

UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in **ingegneria meccanica**

Risposta a creep a 650° dell'acciaio AISI 316L FSW

Creep response at 650° of FSW AISI 316L steel

Relatore:

Tesi di Laurea di:

Prof. Stefano Spigarelli

Francesco Emilii

Correlatore:

Dott. Alberto Santoni

A.A. 2023 / 2024

INDICE

1.	IL MATERIALE3		
1.1	I INTRODUZIONE		
1.2	2 CENNI SUI MECCANISMI A BASE DELLA CORROSIONE		
1.3	3 GLI ACCIAI INOSSIDABILI		
i	1.3.1 Inox ferritici		
i	1.3.2 Inox martensitici		
ī	1.3.3 Inox austenitici7		
j	1.3.4 La sensibilizzazione degli acciai inossidabili8		
2.]	IL CREEP		
2.	1 INTRODUZIONE		
2.	2 PROVA DI RESISTENZA A CREEP		
2.	3 CENNI SUI MECCANISMI COINVOLTI		
2.	4 PRINCIPALI PARAMETRI INDICATIVI DELLA RESISTENZA A CREEP 13		
2.	5 METODI PER AUMENTARE LA RESISTENZA A CREEP		
3. IL "FRICTION STIR WELDING" 17			
3.	1 INTRODUZIONE17		
3.	2 PROCESSO DI SALDATURA		
3.	3 PARAMETRI DI PROCESSO		
3.	4 VARIAZIONI MICROSTRUTTURALI		
3.	5 FSW DI ACCIAI		
3.	6 VANTAGGI E SVANTAGGI IN GENERALE 21		
4. METODOLOGIE SPERIMENTALI23			
4.	1 PROVA DI CREEP		
2	4.1.1 I provini di creep23		
2	4.1.2 Macchinario e procedura23		
4.	2 PROVE DI DUREZZA		

4.2.1 Preparazione campione			
4.2.2 Prova di microdurezza			
5. RISULTATI SPERIMENTALI			
5.1 CURVE DI CREEP			
5.1.1 650°C, 225 Mpa			
5.1.2 650°C, 250 Mpa			
5.1.3 650°C, 275 MPa			
5.2 CONFRONTO FRA LE PROVE			
5.3 RISULTATI PROVE DI MICRODUREZZA			
5.4 METALLOGRAFIA POST-CREEP			
6. CONCLUSIONI			
BIBLIOGRAFIA			

1. IL MATERIALE

1.1 Introduzione

Il Ferro è uno degli elementi più importanti per l'umanità, il suo successo è dovuto alla sua grande abbondanza sulla superficie terrestre, alla relativa facilità di produzione e alla sua versatilità. Infatti, se arricchito di carbonio e altri elementi può acquisire le caratteristiche più svariate, dalla resistenza meccanica alla resistenza ad acidi corrosivi. In particolare, si definisce Acciaio, una lega ferro-carbonio che può contenere altri elementi in lega in misura non trascurabile. Il contenuto di carbonio è determinante per le caratteristiche meccaniche, generalmente gli acciai varia fra lo 0,008 e tenori poco superiori all'1% in peso.

1.2 Cenni sui meccanismi a base della corrosione

Mentre tu leggi questo cartello nel mondo si corrodono più di 10.000 kg di ferro

Figura 1. Cartello esposto alla conferenza internazionale NACE_CORROSION del 2002. [1]

La corrosione è quel processo spontaneo che subiscono i materiali metallici, per via della reazione spontanea fra elementi che li costituiscono con sostanze presenti nell'ambiente di esposizione. Anche se può sembrare un aspetto trascurabile i suoi effetti negativi gravano pesantemente sull'economia mondiale. Stime di istituti statunitensi risalenti all'inizio degli anni 2000, parlano di 552 miliardi di dollari fra danni diretti e indiretti distribuiti fra i maggiori settori dell'economia americana.

I fenomeni corrosivi si distinguono in due tipi: la corrosione ad umido si ha in presenza di acqua mentre quella a secco avviene ad alta temperatura in presenza di ossigeno. Il processo più diffuso è quello ad umido, consiste in una reazione elettrochimica dove il metallo viene corroso da un processo anodico accoppiato ad una reazione catodica in cui si ha la riduzione di un elemento presente nell'ambiente. Il processo anodico ossidando il metallo rende disponibili elettroni che vengono acquisiti dalla riduzione della specie presente nell'ambiente durante il processo catodico. L'aggressività della corrosione dipende da molteplici condizioni come le caratteristiche dell'acqua (dolce, salata, acida...), o in generale quelle dell'atmosfera di esposizione, che può essere più o meno ricca di ossigeno insieme ad altri elementi. Anche la temperatura influisce sulla cinetica delle reazioni coinvolte, in generale trattandosi di reazioni elettrochimiche, la "vigoria" della reazione viene fornita dal potenziale elettrostatico della reazione rispetto al potenziale di una reazione di riferimento. [1]

1.3 Gli acciai inossidabili

Uno dei difetti dell'acciaio consiste per l'appunto nella sua scarsa resistenza a corrosione, per ovviare al problema diversi chimici nel corso del 1800 hanno condotto esperimenti alligando il ferro con cromo o nickel, osservando un effettivo miglioramento della resistenza a corrosione in certi ambienti. Il primo impiego di una lega ferro-cromo "inossidabile" è stato nell'industria della coltelleria e va attribuito a Harry Brearley, ma inizialmente questa lega non ha suscitato molto interesse. Tuttavia, alle porte del primo conflitto mondiale, la Royal Air Force ha scoperto che quella lega era particolarmente indicata per realizzare valvole per motori a combustione interna; quindi, ne ha immediatamente ordinato la produzione. Da quel momento la ricerca su questi acciai ha fatto grandi passi in avanti fino ad arrivare alle leghe che conosciamo adesso. [2]

Un acciaio inossidabile viene definito tale se contiene almeno il 12% in peso di cromo, elemento che ha la funzione di formare sulla superficie del manufatto uno strato di ossido uniforme e stabile che protegge il metallo sottostante. Il normale acciaio, infatti, difficilmente riesce a passivarsi, ovvero a formare uno strato di ossido che isola il metallo sottostante. I prodotti della corrosione del ferro sono porosi quindi lasciano il metallo sottostante scoperto permettendo alla corrosione di avanzare. Inoltre, l'ossido di ferro è meccanicamente poco resistente, si separa facilmente dal manufatto. Questi aspetti fanno si che i manufatti in acciaio, se esposti in ambienti severi o a lungo tempo in atmosfera,

possono arrivare a perdere le loro caratteristiche meccaniche, ad esempio assottigliandosi o bucandosi. L'ossido di cromo, al contrario, è più compatto, meccanicamente più resistente ricopre il manufatto rallentando il processo di corrosione fino a renderlo in molti casi ingegneristicamente trascurabile. Tuttavia, questo ossido non riesce sempre a formarsi e a isolare il ferro, infatti gli acciai inossidabili sono leghe a comportamento attivo-passivo. In pratica questi metalli in condizioni in cui la corrosione procede al di sotto di un certo si corrodono normalmente, *l'aggressività* potenziale aumentando dell'ambiente il potenziale sale e riescono a passivarsi, rallentando notevolmente la velocità della reazione. Gli acciai inossidabili riescono a passivarsi solo se lavorano in un certo intervallo di potenziale di corrosione, al di sopra e al di sotto di questo potenziale si corrodono velocemente. [3] [4] Di seguito verranno trattate le principali tipologie di acciai inossidabili che in generale vengono classificate in base alla microstruttura che li compone. [5] [6]

1.3.1 Inox ferritici

Sono leghe che hanno fra il 13 e il 25% di cromo, <0,1% di carbonio e possono essere contenere anche al molibdeno per migliorarne ulteriormente la resistenza a corrosione. In generale sono i più economici e comunque hanno una buona resistenza meccanica e a corrosione.

1.3.2 Inox martensitici

Gli acciai martensitici per essere tali devono avere elevati tenori di carbonio (0,1-0,5%) mentre il cromo varia fra il 13 e il 18%, essendo il cromo un elemento che stabilizza la ferrite, mentre il carbonio è un elemento austenitizzante. L'ausenite è fondamentale per poter effettuare la tempra e ottenere a temperatura ambiente una microstruttura martensitica. Questi acciai sono facilmente temprabili tanto che possono essere temprati in aria. Complessivamente gli Inox martensitici hanno caratteristiche meccaniche superiori con tensioni di snervamento che possono arrivare a 1500 MPa, ma non hanno elevatissima resistenza a corrosione.

1.3.3 Inox austenitici

Questi acciai sono quelli più diffusi, hanno base percentuali di carbonio, tipicamente <0,1%. L'elemento austenitizzante è il nichel, contenuto in percentuali comprese fra l'8 e il 20%, mentre il cromo varia fra il 18 e 25%; queste composizioni portano ad avere una microstruttura austenitica a temperatura ambiente. Il nichel dona all'acciaio una maggiore resistenza a corrosione rendendo questa categoria la migliore sotto questo punto di vista. Per aumentare ulteriormente la resistenza a corrosione si può aggiungere alla lega anche il molibdeno, che ne migliora il comportamento in ambienti dove sono presenti ioni cloro. La resistenza meccanica generalmente è relativamente bassa, ma la microstruttura austenitica migliora notevolmente la duttilità.

1.3.4 La sensibilizzazione degli acciai inossidabili



Figura 2. Tempi di sensibilizzazione di un acciaio con 18% di cromo e 10% di nichel, al variare della temperatura e del tenore di carbonio. [7]

Quando un normale acciaio austenitico viene riscaldato a temperature fra i 500 e gli 850°C per un certo tempo, si osserva la formazione di carburi di cromo $(Cr_{23}C_6)$ ai bordi di grano. Questo processo, chiamato sensibilizzazione, porta ad un impoverimento del contenuto di cromo in soluzione solida nella zona intorno al bordo di grano. Localmente la microstruttura può arrivare ad avere concentrazioni di cromo minori del 12%, non garantendo la resistenza a corrosione. Un acciaio sensibilizzato è soggetto a corrosione intergranulare, ovvero, i bordi di grano si corrodono in via preferenziale rispetto al grano. Una delle principali cause della sensibilizzazione degli acciai è la saldatura, a seconda delle condizioni le zone termicamente alterate e soggette a corrosione sono più o meno distanti dal cordone di saldatura. Un modo per eliminare i carburi, e di conseguenza le zone soggette a decadimento da saldatura, consiste nella solubilizzazione. Consiste nel portare il matallo a temperature elevate (<1050°C) tali da solubilizzare il carbonio, successivamente lo si raffredda velocemente, tuttavia, è un processo costoso e non può essere effettuato su manufatti più grandi dei forni. Esistono due alternative a questa soluzione, poco pratica in presenza di pezzi di grandi dimensioni: si possono aggiungere alla lega elementi come titanio e niobio che vanno a formare precipitati sottraendo carbonio utile a formare carburi di cromo, oppure si procede riducendo la percentuale di carbonio della lega. Gli acciai inossidabili low-carbon sono particolarmente adatti per costruire strutture saldate. Per gli acciai inossidabili austenitici, la predisposizione alla sensibilizzazione dipende principalmente dal contenuto di carbonio, in particolare in figura 2 si evidenzia la relazione fra la composizione, la temperatura e il tempo di sensibilizzazione.

2. IL CREEP

2.1 Introduzione

I materiali metallici se sottoposti a sollecitazioni a temperature elevate possono provocare spiacevoli inconvenienti, come deformazioni permanenti o rotture dovute proprio allo scorrimento viscoso (creep in inglese). I primi studi in questione risalgono al 1905 quando Percy Phillips ha documentato il creep sulla gomma indiana, sul vetro e su fili metallici.

Il fenomeno del creep indica una deformazione permanente tipica di tutti i metalli che vengono sottoposti ad una sollecitazione meccanica costante a temperature superiori al 30-50% della temperatura di fusione del metallo. [8] [9]

2.2 Prova di resistenza a creep

La prova più diffusa e semplice da eseguire consiste in un test a carico costante, si procede sottoponendo il provino ad una certa tensione costante mentre si misurano il tempo e la deformazione. Va precisato che la tensione non è realmente costante perché durante la prova il provino deforma allungandosi e riducendo la sua sezione trasversale. Questo aumento della tensione effettiva per indagini di natura ingegneristica può essere tranquillamente trascurato. Per le prove di creep in tensione monoassiale si utilizzano provini dalla tipica forma ad osso simili a quelli utilizzati per le prove di resistenza a trazione.



Figura 3. Andamento tipico di una curva di creep. [9]

I dati ottenuti vengono solitamente rappresentati con una curva deformazionetempo come in figura 3. Nel grafico ε_0 indica la deformazione istantanea al momento dell'applicazione del carico all'inizio della prova, mentre ε_R la deformazione a rottura. [9]

- Nel primo tratto la velocità di deformazione diminuisce con il tempo, perché la moltiplicazione delle dislocazioni causa un aumento della resistenza alla deformazione (incrudimento);
- Il secondo tratto (stadio stazionario), può essere breve o del tutto assente riducendosi ad un punto che segnala la variazione di concavità; la velocità di deformazione costante si spiega attraverso il bilanciamento di fenomeni di rafforzamento e addolcimento

 Nel terzo tratto la velocità aumenta col tempo fino alla rottura, a questo punto la formazione di cricche e cavità riducono la sezione resistente aumentando la tensione effettiva fino alla rottura.

2.3 Cenni sui meccanismi coinvolti

Il primo meccanismo ad entrare in gioco è l'incrudimento, che in determinate situazioni porta all'aumento della resistenza meccanica del materiale. Il suo funzionamento è particolarmente legato alla presenza di dislocazioni, ovvero "difetti". all'interno della struttura cristallina. All'aumentare della deformazione plastica la densità di dislocazioni aumenta, guindi la loro distanza diminuisce, arrivando ad ostacolarsi a vicenda. In generale il movimento di una dislocazione è ostacolato dalla presenza di un'altra, aumentando la resistenza meccanica. Durante questo processo il lavoro compiuto dalla deformazione viene accumulato sotto forma di energia elastica, localizzata in tensioni interne attorno alle dislocazioni. A questo punto entra in gioco il meccanismo del recovery (o ripristino). Durante questo processo, le tensioni interne diminuiscono, così come il numero delle dislocazioni. Le dislocazioni, durante il ripristino, si annullano a vicenda o si riorganizzano formando delle sottostrutture all'interno dei grani deformati (sottograni). Il ripristino è reso possibile dalle elevate temperature, che aumentano la mobilità delle dislocazioni. Tale fenomeno, a sua volta, è legato alla diffusione delle



Figura 4. Influenza della tensione applicata e della temperatura. [11] vacanze (altro tipo di difetto, consistente nell'assenza di un atomo in un sito reticolare).

Ad alta temperatura si osserva anche lo slittamento dei bordi di grano, che diviene relativamente trascurabile se il materiale ha grani grossolani, ma che comunque è la causa più importante per la formazione di microcavità che poi porta a rottura. [9] [10] [11]

2.4 Principali parametri indicativi della resistenza a creep

Il primo parametro che si evidenzia è il tempo a rottura t_r , spesso utilizzato in fase di progettazione. Il secondo indicatore è la velocità di deformazione, dato dalla pendenza della curva nel tratto secondario ($\Delta \varepsilon / \Delta t$). Viene utilizzato dai progettisti per stimare la durata del ciclo di vita di componenti che devono operare ad alta temperatura, prima che arrivino alla rottura effettiva o a variazioni di dimensioni eccessive. La velocità di deformazione può essere espressa in funzione della temperatura:

$$\dot{\varepsilon}_{SS} = A(\sigma^n)^{-Q/RT}$$

Dove A ed n sono costanti dipendenti dal materiale, Q l'energia di attivazione del creep, R la costante universale dei gas. La legge di tipo Arrhenius mostra che la velocità di scorrimento aumenta con la temperatura e la sollecitazione applicata (figura 4). i risultati delle prove a diverse temperature e tensioni vengono rappresentati tipicamente in grafici tensione-temperatura in scala logaritmica come in figura 5. [9] [11]



Figura 5. Diagramma tempo-tensione in scala logaritmica per un acciaio al nichel a basso tenore di carbonio. [11]

2.5 Metodi per aumentare la resistenza a creep

In generale per avere migliore resistenza a creep è opportuno:

• scegliere un materiale con un punto di fusione e modulo elastico elevato

- scegliere un materiale con microstruttura a grani grossolani, per ridurre i fenomeni di diffusione
- introdurre particelle per formare soluzioni solide o precipitati lungo i bordi di grano al fine di ostacolare la mobilità delle dislocazioni e ridurre lo scorrimento dei bordi. I benefici maggiori si ottengono con particelle stabili ad alta temperatura come quelle di ossidi o di materiali ceramici.

Ad esempio, nei motori a reazione le palette della turbina sono soggette a temperature dell'ordine di 1500°C o più, applicazioni che hanno portato allo sviluppo di superleghe di nichel. Inoltre, tecniche di cristallizzazione controllata studiate da Pratt & Whitney degli anni 60 dimostrano quanto la microstruttura sia determinante per la resistenza a creep. Infatti, rispetto ad una paletta policristallina, una con grani equiassici mostra un notevole



Figura 6. Palette di turbina sottoposte ad attacco metallografico, a destra palette monocristalline convenzionali, al centro palette a grani equiassici, infine a sinistra palette monocristallo ottenute tramite cristallizzazione controllata. [12]

miglioramento della resistenza a creep. La resistenza a scorrimento viene ulteriormente aumentata utilizzando tecniche di fusione che permettono di ottenere palette monocristallo come quelle visibili in figura 6. [9] [11] [12]

3. IL "FRICTION STIR WELDING"

3.1 Introduzione

La saldatura a frizione e rimescolamento (friction stir welding) è un processo di saldatura allo stato solido inventato e brevettato al TWI (The Welding Institute) in Inghilterra nel 1991. Esso permette di ottenere saldature di alta qualità con materiali difficilmente saldabili come l'alluminio. Inizialmente è stata sviluppata proprio per saldare leghe di alluminio utilizzate in campo aeronautico al fine di ottenere migliori caratteristiche meccaniche, come la resistenza a fatica e a frattura, requisiti fondamentali in tali applicazioni che in alcuni casi impedivano la saldatura con metodi tradizionali. Negli ultimi anni la FSW è diventata ancora più interessante per via del suo basso costo energetico, inoltre rispetto ai metodi tradizionali è meno impattante sull'ambiente. [13]

3.2 Processo di saldatura

Il processo si avvale di un utensile rotante non consumabile con una utensile dotato di un pin che penetra nel materiale e che poi trasla lungo i lembi dei due componenti da unire. L'attrito sulla superficie cilindrica dalla punta porta il materiale a rimescolarsi (figura 7). Ciò avviene perché il materiale viene riscaldato abbassando la tensione di snervamento e rendendolo plastico, il calore necessario non viene fornito dall'esterno ma deriva dall'attrito fra l'utensile e il materiale e dalla deformazione plastica dei lembi da saldare. L'utensile è anche dotato di una spalla che poggia sulla superficie della giuntura e impedisce la risalita del materiale. [13] [14]



Figura 7. A sinistra una rappresentazione schematica dell'utensile e del processo. A destra una schematizzazione dei passaggi: l'utensile viene messo in rotazione (a), viene fatto penetrare lentamente nel materiale e si attende il tempo necessario al riscaldamento della zona attorno alla punta(b), l'utensile inizia a traslare lungo i lembi da unire (c) e infine si solleva alla fine del processo(d). [13] [14]

3.3 Parametri di processo

La forma dell'utensile è determinante per tutto il processo, influisce sul flusso di materiale e sulla sua temperatura. All'inizio del processo la punta viene abbassata lentamente permettendo al materiale di scaldarsi e plasticizzarsi, in questa fare solo la punta è a contatto dei pezzi in lavorazione. Quando la spalla arriva a contatto con la superficie in lavorazione dopo un breve intervallo di attesa l'utensile inizia a traslare, la spalla oltre a impedire la risalita del materiale contribuisce in larga misura al riscaldamento per attrito. Ad esempio, al TWI sono stati sviluppate punte brevettate come la Whorl (figura 8), che ha



Figura 8. Utensile brevettato "Whorl". [13]

un volume inferiore rispetto ad una punta cilindrica ma ha una maggiore superficie di contatto con il materiale. La particolare forma ha lo scopo di migliorare il flusso di materiale incrementando in particolare il flusso verso il basso, riduce la potenza necessaria e la maggiore superficie a contatto produce più attrito con il materiale facilitandone il riscaldamento. Anche la spalla può essere disegnata con forme differenti per migliorare le prestazioni dell'utensile. In generale la forma dell'utensile influenza il flusso del materiale e di conseguenza anche la microstruttura della saldatura.

Altri parametri del processo sono: la velocità di rotazione dell'utensile (rpm), il verso di rotazione e la velocità di avanzamento (mm/min). Una maggiore velocità di rotazione porta a generare più calore e ad un rimescolamento più vigoroso. Va inoltre considerata la profondità di inserimento, la spalla deve essere a contatto con la superficie dei pezzi per poter lavorare correttamente. L'attrito generato dalla punta può non essere sufficiente a riscaldare a sufficienza il materiale, specialmente nei materiali con alti punti di fusione o elevata conducibilità termica. In questi casi si può procedere preriscaldando i componenti o fornendo calore durante il processo. Viceversa, materiali bassofondenti potrebbero subire un eccessivo ingrossamento dei grani ricristallizzati, il raffreddamento in questi casi può essere necessario. [13] [14]

3.4 Variazioni microstrutturali

La natura stessa del processo fa sì che la giuntura non sia simmetrica vista nella sezione trasversale, si distinguono "advancing side" e "retreating side". Nella prima i vettori di velocità periferica di rotazione e di avanzamento sono concordi, nel secondo caso sono discordi. [14]



Figura 9. Sezione trasversale di un giunto ottenuto tramite FSW. [14]

Nella sezione in figura 9 si evidenziano le seguenti zone:

- a) Materiale base: subisce un debole ciclo termico che non altera la microstruttura.
- b) Zona termicamente alterata: il calore trasmesso dalla saldatura ha causato un'alterazione della microstruttura e delle proprietà meccaniche, in particolare provoca l'ingrossamento del grano.
- c) Zona termo-meccanicamente alterata: la deformazione plastica e il riscaldamento porta a deformare i grani allungandoli.

 d) Nugget: la struttura è fortemente ricristallizzata, i grani originali vengono frammentati e rimescolati. Rispetto ai grani di partenza si ottiene una microstruttura a grani più fini resi equiassici dal calore asportato.

3.5 FSW di acciai

Rispetto all'alluminio, gli acciai sono più facilmente saldabili con metodi tradizionali che peraltro sono ampiamente collaudati; tuttavia, la FSW presenta vantaggi che ne stimolano l'interesse. Va considerato che i picchi di temperatura raggiunti durante la saldatura di acciai sono dell'ordine di 1100-1200 °C, quindi gli utensili sono molto più stressati rispetto alle lavorazioni su alluminio che ha anche una resistenza a snervamento più bassa. Riguardo all'evoluzione della microstruttura, questa dipende soprattutto dalla composizione della lega. Negli acciai austenitici come l'AISI 304L e il 316L si osserva una parziale ricristallizzazione nella zona termo-meccanicamente alterata mentre all'interno del nugget la ricristallizzazione dei grani è equiassica e la loro dimensione è notevolmente inferiore a quelli di partenza. [13]

3.6 vantaggi e svantaggi in generale

nella seguente sezione si fa un sunto dei vantaggi e svantaggi della FSW rispetto alle tradizionali tecnologie. [13] [14]

- La giuntura ottenuta è di ottima qualità, ha ridotte tensioni residue, meno distorsioni dimensionali
- Permette di saldare leghe altrimenti non saldabili
- Il processo è completamente automatizzato, non ha bisogno di particolari preparazioni e garantisce una buona ripetibilità
- Non portando il materiale a fusione, non si emettono gas nocivi o scintille e la zona termicamente alterata è più piccola, si riduce il rischio di sensibilizzazione degli acciai inossidabili
- Lo spreco di materiale è ridotto poiché le lavorazioni successive sono semplificate o assenti
- Costi energetici notevolmente inferiori
- La giuntura ottenuta non è simmetrica e presenta un foro nel punto in cui l'utensile esce dal materiale
- I componenti da unire vanno assicurati saldamente ad una struttura in grado di tenerli fermi durante il processo

4. METODOLOGIE SPERIMENTALI

4.1 Prova di creep

4.1.1 I provini di creep

Le prove di creep dello studio sono state effettuate su campioni identici, realizzati saldando testa a testa due lamiere tramite friction stir welding. Il provino visibile in figura 10 è stato ricavato tagliando trasversalmente la giuntura della lamiera ottenendo campioni a forma di osso di sezione 3x3 mm e lunghezza utile di 25 mm. Il materiale delle lamiere è l'acciaio AISI 316 in versione "low carbon", la cui composizione, in accordo con la norma UNI 6900 è: <0,03% C, <1,0% Si, <2,0% Mn, <0,045% P, <0,030% S, <0,11% N, 16,5-18,5% Cr, 10-13% Ni e 2,0-2,5% Mo.



Figura 10. Provino testato a creep

4.1.2 Macchinario e procedura

Il macchinario presente nei laboratori dell'università di Ancona, visibile in figura 11, consiste in una leva impernata a terra, dove da una parte si appendono i pesi, mentre dall'altra si fissa un'estremità del provino in tensione. L'altra estremità del provino è fissata a terra attraverso un meccanismo che la sposta in alto o in basso a seconda dell'inclinazione della leva. Durante il test il provino si allunga, la leva si inclina variando la geometria della struttura e di conseguenza la tensione di prova, il meccanismo provvede automaticamente a mantenere la leva in posizione orizzontale. Il peso da appendere è calcolato in base alla tensione da applicare al provino e ovviamente in base alla geometria del meccanismo. Attorno al provino un forno elettrico provvede a mantenere una temperatura costante che viene continuamente misurata attraverso delle termocoppie visibili in dettaglio in figura 11. La deformazione del campione



Figura 11. A destra, il macchinario per la prova di creep, i cilindri grigi sono forni elettrici. A sinistra è visibile il provino negli afferraggi, inoltre in dettaglio vengono evidenziate le termocoppie per la misurazione della temperatura.

viene misurata da un sensore LVDT fissato agli afferraggi del provino. Prima dell'inizio della prova il campione viene montato sul macchinario, si attiva il forno e lo si porta a temperatura. Una volta verificato che in condizioni stazionarie la temperatura è quella corretta si applica il carico e si avvia l'acquisizione dati, la prova termina alla rottura del provino.

4.2 Prove di durezza

4.2.1 Preparazione campione

Il campione analizzato è stato ottenuto dalla sezione longitudinale del provino sottoposto a creep a 650°C con tensione di prova di 225 MPa, permette di osservare l'evoluzione della microstruttura della saldatura e della zona strizionata. La rottura del provino è avvenuta in prossimità di uno degli afferraggi, sul metallo base, ciò permette di visualizzare l'intera zona



Figura 12. Sezione del tratto utile del provino inglobata nella resina. In particolare, nella foto proposta il campione è fissato al telaio di supporto del microdurometro.

interessata dalla giuntura. Il campione, visibile in figura 12, è stato inglobato a caldo in una resina acrilica-transottica, per poterlo maneggiare durante le operazioni successive. La superficie da analizzare è stata appianata e lucidata a specchio a più passaggi, partendo da carte abrasive con granulometria 600 fino ad arrivare alla più fine grana 4500. Per la lucidatura finale è stato utilizzato un panno apposito abbinato ad una pasta con particelle di diamante di granulometria $30 \ \mu$ m. Per mettere in risalto la microstruttura è stato effettuato un attacco chimico con lo scopo di corrodere selettivamente i bordi di grano per poterli visualizzare al microscopio. L'attacco è stato effettuato con una miscela di 10 ml di acido nitrico, 10 ml di acido acetico e 15 ml di acido cloridrico.

4.2.2 Prova di microdurezza

La prova di durezza va a misurare la resistenza che un materiale oppone alla deformazione plastica della sua superficie. Questo tipo di prova è utile per valutare in modo semplice e veloce le caratteristiche meccaniche di un componente, può essere svolta in vari modi a seconda delle circostanze. In generale si avvale di un penetratore indeformabile di forma nota che viene premuto sulla superficie con una certa forza, la misura di durezza si ottiene osservando l'area dell'impronta o la sua profondità. Per l'analisi del provino è stata effettuata una prova di microdurezza, a differenza delle normali prove di durezza quest'ultima permette di analizzare la durezza di piccole aree o anche singoli grani. Infatti, la forza impressa al penetratore è inferiore ai 1000 g e l'impronta va osservata al microscopio ottico. Il profilo di microdurezza è utile per valutare l'evoluzione della microstruttura del giunto. Nel caso in esame sono state effettuate svariate prove con penetratore di tipo Vickers lungo il tratto utile del campione, come visibile in figura 12. Per l'analisi è stato utilizzato un microdurometro automatico che ha applicato al penetratore un carico di 200 g per 10 s. [15]

5. RISULTATI SPERIMENTALI

5.1 Curve di creep

Di seguito oltre alle curve di creep ottenute nelle tre prove, vengono riportati i diagrammi tempo-velocità di deformazione e quelli deformazione-velocità di deformazione, entrambi in scala semi-logaritmica.





Figura 13. Diagramma tempo-deformazione.



Figura 14. Diagramma tempo-velocità di deformazione.



Figura 15. Diagramma deformazione-velocità di deformazione.

5.1.2 650°C, 250 Mpa



Figura 16. Diagramma tempo-deformazione.



Figura 17. Diagramma tempo-velocità di deformazione.



Figura 18. Diagramma deformazione-velocità di deformazione.

650°C, 275 MPa

5.1.3



Figura 19. Diagramma tempo-deformazione.



Figura 20. Diagramma tempo-velocità di deformazione.



Figura 21. Diagramma deformazione-velocità di deformazione.

5.2 Confronto fra le prove

Di seguito vengono riportati il grafico tempo- velocità di deformazione e quello deformazione-velocità di deformazione, in cui sono stati riportati i dati relativi alle tre prove.



Figura 22. Curve di confronto tempo-velocità di deformazione. In rosso la prova a 275 MPa, in giallo la prova a 250 MPa e in verde la prova a 225 MPa.



Figura 23. Diagramma di confronto deformazione-velocità di deformazione. In rosso la prova a 275 MPa, in giallo la prova a 250 MPa e in verde la prova a 225 MPa.

Tanaiana (MDa)	Velocità minima di
Tensione (MPa)	deformazione (1/s)
225	2.07E-07
250	1E-06
275	4.47E-06

Tabella 1. Velocità minima di deformazione relativa alle tre prove.

Un ulteriore diagramma utile per il confronto tra prove è quello che mostra la dipendenza della velocità minima di deformazione e la tensione di prova. Il grafico in scala bilogaritmica in figura 24, evidenzia che i punti che rappresentano le prove effettuate a pari temperatura sono allineati e legati dalla legge:

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$$

Dove A è una costante che dipende dalla temperatura, n rappresenta la pendenza della retta interpolante i punti del diagramma $\sigma - \dot{\varepsilon}$ in scala logaritmica.

Dalla costruzione della retta isoterma si ottiene che il coefficiente n nel caso in studio risulta essere pari a 15.

Ora si procede a verificare i dati ottenuti con l'equazione di Monkman-Grant:

$$\dot{\varepsilon}t_r = B$$

Dove B è una costante.



Figura 24. Diagramma bilogaritmico tensione-velocità minima di deformazione. Sostituendo $\dot{\varepsilon}$ con l'equazione precedente si ottiene:

$$A\sigma^{n}t_{r} = B$$
$$t_{r} = \frac{B}{A}\sigma^{-n}$$

Graficando i dati del tempo a rottura e tensione di prova in scala logaritmica (figura 25), si osserva che i punti relativi alle tre prove sono interpolati da una retta di pendenza circa uguale a -n. [9]





5.3 Risultati prove di microdurezza

Lungo il tratto utile del provino sono state effettuate 59 prove di microdurezza Vickers 0.2, in figura 26 è visibile la mappa delle prove di durezza effettuate. In figura 27 vengono mostrati i risultati delle prove, il conteggio delle stesse parte dalla zona dove è avvenuta la rottura. Come già anticipato i test sono stati



Figura 26. Mappa prove di microdurezza.

effettuati con un penetratore di tipo Vickers con applicato un carico di 200 g per 10 secondi.

Osservando i risultati è evidente che la zona dove è avvenuta la strizione e la rottura è fortemente incrudita, mentre nel resto del giunto la microstruttura risulta abbastanza omogenea.



Figura 27. Risultati prove di microdurezza.

5.4 Metallografia post-creep

In questo paragrafo vengono riportare delle immagini acquisite al microscopio ottico a vari ingrandimenti, che evidenziano alcuni dettagli della microstruttura. In figura 28, le immagini mostrano la zona centrale del giunto FSW, in cui sono visibili geminati e delle bande di scorrimento con dei sottograni. In figura 29, l'immagine a) mostra l'estremità in cui è avvenuta la



Figura 28. Dettaglio della microstruttura.



Figura 29. Dettaglio della microstruttura.

rottura del campione in corrispondenza del metallo base, i grani sono fortemente allungati per via della severa deformazione. L'immagine b) mostra una parte della superficie del campione dove è avvenuta la saldatura, i grani allungati e inclinati sono dovuti alla lavorazione. Infine, in figura 30 vengono mostrate due immagini acquisite al confine fra la zona interessata dalla strizione e il resto del tratto utile, in particolare l'immagine a) è leggermente più lontana dalla strizione.





Figura 30. Dettaglio della microstruttura.

6. CONCLUSIONI

Gli acciai austenitici hanno tipicamente un buon comportamento a caldo oltre ad essere resistenti alla corrosione, mentre, il processo di saldatura tramite FSW è vantaggioso per i molteplici motivi precedentemente descritti. In particolare, permette di evitare eccessivi surriscaldamenti del materiale e in generale si ottiene un giunto con buone caratteristiche meccaniche. La ricerca ha la funzione di determinare il comportamento a caldo di questo tipo di giunti. Tramite le prove di creep e l'elaborazione dati è stato possibile ricavare i principali parametri che caratterizzano il comportamento a caldo del materiale. Le prove di microdurezza e l'analisi microstrutturale del provino studiato, hanno evidenziato che la strizione e la successiva rottura sono avvenute sul metallo base, al di fuori dell'area interessata dalla giuntura. In generale il giunto ottenuto tramite FSW ha una microstruttura omogenea, e buona resistenza a creep, migliore del metallo base.

Bibliografia

- P. Pedeferri, «Corrosione e protezione dei materiali,» Polipress, 2005, pp. 7-15.
- [2] H. M. Cobb, «History of stainless steel,» ASM International, 2010, pp. 1 4.
- [3] T. Bellezze, appunti del corso di "corrosione e protezione dei materiali", 2023.
- [4] P. Pedeferri, «Corrosione e protezione dei materiali,» Polipress, 2005, pp. 89-98.
- [5] R. V. Valentina Colla, «Elementi di scienza e tecnologia dei materiali per l'ingegnieria,» Tipografia Editrice Pisana, 2021, pp. 197-200.
- [6] J. H. William F. Smith, «Scienza e tecnologia dei materiali,» McGraw-Education, 2021, pp. 294-299.
- [7] P. Pedeferri, «corrosione e protezione dei materiali,» Polipress, 2005, pp. 273-279.
- [8] T. G. Langdon, «Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades,» *Journal of Materials Science*, vol. 41, pp. 597-609, 2006.
- [9] S. Spigarelli, Appunti del Corso di Materiali Metallici, 2001/2002.
- [10] R. V. Valentina Colla, «Elementi di scienza e tecnologia dei materiali strutturali per l'ingegnieria,» Tipografia Editrice Pisana, 2021, pp. 235-239.
- [11] W. D. C. Jr., «Scienza e Ingegneria dei materiali,» Edises, 2019, pp. 226-230.
- [12] L. S. Langston, «Each blade a single crystal,» *American Scientist*, vol. 103, n. 1, p. 30, gennaio-febbraio 2015.

- [13] Z. M. R.S. Mishra, «Friction stir welding and processing,» Material Science and Engineering, pp. 1-78, 31 08 2005.
- [14] L. A. S. J. M. G. C. Gambaro, «Friction Stir Welding,» Aracne editrice, 2009, pp. 1-18.
- [15] C. C. William D. Callister Jr., in *scienza e ingegnieria dei materiali*, Edises, pp. 135-140.