



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE
FACOLTÀ DI INGEGNERIA

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Meccanica

Analisi della risposta a creep del Titanio puro a 600°C

Analysis of the creep behaviour of pure Titanium at 600°C

Relatore: Prof.
Stefano Spigarelli

Tesi di Laurea di:
Mohamed Charkout

A.A. 2023/2024

Ringraziamenti

Desidero ringraziare il Professor Stefano Spigarelli, relatore di questa tesi, per la disponibilità mostrata durante il periodo di stesura del presente elaborato ed il precedente percorso di tirocinio curriculare.

Ringrazio il Dottor Alberto Santoni e Gabriele Grima per la loro disponibilità, supporto e il prezioso aiuto datomi durante la parte sperimentale in laboratorio.

La professionalità e serietà di tutti i soggetti coinvolti in questo studio, è stato un esempio non solo professionale ma anche umano da cui trarre ispirazione per il futuro e ispirare le nuove generazioni.

Ringrazio la mia famiglia per essermi stati vicini, supportandomi anche quando sembrava tutto perduto ricordandomi che chi continua a imparare non perde mai.

Ringrazio i miei amici, quelli storici e quelli incontrati in questo percorso accademico; se sono riuscito a raggiungere questo traguardo il merito è anche vostro, dei consigli, delle risate e delle esperienze vissute insieme fino ad oggi mi hanno reso la persona che sono oggi.

Ancona, luglio 2024

Mohamed Charkout

Sommario

Il creep è una deformazione permanente che aumenta nel tempo quando un materiale è sottoposto a carico costante in condizioni di elevata temperatura.

Le cause del creep sono individuate nella diffusione delle vacanze, tipico difetto della microstruttura, generando fenomeni diffusivi all'interno del reticolo cristallino del materiale sottoposto alla prova.

La seguente trattazione riguarda l'analisi della risposta a creep di provini di titanio commercialmente puro grado 2 (cp-Ti grade 2).

L'elaborato introduce inizialmente i concetti del creep e presenta il materiale utilizzato, nella seconda parte vengono esposte le procedure sperimentali, inerenti alla prova di creep e alla prova di microdurezza, con i rispettivi risultati, concentrandosi sulla definizione delle velocità minime di deformazione e i valori di durezza di cui è stata fatta un'analisi.

INDICE

1	Il creep	7
1.1	Introduzione	7
1.2	La curva di creep	7
1.3	Velocità di creep nello stadio secondario.....	8
1.4	Il tempo a rottura.....	11
1.5	Approcci parametrici per ricavare la vita a rottura.....	11
1.6	Rottura per creep.....	12
2	Il titanio.....	14
2.1	Storia del titanio	14
2.2	Classificazione del titanio	14
2.3	Classi del titanio commercialmente puro	16
2.4	Il titanio commercialmente puro di grado 2	16
2.5	Applicazioni del titanio commercialmente puro	17
3	Materiale e procedure sperimentali	18
3.1	Campione analizzato	18
3.2	La prova di creep	18
3.2.1	Macchina di prova	19
3.3	Troncatura del campione	20
3.4	Inglobamento del campione.....	21
3.5	Lucidatura del campione.....	22
3.6	Prova di microdurezza	24
4	Risultati sperimentali e discussione.....	26
4.1	Curve di creep	26
4.2	Dipendenza della velocità minima di creep dalla tensione di prova	34
4.3	Prova di microdurezza	36
5	Conclusioni.....	39
6	Bibliografia.....	41

1 Il creep

1.1 Introduzione

Il creep, o più comunemente noto come scorrimento viscoso, corrisponde ad una deformazione di carattere permanente, che aumenta nel tempo, di un materiale sottoponendolo ad un carico costante e a temperature elevate [1].

Il creep è un fenomeno tipico di tutti i metalli e, affinché sia apprezzabile, la temperatura a cui è sottoposto il materiale deve essere superiore al 30-50% della temperatura di fusione [3].

La tabella 1.1 mostra i valori di temperatura inferiori al di sotto delle quali il fenomeno del creep diventa trascurabile.

Alluminio	$T < 0.54TF$
Titanio	$T < 0.30TF$
Acciai bassolegati	$T < 0.36TF$
Acciai inossidabili austenitici	$T < 0.49TF$
Superleghe	$T < 0.56TF$

Tabella 1.1 – Valori di temperatura al di sotto del quale il fenomeno del creep è irrilevante [6].

Il fenomeno del creep viene studiato effettuando prove a carico costante; tuttavia, questa prova non è totalmente accurata, in quanto, durante la prova, la tensione aumenta con la riduzione della sezione resistente del campione dovuta all'allungamento di quest'ultimo durante la prova.

Nonostante questo inconveniente i dati ottenuti sono utili in quanto è il carico a mantenersi costante e non la tensione [2].

1.2 La curva di creep

Da una prova di creep, fissando la temperatura e il carico, è possibile estrapolare, dai dati registrati, la curva che mostra l'andamento della deformazione in funzione del tempo.

Successivamente ad una deformazione iniziale istantanea ε_0 , la deformazione aumenta nel tempo fino alla rottura ε_R .

La deformazione totale raggiunta durante una prova di creep può essere ritrovata con la seguente espressione:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon(\sigma, T, t) \quad (1.1)$$

Nella curva di creep in generale si possono individuare tre diversi stadi:

- Stadio primario: la velocità di deformazione $\dot{\varepsilon} = \frac{\partial \varepsilon}{\partial t}$ diminuisce con il tempo, grazie alla moltiplicazione delle dislocazioni e, l'interazione tra loro rende difficile la deformazione e favorisce l'incrudimento.
- Stadio secondario: in questa fase la deformazione assume un valore costante $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{SS}$ e si ha il bilanciamento dei fenomeni di incrudimento e addolcimento. Questo tratto può ridursi ad un tratto di curva breve o ad un punto.

- Stadio terziario: la deformazione aumenta rapidamente portando a rottura il campione. Si manifestano fenomeni come la cavitazione, formazione di cricche e strizione. Questi danni sul campione aumentano la tensione effettiva a cui è sottoposto il provino, dovuto alla riduzione della sezione, che porta alla sua rottura.

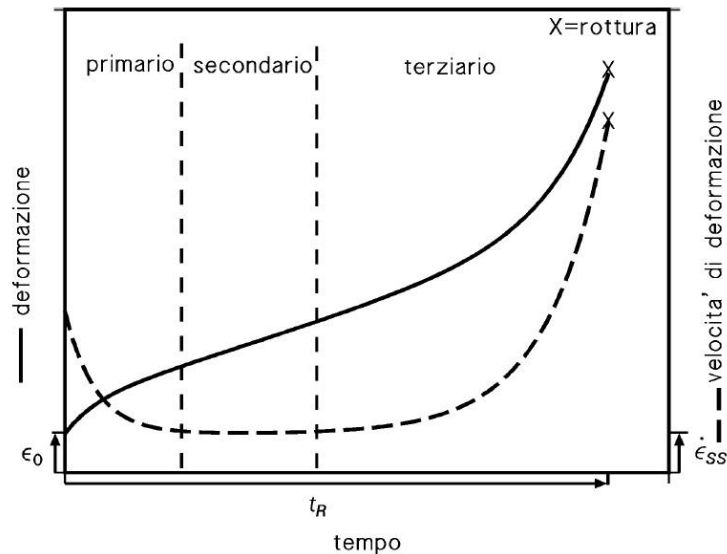


Figura 1.1 - Andamento tipico di una curva di creep [6].

La figura 1.1 presenta il comportamento tipico di una curva di creep che si individua nei metalli puri e nella maggioranza delle leghe; tuttavia, in alcuni casi il primario ed il secondario possono essere assenti oppure potrei avere un primario inverso dove la velocità di deformazione aumenta invece che diminuire.

Per rappresentare l'andamento della curva di creep si utilizza la seguente equazione, utilizzata per la sua semplicità:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_p \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{t_p}\right) \right] + \dot{\varepsilon}_{ss} t + \varepsilon_T \left[\exp\left(\frac{t}{t_T}\right) - 1 \right] \quad (1.2)$$

dove:

- ε_0 è la deformazione istantanea quando viene applicato il carico;
- ε_p e t_p sono parametri legati alla durata e l'ampiezza della deformazione primaria;
- $\dot{\varepsilon}_{ss}$ è il termine relativo al tratto secondario;
- ε_T e t_T sono termini relativi al tratto terziario.

I termini appena citati, globalmente, dipendono dalla tensione e dalla temperatura applicata durante la prova.

1.3 Velocità di creep nello stadio secondario

Nello studio di una curva di creep riconosco due parametri che calcolano la risposta a creep del materiale:

- Il tempo a rottura t_R , il parametro più semplice da ricavare e con utilità maggiore se la vita a rottura è il timore del progettista;
- La velocità di deformazione nello stadio secondario.

Determinare la velocità di deformazione, o velocità minima di deformazione se il secondario corrisponde ad un punto, è fondamentale per valutare, in modo approssimativo, la vita utile del componente se non ci si aspetta la sua rottura.

Lo stadio secondario di una curva di creep è analogo allo stadio stazionario di una curva tensione-deformazione ottenuta sottoponendo ad una prova a velocità di deformazione costante lo stesso materiale; ad una data temperatura ottengo valori costanti della sollecitazione. Confrontando una prova a carico costante ed una a sollecitazione costante, nel caso del creep, le differenze sono evidenti solo ad alte deformazioni compatibile con lo stadio terziario della curva di creep.

Basandosi su quanto espresso in precedenza, si può associare la velocità di deformazione (o quando assume valore minimo) alla tensione di prova:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = B\sigma^n \quad (1.3)$$

dove:

- B è un parametro che dipende dalla temperatura;
- n per i metalli puri è pari a 4-5.

È possibile determinare un grafico bi-logaritmico della velocità di deformazione $\dot{\epsilon}_{ss}$ in funzione della tensione di prova σ (figura 1.3) dal quale è possibile procurare diverse rette, ciascuna relativa ad una temperatura, di pendenza n .

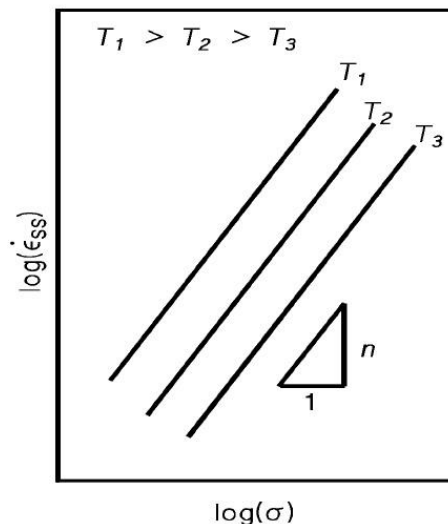


Figura 1.2 – Dipendenza della velocità di creep, nel tratto secondario, in funzione della tensione di prova [6].

Con carico costante, la variazione di temperatura genera notevoli cambiamenti alle diverse curve ottenute e quindi modifica anche la velocità di deformazione calcolata nel tratto secondario.

Posso definire la dipendenza della velocità di deformazione nel secondario dalla temperatura, conservando la sollecitazione costante, con la relazione:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = C \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.4)$$

Dove:

- C è una costante che dipende dal carico applicato;
- Q è l'energia di attivazione del creep;
- R è la costante universale dei gas;
- T è la temperatura assoluta.

Posso confrontare la relazione precedente con l'espressione che regola la dipendenza del coefficiente di diffusione D dalla temperatura, per via della loro somiglianza:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{Q_d}{RT}\right) \quad (1.5)$$

dove:

- D_0 è un coefficiente indipendente dalla temperatura;
- Q_d è l'energia di attivazione della diffusione;
- R è la costante universale dei gas;
- T è la temperatura assoluta.

Trattando i metalli puri, l'energia di attivazione Q è equiparabile all'energia di attivazione per autodiffusione Q_d confermando che i fenomeni autodiffusivi controllano la deformazione da creep [3].

Riportando in un grafico su scala logaritmica la velocità di deformazione in funzione dell'inverso della temperatura assoluta si ottiene una serie di rette, con pendenza $-Q/R$, ognuna relativa ad un valore della tensione di prova:

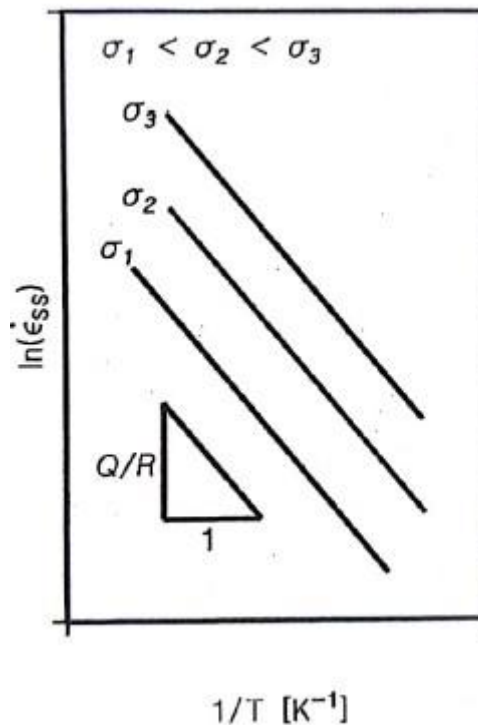


Figura 1.3 – Calcolo della velocità di attivazione [6].

Combinando l'equazione (1.3) e (1.4) è possibile ottenere la seguente relazione:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = A\sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.6)$$

dove n non dipende dalla temperatura e Q non dipende dalla tensione di prova, permettendo di rappresentare idealmente i metalli puri [3].

1.4 Il tempo a rottura

Da un punto di vista ingegneristico il tempo a rottura è considerato uno tra i parametri più rilevanti e può essere correlato alla velocità di deformazione:

$$\dot{\epsilon}_m t_R = C_R \quad (1.7)$$

che, legata con la relazione (1.6), diventa:

$$t_R = A_R \sigma^{-n} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.8)$$

dove $A_R = \frac{C_R}{A}$.

La relazione ricavata permette di estrapolare la vita a rottura di un componente in base alle condizioni operative, il problema fondamentale è che le temperature di esercizio non sono correlabili alle curve dei grafici impiegati per estrapolare i dati relativi al campione. Si rende necessario utilizzare metodi differenti per ottenere la vita a rottura di un campione chiamati approcci parametrici.

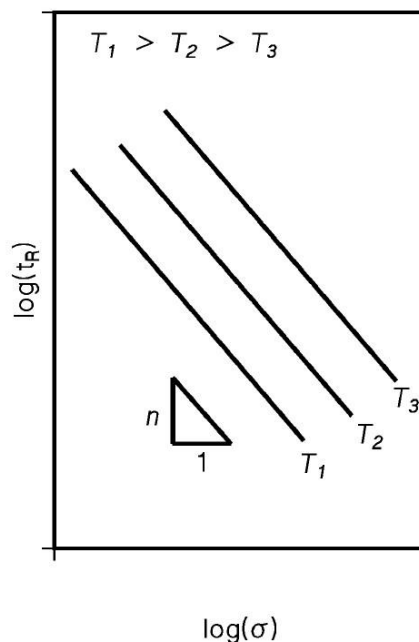


Figura 1.4 – Dipendenza del tempo a rottura dalle condizioni di prova, per un metallo puro. La pendenza delle curve è $-n$ [6].

1.5 Approcci parametrici per ricavare la vita a rottura

L'utilizzo di tre variabili, tempo, temperatura e tensione, richiederebbe l'utilizzo di grafici tridimensionali con conseguente complessità dei calcoli. Più facilmente si preferisce annettere in un parametro due delle variabili, permettendo di riportarle su un grafico bidimensionale in funzione del terzo.

L'approccio parametrico più adoperato è quello di Larson-Miller (LMP), dove il tempo a rottura è correlato alla temperatura e alla tensione, ottenendo la seguente relazione:

$$t_R = B_0 \exp\left(-\frac{Q(\sigma)}{RT}\right) \quad (1.9)$$

dove B_0 è una costante.

Operando il logaritmo ad entrambi i membri della relazione (1.9), ottengo:

$$\log t_R = \log B_0 + \frac{Q(\sigma)}{RT} \log(e) \quad (1.10)$$

dalla quale si conclude che:

$$LMP = \frac{Q(\sigma)}{2.3R} = T(C_{LM} + \log t_R) \quad (1.11)$$

Dove C_{LM} è una costante che per molti materiali viene assunta pari a 20.

La risposta ottenuta dall'approccio parametrico di Larson-Miller è una singola curva chiamata master curve dalla quale si può stabilire la vita a rottura alla temperatura di riferimento, stimando in precedenza la resistenza a creep.

1.6 Rottura per creep

La rottura per creep può essere attribuita a molteplici fenomeni e non da un singolo effetto. Il fenomeno della strizione produce una rottura del campione simile a quella che si verifica nei metalli duttili e tenaci a temperatura ambiente. In determinate condizioni, per effetto della cavitazione, si potrebbe incorrere alla riduzione della sezione interna del campione, la quale sollecita il processo di rottura.

È probabile incorrere in una, ulteriore, frattura di tipo intergranulare, all'estremo, senza la comparsa del fenomeno della strizione dovuto allo slittamento del bordo di grano.

Durante il creep, i grani scorrono l'uno sull'altro, causando una discreta deformazione che risulta insignificante rispetto alle deformazioni prodotte dai micromeccanismi descritti in precedenza. L'esito della sollecitazione di trazione permette lo slittamento dei grani uno rispetto all'altro con conseguente formazione di microcavità in corrispondenza del bordo di grano, perpendicolarmente al verso del carico.

L'aumento di queste microcavità può portare al nascere di cricche macroscopiche con consecutiva rottura di tipo intergranulare.

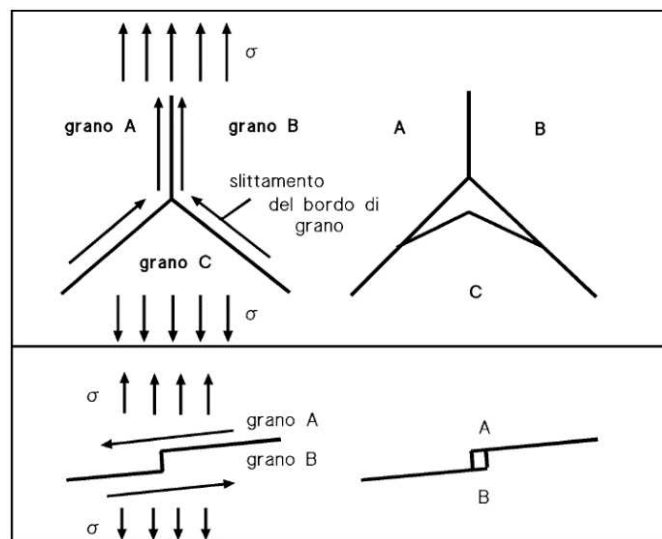


Figura 1.5 – Meccanismo di danneggiamento per effetto dello slittamento dei bordi di grano [6].

A seguito di quanto detto, è di facile intuizione che si presenta la necessità di verificare l'accumulo di danno durante tutto il processo considerando l'insorgersi di rotture improvvise senza che si sia presentato il fenomeno della strizione. Inizialmente si ha la formazione di cavità isolate, non complesse, le quali generano microcricche in corrispondenza dell'inizio dello stadio finale del creep [4].

Questo fenomeno può essere ovviato facilitando la presenza di precipitati sul confine di grano; tuttavia, poche particelle sul confine esercitano un'azione insignificante rispetto allo scorrimento; mentre un elevato numero di particelle sul confine potrebbero essere amplificatori del danno. L'ideale sarebbe facilitare la formazione di una catena semi-continua di particelle per ridurre i diversi effetti indesiderati [5].

2 Il titanio

2.1 Storia del titanio

La scoperta del titanio risale al 1790, grazie all'esploratore britannico William Gregor. Senza isolare il titanio, identificò il materiale come ilmenite, un minerale trovato nelle rocce a base di lava.

Nel 1795, il chimico Heinrich Klaproth riuscì ad isolarlo dai minerali di rutilo e dimostrò che si trattava della stessa sostanza identificata da W. Gregor e lo chiamò titanio. Il suo utilizzo risale però ad un periodo successivo. Apparve sul mercato dopo la Seconda guerra mondiale e fino ad allora veniva utilizzato solo nei laboratori [1].

Sebbene questo materiale abbia mostrato rapidamente un grande potenziale, inizialmente è stato limitato da problemi di lavorazione. La combinazione di un punto di fusione elevato (1660 °C) e di un'elevata reattività con l'ossigeno ha reso il processo di fusione più difficile e le alte temperature di taglio hanno aumentato l'usura.

È considerato il materiale da costruzione di riferimento nel settore aerospaziale grazie al suo eccellente rapporto resistenza/peso e alla resistenza alla corrosione. Grazie a queste proprietà, il titanio è ampiamente utilizzato in vari campi.



Figura 2.1 – Titanio metallico [8].

2.2 Classificazione del titanio

Il titanio commercialmente puro viene designato universalmente come cp-Ti grade "x", dove "x" indica la classe del materiale [7].

Le leghe di titanio si possono classificare in base a diversi standard data l'assenza di un sistema di classificazione universale.

Il metodo più pratico è analizzare la microstruttura del materiale, a temperatura ambiente, ed eseguire una classificazione in base alle fasi presenti al suo interno:

- leghe α , presentano una buona saldabilità mantenendo le caratteristiche meccaniche anche ad alte temperature di lavoro grazie allo spiccato contenuto di alluminio. L'unica complicazione che presentano queste leghe è non possono subire nessun trattamento termico;
- leghe β , suddivise in leghe β -metastabili e in β -stabili, nonostante garantiscano le migliori proprietà hanno una saldabilità limitata;
- leghe $\alpha+\beta$, presentano elevate caratteristiche meccaniche e sono le più utilizzate.

Esiste una classificazione più flessibile, scelta da alcuni editori, riconoscendo due gruppi aggiuntivi:

- leghe quasi- α , con struttura bifasica e discrete quantità di fase β ;
- leghe quasi- β .

Nella tabella 2.1 si può notare come il titanio commercialmente puro sia stato inserito all'interno del gruppo delle leghe α [7].

Nome Comune	Composizione (%)	β -Transus (°C)
Leghe α e titanio commercialmente puro		
Grado 1	CP-Ti (0,2 Fe – 0,18 O)	890
Grado 2	CP-Ti (0,3 Fe – 0,25 O)	915
Grado 3	CP-Ti (0,3 Fe – 0,35 O)	920
Grado 4	CP-Ti (0,5 Fe – 0,40 O)	950
Grado 7	Ti-0,2Pd	915
Grado 12	Ti-0,3Mo-0,76Ni	880
Ti-5-2,5 / Grado 6	Ti-5Al-2,5Sn	1040
Ti-3-2,5 / Grado 9	Ti-3Al-2,5V	935
Leghe quasi α		
Ti-8-1-1	Ti-8Al-1V-1Mo	1040
IMI 685	Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si	1020
Ti-6-2-4-2	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si	995
IMI 834	Ti-5,8Al-4Sn-3,5Zr-0,5Mo-0,7Nb-0,35Si-0,06C	1045
Leghe $\alpha + \beta$		
Ti-6-4 (0.20 max O) / Grado 5	Ti-6Al-4V	995
Ti-6-4 ELI (0.13 max O) / Grado 23	Ti-6Al-4V	975
Ti-662	Ti-6Al-6V-2Sn	945
IMI 550	Ti-4Al-2Sn-4Mo-0,5Si	975
Ti-6-2-4-6	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	935
Leghe quasi β		
β -CEZ	Ti-5Al-2Sn-2Cr-4Mo-4Zr-1Fe	890
Ti-5553	Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr	855 - 870
TMMA	Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn	-
Ti-10-2-3	Ti-10V-2Fe-3Al	790 - 805
-	Ti-35Nb-5Ta-7Zr	-
Leghe β		
-	Ti-29Nb-13Ta-4,6Zr	-
-	Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn	750 - 770
Beta 21S	Ti-15Mo-3Al-3Nb-0,2Si	795 - 805
Beta C	Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	715- 740
-	Ti-12Mo-6Zr-2Fe	-
B120 VCA	Ti-13V-11Cr-3Al	650
Alloy C	Ti-35V-15Cr	-

Tabella 2.1 – Elenco delle principali tipologie di titanio commercialmente puro e delle leghe di titanio di interesse industriale raggruppate per famiglia [7].

2.3 Classi del titanio commercialmente puro

In base alla composizione chimica, il titanio commercialmente puro viene diviso in quattro gradi:

- **Titanio di grado 1** (cp-Ti grade 1): è il più duttile e formabile tra tutte le leghe di titanio, con elevata resistenza a corrosione e tenacità [7].
- **Titanio di grado 2** (cp-Ti grade 2): ha una buona saldabilità, resistenza meccanica, duttilità e formabilità condividendo tutte le qualità del cp-Ti grade 1 [7].
- **Titanio di grado 3** (cp-Ti grade 3): è il miglioramento del cp-Ti grade 2 con maggiore resistenza meccanica [7].
- **Titanio di grado 4** (cp-Ti grade 4): ha una buona formabilità e saldabilità, nonostante abbia valori di resistenza meccanica superiori rispetto ai precedenti [7].

Composition (wt%)	Grade 1	Grade 2	Grade 3	Grade 4
O	≤0.18	≤0.25	≤0.35	≤0.5
Fe	≤0.2	≤0.3	≤0.3	≤0.5
H	≤0.015	≤0.015	≤0.015	≤0.015
N	≤0.03	≤0.03	≤0.05	≤0.05
C	≤0.1	≤0.1	≤0.1	≤0.1
Ti	≥99.5	≥99.2	≥99.1	≥99

Tabella 2.2 – Classificazione del titanio commercialmente puro [9].

2.4 Il titanio commercialmente puro di grado 2

Il materiale sotto esame è il titanio commercialmente puro di grado 2 (cp-Ti grade 2).

Il titanio commercialmente puro è identificato in quattro gradi: a seconda della resistenza allo snervamento e alla composizione chimica. Il titanio commercialmente puro di grado 2 presenta una resistenza allo snervamento all'incirca di 275 Mpa, posizionandosi tra il titanio commercialmente puro di grado 1 e grado 3, ottima duttilità e formabilità con buona attitudine alla saldabilità.

Viene impiegato dove la resistenza alla corrosione e la formabilità sono di notevole interesse impiegando valori moderati di resistenza allo snervamento.

È impiegato nell'industria marina e chimica (condensatori ed evaporatori, recipienti per prodotti chimici, ...), nell'industria galvanica e per differenti applicazioni mediche. Sono state documentate anche applicazioni nell'industria aerospaziale come rivestimento di aree "calde" [11].

Il materiale si presenta con la seguente composizione chimica:

Tabella 2.3 – Composizione chimica cp-Ti grade 2 [12]

C	Ti	Fe	N	H	O	Others
0.08%	<i>balance</i>	0.30%	0.03%	0.015%	0.250%	0.40%

Il titanio commercialmente puro di grado 2, a contatto con l'ambiente, reagisce con l'ossigeno, formando uno strato di ossido continuo e aderente con la particolarità di potersi riformare, se danneggiato, fino a che è presente ossigeno nell'ambiente circostante. Questo particolare qualità viene impiegata per stabilire la resistenza a corrosione del cp-Ti grade 2, tenendo conto che il materiale è sensibile alla corrosione in ambienti fortemente acidi [11].

2.5 Applicazioni del titanio

Nella durata degli anni il titanio e le sue leghe sono diventati abbordabili tanto che il titanio commercialmente puro ha visto diminuire il proprio prezzo del 30%.

Insieme alle sue caratteristiche fisiche e chimiche lo rendono il metallo alla base per usi civili e militari. I settori di uso primari in cui viene impiegato sono:

- aerospaziale;
- industriale;
- militare;
- medico.

L'abbattimento dei costi di produzione del titanio permetterà, in futuro, l'inclusione e aggiunta di nuovi campi di utilizzo [10].



Figura 2.2 – Telaio in titanio di una bici da corsa.

3 Materiale e procedure sperimentali

3.1 Campione analizzato

Il campione si presenta nel seguente modo:

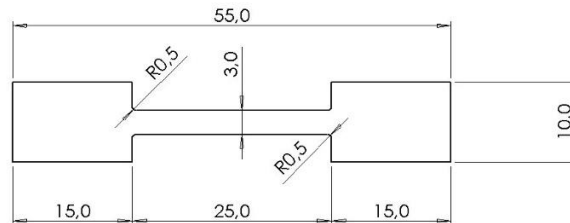


Figura 3.1 – Quotatura del campione.

3.2 La prova di creep

Nella presente trattazione sono stati analizzati sei campioni a carico costante subendo un riscaldamento a 600°C:

Provino	σ (MPa)
600_10	10
600_15	15
600_40	40
600_41	41
600_60	60
600_70	70

Tabella 3.1 – Sigle dei campioni e relativi parametri di prova.

I campioni vengono inseriti all'interno della macchina di creep:



Figura 3.2 – Posizionamento del campione all'interno della macchina di creep.

Una volta posizionato il campione all'interno della macchina di creep si procede con la chiusura di quest'ultima rimettendo il forno a muffola nella posizione iniziale. Si prosegue applicando il carico relativo ad ogni campione preso in esame.



Figura 3.3 – Macchina di creep chiusa.

La temperatura all'interno del forno, che circonda il campione, viene monitorata attraverso delle termocoppie, mentre l'allungamento del campione nel corso della prova viene monitorato attraverso dei sensori LVDT.

La prova termina con la rottura del campione o altrimenti quando si è raggiunto lo stadio terziario del creep.

Una volta terminata la prova di creep si procede alla troncatura del campione per poter effettuare ulteriori lavorazioni e analisi.

3.2.1 Macchina di prova

La macchina per la prova di creep deve possedere determinate caratteristiche per garantire il corretto svolgimento del test:

- mantenimento del carico applicato sul campione per estesi periodi di prova;
- presenza di un forno per il riscaldamento e il mantenimento della temperatura durante l'esecuzione della prova;
- presenza di sensori per monitorare le variazioni di temperatura durante l'esecuzione della prova;
- presenza di sensori per monitorare l'allungamento del campione durante l'esecuzione della prova.

La macchina di prova, utilizzata per questo lavoro di tesi, prevede l'applicazione del carico tramite pesi, onde evitare sbalzi di corrente che andrebbero a contaminare il risultato della prova. Quando viene applicato il carico questo rimane costante e non modificabile per fenomeni di causa esterna.

3.3 Troncatura del campione

Una volta completata la prova si procede alla troncatura del campione per permetterne la lavorazione.



Figura 3.4 – Mola da taglio per la troncatura dei campioni.

Nella prova attuale sono stati effettuati due tagli da cui ricavare un campione che comprende la testa e il tratto utile.

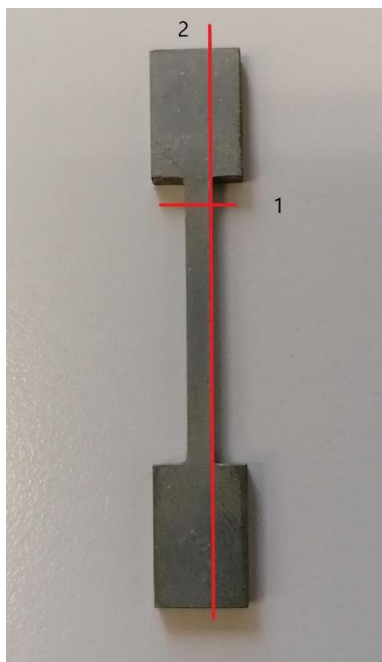


Figura 3.5 – Tagli eseguiti sul campione.

3.4 Inglobamento del campione

Una volta finito il processo di troncatura si ottiene un campione come mostrato in figura 3.6.

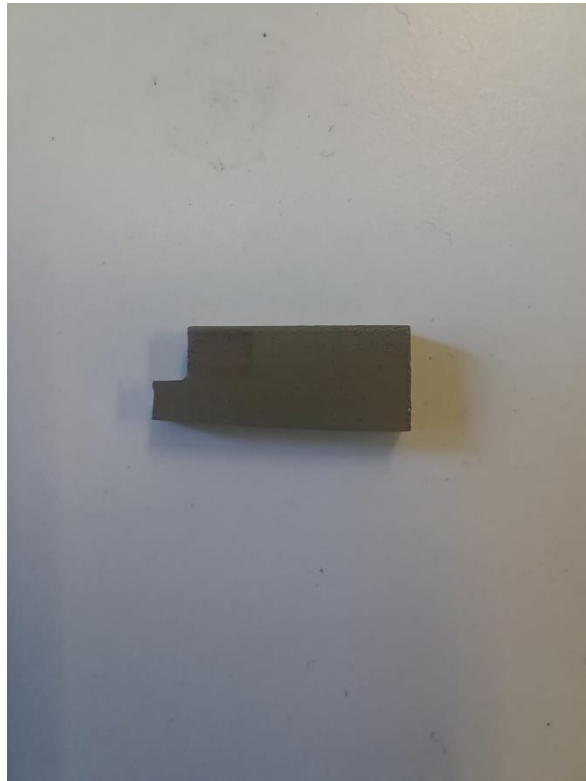


Figura 3.6 – Campione dopo la troncatura.

Si procede successivamente alla fase di inglobatura utilizzando l'inglobatrice a caldo.



Figura 3.7 – Inglobatrice a caldo.

Una volta inserito il campione si procede a coprirlo utilizzando resina trasparente in polvere e a chiudere la macchina. Mediante comandi appositi viene applicato un carico di 25 kN ad una temperatura di 150°C. Completato il processo di riscaldamento e successivo raffreddamento si procede all'estrazione del campione inglobato.



Figura 3.8 – Campione inglobato.

3.5 Lucidatura del campione

Per poter effettuare la prova di microdurezza Vickers, richiedente una superficie esente da deformazioni e graffi, il campione deve subire un processo di lucidatura consistente nell'utilizzare un abrasivo più fine del precedente [13].



Figura 3.9 – Lucidatrice utilizzata per la lavorazione dei campioni.

La lucidatura consiste nell'utilizzare una carta abrasiva con una finezza indicata dalla grana, visibile nella parte posteriore della carta abrasiva [14].

Sono stati utilizzati dischi abrasivi, in ordine cronologico, con la seguente granulometria:

- P 1200;
- P 2000;
- P 4000.

Bisogna prestare attenzione all'orientazione del campione inglobato passando da una carta abrasiva alla successiva, ad ogni passaggio il campione viene ruotato di 90° per garantire la finitura superficiale desiderata.

Al termine dell'utilizzo delle carte abrasive si passa alla lucidatura finale utilizzando un panno abrasivo dove si è applicato, in precedenza, una pasta diamantata (composta da particelle di diamante di 1 μm e olio lubrificante per paste diamantate).



Figura 3.10 – Lucidatrice con panno abrasivo.

Finito il processo di lucidatura il campione è pronto per l'analisi di microdurezza.

3.6 Prova di microdurezza

L'esposizione di un campione alle alte temperature può modificare le proprietà meccaniche di quest'ultimo.

La durezza può essere definita, nel campo della metallurgia, come la resistenza che la superficie di un materiale oppone alla penetrazione di un corpo duro di forma e dimensioni prestabilite.

Gli apparecchi usati per misurare la durezza di un materiale vengono chiamati durometri, dove viene applicata una forza ad un penetratore che lascia sulla superficie del materiale un'impronta la quale profondità e forma determina la durezza con un numero: più è larga e profonda l'impronta minore sarà la durezza del materiale.

Ci sono diverse prove di durezza, quella utilizzata in questo studio è la prova Vickers che consiste in un penetratore di diamante di forma piramidale con un angolo al vertice di 136° .



Figura 3.11 – Macchina di prova per durezza Vickers.

Si prende il campione inglobato e lo si posiziona all'interno del vano presente nel supporto porta campioni e successivamente lo si posiziona all'interno del durometro.



Figura 3.12 – Supporto per campioni.

Una volta in posizione, si comincia a programmare la macchina per poter analizzare la parte di tratto utile e la testa del campione inglobato applicando una forza di $25gF$ per 10 secondi a impronta.

Una volta finito il processo si ottengono i valori di durezza HV, la misura delle due diagonali e la distanza dal bordo di ogni impronta.

La durezza HV è quantificata come:

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2} \quad (3.1)$$

dove F è il carico di prova e d è il valore della diagonale media dato che l'impronta lasciata sulla superficie non sempre è un quadrato esatto.

Le prove sono state eseguite utilizzando il durometro Qnes 60 A EVO, prodotto da QATM, presso il laboratorio di metallurgia dell'Università Politecnica delle Marche.

4 Risultati sperimentali e discussione

Nel seguente capitolo, vengono analizzati i dati ottenuti nelle varie operazioni svolte sui campioni di titanio, con relativo confronto con lo stesso campione analizzato in diverse condizioni.

4.1 Curve di creep

Le prove di creep esaminate in questo elaborato di tesi sono state svolte a diversi carichi ma con temperatura costante:

Provino	σ (MPa)
600_10	10
600_15	15
600_40	40
600_41	41
600_60	60
600_70	70

Tabella 4.1 – Definizione dei carichi per ogni campione analizzato.

Una volta posizionato il campione, in esame, all'interno della macchina di prova si monitora l'allungamento del campione nel tempo tramite dei sensori LVDT per tutta la durata della prova.

Essendo nota la lunghezza iniziale del campione si è applicata la relazione seguente per ricavare la deformazione vera:

$$\varepsilon = \ln \left(1 + \frac{\Delta L}{L_0} \right) \quad (4.1)$$

dove ΔL è l'allungamento registrato dalla macchina tramite i sensori.

Per determinare la velocità di deformazione si isola la curva di creep nel tratto secondario, dove si ha una condizione di stazionarietà, in quanto la velocità di deformazione è costante:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{SS} \quad (4.2)$$

Viene ripetuto il processo per ogni campione in esame e si graficano le varie prove di creep come illustrato di seguito.

- Campione 600_10

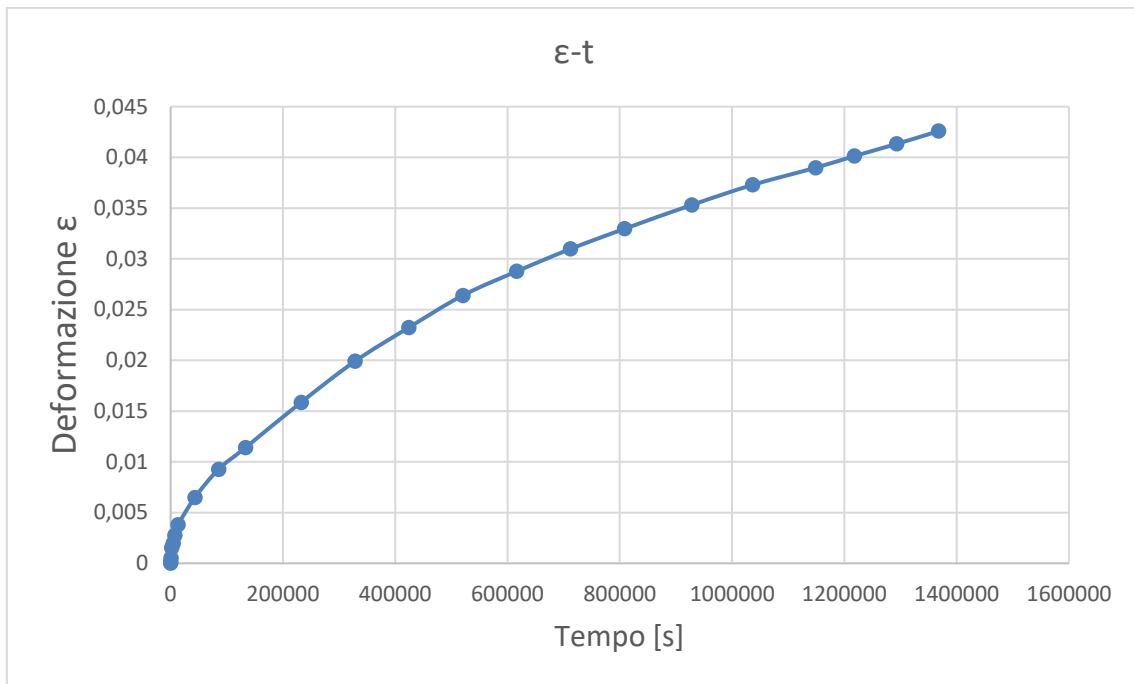


Figura 4.1 – Andamento della deformazione in funzione del tempo per il provino 600_10.

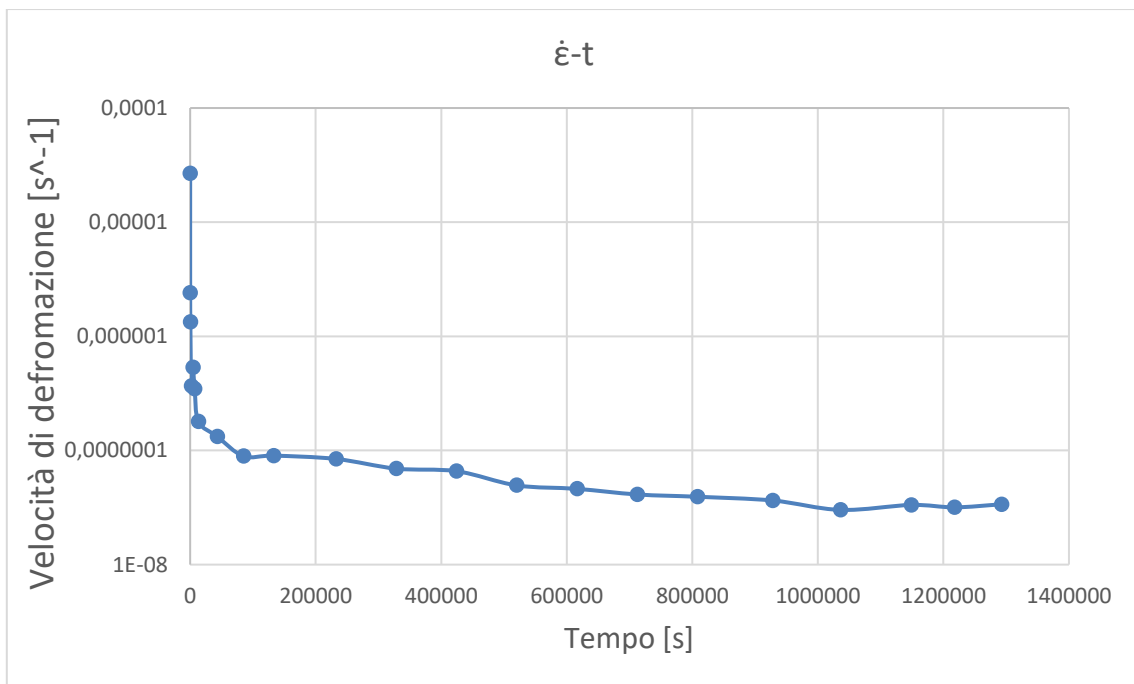


Figura 4.2 – Andamento della velocità di deformazione in funzione del tempo per il provino 600_10.

- Campione 600_15

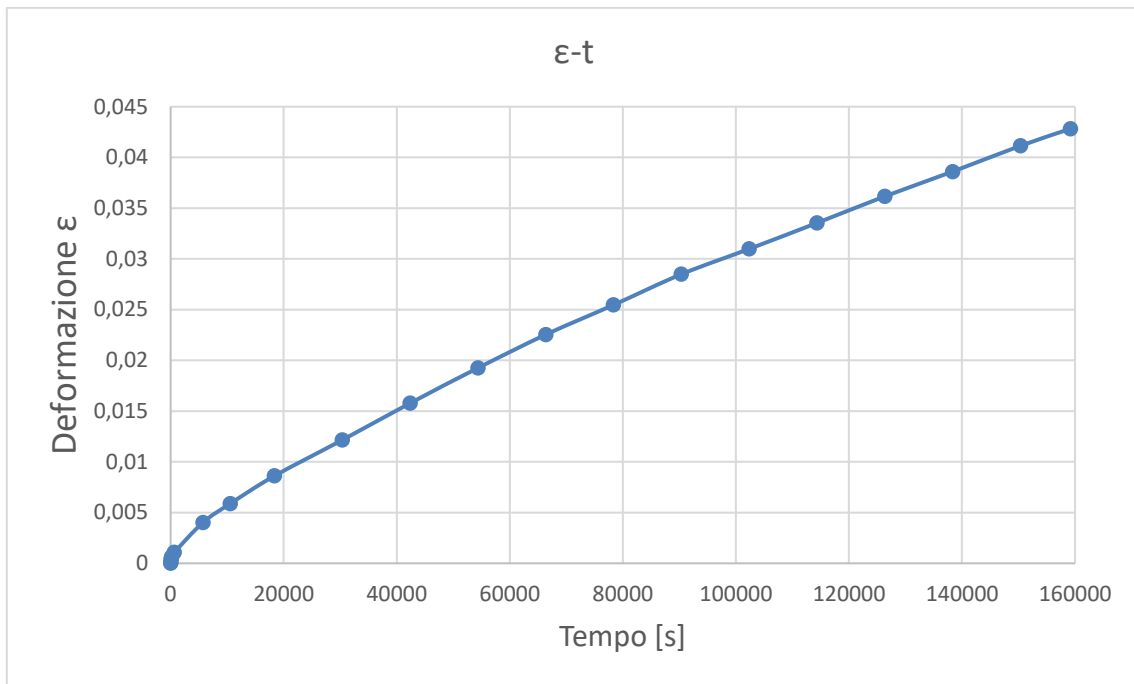


Figura 4.3 – Andamento della deformazione in funzione del tempo per il provino 600_15.

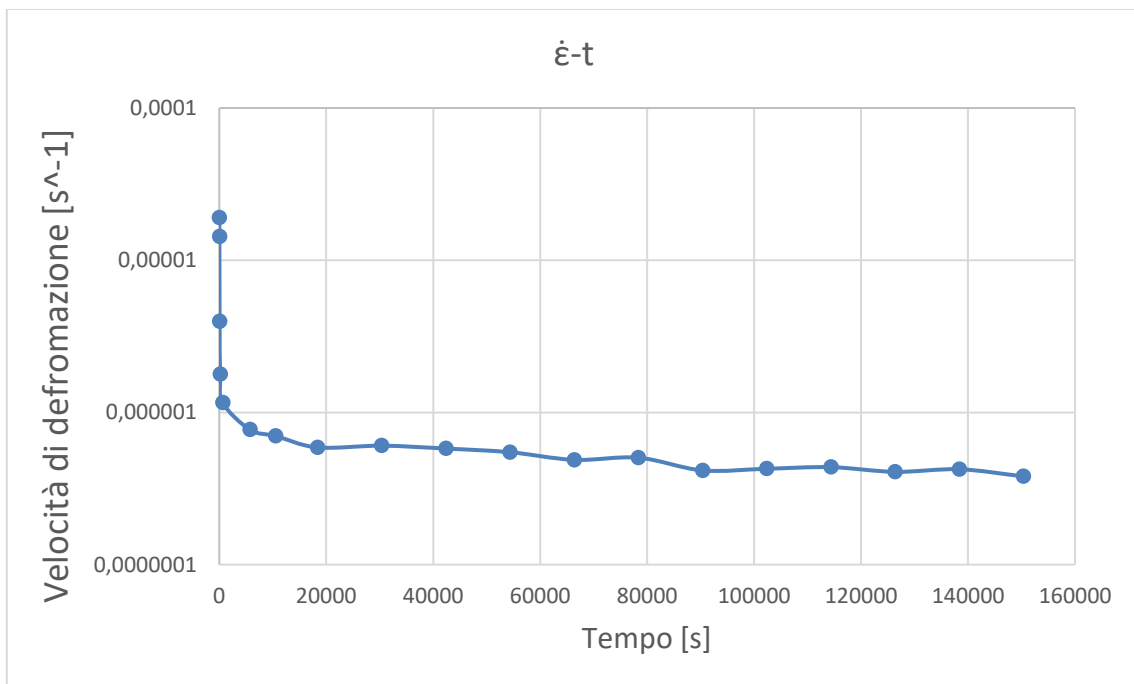


Figura 4.4 - Andamento della velocità di deformazione in funzione del tempo per il provino 600_15.

▪ Campione 600_40

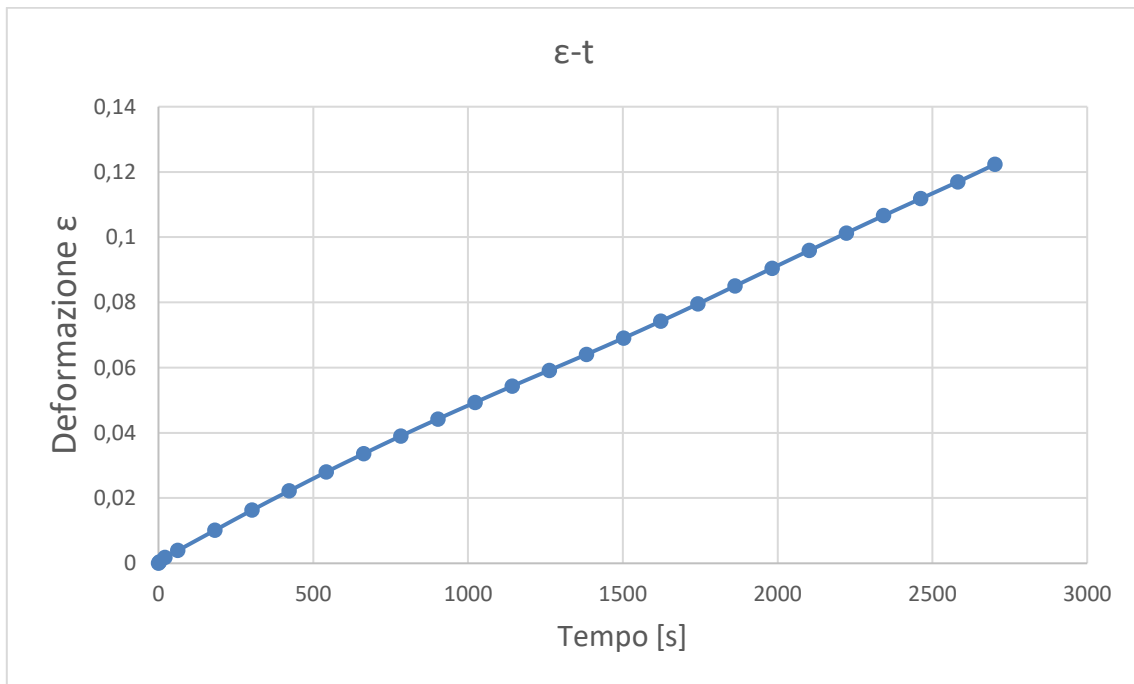


Figura 4.5 - Andamento della deformazione in funzione del tempo per il provino 600_40.

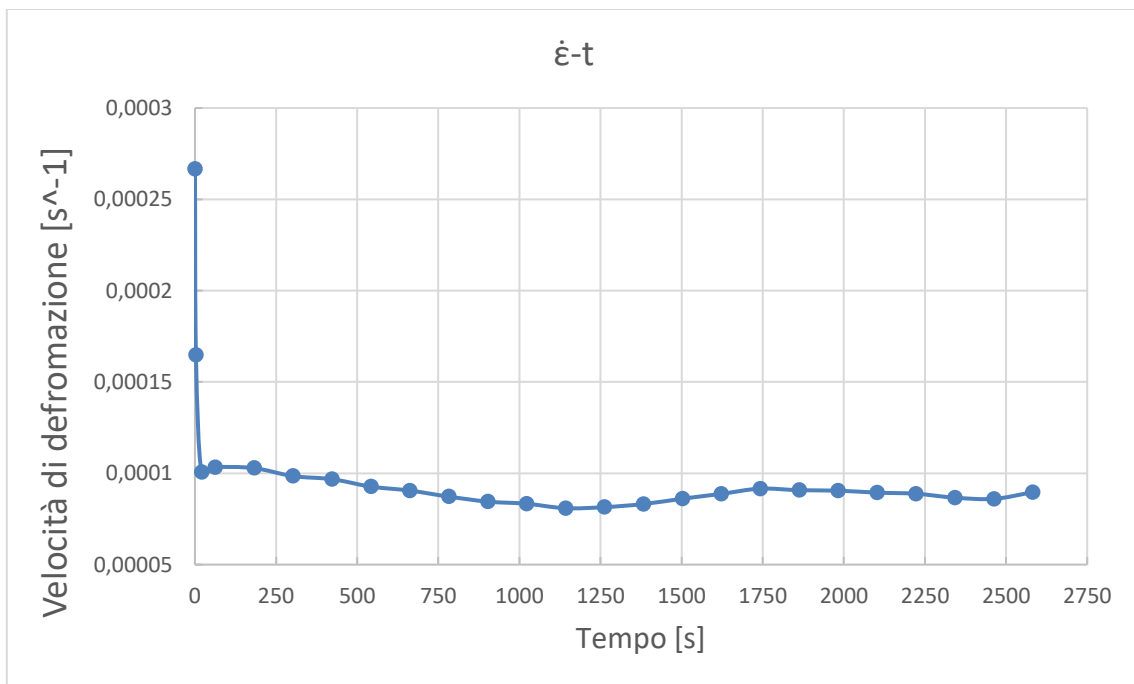


Figura 4.6 - Andamento della velocità di deformazione in funzione del tempo per il provino 600_40.

▪ Campione 600_41

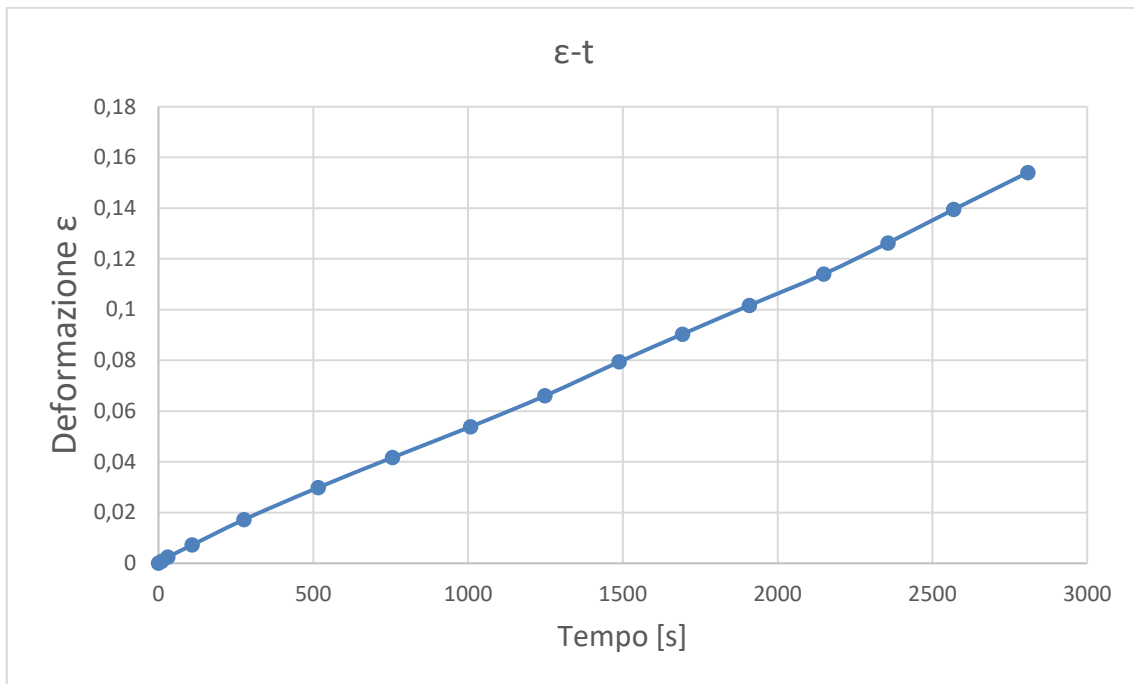


Figura 4.7 - Andamento della deformazione in funzione del tempo per il provino 600_41.

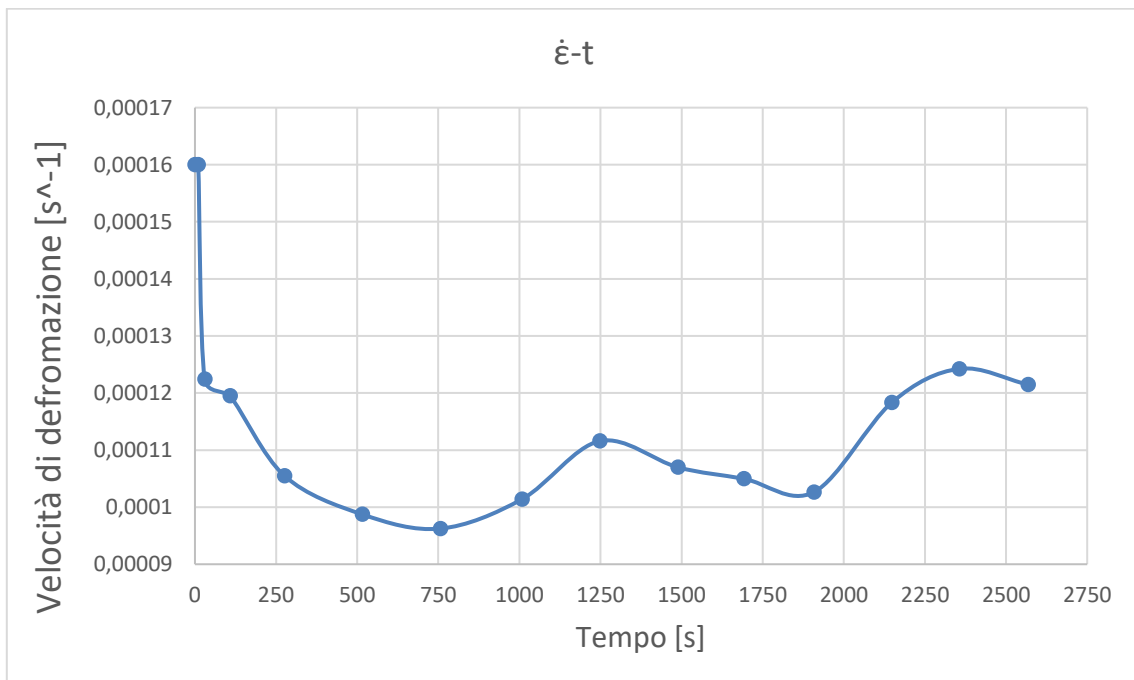


Figura 4.8 - Andamento della velocità di deformazione in funzione del tempo per il provino 600_41.

▪ Campione 600_60

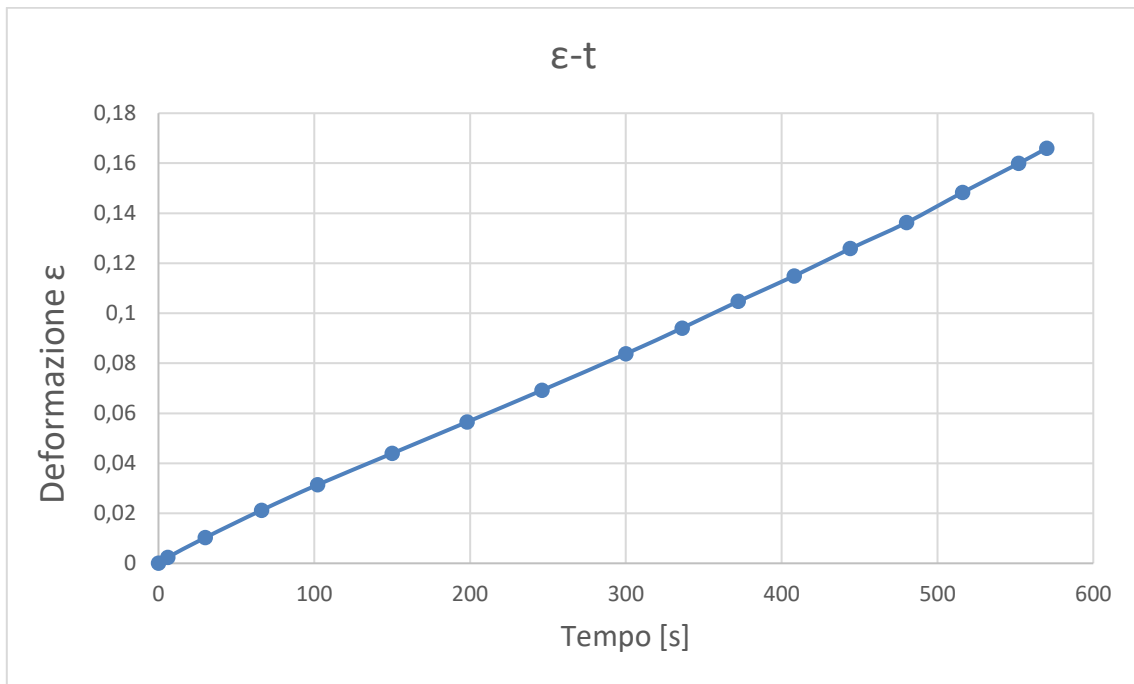


Figura 4.9 - Andamento della deformazione in funzione del tempo per il provino 600_60.

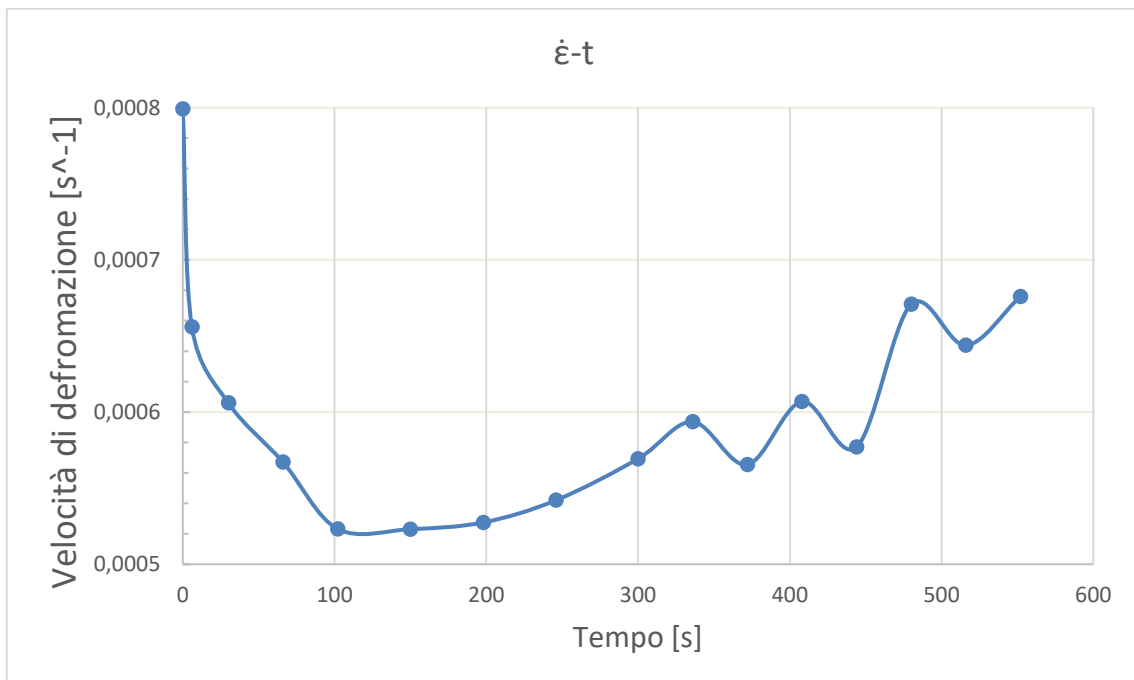


Figura 4.10 - Andamento della velocità di deformazione in funzione del tempo per il provino 600_60.

▪ Campione 600_70

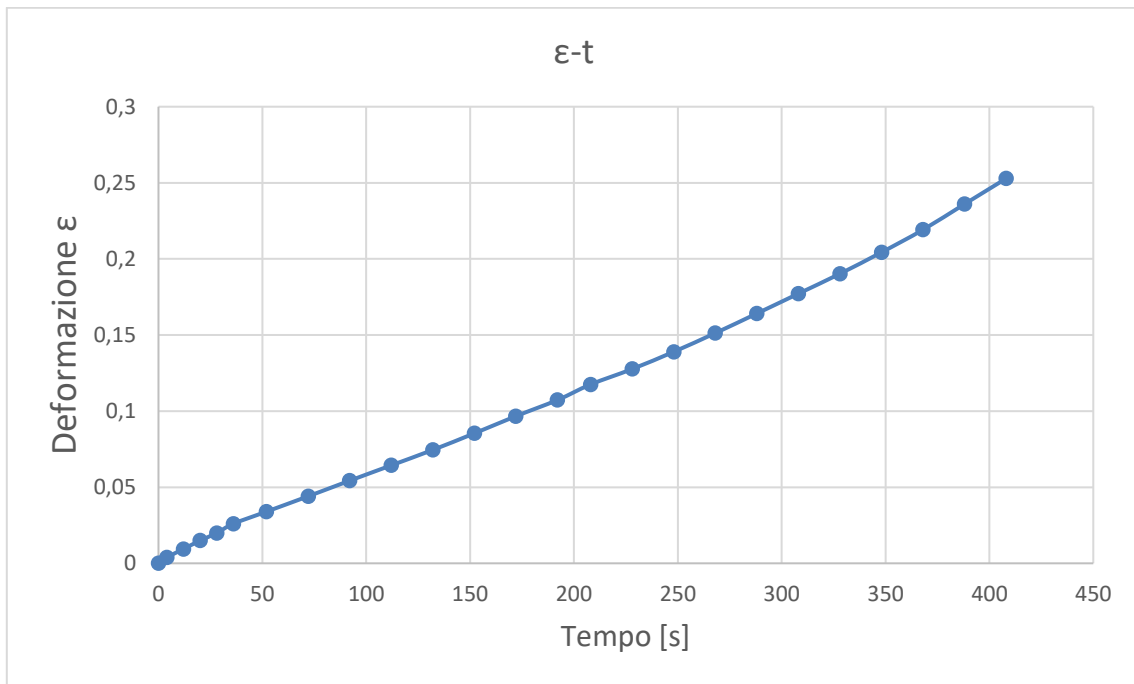


Figura 4.11 - Andamento della deformazione in funzione del tempo per il provino 600_70.

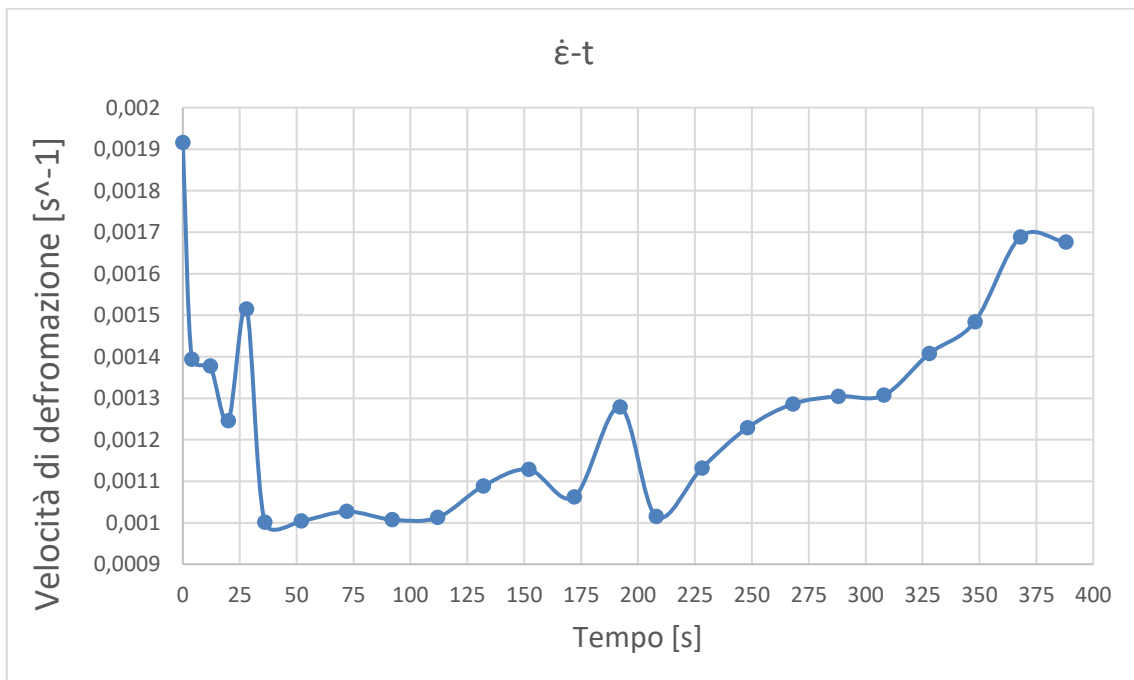


Figura 4.12 - Andamento della velocità di deformazione in funzione del tempo per il provino 600_70.

I grafici 4.1, 4.3, 4.5, 4.7, 4.9 e 4.11 rivelano i tipici andamenti delle curve di creep dove è possibile distinguere i tre stadi che caratterizzano la curva di creep (primario, secondario e terziario) evidente dalle pendenze di ogni grafico, mentre i grafici 4.2, 4.4, 4.6, 4.8, 4.10 e 4.12 presentano un andamento con una curva concava tipica per le velocità di deformazione dove i valori scendono fino ad un valore minimo per poi aumentare nuovamente.

4.2 Dipendenza della velocità minima di creep dalla tensione di prova

Successivamente vengono ricavate le minime velocità di deformazione da cui è possibile ricavare l'equazione caratteristica dello scorrimento viscoso, la *power law*.

In un grafico bi-logaritmico, vengono riportati nell'asse delle ascisse le tensioni a cui è stato sottoposto ogni campione mentre nell'asse delle ordinate le corrispondenti velocità di deformazione.

Provino	T (°C)	σ (MPa)	$\dot{\epsilon}$ min
600_10	600	10	3,0E-08
600_15	600	15	3,8E-07
600_40	600	40	8,1E-05
600_41	600	41	9,6E-05
600_60	600	60	5,4E-04
600_70	600	70	1,0E-03

Tabella 4.2 – Definizione della minima velocità di deformazione per ogni campione.

Così facendo si ottengono sei punti interpolati dalla retta di equazione:

$$y = 2 \times 10^{-13} x^{5,4} \quad (4.3)$$

individuando un esponente di sollecitazione n della *power law* pari a 5,4.

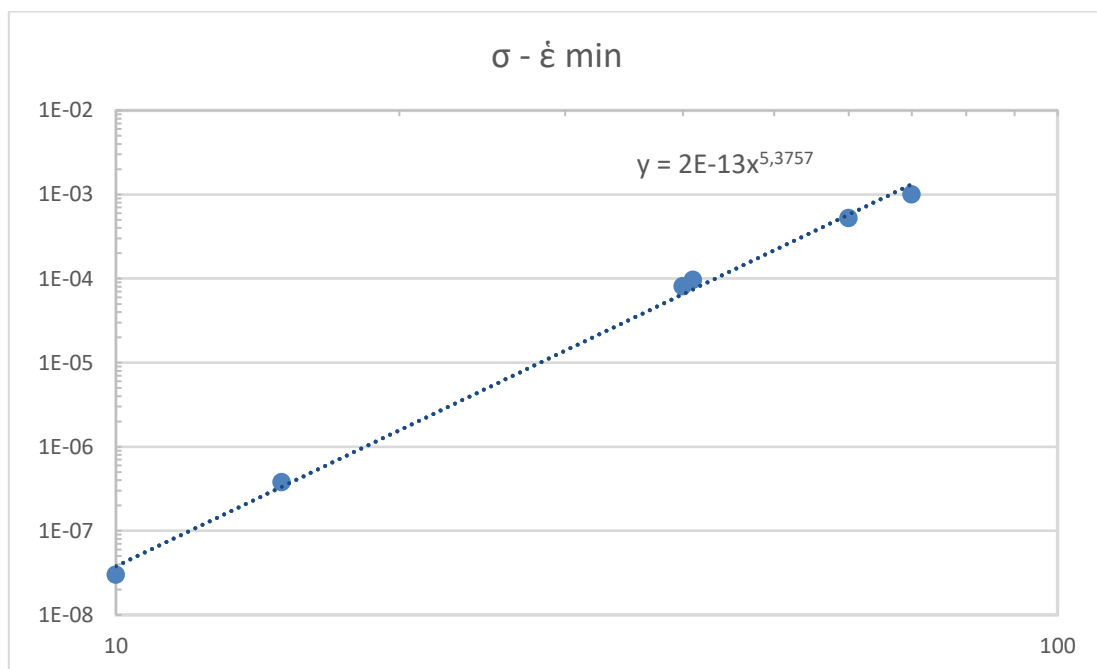


Figura 4.13 – Grafico della velocità di deformazione in funzione della tensione con equazione caratteristica della *power law*.

In figura 4.14 viene illustrato l'andamento della velocità di deformazione del titanio puro, in funzione del carico, a diverse temperature di esercizio.

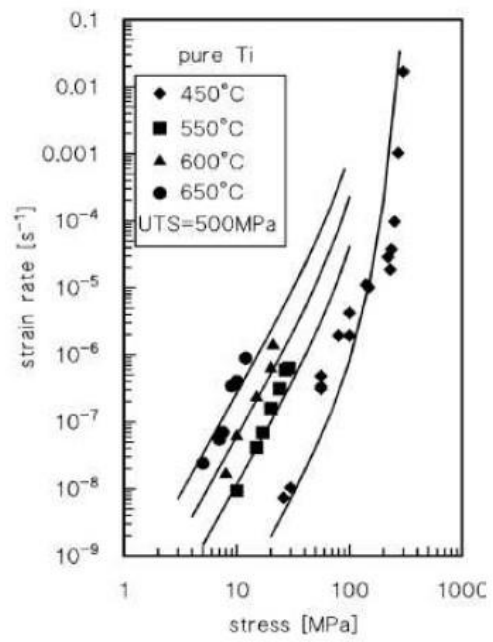


Figura 4.14 – Andamento della velocità di deformazione in funzione del carico per il titanio puro, a diverse temperature di esercizio.

4.3 Prova di microdurezza

Completata la prova di creep si procede allo studio della microdurezza tramite la prova Vickers. La prova viene svolta sul campione effettuando diverse acquisizioni in corrispondenza della testa e del tratto utile.

La prova di durezza è stata eseguita sul campione *600_10* che è stato sottoposto ad un carico di 10 MPa ad una temperatura di 600°C (vedi tabella 3.1).

Si acquisiscono i dati partendo dal bordo proseguendo al cuore della parte analizzata e si graficano i valori ottenuti di microdurezza e di distanza dalla superficie per poterne studiare l'andamento.

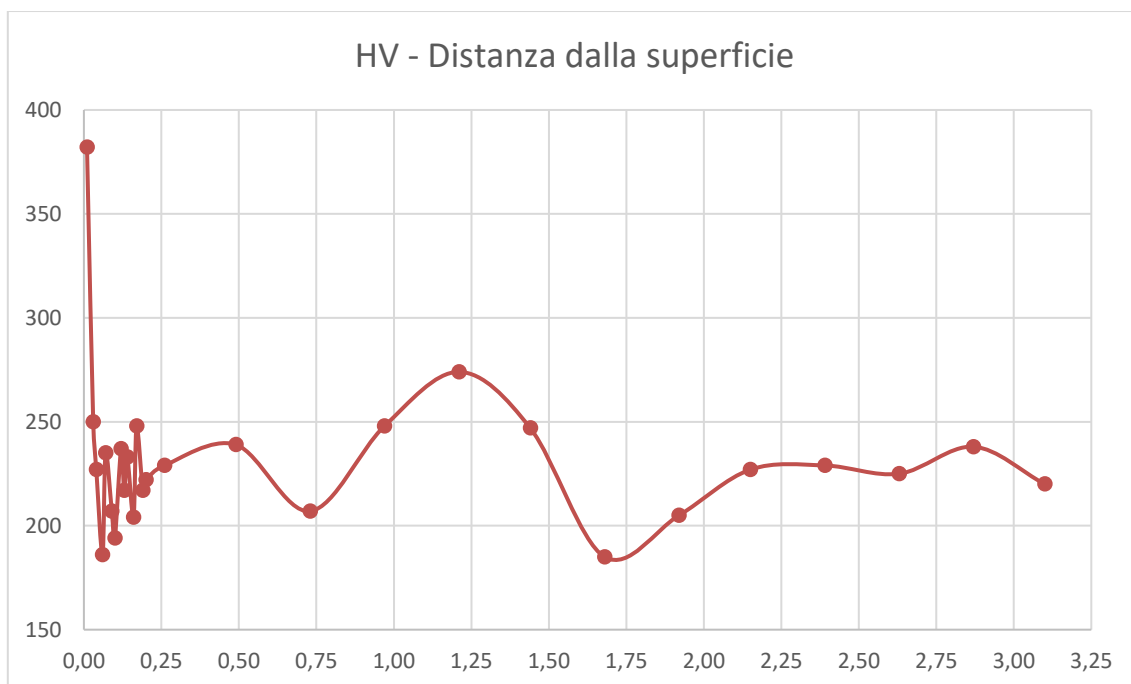


Figura 4.15 – Andamento della microdurezza del provino 600_10 nella testa.

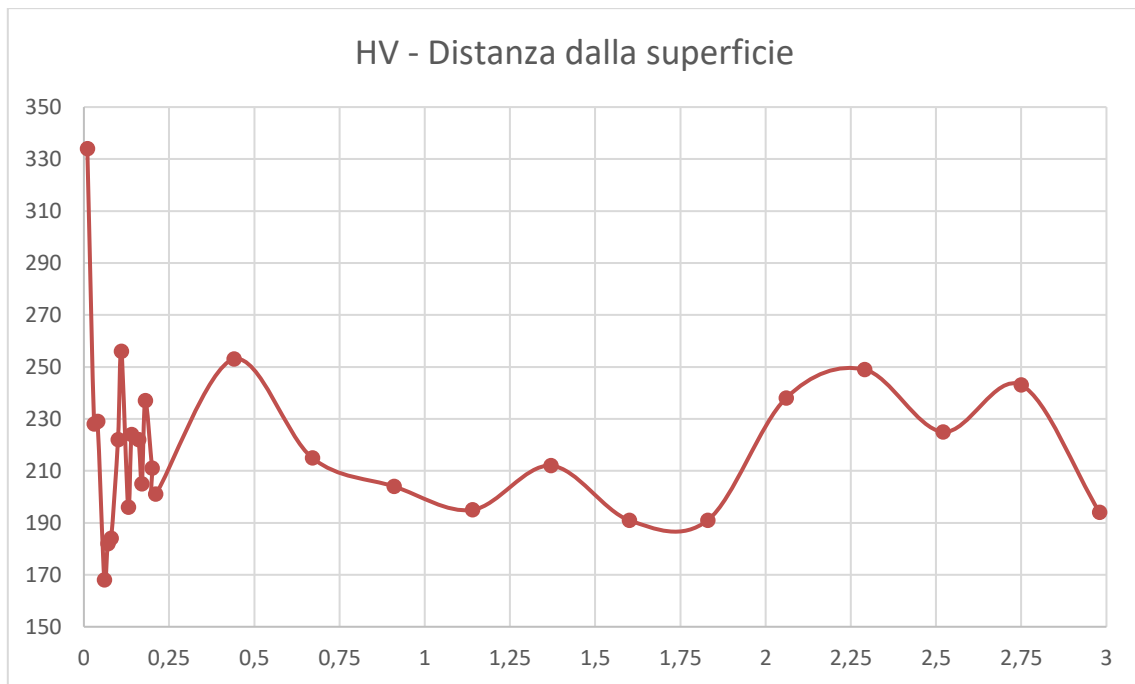


Figura 4.16 - Andamento della microdurezza del provino 600_10 nel tratto utile.

Come si evince dai grafici sopra esposti, si riscontrano, sia nel tratto utile che nella testa del campione, valori di durezza alti che vanno a diminuire quanto più ci avviciniamo al cuore del materiale.

Questo fenomeno è ricondotto alla formazione di un sottile strato di ossido sulla superficie (non interessato dalle prove di microdurezza), e di uno più spesso all'interno del quale si è avuta la diffusione dell'ossigeno, che innalza sostanzialmente la durezza del metallo.

Si può affermare che l'esposizione alle alte temperature porta alla formazione di uno strato duro di titanio ricco di ossigeno che avvolge il nucleo morbido del campione.

Sono state effettuate anche misurazioni sul tratto, al di sotto dello strato di ossido, ricco di fase α al fine di valutarne la durezza.

Nella figura 4.17 a) viene mostrata l'impronta effettuata nel tratto ricco di fase α ottenendo una durezza di 520 HV ad una distanza dal bordo di 31 μm , mentre in figura 4.17 b) l'impronta effettuata nella testa ricavando una durezza di 353 HV ad una distanza dal bordo di 32 μm .

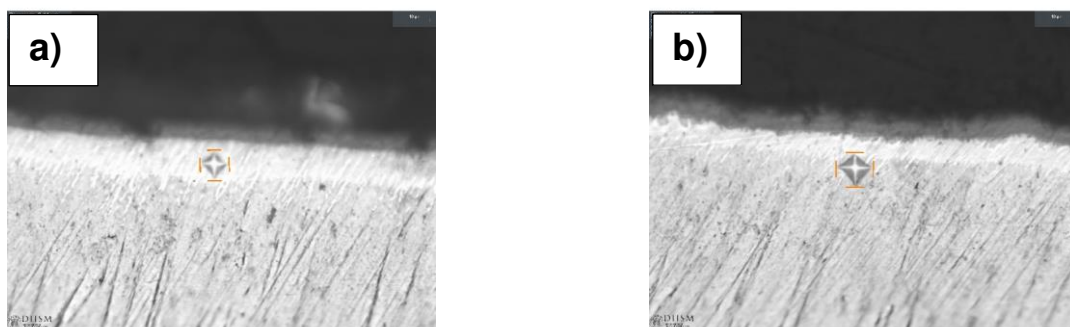


Figura 4.17 – Nella figura a) viene illustrata l'impronta effettuata nel tratto ricco di fase α nel tratto utile, in figura b) invece è illustrata l'impronta effettuata nella testa.

Si è ritenuta necessaria fare questo tipo di analisi per confermare che la penetrazione di ossigeno all'interno del titanio provoca un indurimento della superficie di quest'ultimo.

5 Conclusioni

Nel presente elaborato di tesi è stata analizzata la risposta a creep di campioni di titanio commercialmente puro grado 2 (cp-Ti grade 2) sottoposti ad una temperatura di 600 °C.

Il titanio è un materiale di grande importanza nel settore industriale, evolvendo le tecniche di produzione trova spazio in molteplici applicazioni. Essendo un materiale con ottime proprietà meccaniche e resistente alla corrosione è ideale per usi speciali in alternativa a molti materiali tipo gli acciai inossidabili.

I carichi utilizzati nella prova condotta a 600 °C sono:

- 10 MPa;
- 15 MPa;
- 40 MPa;
- 41 MPa;
- 60 MPa;
- 70 MPa.

Come si osserva le prove sono state condotte in condizioni di carico costante fino al raggiungimento dello stadio terziario del creep o fino alla rottura del campione.

Dai dati acquisiti sono state costruite le curve di creep dalle quali si è ricavata la velocità minima di deformazione.

Il comportamento del materiale è stato descritto dalla *power law*, che esprime la dipendenza della velocità di deformazione dalla tensione applicata restituendo un esponente pari a 5,4, abbastanza tipico dei metalli puri.

La prova di durezza è stata eseguita con il metodo Vickers, utilizzando un penetratore a base piramidale. Dai dati ottenuti è risultato che il bordo del campione presenta valori di durezza maggiori rispetto al cuore suggerendo l'influenza dello strato ricco di ossigeno, formatosi a causa della penetrazione di questo elemento nel metallo, durante la prova di creep.

6 Bibliografia

- [1] G.M. Giannuzzi F. Corsi. Ricognizione ad ampio spettro, individuazione e studio degli effetti strutturali caratteristici dei transitori termici in reattori di quarta generazione. ENEA, 2011
- [2] U. Bernabai e R. Torella, Lezioni di Metallurgia meccanica - Corso di laurea in Ingegneria Meccanica, Roma: ARACNE editrice S.r.l., 2006.
- [3] S. Spigarelli, Metallurgia Meccanica, Società Editrice ESCULAPIO, 2012.
- [4] G. E. Dieter, Metallurgy and Metallurgical Engineering Series, New York: McGraw-Hill book company, 1961.
- [5] S. Spigarelli, «Il comportamento dei metalli ad alta temperatura» La Metallurgia Italiana, Milano, 2003.
- [6] Spigarelli S. [2023], slide del corso Metallurgia Meccanica.
- [7] <https://www.tag.it/le-leghe-di-titanio-la-classificazione/>
- [8] <https://it.wikipedia.org/wiki/Titanio>
- [9] Polmear, I., StJohn, D., Nie, J. F., & Qian, M. (2017). Light alloys: metallurgy of the light metals. Butterworth-Heinemann.
- [10] El Khalloufi, M., Drevelle, O., Soucy, G. Titanium: An Overview of Resources and Production Methods, MDPI, Minerals, 2021
- [11] Carpenter, Technical Datasheet, CP Titanium Grade 2
- [12] American Society for Testing and materials (ASTM) International, "ASTM F67-13 (2017) Standard Specifications for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications (UNS R50250, UNS R50400, UNS R50550, UNS R50700).
- [13] <https://www.qatm.it/it/conoscenza-base/metallographic-polishing/>
- [14] https://it.wikipedia.org/wiki/Carta_abrasiva

