



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in **Ingegneria Meccanica**

**Analisi della risposta a creep del Titanio puro sottoposto a Friction Stir
Processing (FSP) a 600°C**

**Creep response analysis of pure Titanium subjected to Friction Stir Processing
(FSP) at 600°C**

Relatore: Prof.

Stefano Spigarelli

Tesi di Laurea di:

Enrico Bartoloni

A.A. 2023 / 2024

INDICE

INTRODUZIONE.....	2
1. TITANIO	3
1.1 Generalità sul titanio.....	3
1.2 Produzione	4
1.3 Titanio puro.....	5
1.4 Leghe di titanio	5
1.5 Tipiche applicazioni	6
2. FRICTION STIR PROCESSING	7
3. CREEP	9
3.1 Introduzione.....	9
3.2 Curva di creep	11
3.3 Equazioni costitutive	12
4. PROCEDURE SPERIMENTALI	15
4.1 Creep	15
4.2 Micro-durezza Vickers	16
5. RISULTATI SPERIMENTALI.....	21
5.1 Curve di creep	22
5.1.1 Prova A.....	22
5.1.2 Prova B	23
5.1.3 Prova C	24
5.1.4 Prova D.....	25
5.1.5 Prova E	26
5.1.6 Confronto.....	27
5.2 Velocità minime di deformazione.....	28
5.3 Micro-durezze	29
5.3.1 Campione 1	29
5.3.2 Campione 2	31
5.3.3 Campione A.....	32
5.3.4 Confronto durezze	35
6. CONCLUSIONI.....	38
BIBLIOGRAFIA	39

INTRODUZIONE

Negli ultimi anni in svariati settori dell'industria, come quella aeronautica, automobilistica e delle centrali termiche, si richiedono materiali capaci di resistere ad alte temperature. Perciò lo studio del comportamento meccanico dei metalli ad elevate temperature, come il fenomeno dello scorrimento viscoso, o creep, è fondamentale per poter ricavare parametri con cui progettare al meglio apparati tecnologici moderni.

Pertanto il presente lavoro di tesi si pone come obiettivo lo studio della risposta a creep del titanio puro precedentemente trattato attraverso la tecnica di Friction Stir Processing (FSP). In particolare sono state effettuate, su diversi provini, prove di creep alla medesima temperatura di 600°C con differenti carichi costanti di 10, 20, 40, 60 e 100MPa e successivamente prove di microdurezza Vickers.

L'elaborato è composto da una panoramica sul titanio, sulla tecnica di FSP e sul creep, continuando con l'illustrare le procedure sperimentali ed analisi dati, svoltesi durante la mia attività di tirocinio, e un'analisi finale.

1. TITANIO

1.1 Generalità sul titanio

Il titanio è il ventiduesimo elemento della tavola periodica nonché il quarto metallo più abbondante nella crosta terrestre. È stato scoperto alla fine del '700 dallo scienziato Martin Heinrich Klaproth, il quale, ispirandosi alla divinità greca "Titano" nota per la sua eccezionale forza, l'ha così nominato.

Il titanio possiede un rapporto resistenza-peso tra i più elevati di tutti i materiali metallici, ha una densità di $4,5 \text{ g/cm}^3$, presenta inoltre un'ottima resistenza meccanica a rottura e a snervamento anche ad alte temperature, un elevato modulo elastico ed una spiccata resistenza ad ossidazione e corrosione. I coefficienti di conducibilità termica e di dilatazione termica sono molto bassi, rispettivamente pari a $\approx 26 \text{ W/mK}$ e $6,9 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, circa un 1/3 di quelli dell'alluminio. Tutte queste proprietà possono variare utilizzando leghe di titanio.

La struttura cristallina ammette trasformazione allotropica con estesi fenomeni di isteresi; infatti passa da esagonale compatta (EC) a temperatura ambiente, a cubica a corpo centrato (CCC) a temperature dipendenti dalla specifica composizione chimica della lega e dai trattamenti termo-meccanici subiti. Per il titanio puro la EC, fase α , è mantenuta fino a 882°C , mentre a temperature superiori è stabile la CCC.

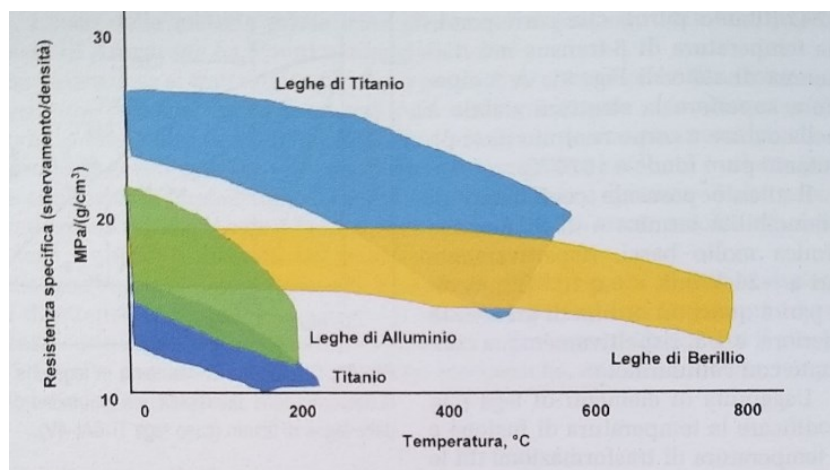


Figura 1. Resistenza meccanica specifica in funzione della temperatura del titanio e delle sue leghe a confronto con altre leghe [1].

1.2 Produzione

I primi processi industriali di estrazione e affinazione metallica risalgono al 1910, ma solo venti anni dopo fu messo a punto il processo industriale su larga scala da William L. Kroll e sviluppato successivamente dall'industria militare statunitense e dai Russi in piena guerra fredda.

Purtroppo il costo di produzione del titanio metallico è molto elevato, ciò poiché il processo stesso è lungo, svolto ad alte temperature e in quantità limitate rispetto quanto avviene per gli acciai o per le leghe di alluminio. I minerali che contengono una maggiore percentuale di titanio (circa il 95%) sono il rutilo (TiO_2 tetragonale), il suo isomorfo anatase e l'ilmenite (TiO_2 ortorombico). Il primo sottoprodotto dei processi produttivi è costituito da una spugna metallica di titanio (TiO_2) ottenuta utilizzando rutilo o anatase, la quale messa a contatto con il coke e clorinata in un bagno a 1000°C produce TiCl_4 secondo la reazione: $\text{TiO}_2 + 2\text{Cl}_2 \rightarrow \text{TiCl}_4 + \text{CO}_2$. Successivamente il titanio puro si ricava seguendo altri processi, di cui due sono i principali: il processo Kroll ed il processo Hunter.

Il metodo Kroll è svolto in un reattore sotto vuoto portato a temperature di $800\text{-}900^\circ\text{C}$ e sfrutta del magnesio puro per ridurre tutto il TiCl_4 secondo la relazione: $\text{TiCl}_4 + 2\text{Mg} \rightarrow 2\text{MgCl}_2 + \text{Ti}$. Si raggiungono livelli di purezza fino al 99.999%. L'energia impiegata per la riduzione di un chilogrammo di spugna in metallo è di 30kWh e dura 95 ore, più 85 ore per la distillazione (rimozione dei residui di Mg e di MgCl_2). Seppur questo processo sia molto costoso e poco efficiente è ancora oggi il metodo più utilizzato nel mondo, fatta eccezione per la Cina, dove viene usato maggiormente il processo Hunter.

Il metodo Hunter è cronologicamente antecedente al processo Kroll e ad esso molto simile, infatti si sostituisce il sodio al magnesio: $\text{TiCl}_4(\text{l}) + 4\text{Na}(\text{l}) \rightarrow 4\text{NaCl}(\text{l}) + \text{Ti}(\text{s})$. Avendo il sodio una temperatura di fusione minore del magnesio può essere estratto allo stato fuso, inoltre la spugna di titanio può essere distillata più agevolmente dal reattore, poiché il cloruro di sodio è solubile in acqua. Tutto ciò fa sì che i costi siano ridotti di circa il 10% rispetto la riduzione con il magnesio. Nonostante ciò il processo Hunter viene considerato superato rispetto al processo Kroll e, come detto precedentemente, rimane attivo solo in Cina, che assieme a Russia e Giappone, è tra i maggiori produttori di titanio.

1.3 Titanio puro

Il titanio puro ha un valore di modulo di Young pari a 110 GPa (circa il 55% del modulo di Young dell'acciaio) e una eccellente duttilità. Ha un eccellente rapporto resistenza/peso specifico, avendo una resistenza meccanica simile a quella degli acciai inossidabili convenzionali, ma con circa la metà del peso. Il limite di resistenza a fatica è superiore a quello di molti acciai e leghe non ferrose. Tuttavia, è fortemente influenzata dalla presenza di intagli e spigoli vivi. Il titanio ha una eccellente resistenza alla corrosione, è facilmente saldabile e ha il vantaggio che la zona fusa, quella termicamente alterata e il materiale di possiedono resistenza alla corrosione simile. La resistenza alla corrosione è data dalla formazione di un sottile strato di ossido (TiO_2) sulla superficie, resistente fino a temperatura di circa 530°C. Il titanio ha una resistenza meccanica inferiore e una resistenza alla corrosione superiore rispetto alle sue leghe, infatti aumentare di solo 0,5% le impurità, incrementa più del 100% il carico a rottura e resistenza allo snervamento, ma fa decrescere la resistenza a corrosione [2].

Il titanio commercialmente puro è suddiviso principalmente nelle classi con sigla grade-1, grade-2, grade-3 e grade-4, la cui differenza forse più importante è nel tenore di Ossigeno via via crescente. Il titanio grade-1 è il più duttile, formabile e tenace, il grade-2 è il più utilizzato poiché presenta una migliore resistenza meccanica; il grade-3 è un ulteriore sviluppo del precedente, il grade-4 è usato per settori specifici come l'aerospaziale, il medico e per serbatoi criogenici.

1.4 Leghe di titanio

Le leghe di titanio hanno proprietà meccaniche migliori rispetto al titanio puro, infatti presentano resistenza a rottura superiori a 1200MPa, modulo elastico tra 80 e 145GPa, elevata durezza, duttilità medio-alta, elevata resistenza a creep ed una resistenza a fatica meccanica e termica specifica superiore ad ogni altra lega metallica a pari resistenza meccanica.

Sono raggruppate in funzione della struttura cristallografica assunta a temperatura ambiente: leghe α (EC), leghe β (CCC), leghe $\alpha+\beta$ (EC e CCC), leghe quasi α e quasi β (in base, rispettivamente, se la frazione volumetrica della fase β o α è molto ridotta).

Tabella 1. Leghe di titanio, le più diffuse e le loro proprietà [1].

Classe della lega	Grade e composizione chimica	Proprietà meccaniche di riferimento
Leghe α e quasi α	Grade 6: 5Al-2.5Sn 5Al-2.5Sn ELI 8Al-1Mo-1V 6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si Grade 9: 3Al-2.5Sn Grade 12: 0.3Mo-0.8Ni Grade 18: 3Al-2.5V-Pd Grade 28: 3Al-2.5V-Ru	Saldabilità, alta stabilità termica, duttilità, resistenza all'intaglio, non trattabili termicamente
Leghe β e quasi β	10V-2Fe-3Al Grade 19: 3Al-8V-6Cr-4Zr-4Mo Grade 20: 3Al-8V-6Cr-4Zr-4Mo-0.05Pd	Indurenti per precipitazione, resistenza a fatica, limitata saldabilità, trattabili termicamente
Leghe $\alpha+\beta$	Grade 5: 6Al-4V Grade 23: 6Al-4V ELI Grade 29: 6Al-4V-0.1Ru 6Al-7Nb 6Al-6V-2Sn 6Al-2Sn-4Zr-6Mo Ti-550: 4Al-4Mo-2Sn-0.5Si 6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr-0.15Si SP-700: 4.5Al-3V-2Mo-2Fe Ti17: 5Al-4Cr-4Mo-2Sn-2Zr	Alto-resistenziali, indurenti per precipitazione, tenaci, sufficientemente saldabili

1.5 Tipiche applicazioni

I campi di applicazione delle leghe di titanio si sono molto ampliati soprattutto negli ultimi due decenni. I primi e tradizionali campi di applicazione sono costituiti dal settore aerospaziale

(componenti per propulsori e strutturali), in quello aeronautico militare, ormai esteso anche all'aeronautica civile (strutture alari, componenti del carrello di atterraggio, rotori di elicotteri). Sicuramente di interesse, e di larga diffusione, sono le leghe di titanio destinate ad applicazioni biomedicali (protesi e perni) e per l'industria chimica (tubature, valvole, componenti per pompe, parti in ambienti corrosivi). Ultimamente i campi di applicazione delle leghe di titanio hanno visto una loro significativa diffusione anche nel settore dei trasporti (automobilistico in primis), nel tempo libero (mazze da golf, racchette da tennis, telai per biciclette da competizione, casse di orologi, telai per occhiali) [1].

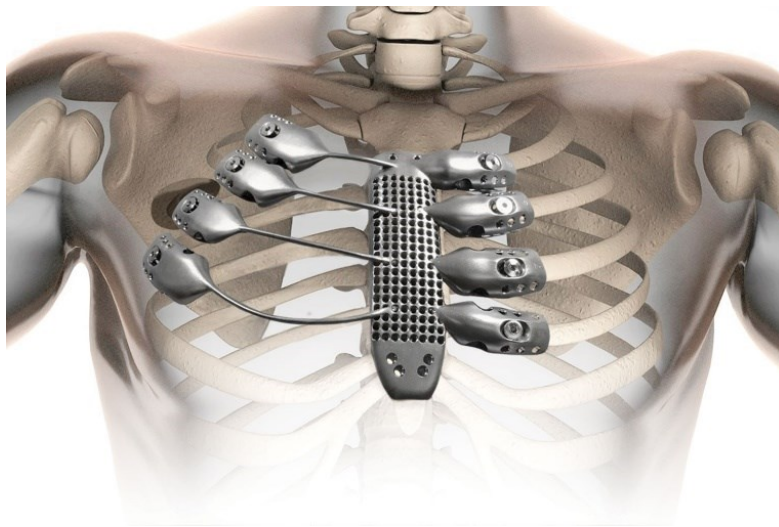


Figura 2. Uno sterno in lega di titanio stampato in 3D.

2. FRICTION STIR PROCESSING

Il Friction Stir Processing (FSP) è un metodo per modificare le proprietà di un metallo attraverso una deformazione plastica intensa e localizzata, derivante dalla saldatura per attrito (FSW) [3]. Il FSP e il FSW hanno processi e principi simili, entrambi fanno sì che il materiale subisca una grave deformazione plastica che porta ad una microstruttura raffinata omogenea attraverso il calore di attrito e l'agitazione durante la lavorazione.

Il principio del processo di FSP è mostrato nella Figura 1 e può essere implementato su macchine FSW convenzionali. Il metallo base viene lavorato tramite uno strumento rotante

non consumabile con perno e spallamento. Durante il processo di FSP, lo spinotto (pin) alla base dell'utensile penetra nel materiale, mentre la spalla (*shoulder*), sottoposta ad una forza assiale, ruota ad alta velocità provocando attrito. Successivamente l'utensile si sposta rispetto al pezzo nella direzione di lavorazione. Un calore significativo viene generato dall'attrito tra l'utensile e il pezzo in lavorazione, perciò il metallo base si addolcisce portando ad un'intensa deformazione plastica con rotazione e movimento del perno. Infine, il materiale viene rimodellato tramite flusso di materiale plastico ed avvengono fenomeni di ricristallizzazione.

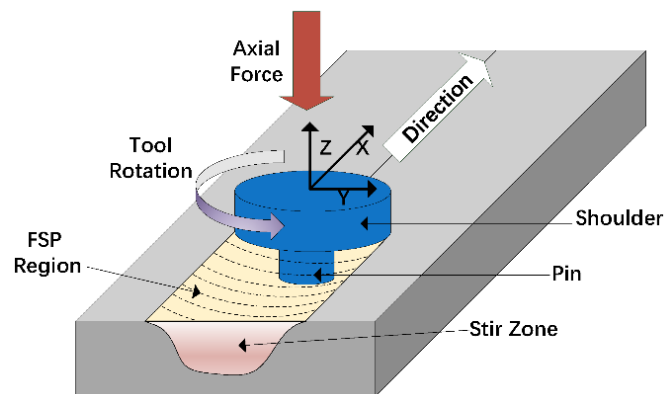


Figura 3. Schema del processo di FSP.

La trasformazione della microstruttura durante la FSP è dovuta ad effetti termo-meccanici. Similmente alla FSW, la regione di lavorazione ottenuta da FSP è solitamente divisa in una zona di agitazione (SZ), una zona interessata dal punto di vista termo-meccanico (TMAZ), una zona influenzata dal calore (HAZ) e una zona del metallo di base (BM). La SZ è costituita principalmente da grani equiassici raffinati omogenei le cui dimensioni sono minori rispetto al metallo base poiché raggiunge un picco di temperatura elevato e una grave deformazione plastica. Ciò porta all'evoluzione della microstruttura dovuta alla ricristallizzazione dinamica. La TMAZ è influenzata dai cicli termici e dall'agitazione meccanica in cui si verificano la deformazione del grano e la ricristallizzazione parziale. In quest'area si osserva la dissoluzione di eventuali fasi precipitate (non presenti ovviamente nei metalli puri).

I principali parametri di processo di FSP includono la velocità di rotazione dell'utensile, la velocità di traslazione dell'utensile, l'angolo di inclinazione dell'utensile e i tempi di passaggio multiplo. Anche la geometria e le dimensioni dell'utensile hanno un grande impatto sulla

formazione del materiale. Con una velocità di rotazione elevata e una velocità di traslazione bassa c'è una maggiore generazione di calore: ciò può portare a una regione lavorata più ampia. Con un rapporto inferiore tra velocità di rotazione e velocità di traslazione, l'apporto di calore diminuisce affinando la microstruttura e aumentando la durezza [4].

Il FSP trova impiego in settori che richiedono una migliore resistenza allo scorrimento viscoso, alla fatica e all'usura, compresi i settori aerospaziale e automobilistico. Alcuni esempi di parti che possono essere migliorate mediante il processo di agitazione per attrito includono: compositi superficiali in alluminio, parti metalliche fuse, compositi a matrice metallica e oggetti metallici in polvere [5].

3. CREEP

3.1 Introduzione

L'utilizzo di materiali metallici ad alta temperatura, ove sia richiesta una seppur limitata capacità di sopportare dei carichi, non può prescindere dalla conoscenza della loro resistenza a scorrimento viscoso (creep). Il fenomeno del creep è stato, per questo motivo, studiato con particolare attenzione negli ultimi anni, soprattutto in relazione alla necessità di innalzare la temperatura di esercizio nei vari tipi di impianto, a partire dai motori aeronautici e dalle centrali termiche, fino ai motori per l'industria automobilistica, nei quali le temperature di esercizio dei componenti considerati in genere non superano i 100-150°C [6].

Il termine creep indica una deformazione di carattere permanente, che aumenta nel tempo quando un materiale viene sottoposto ad un carico costante ad elevata temperatura. Il creep è un fenomeno tipico di tutti i metalli, purché la temperatura abbia un valore superiore ad un limite identificabile nel 30-50% della temperatura assoluta di fusione (T_F). La tabella 2. illustra, per diversi metalli, il limite inferiore di temperatura, sotto il quale il creep diventa un fenomeno irrilevante.

Tabella 2. Limite di temperatura al di sotto del quale il creep è un fenomeno irrilevante.

Materiale	Temperatura limite inferiore
Alluminio	$T < 0.54 T_F$
Titanio	$T < 0.3 T_F$
Acciai bassolegati	$T < 0.36 T_F$
Acciai inossidabili austenitici	$T < 0.49 T_F$
Superleghe	$T < 0.56 T_F$

In genere il fenomeno del creep viene studiato effettuando prove a carico costante; questa procedura non è totalmente accurata, in quanto la tensione effettiva, nel corso della prova, tende ad aumentare a causa della riduzione di sezione trasversale legata all'allungamento del campione. Nonostante questo problema, i dati così ottenuti sono particolarmente utili, in quanto molti dei casi pratici è il carico sul componente a mantenersi costante in esercizio, e non la tensione [7].

Lo schema della macchina di prova è rappresentato in Figura 4. e presenta 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 ad elevate temperature, controllate da delle termocoppie. La misura dell'allungamento viene per lo più effettuata tramite LVDT (Linear Variable Differential Transducer) la cui uscita (V) viene poi convertita in una misura di lunghezza, dalla quale facilmente si calcola l'allungamento.

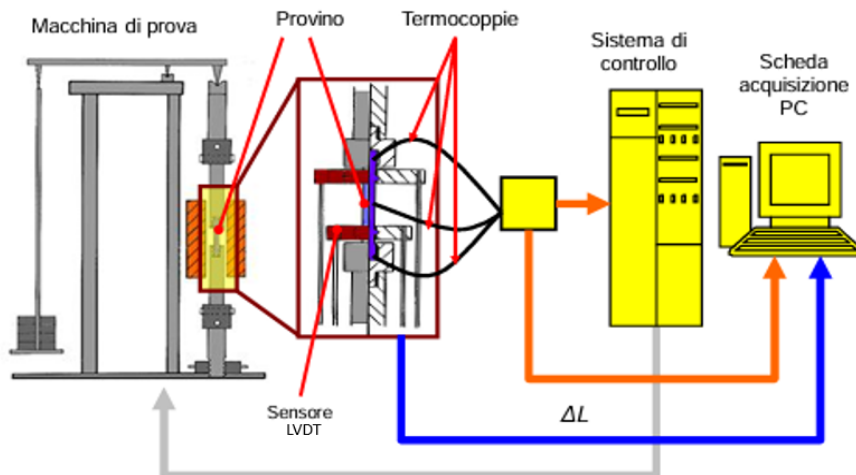


Figura 4. Schema di una macchina di prova.

3.2 Curva di creep

La Figura 5. mostra l'andamento della curva deformazione-tempo che si ottiene dalla registrazione dei dati di una prova di creep. Dopo una deformazione istantanea ϵ_0 , la deformazione aumenta monotonamente con il tempo t , fino alla rottura (ϵ_R). La deformazione totale, quindi assume un valore ben descritto dalla seguente equazione, molto utilizzata anche per la sua semplicità:

$$\epsilon = \epsilon_0 + \epsilon_p \left(1 - e^{-\frac{t}{t_p}} \right) + \dot{\epsilon}_{SS} t + \epsilon_T \left(e^{\frac{t}{t_T}} - 1 \right) \quad (1)$$

dove ϵ_p e t_p sono due parametri associati con la durata e l'ampiezza della deformazione primaria, ϵ_T e t_T sono i corrispondenti parametri per il terziario, ϵ_0 è la deformazione elasto-plastica istantanea all'applicazione del carico, ed infine $\dot{\epsilon}_{SS} t$ è il termine relativo al secondario. In generale tutti questi parametri dipendono dalla tensione e dalla temperatura di prova.

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

- un primario, durante il quale la velocità di deformazione $\dot{\epsilon} = \frac{\partial \epsilon}{\partial t}$ diminuisce con il tempo, in questa fase la deformazione diventa sempre più difficile, a causa della moltiplicazione delle dislocazioni;

- uno stadio stazionario, o secondario, che può ridursi ad un tratto estremamente breve o ad un punto; in questa fase la velocità di deformazione assume un valore costante $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{SS}$. L'instaurarsi di questo stadio in genere viene spiegato con il bilanciarsi dei fenomeni di rafforzamento (moltiplicazione ed interazione fra dislocazioni) e di addolcimento (ripristino);
- un terziario, durante il quale la velocità di deformazione aumenta con il tempo, portando infine alla rottura. L'aumento della velocità di deformazione nella fase finale della prova è legato a tutta una serie di fenomeni, come la nucleazione di cavità (cavitazione) e la loro crescita, alla formazione di cricche ed infine alla formazione di strizioni. Tutti questi meccanismi, producendo una diminuzione di sezione resistente, portano ad un aumento della tensione effettiva, e quindi ad un processo degenerativo ed alla rottura [7].

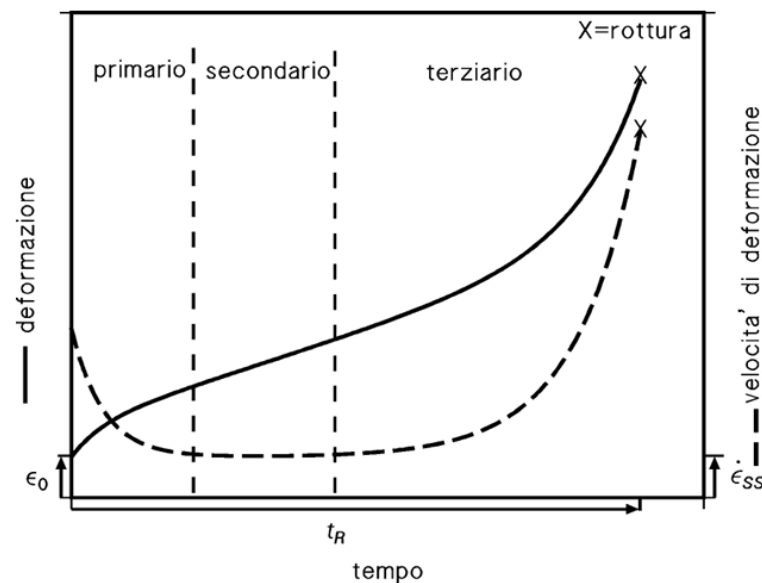


Figura 5. Esempio del tipico andamento di una curva di creep.

3.3 Equazioni costitutive

La semplice analisi di una curva di creep permette di identificare due parametri ingegneristici che consentono di valutare la risposta a creep del materiale. Il tempo a rottura t_R è il parametro più semplice da ricavare, e molto spesso il più utile, almeno quando la vita a rottura

del componente è la preoccupazione principale del progettista. Il secondo parametro è la velocità di deformazione minima nello stadio stazionario $\dot{\epsilon}_{SS}$.

L'equazione di Norton ci descrive tale parametro in funzione della tensione di prova σ :

$$\dot{\epsilon}_{SS} = B\sigma^n \quad (2)$$

dove B è una costante dipendente dalla temperatura ed n è per i metalli puri tipicamente pari a 4-5. La Figura 6. mostra in un grafico bilogarithmico la velocità di deformazione in funzione della tensione di prova.

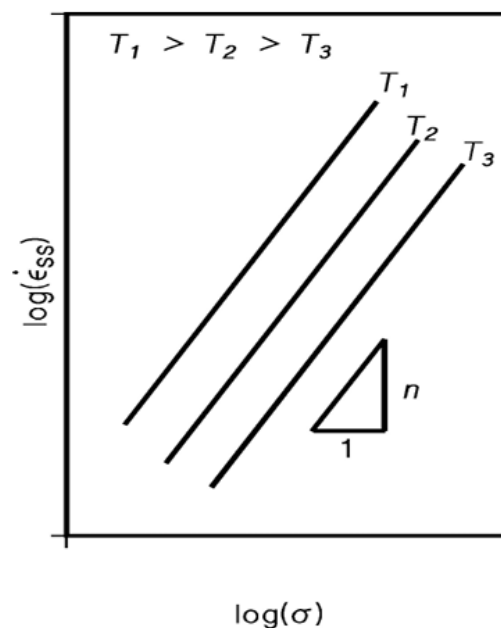


Figura 6. Velocità di deformazione minima in funzione della tensione di prova a differenti temperature.

Mentre a sollecitazione costante, la dipendenza della velocità di deformazione nel secondario dalla temperatura (T) può essere espressa dalla relazione:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = C e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (3)$$

dove C è una costante che dipende dal carico applicato, e Q è l'energia di attivazione del creep.

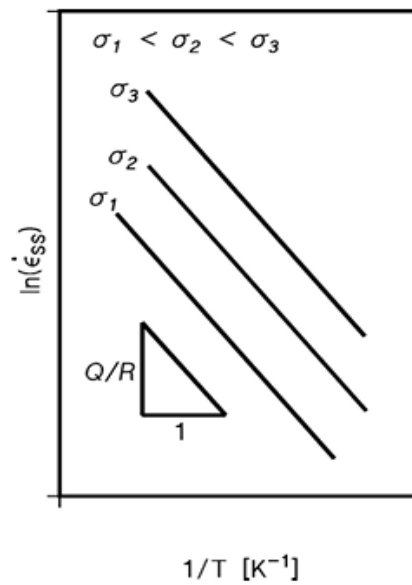


Figura 4. Velocità minima di deformazione in funzione dell'inverso della temperatura assoluta per il calcolo dell'energia di attivazione.

Combinando le due relazioni precedenti, si ottiene l'equazione:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = A\sigma^n e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (4)$$

in cui A è un parametro del materiale.

Il tempo a rottura può essere correlato direttamente alla velocità di deformazione nel secondario tramite la relazione:

$$\dot{\epsilon}_{SS} t_R = C_R \quad (5)$$

che, combinata con la (4), diventa:

$$t_R = \frac{C_R}{A} \sigma^{-n} e^{\frac{Q}{RT}} \quad (6)$$

[7].

4. PROCEDURE SPERIMENTALI

4.1 Creep

Sono state effettuate cinque prove di creep a differenti campioni di titanio puro grade-2 precedentemente sottoposti alla lavorazione di friction stir processing. Tali elementi sono costituiti da una parte centrale (tratto utile di lunghezza $l_0=25\text{mm}$) e da due estremità, chiamate spalle (o teste) di larghezza maggiore rispetto al precedente, in modo da facilitare il montaggio del provino sulla macchina per il creep. Il tratto utile è l'unica parte soggetta alla deformazione da creep, le spalle restano indeformate e sono soggette solo al riscaldamento che si ha durante la prova, di conseguenza la zona di maggiore interesse per lo studio dei fenomeni che avvengono durante il creep risulta essere essenzialmente il tratto centrale.



Figura 5. Macchina per la prova di creep.



Figura 6. Carico con sistema di pesi.

Le prove sono state effettuate a carico costante alla temperatura di 600°C , ognuna con differente carico e tempo di permanenza, come indicato dalla Tabella 3.

Tabella 3. Carico applicato e durata nelle prove di creep.

	Carico [MPa]	Durata [h]
Prova A	10	1085
Prova B	20	79,4
Prova C	40	4,3
Prova D	60	0,34
Prova E	100	0,1

Durante le prove, utilizzando un opportuno tempo di campionamento, l'LVDT misura l'allungamento del campione, quindi per dato istante di tempo si ha l'allungamento e conoscendo l_0 si può ricavare la deformazione per ottenere la curva di creep. I dati saranno analizzati nel capitolo 5.

4.2 Micro-durezza Vickers

La durezza in metallurgia è la resistenza che il materiale oppone alla penetrazione e si misura tramite una macchina che forza un penetratore nel materiale da testare. Le prove più diffuse, ed universalmente riconosciute, sono le prove statiche in quanto sono semplici, rapide, economiche, ripetibili e si possono eseguire in loco senza danneggiare il componente. Queste prove sono caratterizzate dall'uso di un penetratore, realizzato in materiale duro, che viene posizionato sopra la superficie su cui si vuole eseguire la prova. Dopo l'applicazione e la rimozione del carico sulla superficie si otterrà un'impronta che, opportunamente misurata, fornirà la durezza del materiale. A pari carico imposto, tanto più è grande l'impronta tanto minore sarà la durezza.

Le prove statiche di uso comune sono la prova Brinell (HB), la prova Vickers (HV), la prova Rockwell (HR) e la prova Knoop (HK). Le diverse prove si distinguono tra loro per il tipo di penetratore usato, per le condizioni della prova e per la tecnica di rilevamento dell'impronta.

Il penetratore utilizzato nella prova di durezza Vickers (ISO 6507) è di diamante a forma di piramide retta a base quadrata con angolo al vertice pari a 136° .

La prova Vickers, grazie al penetratore, in diamante è indicata per materiali molto duri e i valori di durezza sono indipendenti dal carico. Le dimensioni dell'impronta sono micrometriche, quindi la misura viene eseguita per mezzo di un microscopio che permette di misurare con precisione le diagonali dell'impronta e, facendone la media, è possibile risalire alla durezza HV tramite la formula:

$$HV = \frac{2 \cdot 0,102 \cdot P}{d^2} \sin\left(\frac{136}{2}\right) = 0,1891 \frac{P}{d^2} \quad (7)$$

dove P è il carico applicato in N e d è la media delle diagonali dell'impronta in mm.

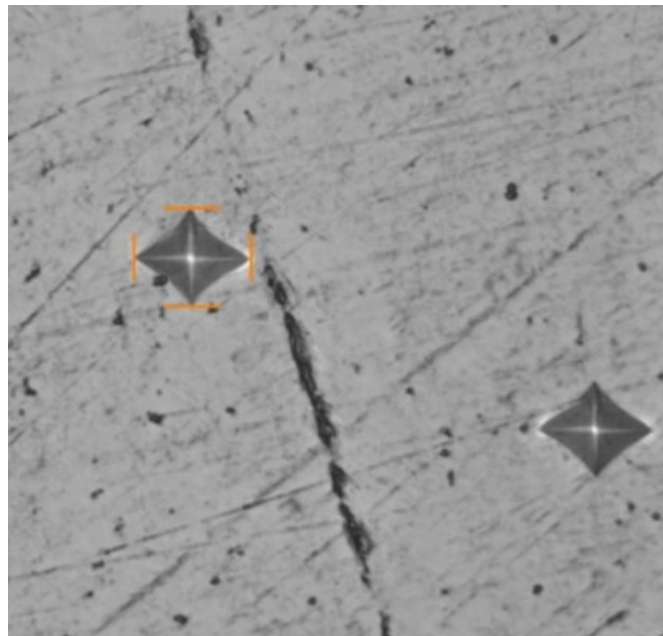


Figura 6. Immagine di impronte del penetratore Vickers.

La finitura superficiale del campione deve essere tale da permettere un'accurata misura dell'impronta [8].

A tal proposito dopo essere stato sottoposto a creep ad ogni provino sono state tagliate le teste con l'utilizzo di una troncatrice, poi sottoposti ad inglobatura così che il tratto utile fosse più facilmente maneggiabile, e lucidati.



Figura 7. Foto di un provino prima e dopo essere stato tagliato.

L'inglobatura è stata effettuata con un'apposita pressa mostrata in Figura 7. nella quale è stato inserito il tratto utile del campione ed una resina termoplastica in granuli. In base ai dati tecnici della resina, è stata impostata una temperatura di inglobamento di 150 °C ed è stato applicato un carico mantenuto costante di 25kN alla temperatura di fusione, per 8 minuti, con lo scopo di fondere e compattare la resina. A compattazione avvenuta, il composto resina-campione è stato raffreddato per circa 5 minuti fino alla temperatura ambiente facendo scorrere acqua corrente su bobine avvolte attorno alla camera nella quale sono alloggiati campione e resina.



Figura 8. Foto di una pressa per l'inglobatura.

Terminato il processo di inglobatura i provini sono stati sottoposti a lucidatura manuale mediante l'utilizzo di una lucidatrice manuale (Figura 8.), un macchinario che pone in rotazione delle carte abrasive in carburo di silicio, 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 con diverse carte con granulometria decrescente, rispettivamente P600, P1200, P2400. Il numero identificativo delle carte è inversamente proporzionale alle dimensioni della grana. È importante mantenere sempre il campione nella stessa orientazione quando si usa una carta abrasiva e, quando questa si cambia, il campione va ruotato di 90° e mantenuto in quella posizione, così da visualizzare sulla superficie i graffi e saperli collegare alla granulometria attuale o precedente [9].



Figura 9. Foto di una lucidatrice meccanica.



Figura 10. Foto di un campione inglobato e lucidato.

I provini presi in esame sono tre. I primi due verranno chiamati rispettivamente “campione 1” e “campione 2”, mentre il terzo è il provino che è stato sottoposto alla prova di creep A, che chiameremo “campione A”.

I campioni 1 e 2, inglobati e lucidati, sono stati sottoposti a prove di micro-durezza Vickers con un microdurometro manuale per valutarne l’andamento sulla superficie del tratto utile utilizzando un carico di 200gF con un tempo di permanenza del penetratore di dieci secondi.

Al campione A, anch’esso inglobato e lucidato, è stata misurata la micro-durezza sia nel tratto utile che in una porzione di testa con un microdurometro automatico di ultima generazione utilizzando un carico di 25gF con un tempo di permanenza del penetratore di dieci secondi.



Figura 11. Microdurometro Vickers tradizionale.



Figura 12. Foto del microdurometro di ultima generazione con postazione di lavoro.

5. RISULTATI SPERIMENTALI

Nel seguente capitolo sono analizzati prima i dati ottenuti dalle prove di creep e poi quelli dalle prove di micro-durezza svolte sui provini di titanio, come spiegato nel capitolo 4.

5.1 Curve di creep

Come già detto tutte le prove sono state effettuate a temperatura costante pari a 600°C.

5.1.1 Prova A

Carico di 10MPa

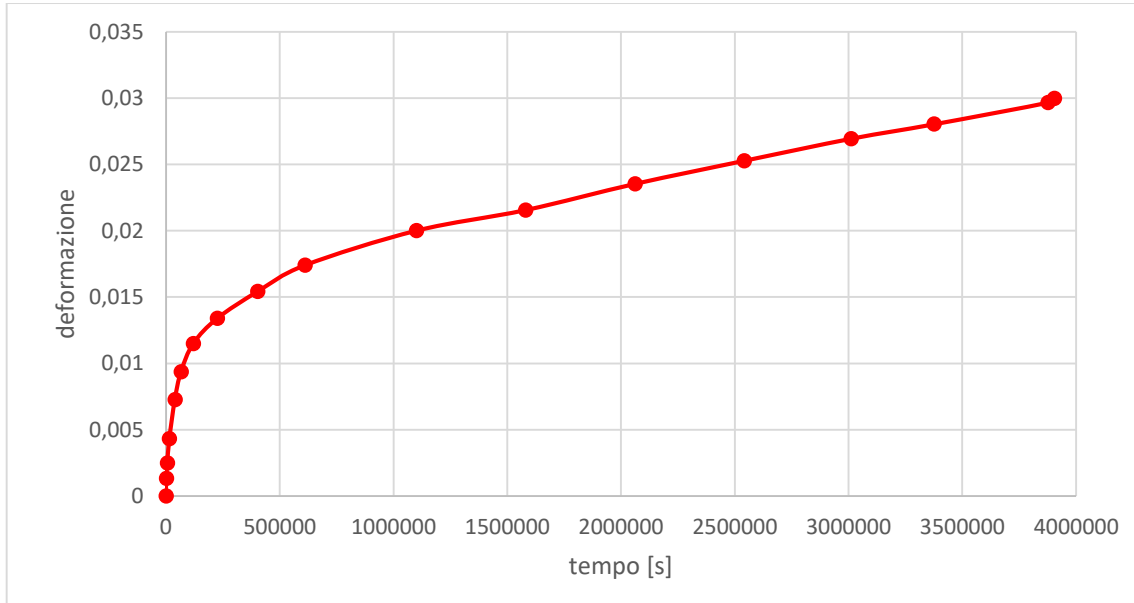


Figura 13. Grafico deformazione-tempo a 10MPa.

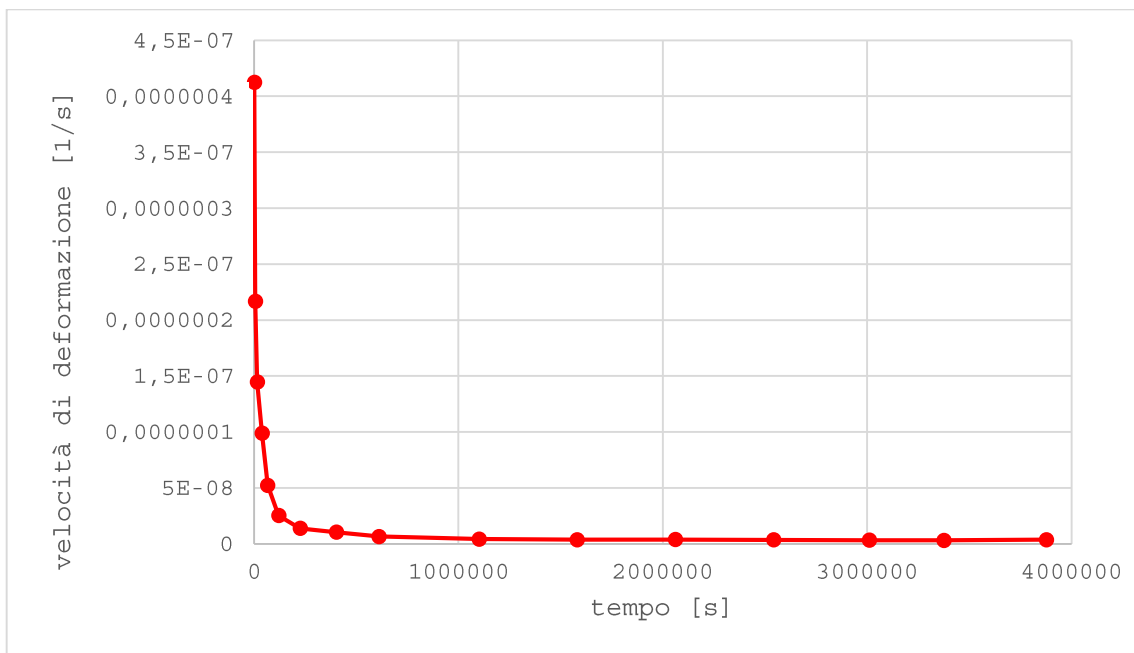


Figura 14. Grafico deformazione-tempo a 10MPa.

5.1.2 Prova B

Carico di 20MPa

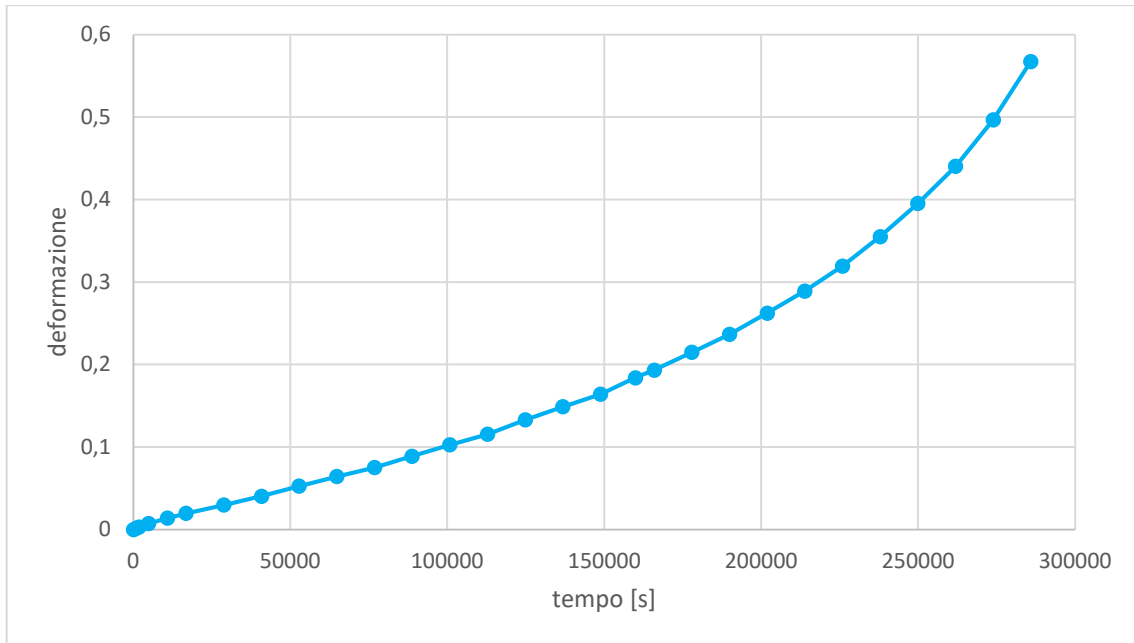


Figura 15. Grafico deformazione-tempo a 20MPa.

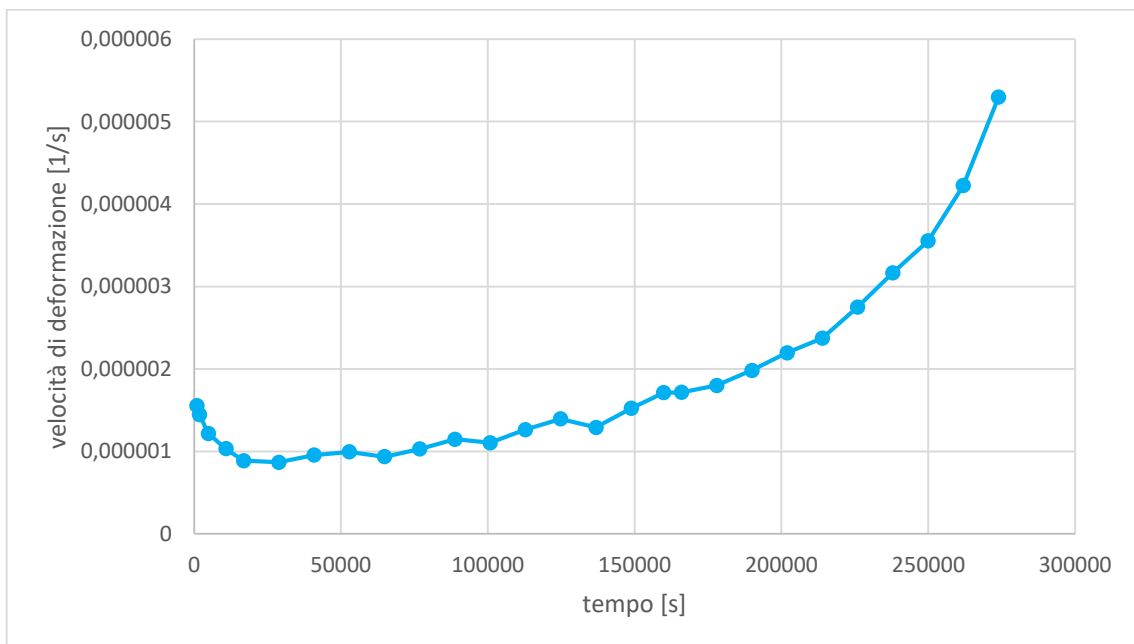


Figura 16. Grafico velocità di deformazione-tempo a 20MPa.

5.1.3 Prova C

Carico di 40MPa

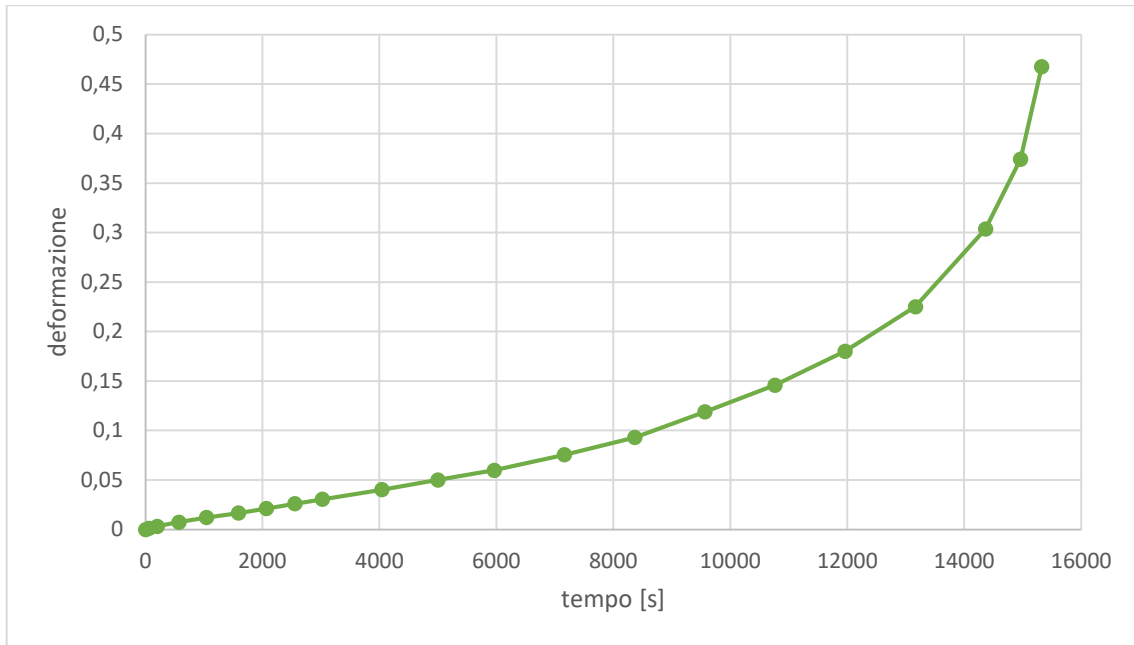


Figura 17. Grafico deformazione-tempo a 40MPa.

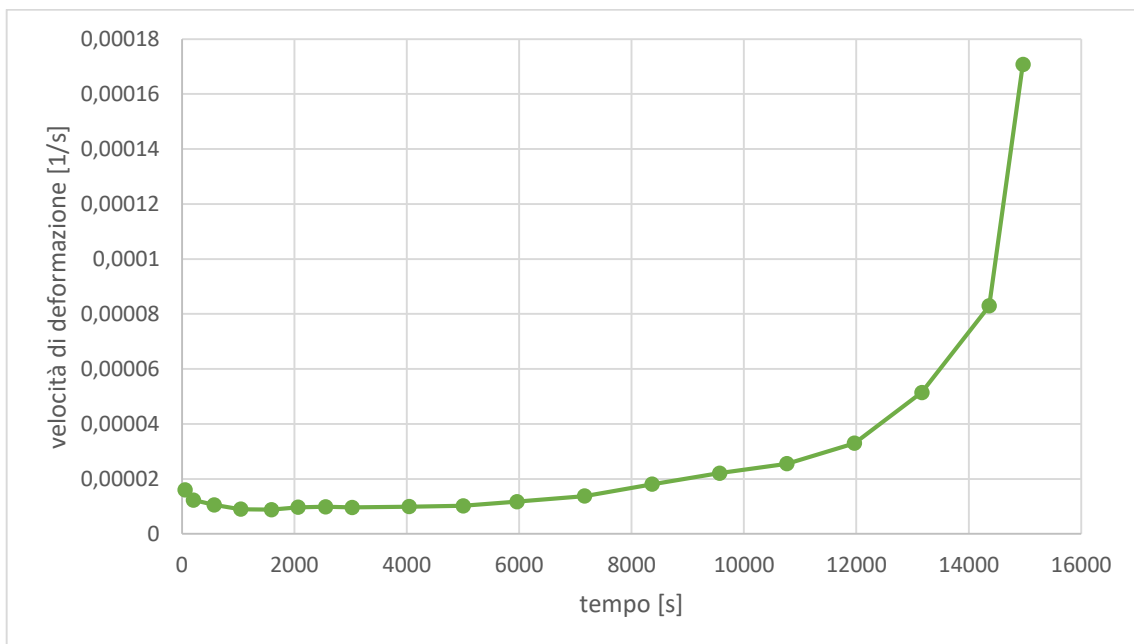


Figura 18. Grafico velocità di deformazione-tempo a 40MPa.

5.1.4 Prova D

Carico di 60MPa

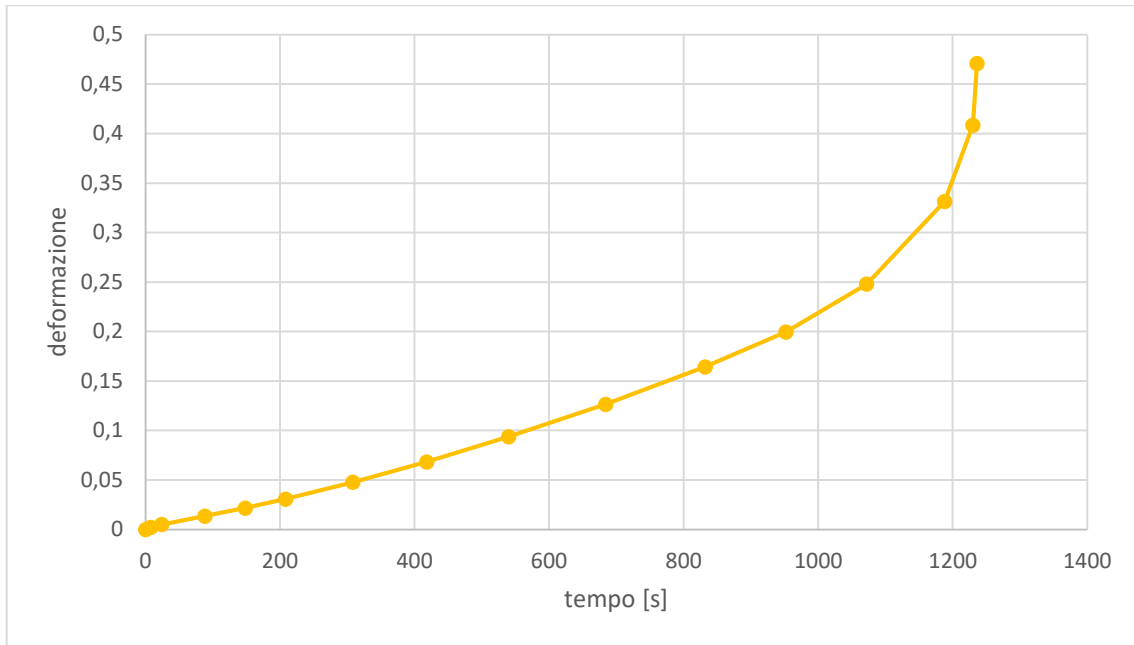


Figura 19. Grafico deformazione-velocità di deformazione a 60MPa.

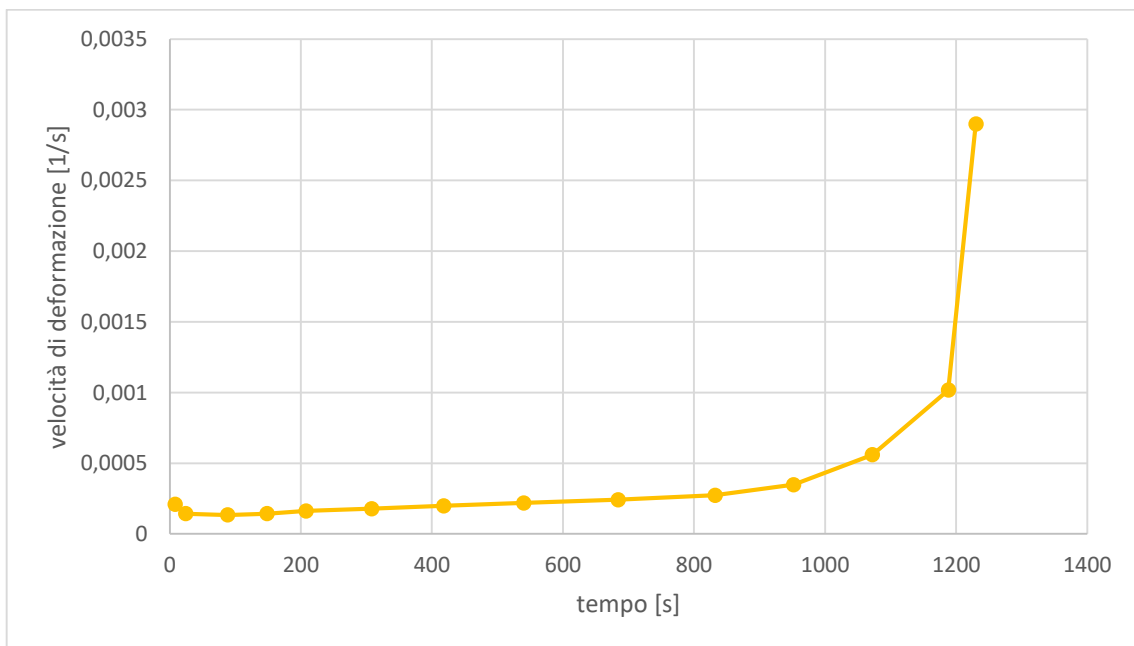


Figura 20. Grafico velocità di deformazione-tempo a 60MPa.

5.1.5 Prova E

Carico di 100MPa

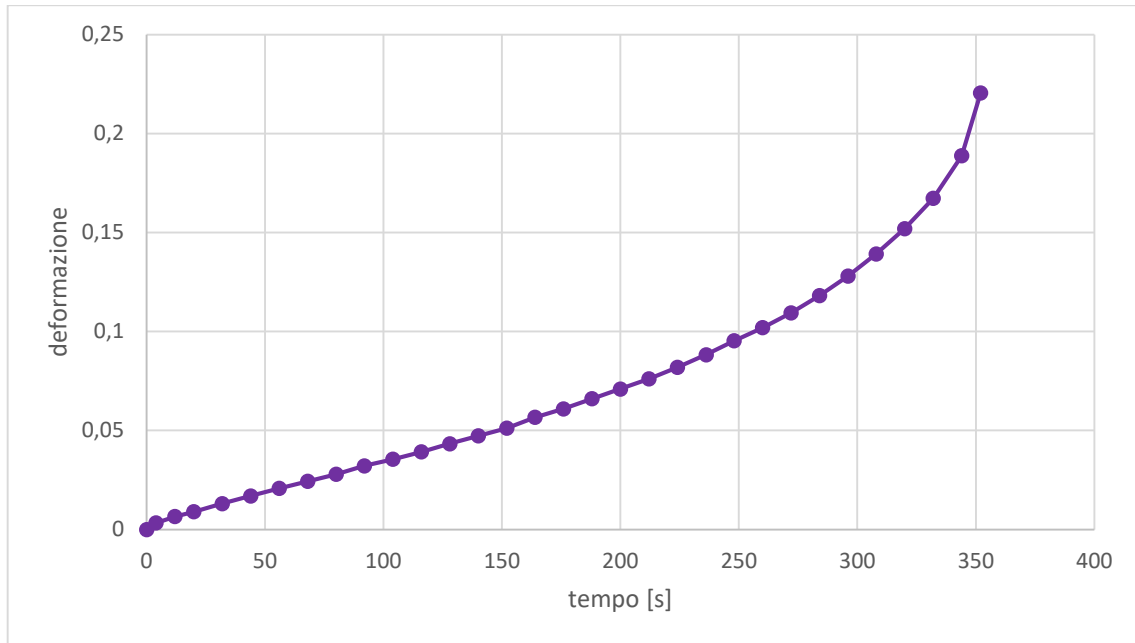


Figura 21. Grafico deformazione-tempo a 100MPa.

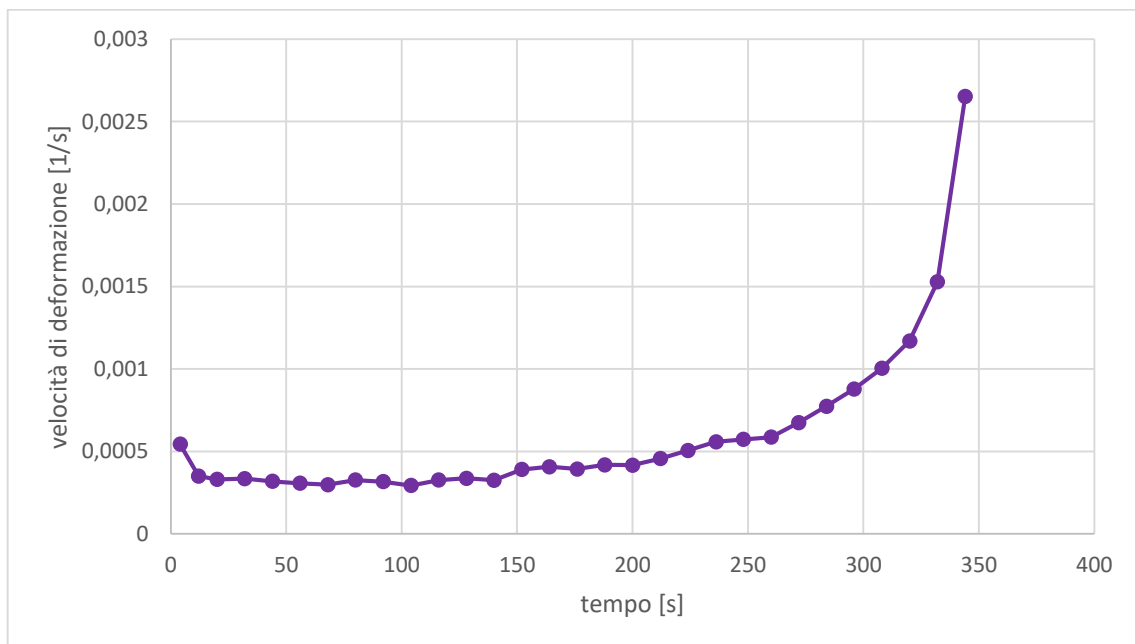


Figura 22. Grafico velocità di deformazione-tempo a 100MPa.

5.1.6 Confronto

Per poter confrontare queste curve in un unico grafico ed averle tutte ben visibili sono state riportate le velocità di deformazione in scala logaritmica in funzione della deformazione.

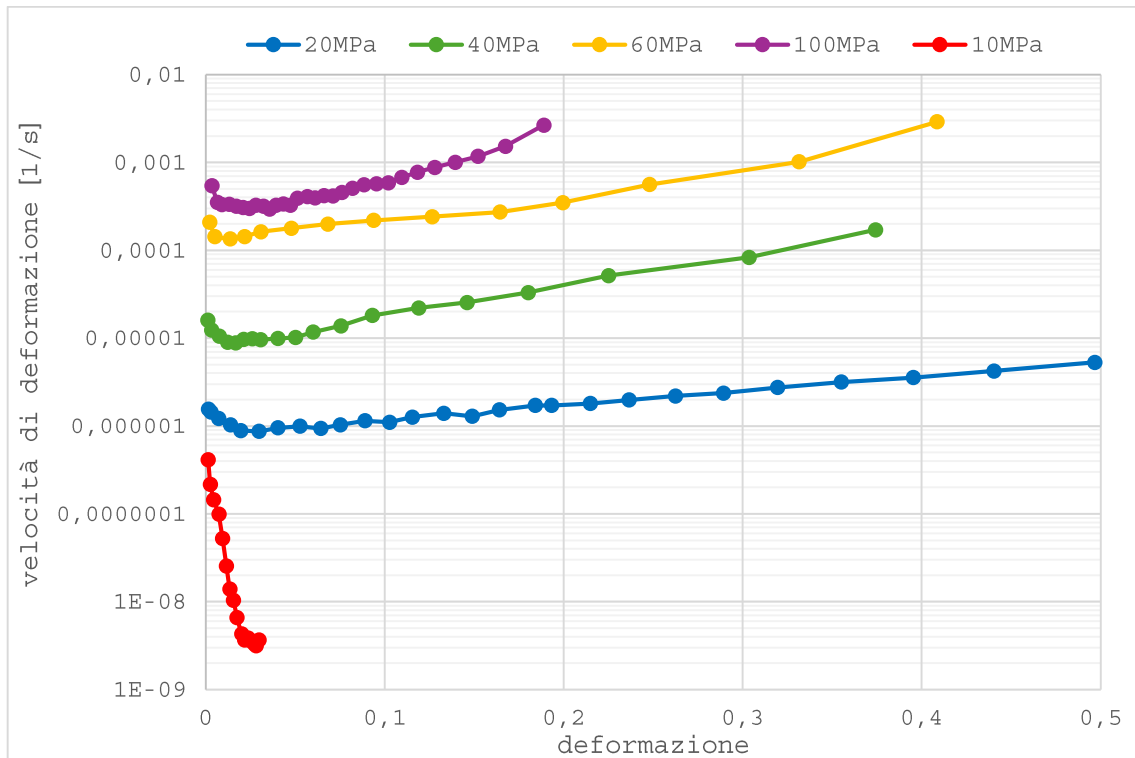


Figura 23. Grafico semilogaritmico velocità di deformazione-deformazione con a confronto le cinque prove.

Come si può ben notare l'andamento delle curve con carico di 20-40-60-100MPa è molto simile e all'aumentare del carico la curva si sposta verso l'alto, quindi a velocità di deformazioni maggiori. In generale si osserva un primario piuttosto breve, seguito da un tratto in cui la velocità di deformazione è all'incirca costante, e infine da un terziario decisamente esteso. Mentre per quanto riguarda la prova con carico di 10MPa, essendo più basso il carico applicato, con conseguente prova di lunga durata (45 giorni), la curva è molto più spostata verso il basso e non presenta il terziario poiché è stata interrotta.

5.2 Velocità minime di deformazione

Come riportato nel capitolo 3.3 un parametro molto importante è la velocità minima di deformazione $\dot{\epsilon}_{SS}$ che, una volta ottenute le curve di creep, è molto facile da ricavare.

La Tabella 4. Illustra i valori delle velocità minime di deformazione ottenute dalle cinque prove.

Tabella 4. Velocità minime di deformazione nelle cinque prove di creep.

	Carico [MPa]	Velocità minima di deformazione [1/s]
Prova A	10	$3,1 \times 10^{-9}$
Prova B	20	$8,7 \times 10^{-7}$
Prova C	40	9×10^{-6}
Prova D	60	1.3×10^{-4}
Prova E	100	2.9×10^{-4}

Interpolando i valori del grafico logaritmico velocità minima di deformazione-tensione in Figura 23. è stato possibile ricavare la legge di Norton a 600°C:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = B\sigma^n \quad (2)$$

La prova A, come si può osservare dal grafico di Figura 24. presenta un valore difforme rispetto l'andamento delle altre prove, perciò non è stata utilizzata nell'interpolazione per ricavare la legge di Norton.

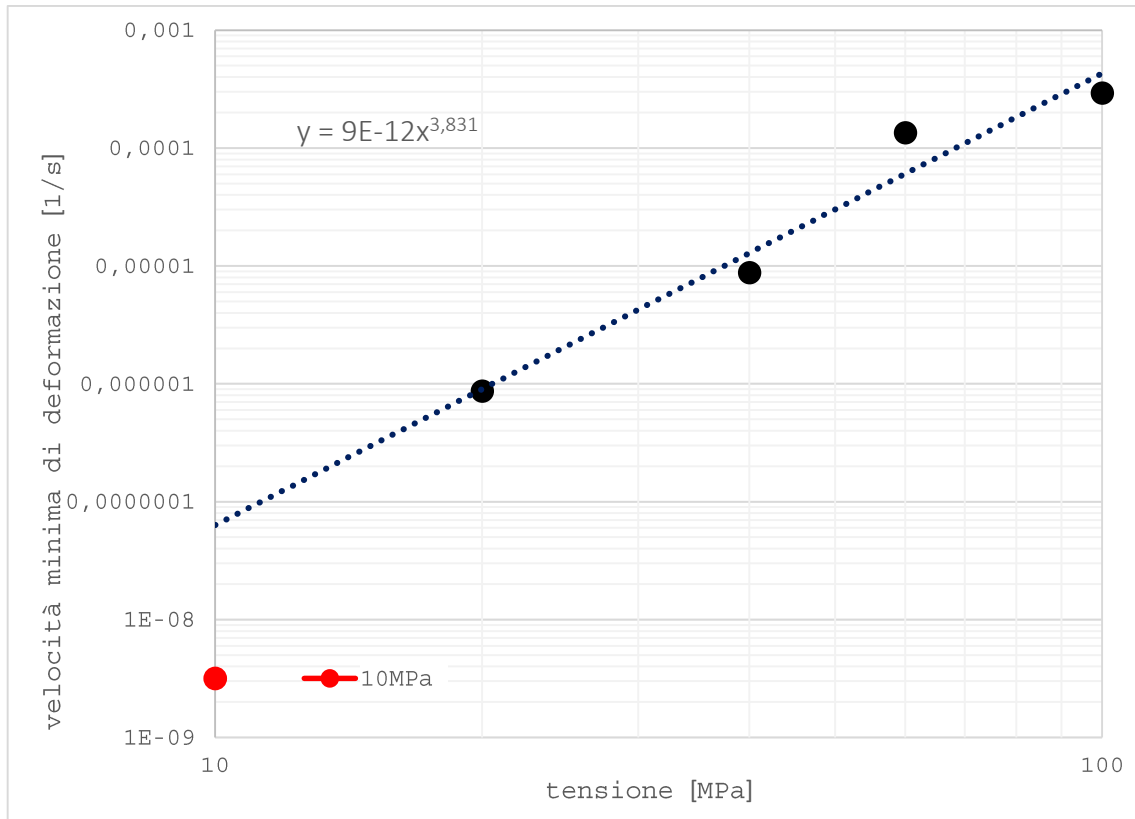


Figura 24. Grafico bilogarithmico velocità minima di deformazione-tensione con retta interpolante e valore difforme della prova A.

L'esponente di Norton n è dunque prossimo a 4 (3.8), molto vicino ai valori tipici dei metalli puri (4-5).

5.3 Micro-durezze

Le prove di micro-durezza Vickers sui campioni 1 e 2 sono state effettuate con un carico di 200gF, quelle sul campione A con un carico di 25gF e, per tutte le prove, un tempo di permanenza del penetratore di dieci secondi.

5.3.1 Campione 1

Le prove sono state eseguite secondo lo schema in Figura 25., quindi per quattro valori lungo l'asse X e a distanza di 0,25mm tra una misura e l'altra per tutta la dimensione Y. Il provino 1

presenta la dimensione Y molto irregolare, con presenza di creste e valli al variare delle posizioni X, perciò il numero di misurazioni effettuate è differente in ogni X.

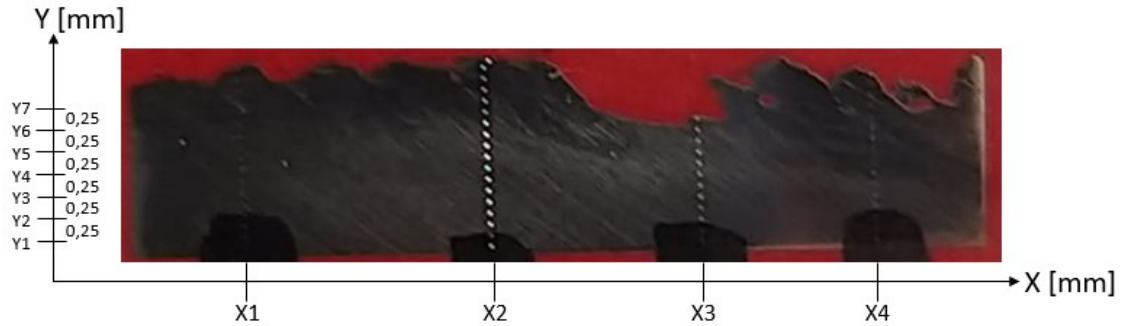


Figura 25. Schema di esecuzione delle prove di durezza nella superficie del campione 1.

Nella seguente tabella sono riportati i valori di durezza HV lungo le varie coordinate.

Tabella 5. Durezze HV provino 1.

	Y ₁	Y ₂	Y ₃	Y ₄	Y ₅	Y ₆	Y ₇	Y ₈	Y ₉	Y ₁₀	Y ₁₁	Y ₁₂	Y ₁₃	Y ₁₄	Y ₁₅	Y ₁₆	Y ₁₇	Y ₁₈
X ₁	171	181	194	181	187	196	181	187	208	303	187	275	582	247	271	286		
X ₂	166	177	181	185	185	196	171	181	194	181	198	205	412	433	457	528	412	340
X ₃	168	173	189	196	185	205	194	189	192	223	282	412						
X ₄	166	183	183	192	185	177	194	192	223	192	196	282	368	518	449	399		

Il grafico tridimensionale in Figura 26. mostra l'andamento della durezza HV nella superficie del provino e si può notare come in prossimità della superficie con creste e valli ci siano picchi di durezza dovuti all'incrudimento avvenuto su di essa.

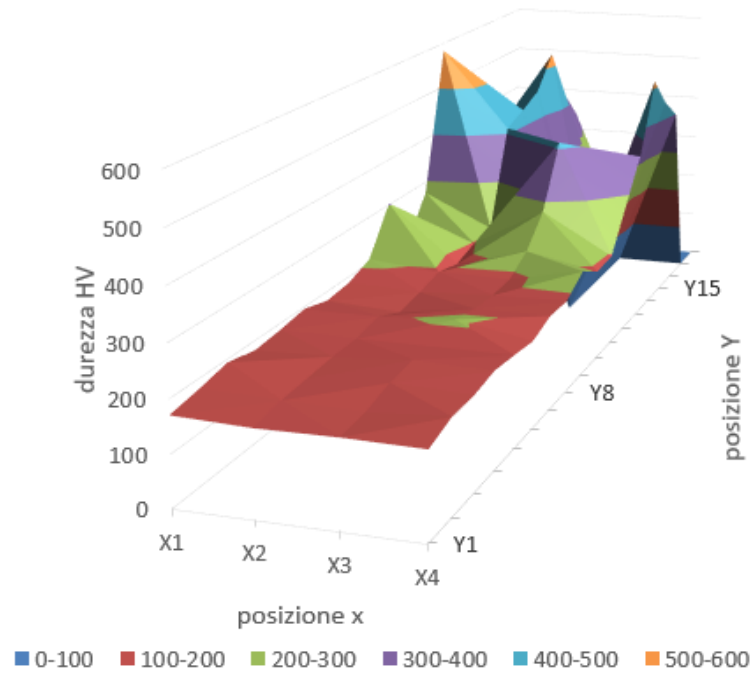


Figura 26. Grafico 3D della durezza HV sulla superficie del provino 1.

5.3.2 Campione 2

Le prove sono state eseguite secondo lo schema in Figura 27., quindi per tre valori lungo l'asse X e per 10 lungo Y, con una distanza di 0,25mm tra una misura e l'altra.

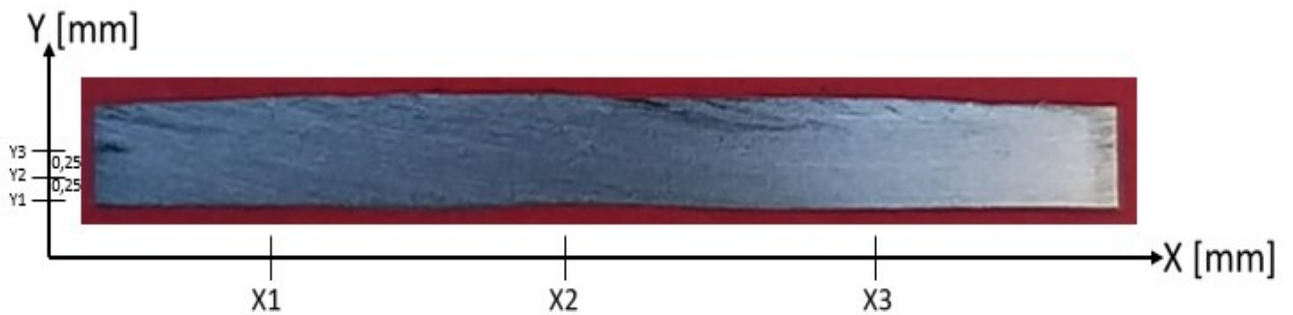


Figura 27. Schema di esecuzione delle prove di durezza nella superficie del campione 2.

Nella seguente tabella sono riportati i valori di durezza HV lungo le varie coordinate.

Tabella 6. Durezze HV provino 2.

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9	Y10
X1	183	179	175	175	179	175	183	218	221	210
X2	166	150	153	143	145	173	198	226	419	351
X3	205	189	171	179	158	185	175	210	187	275

Il grafico tridimensionale in Figura 28. mostra l'andamento della durezza HV nella superficie del provino.

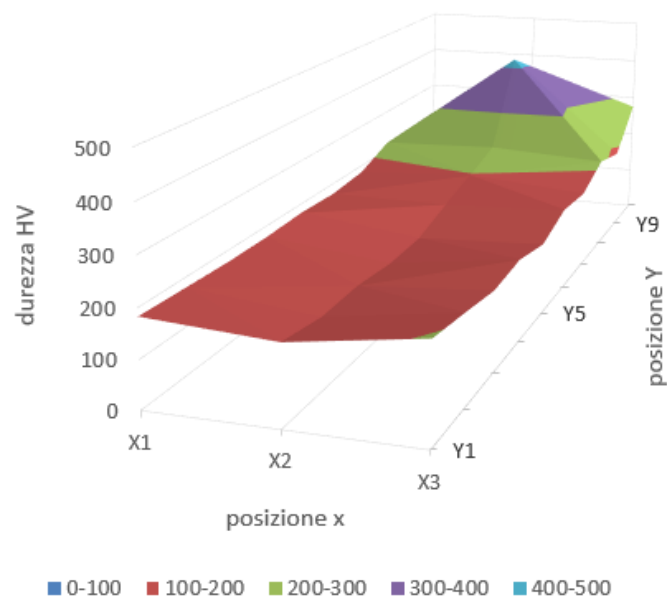


Figura 28. Grafico 3D della durezza HV sulla superficie del provino 1.

5.3.3 Campione A

Si ricorda che tale campione proviene dalla prova di creep A, effettuata con carico di 10MPa e durata di 45 giorni. Le prove di micro-durezza sono state effettuate per valutarne l'andamento lungo la direzione Y in un tratto della testa ed in uno del tratto utile, come mostrato in Figura 29.

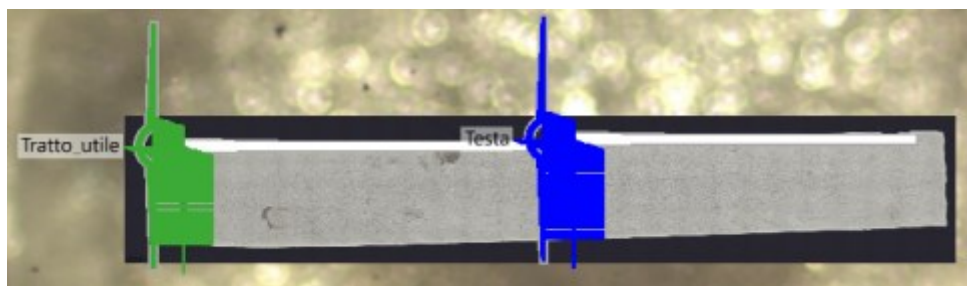


Figura 29. Foto del campione A con in evidenza i tratti in cui sono state eseguite le prove di durezza.

Nella seguente tabella sono riportati i valori di durezza HV del tratto utile e della testa.

Tabella 7. Durezza HV nelle Y del tratto utile e della testa campione A.

TRATTO UTILE			TESTA	
Y (mm)	HV		Y (mm)	HV
0,02	744		0,02	648
0,03	311		0,04	337
0,05	253		0,06	303
0,07	234		0,08	234
0,09	218		0,1	265
0,12	208		0,12	213
0,14	207		0,14	228
0,16	263		0,16	241
0,18	192		0,18	214
0,2	199		0,21	204
0,27	205		0,28	211
0,34	274		0,35	237
0,41	269		0,42	247
0,48	254		0,5	280
0,56	245		0,57	281
0,63	220		0,64	192
0,7	210		0,71	233
0,77	213		0,78	195
0,84	207		0,86	233
0,91	213		0,98	221
0,98	211		1	235
1,05	206		1,07	203
1,12	230		1,14	215
1,19	202		1,22	189
1,26	202		1,29	214
1,33	247		1,36	234

1,4	224		1,43	259
1,47	216		1,51	287
1,54	276		1,58	255
1,61	257		1,65	215
1,68	322		1,72	274
1,76	276		1,79	237
1,83	340		1,87	236
1,9	391		1,94	267
1,97	813		2,01	885

Il grafico in Figura 30. mostra come varia la durezza HV lungo la Y nei tratti presi in considerazione.

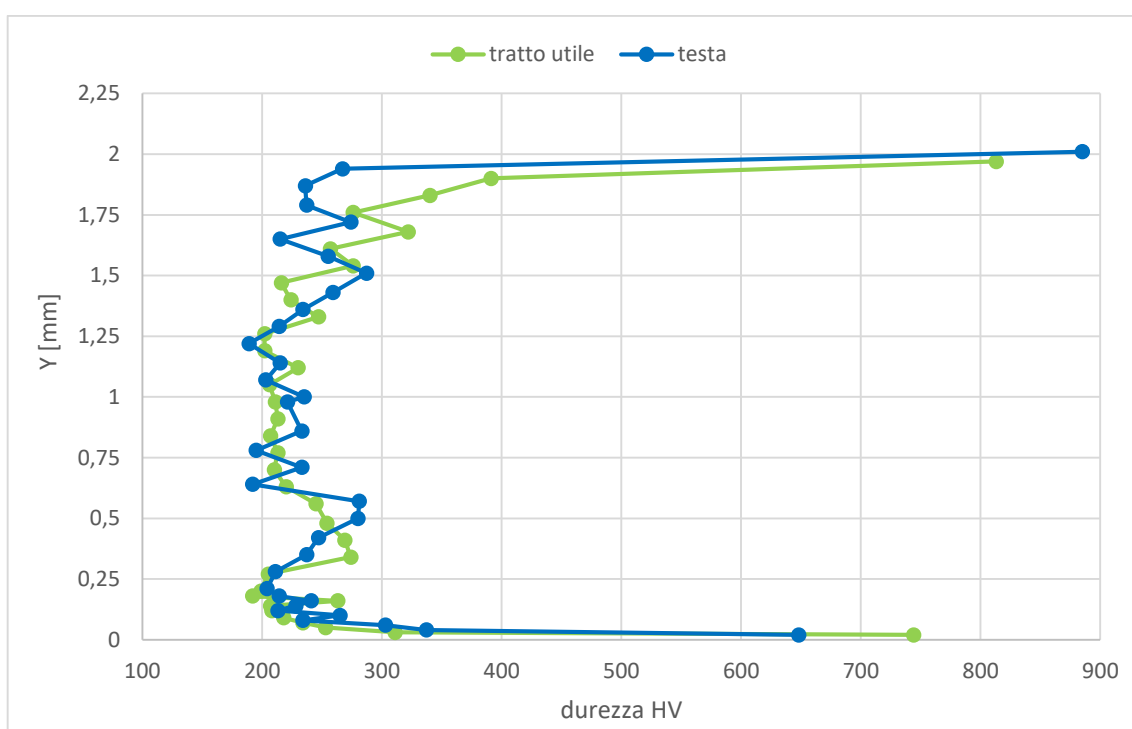


Figura 30. Durezza HV lungo la Y su testa e tratto utile campione A

Si può osservare come, sia nella testa che nel tratto utile, in prossimità della superficie del campione ci siano picchi di durezza. Tale picco di durezza è dovuto alla diffusione di ossigeno negli strati superficiali del campione in titanio; questo elemento è infatti ben noto per causare un notevole aumento di durezza, quando presente nel Ti e nelle sue leghe.

5.3.4 Confronto durezza

Per confrontare le durezza sulla superficie dei provini sono state calcolate le medie dei valori di durezza lungo le Y per i campioni 1 e 2, e la media delle Y con rispettiva media della durezza per il tratto utile e la testa del campione A.

Tabella 8. Media valori durezza HV per ogni Y.

Y [mm]	Media durezza HV campione 1	Media durezza HV campione 2	Media Y [mm]	Media durezza HV campione A
0,25	168	185	0,02	696
0,5	179	173	0,035	324
0,75	187	167	0,055	278
1	189	166	0,075	234
1,25	186	161	0,095	241,5
1,5	194	178	0,12	210,5
1,75	185	186	0,14	217,5
2	187	218	0,16	252
2,25	204	276	0,18	203
2,5	225	279	0,205	201,5
2,75	216		0,275	208
3	294		0,345	255,5
3,25	454		0,415	258
3,5	399		0,49	267
3,75	392		0,565	263
4	404		0,635	206
4,5	412		0,705	221,5
4,75	340		0,775	204
			0,85	220
			0,945	217
			0,99	223
			1,06	204,5
			1,13	222,5
			1,205	195,5
			1,275	208
			1,345	240,5
			1,415	241,5
			1,49	251,5
			1,56	265,5
			1,63	236
			1,7	298
			1,775	256,5
			1,85	288

			1,92	329
			1,99	849

Il seguente grafico mostra tali andamenti.

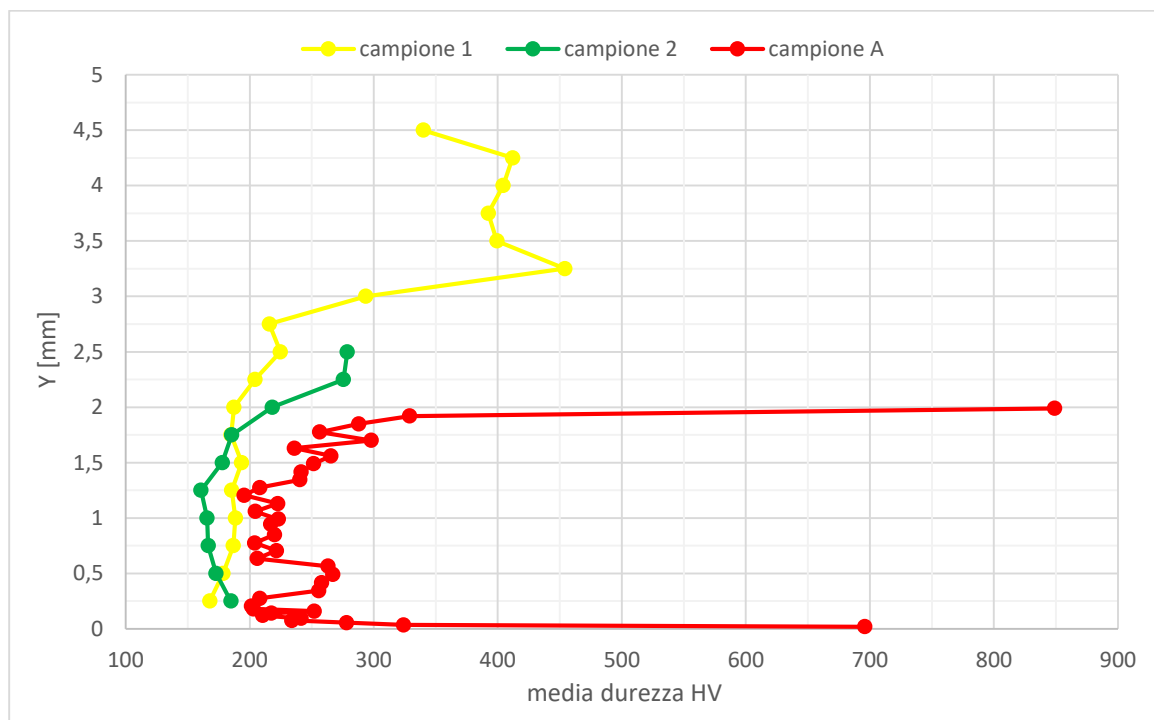


Figura 31. Grafico Y-media durezza HV dei campion

i

La prima osservazione è che i campioni 1 e 2 sono molto più spessi del campione A. Questo dipende dal fatto che le misure relative ai profili 1 e 2 sono state ricavate su campioni non lappati dopo il processo di FSP. Si nota quindi che gli strati superficiali risultano molto più duri, a causa delle trasformazioni indotte dalla FSP. Per sottoporre i campioni a creep si è però reso necessario asportare lo strato superficiale caratterizzato da notevole rugosità, per cui il campione A era poco più spesso di 2mm già prima di essere sottoposto a creep. Come si può notare il campione A presenta una durezza maggiore per tutti i valori di Y rispetto gli altri due campioni; nelle zone lontane dalla superficie, la durezza è di poco maggiore per effetto della seppur modesta densità di dislocazioni introdotta a causa della sollecitazione. Mentre i picchi di durezza negli strati superficiali dipendono dalla durata della prova. L'ossigeno presente

nell'aria ha formato uno strato di ossido di circa 10 μ m e al di sotto di questo uno strato indurito. Tale strato di ossido è visibile dalle immagini fornite dal microdurometro con cui sono state svolte le prove sul campione A. Nella figura si nota anche come la prima misura sia stata effettuata al di sotto dello strato di ossido, quindi nello strato di Ti con ossigeno in soluzione solida.

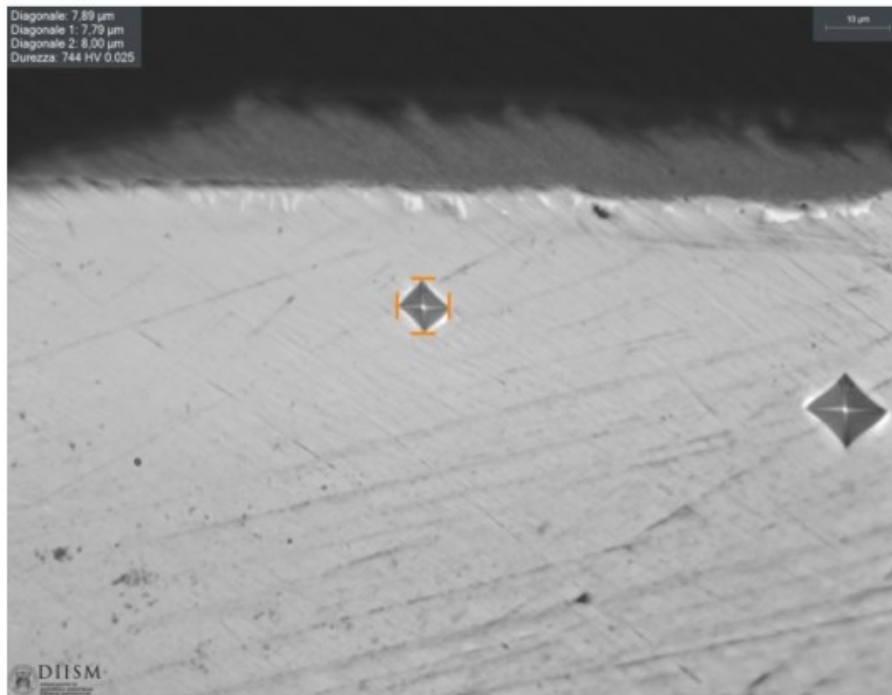


Figura 32. Immagine di impronte del penetratore Vickers vicine allo strato di ossido sulla superficie del campione A.

6. CONCLUSIONI

La risposta a creep del titanio puro sottoposto a Friction Stir Processing è stata oggetto principale del presente lavoro di tesi. Le prove con carichi costanti alle tensioni di 10, 20, 40, 60 e 100MPa, alla temperatura costante di 600°C, hanno fornito delle curve di creep tempo-deformazione e tempo-velocità di deformazione in linea con quelle tipiche dei metalli puri, quindi con tre stadi: un primario piuttosto breve, un secondario in cui la velocità di deformazione è all'incirca costante e infine da un terziario decisamente esteso. La successiva costruzione delle curve deformazione-velocità di deformazione ha permesso di comparare le prove ai differenti carichi, come mostrato nel grafico in Figura 23., evidenziando un andamento delle curve con carico di 20-40-60-100MPa molto simile; mentre per quanto riguarda la prova con carico di 10MPa, essendo più basso il carico applicato, con conseguente prova di lunga durata (45 giorni), la curva è molto più spostata verso il basso e non presenta il terziario poiché è stata interrotta. Dai dati raccolti è stato possibile ricavare le velocità minime di deformazione per la costruzione del grafico bilogarithmico velocità di deformazione-tensione da cui ricavare i valori dei parametri della formula di Norton (legge di potenza), che diventa:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = 9 \times 10^{-12} \sigma^{3,8}$$

L'esponente di Norton è dunque prossimo a 4 (3.8), molto vicino ai valori tipici dei metalli puri (4-5).

I dati ottenuti dalle prove di micro-durezza hanno restituito valori di durezza HV compresi tra i 150 e 250 HV con picchi fino a 885 HV in prossimità della superficie del campione A. Tali valori evidenziano come per la prova a 10MPa, una esposizione per lungo tempo ad elevata temperatura, possa far formare uno strato ricco di ossigeno sulla superficie del campione, che essendo di piccole dimensioni, risente della durezza di tale strato andando a spostare la velocità minima di deformazione a bassi valori.

BIBLIOGRAFIA

- [1] M. Cabibbo, *Leghe e metalli non ferrosi*, Società Editrice Esculapio, Bologna, 2018, cap.4.
- [2] William F. Smith, Javad Hashemi. *Scienza e tecnologia dei materiali*, V edizione, Milano, Mc Graw Hill, 2021, p.322.
- [3] Wikipedia, «Friction stir processing», from: https://en.wikipedia.org/wiki/Friction_stir_processing .
- [4] Kan Li,Xuemei Liu, «Stato della ricerca e prospettive della tecnologia di lavorazione dell'agitazione per attrito», 2019, from: <https://doi.org/10.3390/coatings9020129>
- [5] TWI, «What is Friction Stir Processing?», from: <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/faq-what-is-friction-stir-processing> .
- [6] Memoria presentata al corso «Comportamento dei materiali ad alta temperatura: lo scorrimento viscoso (creep)», Milano, 21 ottobre 2003.
- [7] S. Spigarelli, *Metallurgia meccanica*, Società Editrice Esculapio, cap.8, 2012.
- [8] S. Barella, *Metallurgia e materiali non metallici*, Società Editrice Esculapio, 2016, pp.51-52.
- [9] E. Santecchia, slide del corso «Metodologie metallografiche» della laurea triennale in Ingegneria Meccanica UNIVPM.