 Inglobatura dei campioni

Dopo le prove di *creep*, ogni provino è stato tagliato, con l'utilizzo di una troncatrice, in due parti, una appartenente alla spalla e una alla testa, che sono state sottoposte ad inglobatura, un processo che facilita la maneggiabilità delle singole parti del campione nelle successive lavorazioni.

L'inglobatura è stata effettuata attraverso una pressa apposita, mostrata in **figura 4.2.1**, nella quale sono state inserite la parte da inglobare e una resina fenolica nera, sottoforma di minute perline.

Sulla base dei dati tecnici della resina, è stata impostata una temperatura di inglobamento di 150 °C ed è stato applicato un carico, circa costante, di 25 kN alla temperatura di fusione, per 7 minuti, con lo scopo di fondere e compattare la resina.



Figura 4.2.1, Foto di una pressa per l'inglobatura

Prima di estrarre il provino inglobato, grazie a dei rubinetti interni alla macchina, è stato effettuato il raffreddamento della parte con acqua, per 5 minuti.

Un esempio di provino inglobato è illustrato in **figura 4.2.2a** e **figura 4.2.2b**.

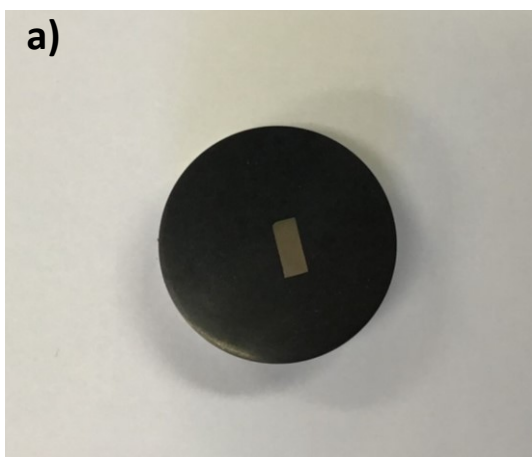


Figura 4.2.2 (a), Provino inglobato, tratto utile

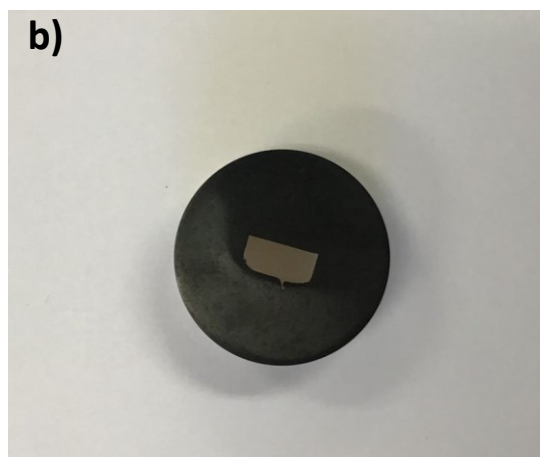


Figura 4.2.2 (b), Provino inglobato, spalla

Questi sono stati poi sottoposti a lucidatura manuale, in modo tale da eliminare graffi e imperfezioni dalla superficie e rendere più chiara l'analisi al microscopio ottico. In particolare, il processo è stato effettuato come già illustrato in precedenza, cioè con

l'utilizzo di carte abrasive, fino ad arrivare ad una superficie a specchio, con passaggi alle carte fino alla P4000.

In questo caso, poi, è stato aggiunto un ulteriore passaggio: il provino inglobato è stato lucidato su un macchinario (**Figura 4.2.3**) provvisto di un panno, appositamente preparato con pasta diamantata da $0,25\ \mu\text{m}$ e lubrificante apposito diluito con acqua, in modo tale da eliminare qualsiasi traccia di graffi e impurità, ed ottenere una superficie talmente lucida da non rendere visibile alcun solco al microscopio.

Ottenuto il livello di finitura superficiale desiderato, il provino è stato sottoposto ad un attacco chimico con una soluzione Kroll's (**Figura 4.2.4**), costituita da acqua distillata, acido nitrico (HNO_3) e acido fluoridrico (HF).

La soluzione, applicata sulla superficie per circa 10/12 secondi, corrodendo le fasi più reattive, permette di rendere più evidente la microstruttura dei campioni e ulteriori dettagli al microscopio



Figura 4.2.3, Foto di un macchinario per la lucidatura



Figura 4.2.4, Esecuzione dell'attacco chimico

4.3 Analisi al microscopio ottico

Dopo aver terminato l'inglobatura e la lucidatura meccanica, ed aver effettuato l'attacco chimico, il provino è pronto per essere analizzato al microscopio ottico rovesciato.

Questo strumento, mostrato in **figura 4.3.1**, è fondamentale nello studio delle microstrutture dei metalli e delle loro leghe.

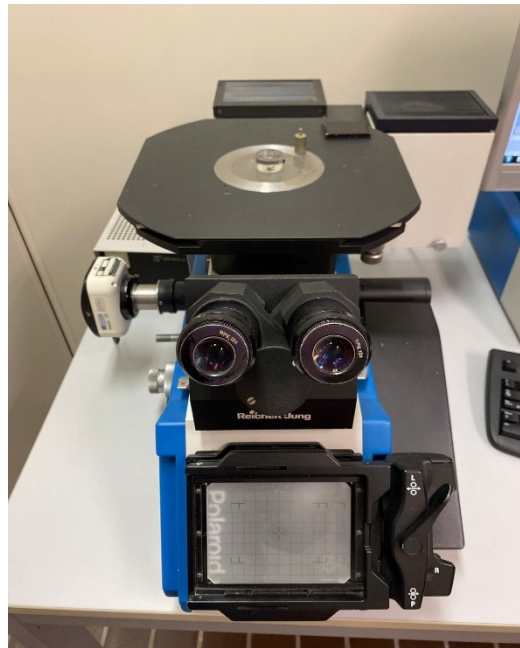


Figura 4.3.1, Foto di un microscopio ottico rovesciato

È dotato di una parte meccanica, che comprende un sostegno, un piano traslatore e un sistema di manopole, e di una parte ottica, che comprende un dispositivo di illuminazione e il sistema ottico

Il sistema di manopole permette di spostare il piano nelle varie direzioni e di mettere a fuoco l'immagine, effettuando sia spostamenti più grossolani che più precisi.

Il sistema ottico è formato da oculare, obiettivi e condensatore. L'oculare e gli obiettivi sono costituiti da un insieme di lenti che consentono, rispettivamente, degli ingrandimenti da 2,5x fino a 20x, e da 4x a 100x. Moltiplicando l'ingrandimento dell'obiettivo con quello dell'oculare si ottiene l'ingrandimento totale.

Dato che il campione è opaco viene osservato in riflessione: l'obiettivo del microscopio raccoglie la luce che si riflette su di esso.

Una grandezza importante da definire è l'apertura numerica (NA), che esprime la capacità di un obiettivo di accogliere i vari raggi della luce, provenienti da ciascuna parte illuminata del campione. Può essere definita come:

$$NA = n \sin \theta$$

Dove n è l'indice di rifrazione del materiale interposto fra campione e lente e θ è il grado di apertura angolare dell'obiettivo.

Di seguito, in **figura 4.3.2**, vengono mostrate alcune delle immagini ottenute dall'analisi della microstruttura dei campioni di Ti-6Al-4V al microscopio ottico, utilizzando diversi ingrandimenti.

Il primo numero identifica l'ingrandimento (ad es. 10x), quindi l'obiettivo utilizzato, il secondo numero indica l'apertura numerica (ad es. 0,8) [6,14].



Figura 4.3.2 (a), Microstruttura della lega Ti-6Al-4V, 10x08



Figura 4.3.2 (b), Microstruttura della lega Ti-6Al-4V, 20x08



Figura 4.3.2 (c), Microstruttura della lega Ti-6Al-4V, 50x1

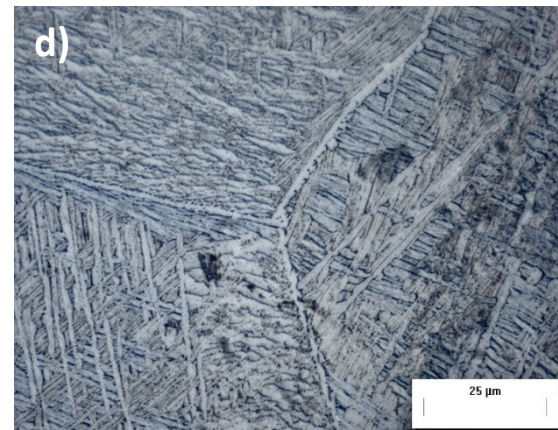


Figura 4.3.2 (d), Microstruttura della lega Ti-6Al-4V, 50x188

5. ELABORAZIONE DEI DATI E RISULTATI

Ad ogni prova effettuata sono stati raccolti ed elaborati i dati necessari per studiare il comportamento a *creep* della lega Ti-6Al-4V ad alte temperature.

Partendo dalla conoscenza della lunghezza iniziale L_0 del provino e dall'allungamento nel tempo ΔL , misurato durante la prova tramite trasduttori, è stata ricavata la deformazione:

$$\varepsilon = \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right)$$

Sono state quindi definite, per ogni prova, le curve deformazione-tempo, rappresentate su un grafico a dispersione.

Il parametro ingegneristico su cui si è concentrato lo studio è la velocità di deformazione.

In particolare, sono stati isolati alcuni punti del secondario, dei quali è stata trovata la retta di tendenza, il cui coefficiente angolare corrisponde alla velocità minima di deformazione (uguale alla velocità di questo stadio stazionario).

Le velocità di deformazione ottenute da ogni prova sono state poi confrontate con i rispettivi carichi applicati in un grafico bilogarithmico, velocità minima di deformazione-tensione, ottenendo così il valore n dell'equazione di Norton:

$$\dot{\varepsilon}_m = B \cdot \sigma^n$$

Di seguito vengono analizzate in dettaglio le sei prove di *creep* effettuate su campioni di Ti-6Al-4V alla temperatura di 600°C, con applicazione di carichi differenti.

5.1 Prova 1

La prima prova è stata condotta su un provino a cui è stato inizialmente applicato un carico di 100 MPa e, successivamente, raggiunto lo stadio secondario della curva di *creep*, un carico di 215 MPa; per un tempo totale di durata della prova di 188h (prova con maggiore durata rispetto alle altre).

Dopo aver calcolato la deformazione, è stata ricavata la curva deformazione-tempo, mostrata in **figura 5.1.1**, su un grafico a dispersione.

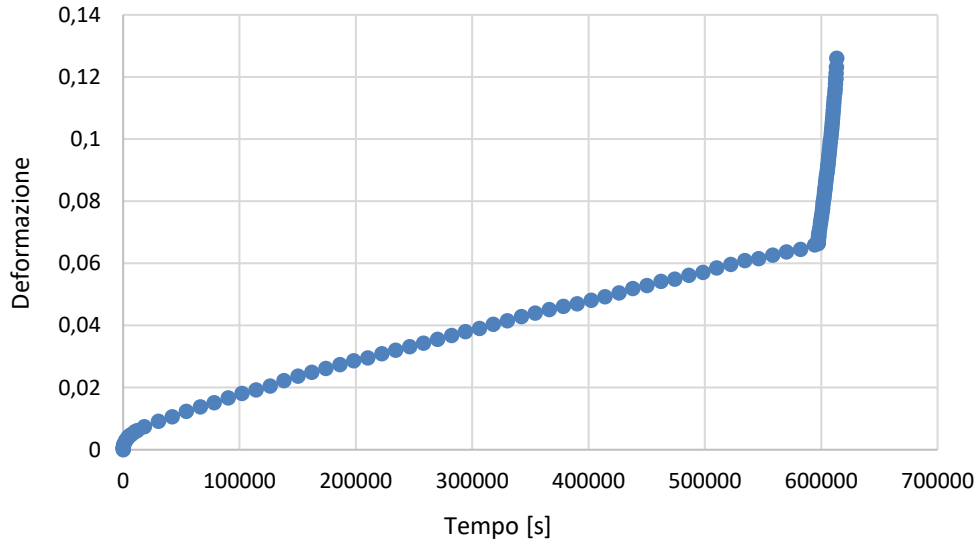


Figura 5.1.1, Grafico a dispersione della curva di creep della prova 1

Questo può essere suddiviso in due parti, ognuna corrispondente ad una curva di *creep*, relativa ai due differenti carichi applicati (**Figura 5.1.2a e Figura 5.1.2b**)

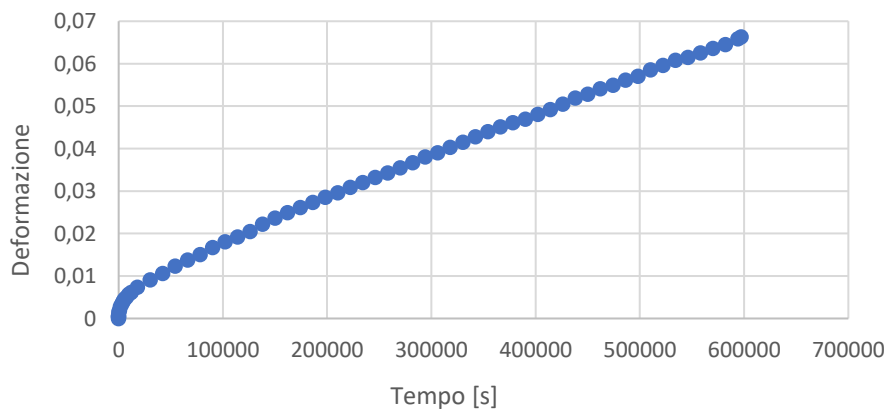


Figura 5.1.2 (a), Grafico della curva di creep della prova 1 con carico 100Mpa

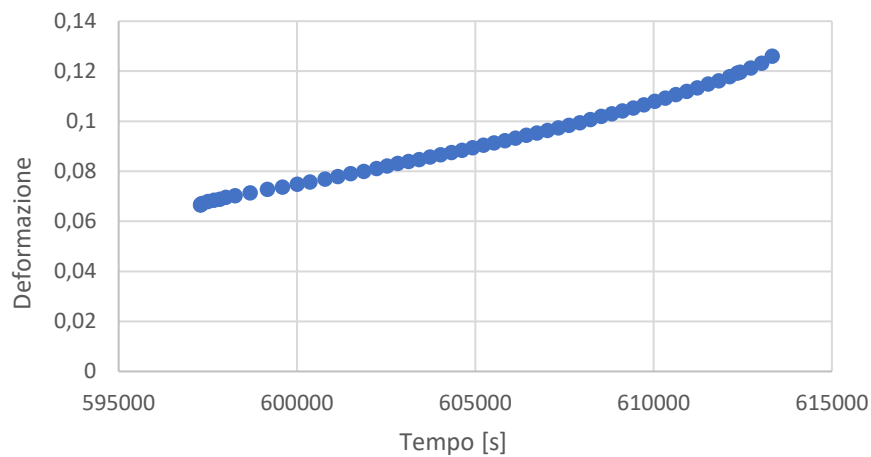


Figura 5.1.2 (b), Grafico della curva di creep della prova 1 con carico 215 Mpa

Per ogni stadio secondario sono stati isolati cinque punti, in cui la deformazione in funzione del tempo rimane costante, ottenendo i grafici in **figura 5.1.3a** e **figura 5.1.3b**.

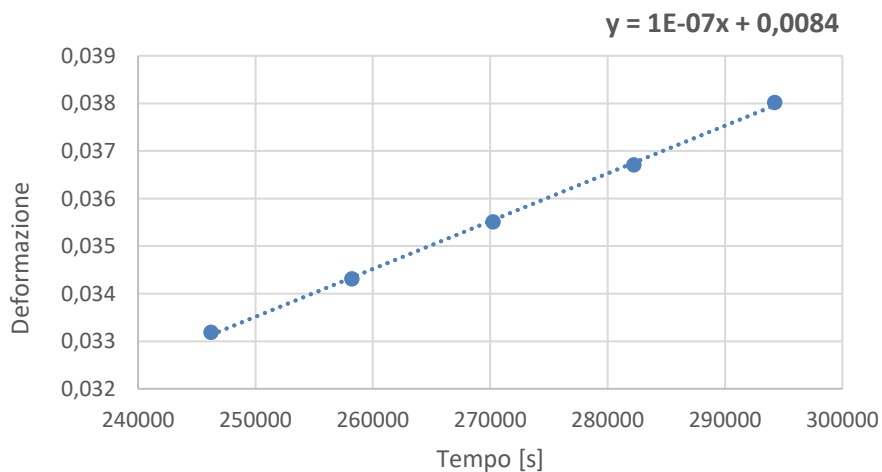


Figura 5.1.3 (a), Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico di 100 MPa

L'equazione della retta di tendenza, che unisce i punti del secondario considerati, relativi alla prima parte della prova, fornisce la velocità minima di deformazione (relativa alla prova a 100 MPa):

$$\dot{\epsilon}_m = 1E - 07 \text{ 1/s}$$

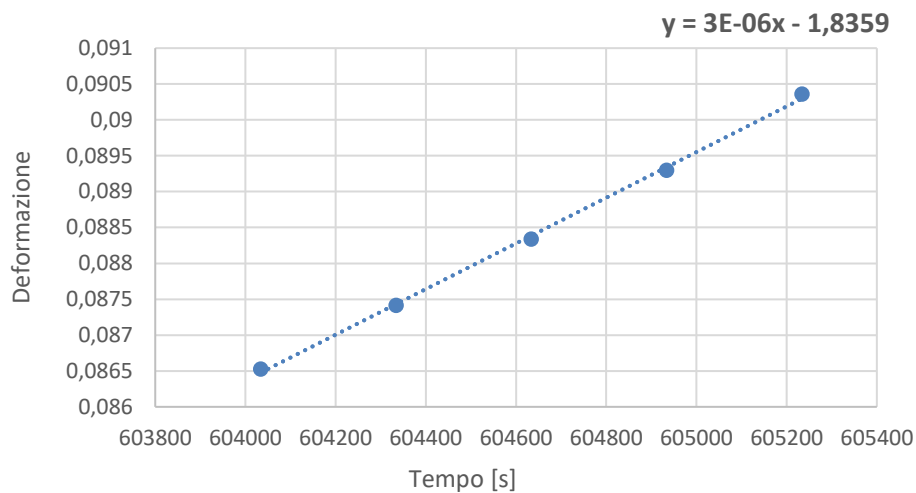


Figura 5.1.3 (b), Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico 215 MPa

La velocità di deformazione minima, relativa, invece, ai punti isolati dal secondario della seconda curva, quella ottenuta applicando un carico di 215 MPa, è pari a $3E-06 \text{ 1/s}$.

5.2 Prova 2

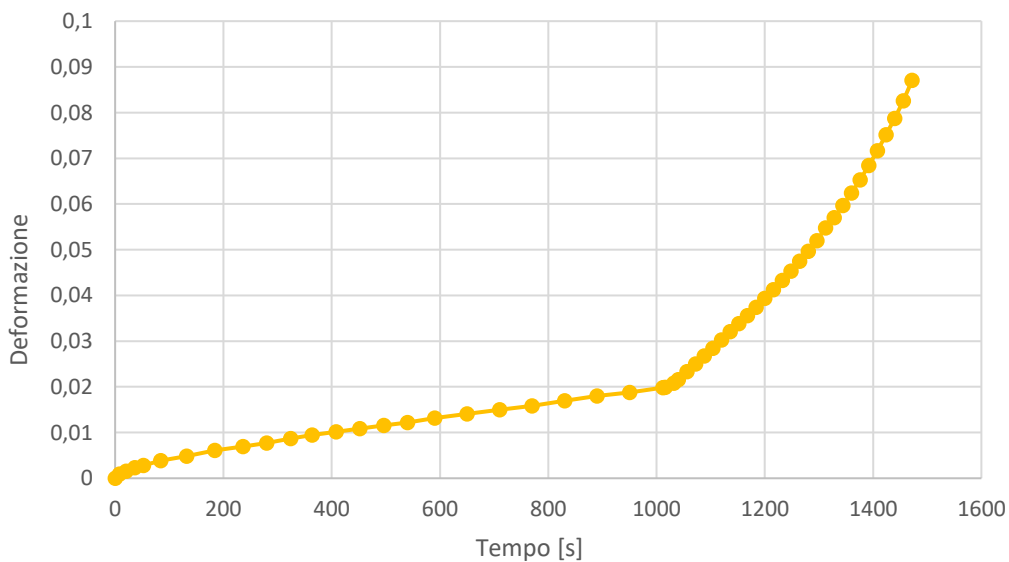


Figura 5.2.1, Grafico a dispersione della curva di creep della prova 2

Il grafico deformazione-tempo in **figura 5.2.1** mostra l'andamento della curva di creep della seconda prova, che è stata effettuata applicando, anche in questo caso, due carichi differenti: 300 MPa e, successivamente, circa dopo 1000 s dall'inizio, 400 MPa.

La prova ha avuto una durata di 0.4h.

È evidente che la curva può essere divisa in due parti, come nella prova precedente, ognuna corrispondente ad un carico; dal secondario di queste sono stati estrapolati dei punti, mostrati in **figura 5.2.2a** e **figura 5.2.2b**.

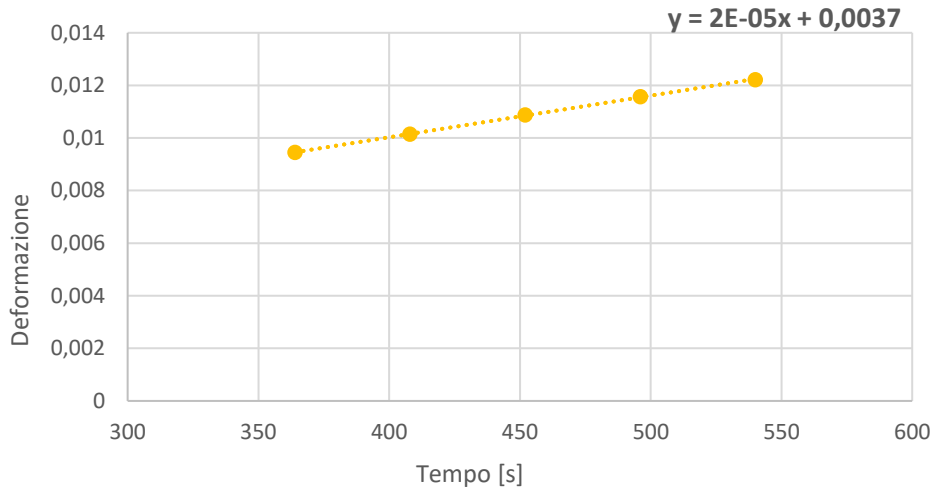


Figura 5.2.2 (a), Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico 300 MPa

Dalla retta interpolante i punti in **figura 5.2.2a**, si ottiene la velocità minima di deformazione della prima parte della seconda prova, che corrisponde, come già detto, al coefficiente della retta stessa, ed è pari a $2E-05 \text{ 1/s}$.

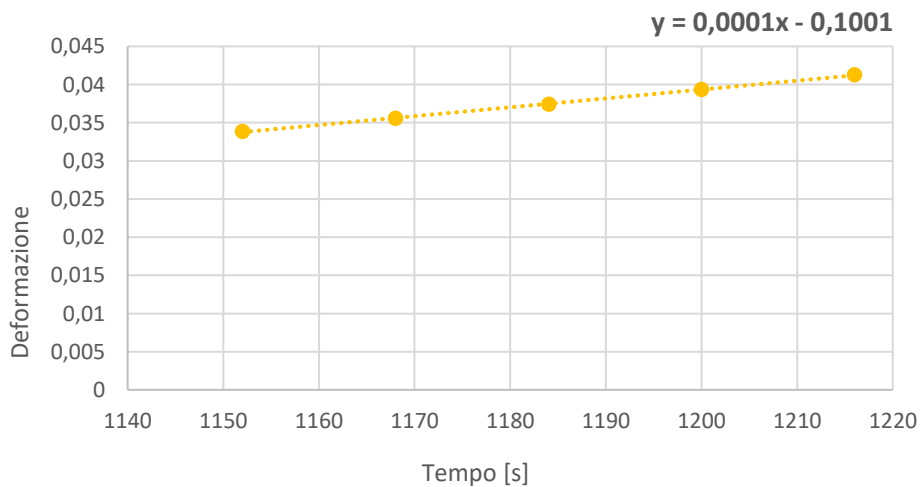


Figura 5.2.2 (b), Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico 400 MPa

La velocità di deformazione della seconda parte, invece, è uguale a $0.0001 \text{ } 1/s$; come si può verificare dall'equazione della retta in **figura 5.2.2b**.

5.3 Prova 3

Nella terza prova, a differenza delle precedenti, è stato applicato un unico carico di 400 MPa, per una durata totale della prova di 0.16h.

La curva deformazione-tempo ottenuta è mostrata in **figura 5.3.1**.

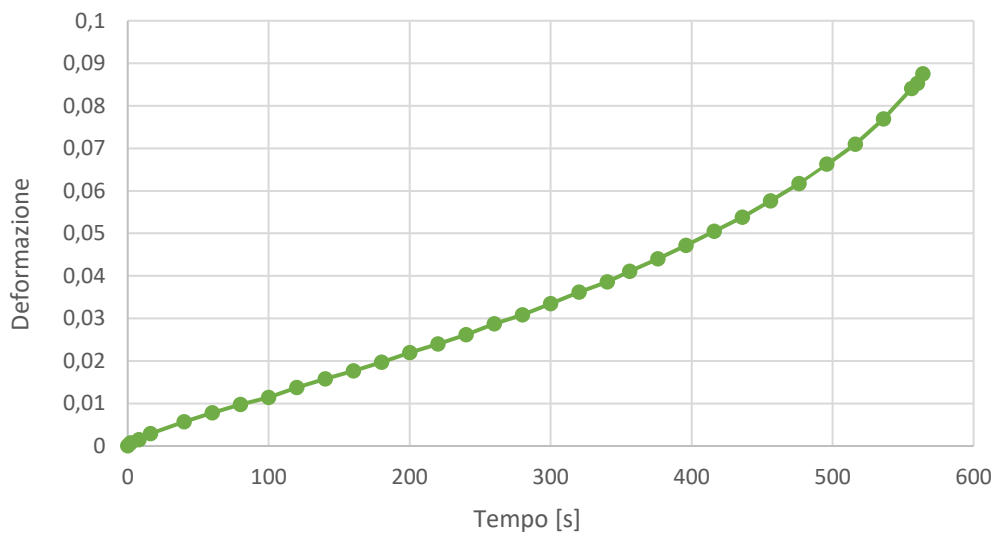


Figura 5.3.1, Grafico a dispersione della curva di creep della prova 3

Sono stati estrapolati dei punti dal secondario, dove la curva rimane costante, indicativamente fra i 200s e 400s.

I punti sono riportati in **figura 5.3.2**.

Analizzandone l'andamento, è stata ricavata la velocità minima di deformazione di $0.0001 \text{ } 1/s$, come nella seconda parte della prova precedente.

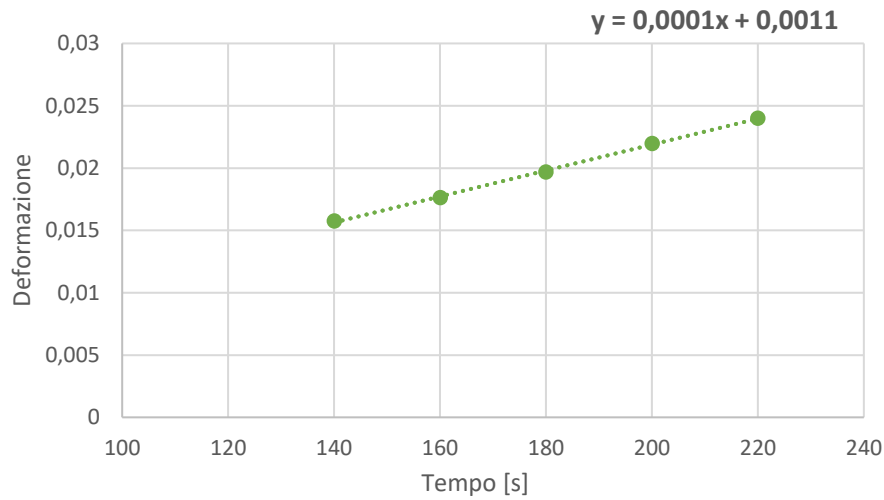


Figura 5.3.2, Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico 400 MPa

5.4 Prova 4

Nella quarta prova il provino è stato sottoposto ad un unico carico di 415 MPa.

La durata della prova è stata di 0.13h.

Dopo aver calcolato la deformazione ϵ del provino, è stata poi ottenuta la curva deformazione-tempo, visibile in **figura 5.4.1**.

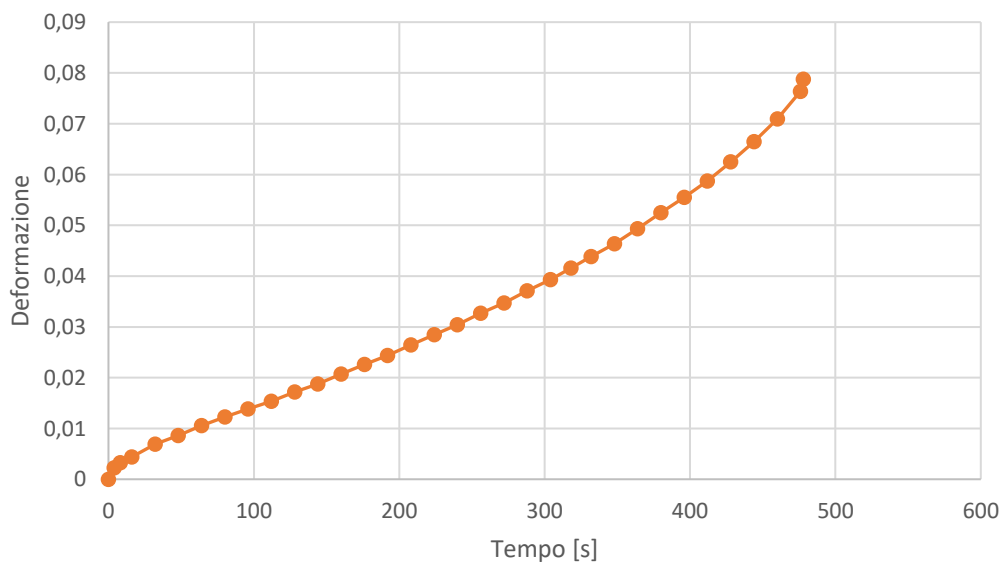


Figura 5.4.1, Grafico a dispersione della curva di creep della prova 4

Analizzando i punti isolati del secondario della curva di creep si ottiene il grafico in **figura 5.4.2**:

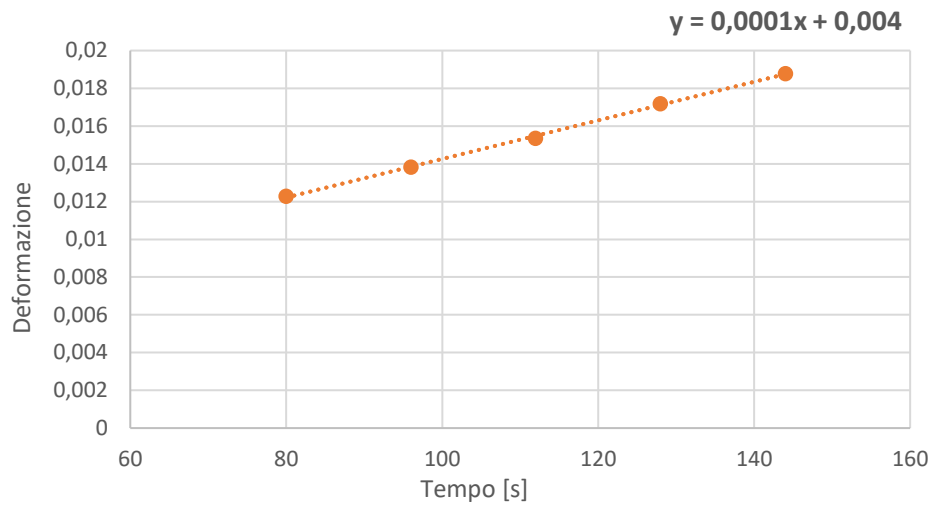


Figura 5.4.2, Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico 415 MPa

Dall'equazione della retta che approssima i punti è stata ricavata la velocità minima di deformazione, pari a $0,001 \text{ } 1/s$, uguale a quella trovata nella prova 3.

5.5 Prova 5

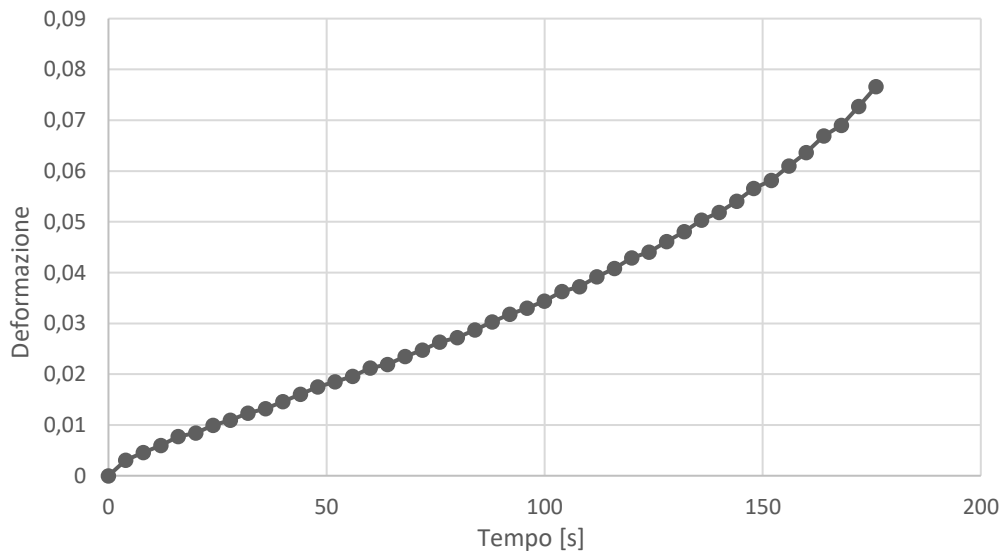


Figura 5.5.1, Grafico a dispersione della curva di creep della prova 5

La prova 5 è stata condotta su un provino a cui è stato applicato un carico di 440 MPa, per tutta la durata, pari a 0.05h.

Con i dati ottenuti è stato realizzato il grafico a dispersione in **figura 5.5.1**.

Restringendo il grafico ad alcuni punti del secondario, dove la deformazione cresce in modo costante nel tempo, come già fatto in tutte le altre prove, si ottiene (**Figura 5.5.2**):

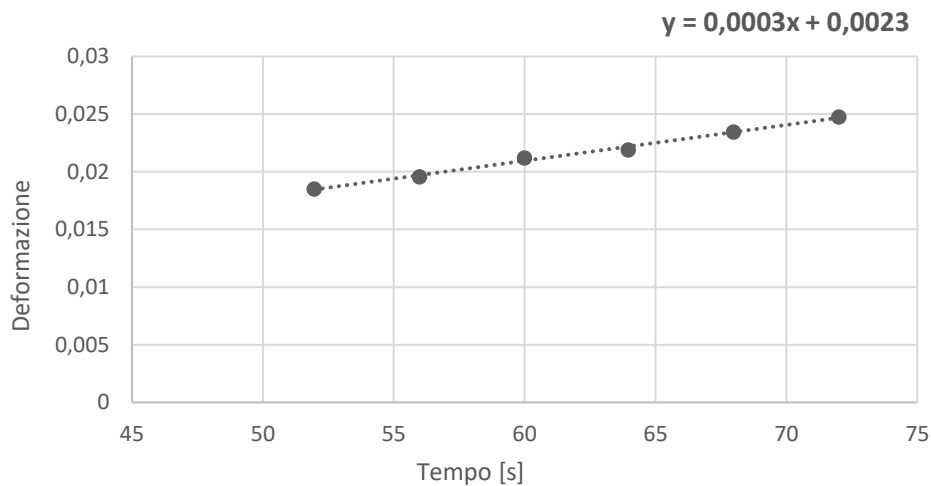


Figura 5.5.2, Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico 440 MPa

I punti isolati, in questo caso, sono appartenenti alla prima parte del secondario.

Il coefficiente della retta di tendenza che unisce i punti, uguale alla velocità minima di deformazione del provino, è pari a $0.0003 \text{ } 1/s$.

5.6 Prova 6

La sesta, ed ultima prova, è stata realizzata applicando sul provino un unico carico di 160 MPa, quindi minore rispetto a quelli delle prove precedenti.

Il tempo di esposizione è stato di 40h.

Come nelle altre prove è stata ricavata la curva di *creep*, rappresentata in un grafico a dispersione (**Figura 5.6.1**).

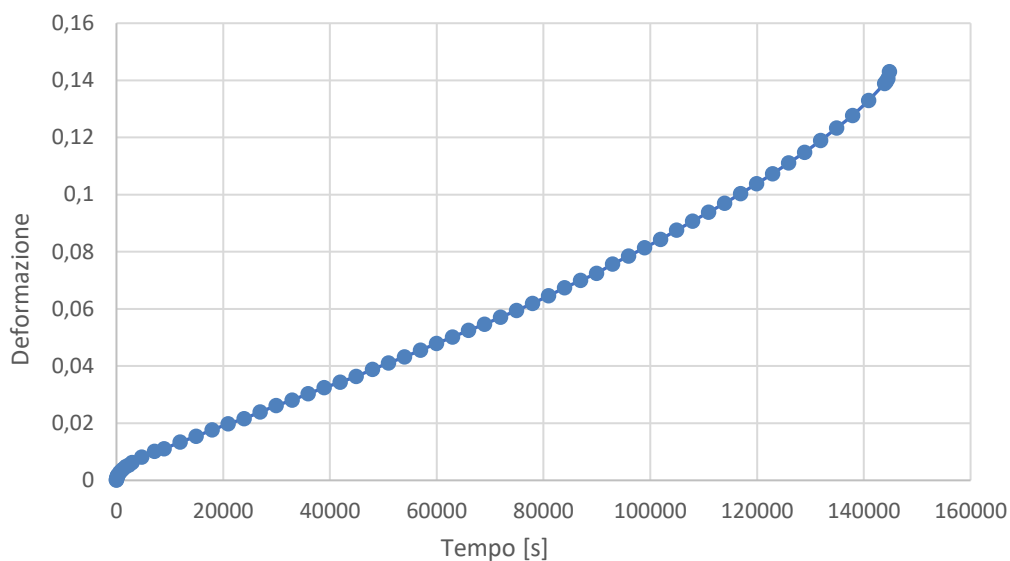


Figura 5.6.1, Grafico a dispersione della curva di creep della prova 5

Da questa sono stati estrapolati dei punti del secondario (**Figura 5.6.2**), ottenendo, nello stesso modo delle prove analizzate in precedenza, una velocità di deformazione minima

$$\dot{\varepsilon}_m = 7E-07 \text{ 1/s}$$

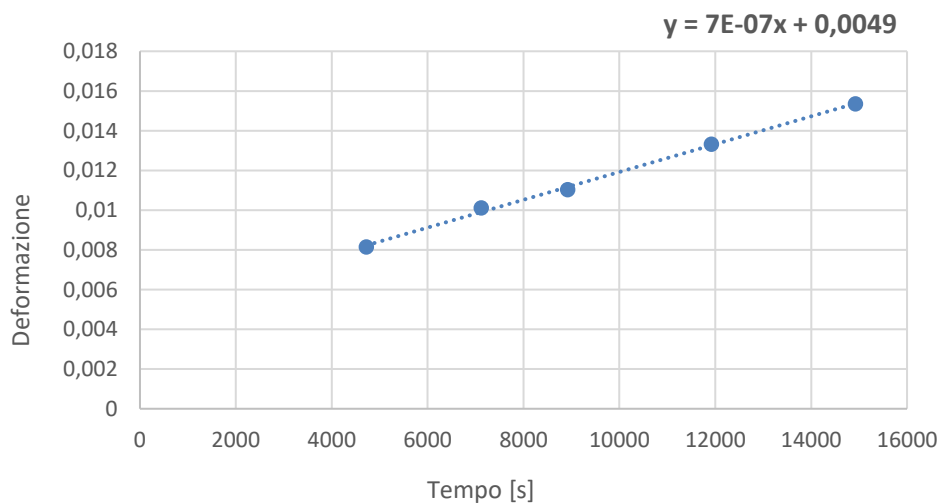


Figura 5.6.2, Grafico deformazione-tempo dello stato secondario con carico 440 MPa

5.7 Confronto delle prove

I dati ottenuti dalle sei prove sono riassunti nella **tabella 1**:

	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}$ [$1/s$]
Prova 1	100	1,00E-07
	215	3,00E-06
Prova 2	300	2,00E-05
	400	0,0001
Prova 3	400	0,0001
Prova 4	415	0,0001
Prova 5	440	0,0003
Prova 6	160	7,00E-07

Tabella 1, Dati ottenuti dalle prove di creep

Partendo da questi, è stato ricavato un grafico bilogaritmico, velocità minima di deformazione-tensione, mostrato in **figura 5.7.1**.

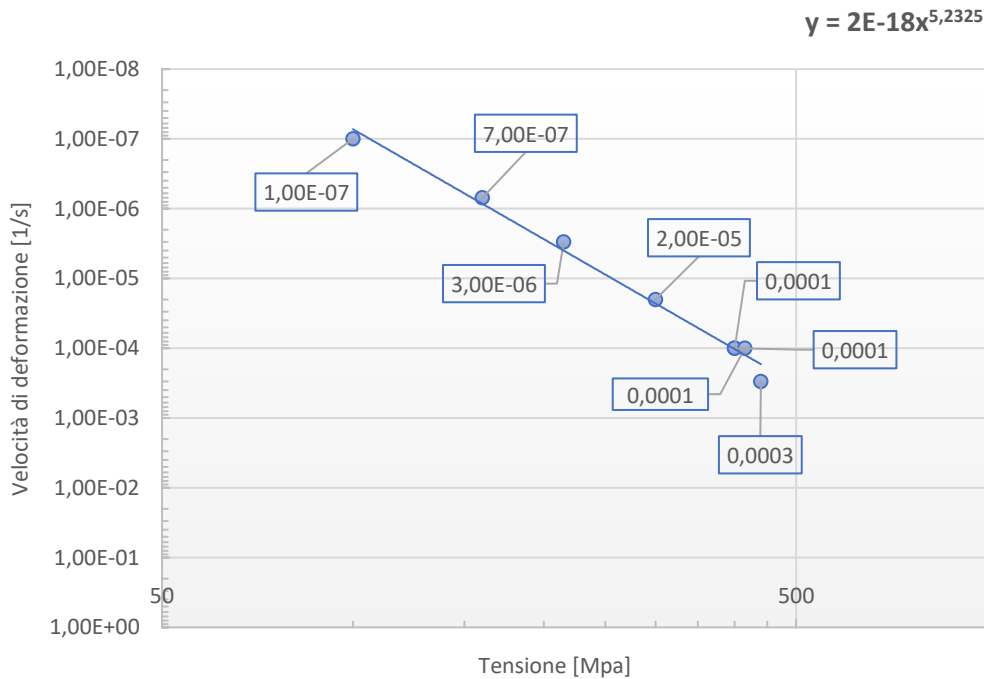


Figura 5.7.1, Grafico bilogaritmico velocità minima di deformazione-tensione

La curva ottenuta al variare della velocità di deformazione delle sei prove in funzione della tensione è una retta, la cui equazione $y=2E-18x^{5,2325}$ permette di ricavare il valore di n , pari a 5.2, dell'equazione di Norton.

CONCLUSIONI

Dalla raccolta ed elaborazione dei dati è stato possibile ricavare e studiare la velocità di deformazione del secondario della curva di *creep* per ognuna delle sei prove, un parametro necessario per conoscere la risposta a *creep* della lega Ti-6Al-4V. In generale il comportamento del materiale è quello tipico dei metalli sottoposti a prove a carico costante, con curve di *creep* con un primario ben pronunciato, un secondario breve, e un terziario prolungato.

Dal grafico bilogarithmico velocità di deformazione-tensione si possono ricavare i valori dei parametri della formula di Norton (legge di potenza), che diventa:

$$\dot{\epsilon}_m = 2 \times 10^{-18} \sigma^{5.23}$$

I dati sperimentali si collocano dunque, su scala bilogarithmica, sostanzialmente su una retta di pendenza prossima a 5.

Si può inoltre notare infine, confrontando i dati, che nella seconda parte della prova 2 e nella prova 3, è stato applicato lo stesso carico di 400 MPa e la velocità di deformazione è di 0.0001 1/s , uguale per entrambe le prove, pure essendo il tempo di esposizione passato ad alta temperatura, piuttosto diverso. Questo attesta che eventuali fenomeni di formazione di seconde fasi, che potrebbero indurire il materiale, si verificano a 600 °C già nei primi istanti della prova, e che la microstruttura non subisce ulteriori drammatiche variazioni per tempi di esposizione lunghi.

BIBLIOGRAFIA E SITOGRAFIA

- [1] Barella, S. e Gruttaduria, A. *Metallurgia e materiali non metallici*. Esculapio, 2017
- [2] Morri, A. Trattamenti termici delle leghe di titanio $\alpha+\beta$ correlazioni fra microstruttura e comportamento meccanico, *La metallurgia italiana*, Novembre-Dicembre 2008
- [3] Pandolfo, A. e Degli Esposti, G. *Tecnologie meccaniche di processo e di prodotto*. Edizione mista, Calderini 2012
- [4] Tecniche AM per le leghe di titanio (2021), 30 Gennaio 2021, from <https://www.meccanicaneews.com/2021/01/30/tecniche-am-per-le-leghe-di-titanio/>
- [5] Spigarelli, S. e Santecchia, E. Additive Manufacturing per componenti in metallo: prospettive, nuove opportunità e limitazioni nell'impiego industriale, 20 giugno 2019, from www.storicoeventi.este.it
- [6] Gabrielli, F., Ippolito, R. e Micari, F. *Analisi e tecnologia delle lavorazioni meccaniche*, McGraw-Hill, 2008
- [7] Spigarelli, S. e Santecchia, E. 3D e Additive Manufacturing, vantaggi, difetti e soluzioni, *Tecnologia per la produzione*, 30 Dicembre 2019
- [8] Santecchia, E., Spigarelli, S., Paoletti, C., Cabibbo, M. Interazione laser-polveri metalliche ed effetti sul riciclo di materiale in processi di Laser Powder Bed Fusion (LPBF), *La Metallurgia Italiana*, Febbraio 2021
- [9] Selective Laser Melting: Part one. From <https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=ktn&LN=ES&NM=484>
- [10] Selective Laser Melting (SLM): processo, gestione, materiali e applicazioni. (2020), 10 Novembre 2020, from <https://www.meccanicaneews.com/2020/11/10/selective-laser-melting-slm-processo-gestione-materiali-e-applicazioni/>
- [11] Körner, C. (2016) Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting — a review, *International Materials Reviews*, 61:5, 361-377, DOI: 10.1080/09506608.2016.1176289

- [12] Spigarelli, S., Il comportamento dei metalli ad alta temperatura, corso intitolato "Comportamento dei materiali ad alta temperatura: lo scorrimento viscoso (creep)", Milano, 21 Ottobre 2003
- [13] Bonora, N. Deformazione ad alta temperatura-Creep, 2016, from https://www.cdmunicas.it/notes/CDM2016/Lecture13_Creep1.pdf
- [14] Campari, S. *Guida al laboratorio di microbiologia*. Zanichelli, 1992