



UNIVERSITÀ POLITECNICA DELLE MARCHE
FACOLTÀ DI INGEGNERIA

**RISPOSTA A CREEP DELLA LEGA Ti-6Al-4V PRODOTTA PER
ADDITIVE MANUFACTURING E TRATTATA TERMICAMENTE AD
ALTA TEMPERATURA.**

**CREEP RESPONSE OF THE Ti-6Al-4V ALLOY PRODUCED FOR
ADDITIVE MANUFACTURING AND HEAT TREATED AT HIGH
TEMPERATURE**

Relatore: Chiar.mo
Prof. Stefano Spigarelli

Tesi di Laurea di:
Benedicta Croce

Correlatore: Chiar.ma
Dott. Ing. Chiara Paoletti

A.A. 2020/2021

INDICE

INTRODUZIONE.....	1
1. IL CREEP	2
1.1 La macchina di prova	2
1.2 La curva di creep	3
2. ADDITIVE MANUFACTURING	7
2.1 Powder Bed Fusion.....	8
3. IL TITANIO.....	11
3.1 Lega Ti-6Al-4V	11
4. PROCEDURE SPERIMENTALI.....	13
4.2 Analisi al microscopio ottico.....	16
4.3 Prove di microdurezza.....	19
5. ANALISI ED ELABORAZIONE DEI DATI	23
5.1 Prova n. 1.....	24
5.2 Prova n. 2.....	25
5.3 Prova n. 3.....	26
5.4 Prova n. 4.....	28
5.5 Equazione di Norton.....	31
CONCLUSIONI.....	34
BIBLIOGRAFIA E SITOGRAFIA	35

INTRODUZIONE

Lo studio dello scorrimento viscoso è di fondamentale importanza per le applicazioni di lavoro ad alta temperatura, per esempio in ambito aeronautico e automobilistico. La lega Ti-6Al-4V è comunemente utilizzata proprio nell'ambito aeronautico e in molti altri come quello chimico o biomedico grazie a molte proprietà quali la bassa densità, ma allo stesso tempo l'elevata resistenza, la biocompatibilità e la resistenza alla corrosione.

Il presente lavoro di tesi ha, pertanto, lo scopo di analizzare il comportamento a *creep* di una lega prodotta per *additive manufacturing* di Ti-6Al-4V, la lega di titanio più utilizzata, in modo da ricavare dei parametri importanti per comprendere il comportamento di questo materiale sottoposto ad una temperatura di 500°C con l'applicazione di carichi al di sotto dello snervamento.

L'attività laboratoriale è stata composta dalle prove di *creep*, le prove di microdurezza sui provini pre e post *creep*, realizzate dal collega Simone Di Menno, infine, l'analisi della microstruttura dei campioni tramite microscopio ottico e microscopio elettronico a scansione.

Il lavoro di tesi è suddiviso in tre parti: una prima parte in cui vengono illustrati i concetti fondamentali riguardanti lo scorrimento viscoso, l'*additive manufacturing* e più nello specifico la tecnica utilizzata per questi provini cioè la *powder bed fusion* e la lega di titanio analizzata, una seconda parte in cui vengono riportate le procedure sperimentali svolte e i dati raccolti e un'ultima parte in cui vengono analizzati tali dati.

1. IL CREEP

Un metallo sottoposto ad un carico costante e ad elevata temperatura subisce una deformazione permanente che prende il nome di “*creep*”, o scorrimento viscoso. Questo fenomeno riguarda tutti i metalli, ma è irrilevante se la temperatura non raggiunge il 30-50% della temperatura assoluta di fusione.

Le prove di *creep* possono essere di diversi tipi:

- 1) *Stress-rupture*; viene misurato soltanto il tempo a rottura
- 2) *Creep* interrotte; si interrompe la prova più volte per poter smontare e misurare il campione
- 3) *Creep-rupture*; è il tipo di prova più utilizzato e consente di misurare l’allungamento durante la prova tramite dei trasduttori che vengono montati sul campione.

Le prove possono, inoltre, essere classificate a seconda del tipo e del modo di sollecitazione: possono essere prove di trazione o compressione, a carico costante o a sollecitazione costante.

Sono generalmente effettuate a carico costante, ma la tensione effettiva non rimane tale, in quanto, durante la prova, la sezione trasversale del campione si riduce a causa del suo allungamento e di conseguenza la tensione aumenta. Nonostante questo problema renda le prove meno accurate, i dati ottenuti sono particolarmente utili perché rispecchiano i casi reali, infatti solitamente è il carico ad essere costante e non la tensione.

1.1 La macchina di prova

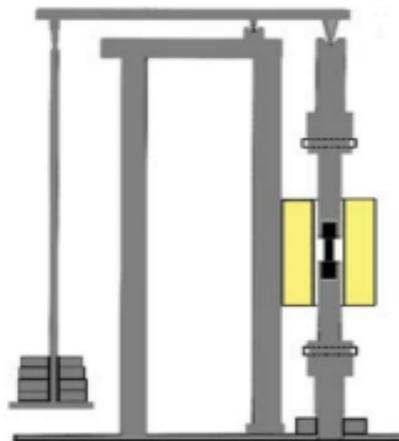


Figura 1.1-schema macchina di prova [1]

La macchina utilizzata per le prove di *creep* può essere di due tipi: idropneumatica o con applicazione del carico mediante dei pesi. Solitamente è preferibile la seconda, in quanto quelle di tipo idropneumatico, essendo legate all'erogazione di corrente elettrica, possono essere soggette ad interruzioni durante il funzionamento.

La tipologia di macchina con applicazione di carico mediante dei pesi, in figura 1.1, è costituita da: un piattello sul quale vengono posizionati i pesi che servono ad esercitare il carico sul campione, un forno che ha la funzione di scaldare il campione, dei trasduttori che consentono di misurare l'allungamento del campione e delle termocoppie che servono a monitorare la temperatura durante la prova.

La temperatura alla quale viene scaldato il campione deve essere costante lungo il tratto utile e l'oscillazione della temperatura dev'essere molto piccola, dell'ordine di $\pm 1^\circ\text{C}$.

La macchina deve quindi essere in grado di mantenere costanti il carico e la temperatura di prova anche per tempi estremamente lunghi, dell'ordine delle centinaia di migliaia di ore.

1.2 La curva di creep

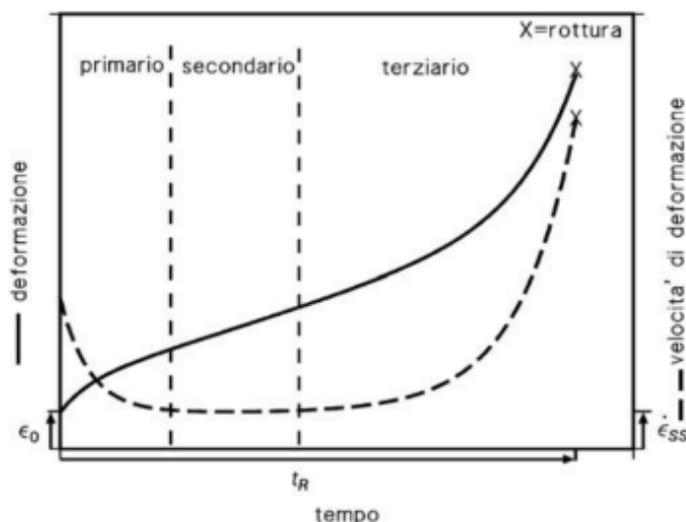


Figura 1.2 – esempio di una curva di creep [1]

Il comportamento del materiale può essere studiato analizzando la deformazione in funzione del tempo.

In una tipica curva di *creep* si può osservare che, all'inizio della prova, il metallo subisce una deformazione istantanea ε_0 , successivamente la deformazione aumenta con l'aumentare del tempo, fino a rottura al tempo t_R .

La deformazione totale si può valutare come la somma di quella istantanea con la successiva deformazione che dipende dal tempo t , dalla temperatura T e dalla tensione σ .

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

L'andamento della velocità di deformazione, come si può notare dal grafico della figura 1.2, a partire dal valore iniziale tende a diminuire fino raggiungere un minimo e rimane costante per un certo intervallo di tempo, corrispondente alla fase stazionaria, per poi aumentare nuovamente fino a rottura.

La curva si può dividere in tre stadi:

- 1) Primario: in questa fase la velocità di deformazione tende a diminuire con il tempo, questo accade perché la deformazione è ostacolata dalla moltiplicazione delle dislocazioni
- 2) Secondario: è una fase stazionaria in quanto la velocità di deformazione è costante, ossia $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{SS}$, dove $\dot{\varepsilon}_{SS}$ è la velocità di deformazione dello stadio secondario o velocità minima $\dot{\varepsilon}_m$. In questo stadio i fenomeni di rafforzamento e addolcimento tendono a bilanciarsi.
- 3) Terziario: la velocità di deformazione subisce un incremento fino a portare il materiale a rottura. Diversi fenomeni comportano la riduzione della sezione resistente, tra cui la nucleazione e la crescita delle cavità, la formazione di cricche e la strizione.

La deformazione può essere descritta tramite l'equazione:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_p \left(1 - e^{-\frac{t}{t_p}} \right) + \dot{\varepsilon}_{SS} t + \varepsilon_T \left(e^{\frac{t}{t_T}} - 1 \right)$$

Dove i parametri con il pedice p sono quelli associati al primario, quelli con il pedice T al terziario e $\dot{\varepsilon}_{SS}$ è la velocità di deformazione nel secondario.

I parametri più importanti che si possono ricavare da una prova di *creep* sono il tempo a rottura e la velocità di deformazione nel secondario.

Il primo è di fondamentale importanza se si vuole valutare la vita a rottura del componente, il secondo è utile per stimare l'accumulazione della deformazione e di conseguenza può fornire anche una stima della vita del componente.

La velocità minima di deformazione dipende dalla tensione di prova e dalla temperatura, la relazione che la lega alla tensione σ per una data temperatura è l'equazione di Norton:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = B \cdot \sigma^n$$

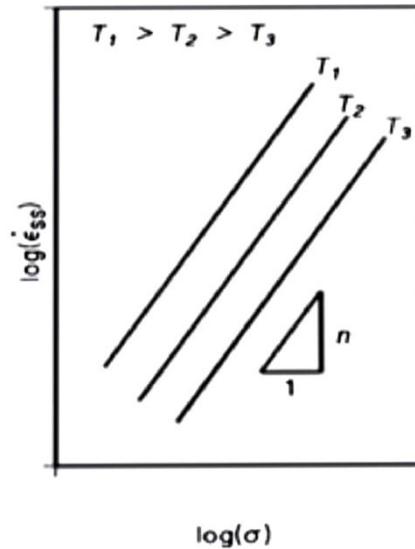


Figura 1.3- grafico $\log \sigma$ - $\log \dot{\epsilon}_{ss}$ [1]

B dipende dalla temperatura T, mentre n è circa 4-5 in caso di metalli puri, ma può essere 1 in caso di tensioni di prova molto basse.

Nel grafico bilogarithmico, in figura 1.3, si mette in relazione la velocità minima con la tensione di prova e si ottengono delle rette, ognuna relativa ad una determinata temperatura, la cui pendenza è n.

Nel caso delle leghe di interesse ingegneristico il valore di n dipende anche dalla temperatura ed è molto più elevato, solitamente compreso tra 5 a 15 e in alcuni casi può superare anche 30.

La velocità deformazione nel secondario in caso di applicazione di un carico costante ma al variare della temperatura può essere dato da:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = C \cdot e^{\frac{-Q}{RT}}$$

Dove C è una costante che dipende dal carico applicato, T la temperatura e Q è l'energia di attivazione dello scorrimento viscoso che, per i metalli puri, corrisponde all'energia di attivazione per l'autodiffusione.

Da questa relazione, invece, per un grafico semilogaritmico della velocità di deformazione nel secondario in funzione di $1/T$ con la temperatura T espressa in Kelvin, si ottengono una serie di rette isobare con pendenza $-Q/RT$, ognuna corrispondente ad una determinata tensione di prova.

Combinando le due relazioni si ottiene:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = A \cdot \sigma^n \cdot e^{\frac{-Q}{RT}}$$

Tale relazione, però, risulta valida soltanto per i metalli puri per i quali n è indipendente dalla temperatura e Q è indipendente dalla tensione. Nel caso delle leghe, invece, Q dipende dalla tensione e, generalmente, è più elevato rispetto all'energia di autodiffusione e n dipende dalla temperatura, quindi, non fornisce dei risultati del tutto validi. [1]

2. ADDITIVE MANUFACTURING

L'*additive manufacturing* è una tecnologia innovativa che si contrappone alla tradizionale tecnologia sottrattiva, come le lavorazioni per asportazione di truciolo quali la tornitura, la fresatura etc. La tecnologia additiva si basa, infatti, sulla sovrapposizione progressiva di strati di materiale procedendo dal basso verso l'alto.

Il processo di produzione parte dalla realizzazione di un modello 3D tramite i sistemi CAD e la successiva conversione in formato STL, l'oggetto viene poi scomposto in strati e infine stampato tramite una stampante 3D.

I vantaggi di questa tecnologia, rispetto a quella tradizionale, sono i seguenti:

- Gli oggetti possono essere realizzati in un unico processo di stampa, invece di essere prodotti in diversi componenti da assemblare successivamente.
- C'è un minore spreco di materiale, in quanto, a differenza di ciò che accade nella manifattura sottrattiva, non è necessario asportare il materiale in eccesso per ottenere la forma finale.
- Si possono realizzare forme complesse
- La realizzazione di prodotti finiti, di prototipi o di attrezzature è più rapida e anche meno costosa
- I prodotti sono facilmente personalizzabili

Ci sono, però, anche alcuni svantaggi; spesso gli oggetti prodotti per AM possono presentare elevate rugosità superficiali, porosità, microstrutture che non sono vantaggiose, stress residui e, sebbene non abbiano limiti riguardo la complessità geometrica, ne presentano alcuni di tipo dimensionale legati alla macchina con la quale sono prodotti.

I prodotti, a causa di questi difetti, devono, in genere, essere sottoposti a lavorazioni successive come trattamenti termici o processi di finitura superficiale, in modo tale da migliorarne le caratteristiche meccaniche o estetiche.

Il termine *additive manufacturing* comprende diverse tipologie di processo: *Vat polymerization*, *Material extrusion*, *Material jetting*, *Binder jetting*, *Powder Bed Fusion*, *Direct Energy Deposition* e *Sheet lamination*.

La tecnologia che viene in genere utilizzata per la lega Ti6Al4V è *Powder Bed Fusion*. [2],[3]

2.1 Powder Bed Fusion

Il processo prende il nome di *powder bed fusion*, ossia fusione a letto di polvere, perché consiste nel fondere strato per strato la polvere di un materiale metallico e farla poi solidificare.

La polvere viene distribuita su una piattaforma mobile, una regione di essa viene fusa e, una volta completato uno strato, la piattaforma si muove verso il basso e viene depositata altra polvere per poter completare un nuovo strato.

La polvere che non viene fusa può essere recuperata e riutilizzata.

Le tecniche possono essere di tre tipologie; *selective laser melting*, *selective laser sintering* o *electron beam melting*.

Selective laser melting

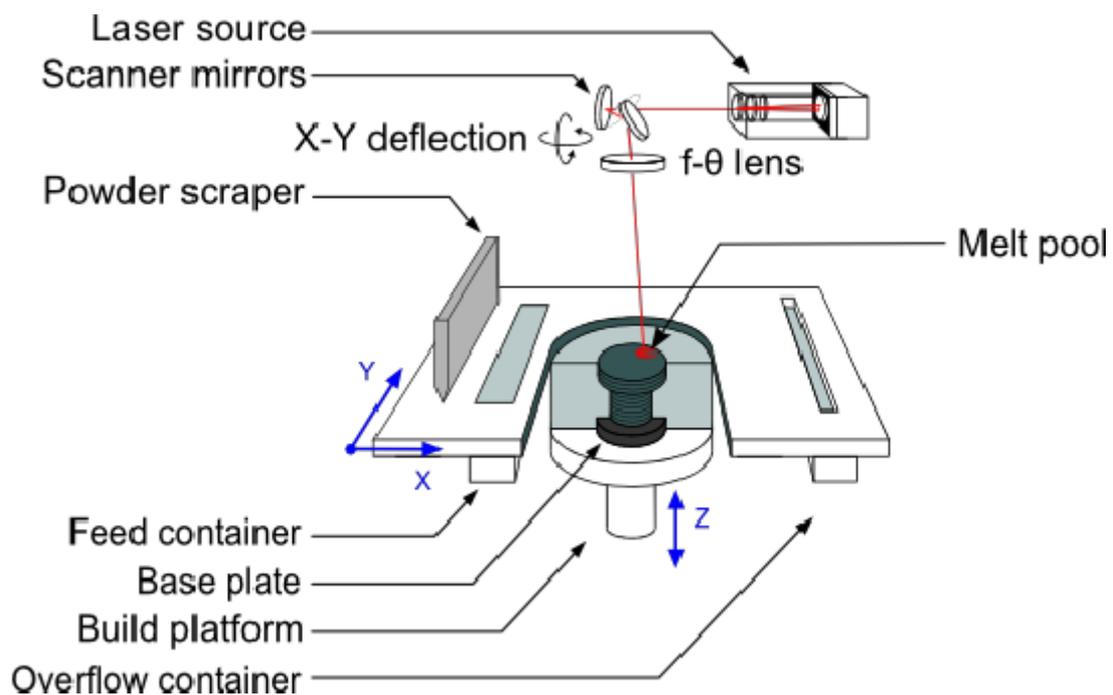


Figura 2.1 – Schema di una macchina di SLM [4]

La macchina in figura 2.1 è costituita da una piattaforma che, tramite un elevatore, può muoversi in direzione z.

Le polveri, contenute nel *feed container*, vengono distribuite in maniera uniforme sulla piattaforma tramite una racla o un rullo che si muove lungo l'asse x da sinistra verso destra e quelle in eccesso vengono raccolte nell'*overflow container*.

Un sistema di specchi direziona il fascio del laser in modo da colpire i granelli di polvere in maniera selettiva e portarli a fusione, formando un primo strato. Completato il primo, la piattaforma si abbassa e viene distribuita altra polvere per procedere con il secondo, ogni strato ha un'altezza dell'ordine delle decine di micron.

È inoltre importante che l'atmosfera presente nel volume di lavoro sia inerte e che sia composta da gas come l'elio o l'argon in modo da evitare l'ossidazione della polvere.

La tecnica *selective laser sintering* è quasi identica alla SLM, la differenza tra le due è che nella prima i granelli vengono fusi insieme e si raggiunge, quindi, la temperatura di fusione, nella seconda, invece, la polvere viene sinterizzata; le particelle vengono unite ad una temperatura molto elevata ma senza fusione. [4],[5]

Electron beam melting

Il funzionamento della macchina è molto simile a quella della SLM, è costituita anch'essa da una piastra di costruzione su cui viene distribuita la polvere tramite la racla e ad ogni strato la piattaforma si muove verso il basso in modo da poter realizzare lo strato successivo.

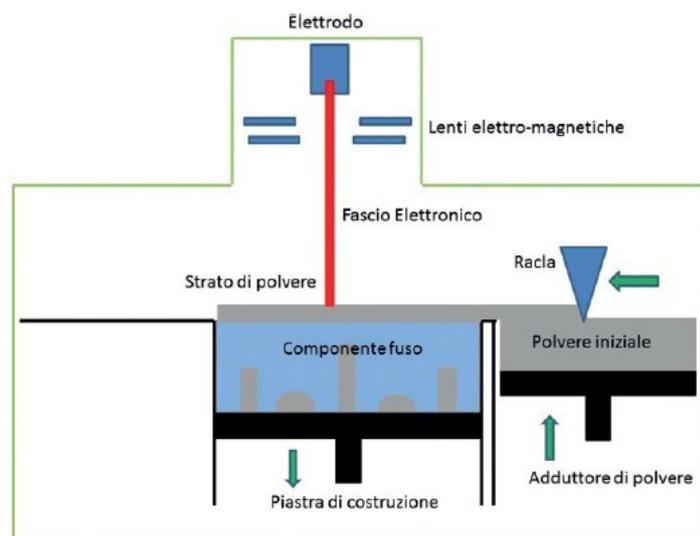


Figura 2.2 – schema di una macchina EBM [6]

La tecnologia *electron beam melting* differisce, tuttavia, dalla SLM per la modalità di fusione della polvere, in questo caso la fonte di energia termica è un fascio elettronico direzionato tramite le lenti elettromagnetiche. Per questo motivo è necessario operare nel vuoto al fine di evitare che gli elettroni impattano con particelle di atmosfera, altrimenti gran parte dell'energia andrebbe persa. Operando nel vuoto, la polvere non è a contatto con elementi contaminanti e non c'è, quindi, il problema dell'ossidazione.

Grazie al maggiore apporto di energia e alla velocità di scansione, la costruzione è più veloce rispetto a quella del SLM, ma la qualità superficiale ottenuta è inferiore. [6],[7]

3. IL TITANIO

Il titanio, grazie alle sue proprietà, è comunemente impiegato in molti ambiti; come l'aeronautica per via della sua elevata resistenza alla corrosione in ambienti aggressivi, o anche nell'ambito delle protesi in quanto biocompatibile e con modulo di elasticità simile a quello delle ossa umane.

È un metallo la cui densità è intermedia tra gli acciai e le leghe leggere, ha un'elevata resistenza alla corrosione, al *creep* e anche alla fatica, ma ha un costo piuttosto elevato.

Il titanio puro, essendo polimorfo, può essere classificato in:

- 1) Titanio α a reticolo esagonale compatto
- 2) Titanio β a reticolo cubico a corpo centrato

La classificazione delle leghe viene fatta in base alla quantità presente, a temperatura ambiente, delle fasi α e β nella struttura.

Le leghe possono essere:

- 1) α e quasi α : l'alluminio è l'elemento stabilizzante principale della fase α , insieme all'ossigeno e all'azoto. Questo tipo di lega è meno resistente alla corrosione rispetto al titanio puro, ma è più resistente all'ossidazione a caldo grazie alla presenza dell'alluminio.
- 2) β e quasi β : tra gli elementi stabilizzanti della fase β ci sono l'idrogeno, il vanadio, il ferro, il cromo e il molibdeno. Queste leghe non possono essere utilizzate per applicazioni che superino i 370°C, altrimenti si possono innescare fenomeni di *creep*.
- 3) Leghe α - β : contengono entrambe le fasi. La lega più comunemente usata è Ti-6Al-4V nella quale l'alluminio ha la funzione di stabilizzante per la fase α , il vanadio per la fase β . [8]

3.1 Lega Ti-6Al-4V

La lega Ti-6Al-4V è di tipo α - β ed è composta dal 6% di alluminio e il 4% di vanadio.

Originariamente, intorno agli anni '50, l'utilizzo di questa lega era quasi esclusivamente dedicato alle applicazioni aeree, successivamente la richiesta è aumentata anche in molti altri ambiti quali le industrie automobilistiche, marine, biomediche e chimiche.

Oggi occupa quasi la metà della richiesta sul mercato dei prodotti in titanio, grazie alle sue caratteristiche, tra cui l'elevata resistenza, la bassa densità che lo rende un materiale molto leggero, la resistenza alla corrosione e la biocompatibilità.

Con i tradizionali processi di produzione, come la forgiatura, la colata e la laminazione di materie prime e la loro successiva lavorazione per ottenere le forme finali, è quasi impossibile soddisfare la richiesta in quanto comporterebbe elevati costi di produzione, grandi quantità di materiale sprecato e tempi molto lunghi.

Per questi motivi la produzione di componenti ingegneristici di questo materiale è affidata sempre di più alle tecnologie additive.

Nei prodotti *as built*, ossia senza successivi trattamenti, ottenuti tramite AM sono, però, presenti alcuni difetti:

- Porosità; può peggiorare le caratteristiche meccaniche, infatti la forma e la direzione dei pori può influire molto sulla tenacità. I pori possono essere di due tipi; quelli dovuti alla presenza di gas residui che rimangono intrappolati durante la solidificazione del materiale fuso e quelli dovuti alla *lack of fusion*, causati dalla fusione incompleta. Nel primo caso i pori sono distribuiti in maniera casuale e hanno una forma sferica o ellittica, nel secondo caso invece hanno una forma più irregolare e allungata e sono distribuiti principalmente nelle zone di confine tra due strati. Questi ultimi risultano maggiormente dannosi rispetto ai primi ma, essendo in genere causati da un'energia insufficiente per la fusione, sono evitabili aumentando l'apporto energetico del laser o del fascio elettronico.
- Tensioni residue; sono causate dall'elevato gradiente termico e aumentano con l'aumentare degli strati e il valore massimo delle tensioni residue si verifica in prossimità della superficie libera dello strato finale.
- Rugosità superficiale; è causata dall'ossidazione e dalla presenza di particelle parzialmente fuse sulla superficie. La diversa qualità superficiale può dipendere dalla velocità di scansione, dalla granulometria delle polveri e dall'altezza degli strati. Il metodo principale per migliorare la qualità superficiale è la lucidatura delle superfici. [7]



Figura 3.1 (a) – foto del campione prima della lucidatura



Figura 3.1 (b) – foto del campione dopo la lucidatura

4. PROCEDURE SPERIMENTALI

4.1 Prove di *creep*

Le prove di *creep* sono state condotte su quattro provini di Ti-6Al-4V alla temperatura di 500°C ma con applicazione di carichi diversi.

I campioni sono costituiti da:

- Due teste che hanno una sezione maggiore rispetto alla parte centrale in modo da facilitare il bloccaggio del provino all'interno della macchina.
- Il tratto utile che ha una lunghezza L_0 e una sezione S_0 che può essere circolare o rettangolare. Questo è il tratto che viene sottoposto alla prova e di cui viene misurata la deformazione.
- Il tratto calibrato L_c opportunamente raccordato con le teste.[8]

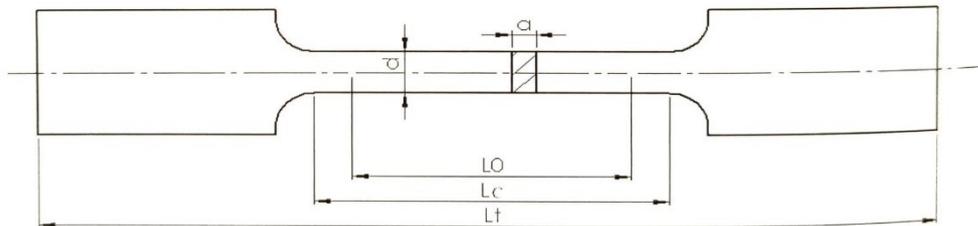


Figura 4.1 – schema di un provino [8]

I provini, essendo ottenuti mediante *additive manufacturing*, hanno un'elevata rugosità superficiale; quindi, in un primo momento, sono stati sottoposti a lucidatura meccanica.

La lucidatura dei campioni consiste nel passarli sulla lucidatrice manuale in figura 4.2, un macchinario in cui vengono montate delle carte abrasive al carburo di silicio, con un sistema di rubinetti in cui scorre acqua in maniera continua in modo da raffreddare i campioni.

Le carte abrasive sono classificate attraverso dei numeri che indicano la densità del SiC per inch^2 detta anche mesh, ad un numero più basso corrisponde un numero inferiore di carburi e di conseguenza una maggiore grossezza media degli stessi, viceversa ad una granulometria più alta corrisponde una quantità più elevata di particelle di SiC con grossezza inferiore.

Quelle con una mesh bassa, ossia con pochi carburi, graffiano la superficie più in profondità rispetto a quelli ad alta mesh che possono produrre solchi anche di pochi micrometri. [9]



Figura 4.2 – foto di una lucidatrice manuale

I provini sono stati prima passati ad una carta con granulometria 320 e poi con quella 1200 per diminuire la profondità dei solchi e renderli più lucidi.

Una volta ottenuta la qualità superficiale adeguata sono stati misurati mediante un calibro ed è stata ricavata la lunghezza iniziale del tratto utile L_0 pari a 25,7 mm, oltre alla sezione effettiva.

Completata la misurazione, i campioni sono stati montati all'interno della macchina per la prova, in figura 4.3, sollevando il forno tramite una leva e posizionando il provino nello spazio apposito inserendo le teste negli afferraggi.

Il forno viene poi riposizionato in modo che circondi il campione e viene acceso impostando la temperatura di prova.

La prova ha effettivamente inizio quando viene raggiunta la temperatura impostata e rimane costante, essa viene monitorata tramite delle termocoppie per tutta la durata.

È necessario, poi, caricare i pesi corrispondenti al carico di trazione da applicare al provino e tramite un trasduttore si registra allungamento.



Figura 4.3 (a) – foto della macchina di prova



Figura 4.3 (b) – foto del campione montato



Figura 4.3 (c) – foto del sistema di applicazione dei pesi

Le quattro prove sono state effettuate applicando carichi diversi:

- 1) La prima con carico pari a 500 MPa
- 2) La seconda con un carico di 550 MPa
- 3) La terza con due carichi differenti il primo di 350 MPa e il secondo di 550 MPa
- 4) L'ultima con 4 carichi il primo pari a 225 MPa, il secondo 577 MPa, poi di nuovo a 225 MPa e infine 350 MPa

Le prove sono state poi analizzate riportando su un grafico la deformazione nel tempo e ricavando la velocità minima di deformazione.

Una volta ricavata la velocità minima associata alle diverse tensioni, questi dati sono stati riportati in un grafico bilogarithmico in modo da poter ricavare l'equazione di Norton.

4.2 Analisi al microscopio ottico

Dopo la prova di *creep*, i campioni sono stati osservati al microscopio ottico.

Di ogni provino sono stati tagliati, utilizzando una troncatrice, due pezzi; uno appartenente alla spalla e un altro invece al tratto utile.

Ogni pezzo ha subito un processo di preparazione che prevede:

- 1) Inglobatura: i campioni vengono solitamente inglobati in modo che si possano eseguire più facilmente le successive preparazioni.

I pezzi sono stati inglobati nella resina fenolica nera, una resina termoindurente, tramite un macchinario apposito in figura 4.4.



Figura 4.4 – foto di una pressa inglobatrice

Dopo aver posto il campione all'interno della macchina, sono stati aggiunti 3 misurini di resina fenolica ed è stata impostata la temperatura a 150°C, in quanto la temperatura di polimerizzazione ottimale per questa resina è di 150-170°C per circa 6-8 minuti.

È stato impostato il timer a sette minuti ed è stato applicato un carico compreso tra 25 e 30 kN per pressare e compattare la resina.

Infine, è stato aperto il rubinetto in modo da far scorrere l'acqua sulle bobine avvolte attorno alla camera che contiene il campione e la resina e farli raffreddare fino a temperatura ambiente. Il tempo impiegato per il raffreddamento è di cinque minuti.

- 2) Assottigliamento meccanico: è stato eseguito tramite la macchina lucidatrice manuale, utilizzando una sequenza di carte abrasive con mesh rispettivamente da 600 – 1200 - 2500 e poi con una di 4000 ruotando il campione di 90° tra una passata e l'altra in modo tale da poter individuare a quale granulometria corrispondessero i graffi.
- 3) Lucidatura: il processo è simile a quello precedente. In questo caso si utilizza un macchinario su cui è montato un panno messo in rotazione, su questo panno viene distribuita della pasta diamantata che ha lo scopo di produrre dei solchi molto sottili con profondità dell'ordine di pochi micrometri, si può, infatti, arrivare fino a 0,25 μ m. È inoltre importante bagnare il panno con un lubrificante diluito con acqua.
L'obiettivo finale è quello di ottenere una superficie completamente lucida, pronta per essere attaccata chimicamente e poi osservata al microscopio ottico. È fondamentale che la superficie sia abbastanza lucida, altrimenti i graffi sarebbero visibili al microscopio ottico, mentre solchi di 0,25 μ m non possono essere visualizzati nemmeno con il massimo ingrandimento.
- 4) Attacco chimico: la microstruttura dei materiali e i suoi dettagli come i bordi di grano, le seconde fasi, la presenza di precipitati, gli effetti di lavorazioni meccaniche o di altri trattamenti possono essere messi in risalto per mezzo dell'attacco chimico o elettrochimico.



Figura 4.5 – foto dell'attacco chimico Kroll

L'attacco chimico è una soluzione costituita da un solvente che può essere acqua, alcool etilico o metilico e da uno o più acidi. Serve, quindi, a mettere in evidenza i dettagli microstrutturali grazie al contrasto ottico che si crea con la luce riflessa.

In questo caso l'attacco eseguito è stato di tipo Kroll con un'esposizione di circa 10 secondi, costituito da acqua, acido fluoridrico HF e acido nitrico HNO₃. [9]

Il microscopio ottico è uno strumento dotato di due lenti:

- Una lente obiettivo che è quella posta davanti all'oggetto e che produce un'immagine ingrandita e capovolta
- Una lente oculare il cui oggetto è l'immagine ottenuta con l'obiettivo

L'ingrandimento del microscopio è dato dal rapporto tra le dimensioni dell'immagine e quella dell'oggetto ed è dato dal prodotto tra l'ingrandimento dell'obiettivo con quello dell'oculare.

Un'altra grandezza importante è l'apertura numerica NA che è la misura della capacità dell'obiettivo di raccogliere luce e risolvere i dettagli dell'oggetto.

Essa è data da:

$$NA = n \sin \alpha$$

Dove n è l'indice di rifrazione del mezzo di immersione ed è uguale a 1 nel caso dell'aria mentre è 1,51 per l'olio. Mentre α è metà dell'angolo di apertura dell'obiettivo.

L'obiettivo è quindi contrassegnato dall'ingrandimento che può essere 10x, 25x, 40x, 100x fino ad arrivare ad un massimo di 1000x o 2000x e dall'apertura numerica seguita dal mezzo di immersione. Per esempio, un obiettivo 60x/1.40 Oil ha un ingrandimento di 60 volte e un'apertura numerica di 1.40 e come mezzo di immersione l'olio.

le immagini riportate di seguito, in figura 4.6, sono state ottenute con due obiettivi: uno con ingrandimento 2,5x e l'altro 10x, entrambi con apertura numerica pari a 0,8. [8],[9]

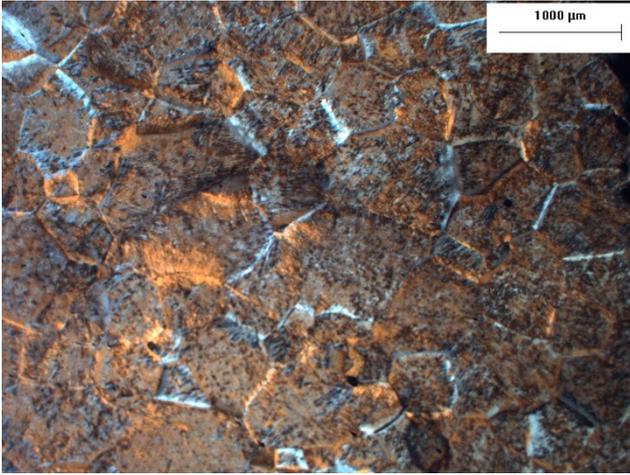


Figura 4.6 (a) – microstruttura della lega Ti-6Al-4V al MO con obiettivo 2,5x0,8



Figura 4.6 (b) - microstruttura della lega Ti-6Al-4V al MO con obiettivo 10x0,8

La microstruttura della lega di Ti-6Al-4V è influenzata dalla velocità di raffreddamento; se la solidificazione lenta mantiene la struttura α - β , se la solidificazione è più rapida la fase β si decompone e si forma una fase martensitica α' fine e aghiforme.[7]

Di seguito, in figura 4.7, sono riportate le immagini ottenute con ingrandimenti superiori.

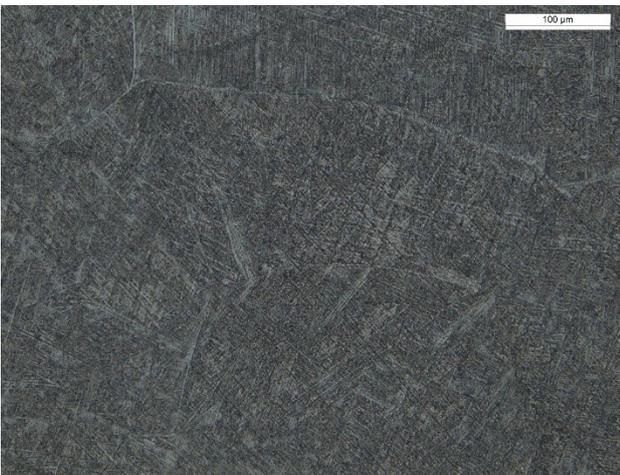


Figura 4.7 (a) – immagine del tratto utile del campione A ottenuta con ingrandimento superiore

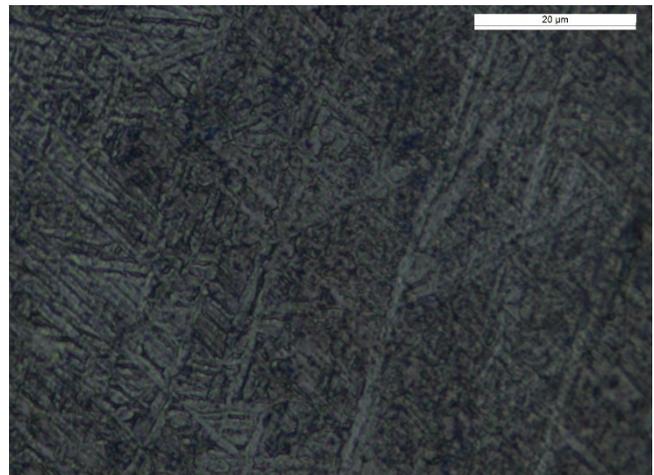


Figura 4.7 (b) - immagine del tratto utile del campione A ottenuta con ingrandimento superiore

4.3 Prove di microdurezza

La durezza, in metallurgia può essere definita come la resistenza del materiale alla penetrazione, essa influenza le caratteristiche del metallo come la resistenza all'usura, al taglio, alla corrosione e all'incisione.

La durezza può essere misurata mediante delle prove statiche che sono economiche, rapide, ripetibili e non sono distruttive, in quanto non danneggiano il componente.

Queste prove consistono nell'applicare un carico ad un penetratore costituito da un materiale duro e poi misurarne l'impronta lasciata sul metallo da analizzare.

Si possono suddividere in prove di durezza o di microdurezza, a seconda della dimensione dell'impronta e del carico applicato. Per le prove di durezza i carichi hanno un range tra 1 N e 30 kN mentre per quelle di microdurezza i carichi sono inferiori a 1N.

Si possono inoltre classificare in base al tipo di penetratore, alle condizioni di prova e alla tecnica di rilevamento delle impronte. Le più comuni sono: la prova Brinell che utilizza un penetratore sferico, la Vickers condotta con un penetratore a forma di piramide retta a base quadrata e la Rockwell con il penetratore di forma conica.

Sui provini, le prove di microdurezza sono state realizzate dal collega Simone Di Menno prima e dopo le prove di *creep*, utilizzando la prova di tipo Vickers.

La prova Vickers viene eseguita con un penetratore in diamante a forma di piramide retta a base quadrata, il cui angolo al vertice è pari a 136° .

La misura dell'impronta è effettuata tramite microscopio in quanto l'impronta lasciata dal penetratore è dell'ordine dei micrometri. Vengono misurate le diagonali e ne viene calcolata la media come

$d = \frac{d_1+d_2}{2}$, dove d_1 e d_2 sono le diagonali in figura 4.8.

La durezza di può ricavare tramite la formula seguente:

$$HV = 0,189 \frac{P}{d^2}$$

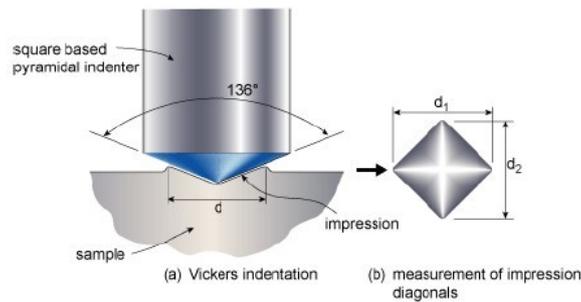


Figura 4.8 – immagine di un penetratore di una prova Vickers [10]

Dove P è il carico applicato in Newton e d è la media delle diagonali espressa in millimetri.

Il campione su cui è eseguita la prova deve avere una finitura superficiale tale da permettere una misura accurata delle impronte, dev'essere, quindi, adeguatamente, piana, liscia e non devono essere presenti ossidi o lubrificanti. [8],[10]

Dai dati ottenuti dalle prove delle diagonali medie è stata ricavata la durezza HV relativa alle diagonali e infine la durezza media dei vari provini. Il carico applicato è pari a 500 gf.

Nella tabella seguente sono riportati i valori di durezza media ottenuta per i diversi campioni, dove con campione A, B, C, D sono indicati i campioni relativi rispettivamente alla 1°,2°,3° e 4° prova di *creep*.

Il campione 1 con carico di 500 MPa e durata di esposizione di 17,3 ore, il campione 2 sottoposto al carico di 550 MPa e durata di esposizione di 2,5 ore, il campione 3 con carico prima di 350 poi di 500 e durata di esposizione di 47,8 ore, infine il campione 4 con carichi di 225, 557, 225 e 350 e durata di esposizione di 355 ore. Di questi provini sono stati analizzati sia i valori relativi alle teste che quelli dei tratti utili.

	HV media	durata (h)
Campione <i>pre-creep</i>	363,7	17.3
A spalla	361,5	17.3
A tratto utile	371,8	17.3
B spalla	366,7	2.5
B tratto utile	375,9	2.5
C spalla	352,3	47.8
C tratto utile	370,9	47.8
D spalla	383,6	355
D tratto utile	355,3	355

5. ANALISI ED ELABORAZIONE DEI DATI

Le prove di *creep* sono eseguite su materiali che sono solitamente sottoposti a condizioni di lavoro che possono innescare tale fenomeno, quindi, quei materiali generalmente utilizzati per applicazioni ad elevate temperature e sottoposte a dei carichi inferiori rispetto al carico di snervamento.

Lo scopo di queste prove è quello di trovare dei parametri ingegneristici rilevanti per comprendere il comportamento del materiale a tali condizioni, come il tempo a rottura e la velocità minima di deformazione.

Sono stati sottoposti a queste prove 4 provini alla temperatura di 500°C, due di questi sono stati sollecitati con un unico carico, gli altri due, invece, modificando il carico durante la prova.

Delle tre fasi della prova di *creep*, quella di maggiore rilevanza è la secondaria perché da quest'ultima si può ricavare la velocità minima di deformazione che corrisponde proprio alla velocità in questo stadio ed è costante.

Sono stati, innanzitutto, raccolti i dati relativi all'allungamento del provino durante la prova, grazie all'utilizzo dei traduttori presenti nella macchina di prova e da questi è stata ricavata la deformazione ingegneristica come:

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

dove Δl è l'allungamento, ossia la differenza tra la lunghezza ad un dato tempo t e la lunghezza iniziale L_0 .

Di conseguenza è stato ricavato un grafico a dispersione deformazione-tempo che rappresenta la curva di *creep* della prova, di questo grafico è stato in particolare analizzato lo stadio secondario. Prendendo in esame alcuni punti di questa fase, è stato ottenuto un nuovo grafico deformazione-tempo con un andamento lineare e di cui, successivamente, è stata ricavata l'equazione della retta; il coefficiente angolare di questa retta è la velocità minima di deformazione in quanto è dato dalla derivata della funzione e quindi, in questo caso, dalla derivata della deformazione nel tempo.

Infine, le velocità minime di deformazione per le varie prove sono state confrontate con le varie tensioni con un grafico bilogartimico velocità minima di deformazione-tensione e sono stati ricavati i parametri B e n dell'equazione di Norton:

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

Tutti i campioni avevano una lunghezza iniziale L_0 pari a 25,7 millimetri, misurata mediante un calibro.

5.1 Prova n. 1

La prima prova è stata condotta su un provino a cui è stato applicato un carico di 500 MPa, il tempo di esposizione è stato di 17,3 ore. Con i dati ottenuti, è stato possibile realizzare il seguente grafico.

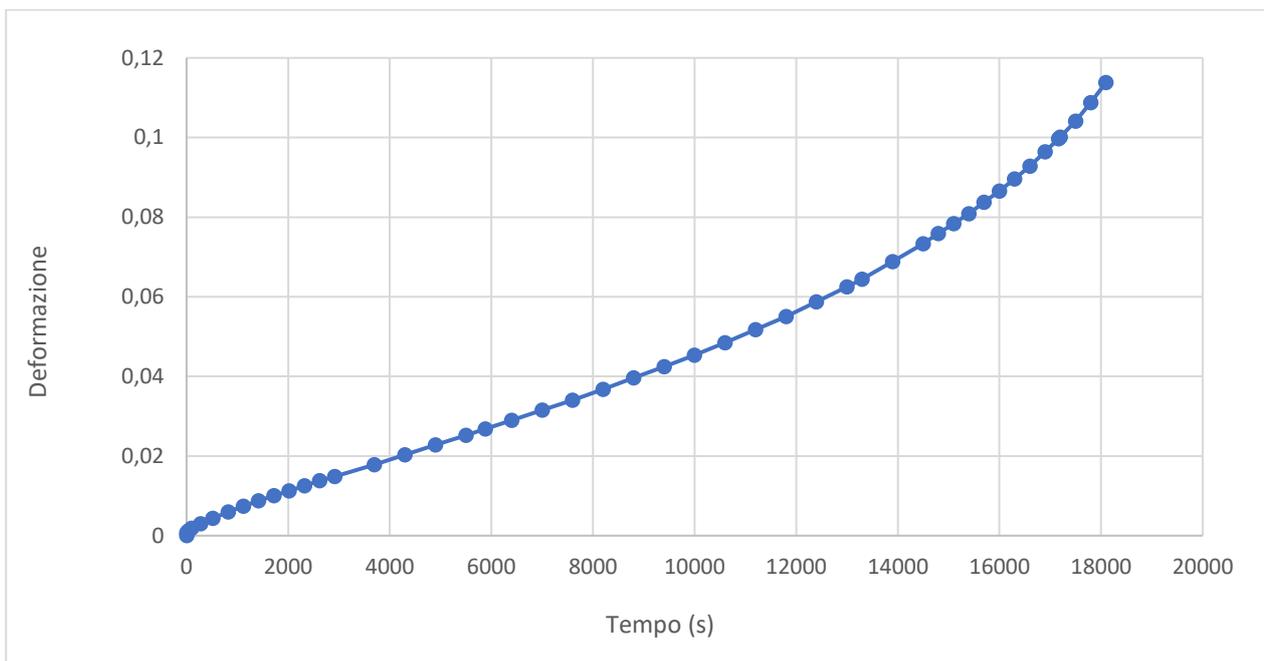


Grafico 5.1.0 – grafico deformazione-tempo del primo provino

Restringendo il grafico ad alcuni punti del secondario, la zona in cui la pendenza della deformazione in funzione del tempo rimane costante si ottiene il grafico 5.1.1

Dall'equazione ricavata dal grafico 5.1.1 si ottiene la velocità minima di deformazione

$$\dot{\epsilon}_m = 4,33E-06 \text{ 1/s}$$

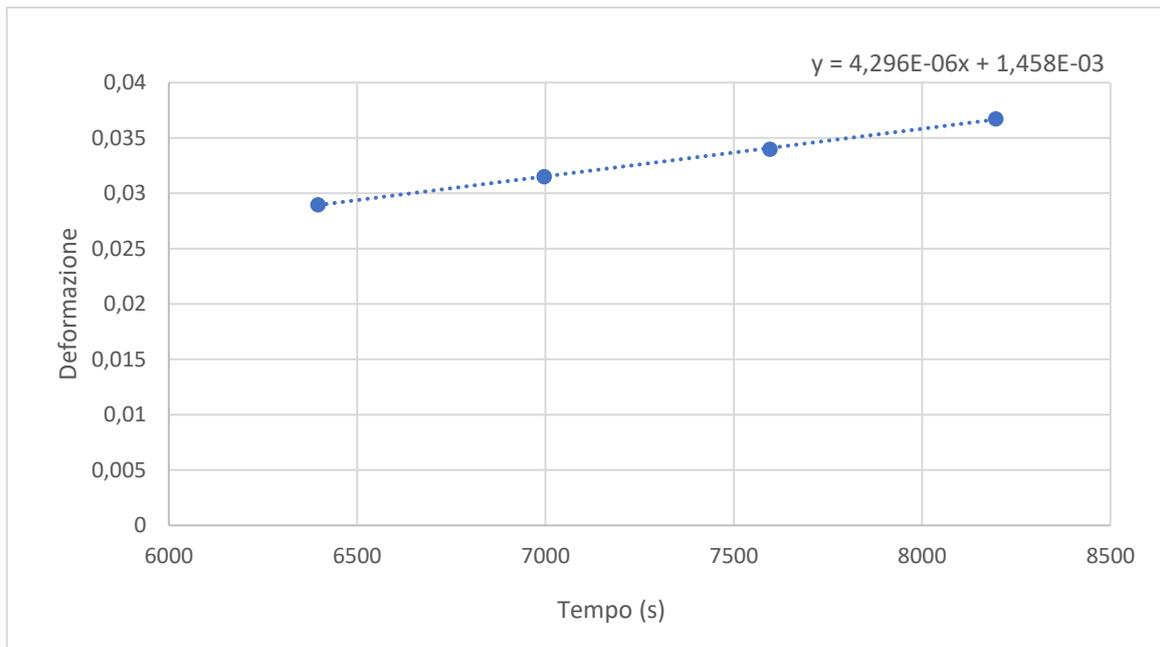


Grafico 5.1.1 – grafico deformazione-tempo dello stadio secondario del primo provino

σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_m$ (1/s)
500	4,3E-06

5.2 Prova n. 2

La seconda prova, come la prima è stata eseguita con un unico carico, in questo caso di 550 MPa. Il tempo di esposizione è stato di 2,5 ore.

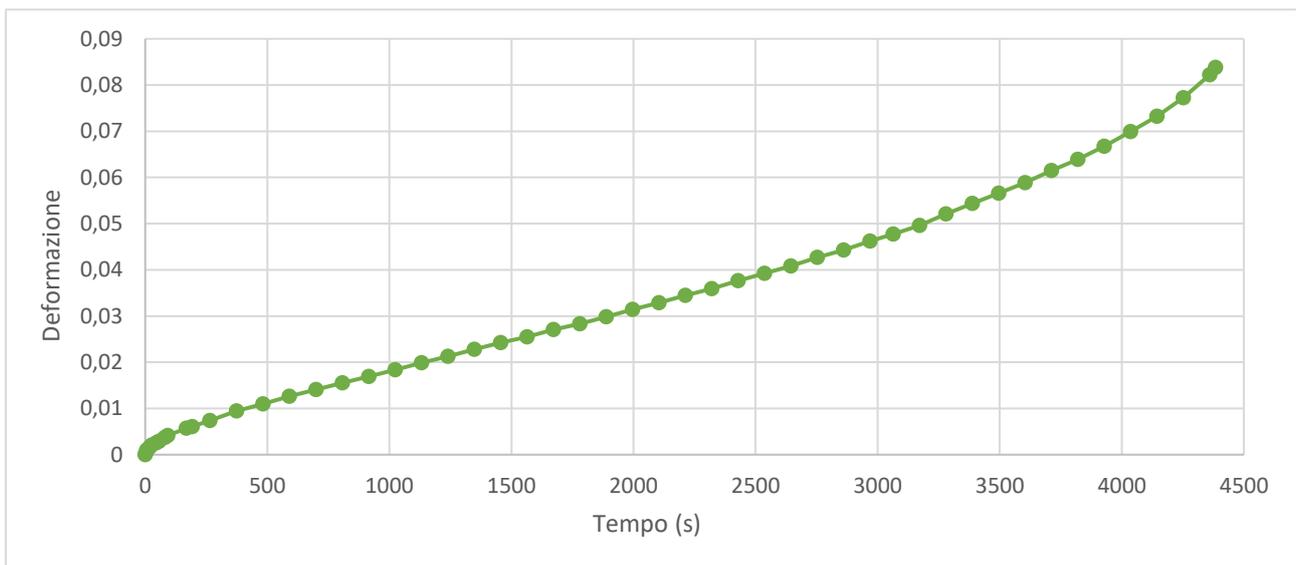


Grafico 5.2.0 – grafico deformazione-tempo del secondo

Prendendo nuovamente in esame lo stadio secondario si ottiene il grafico 5.2.1

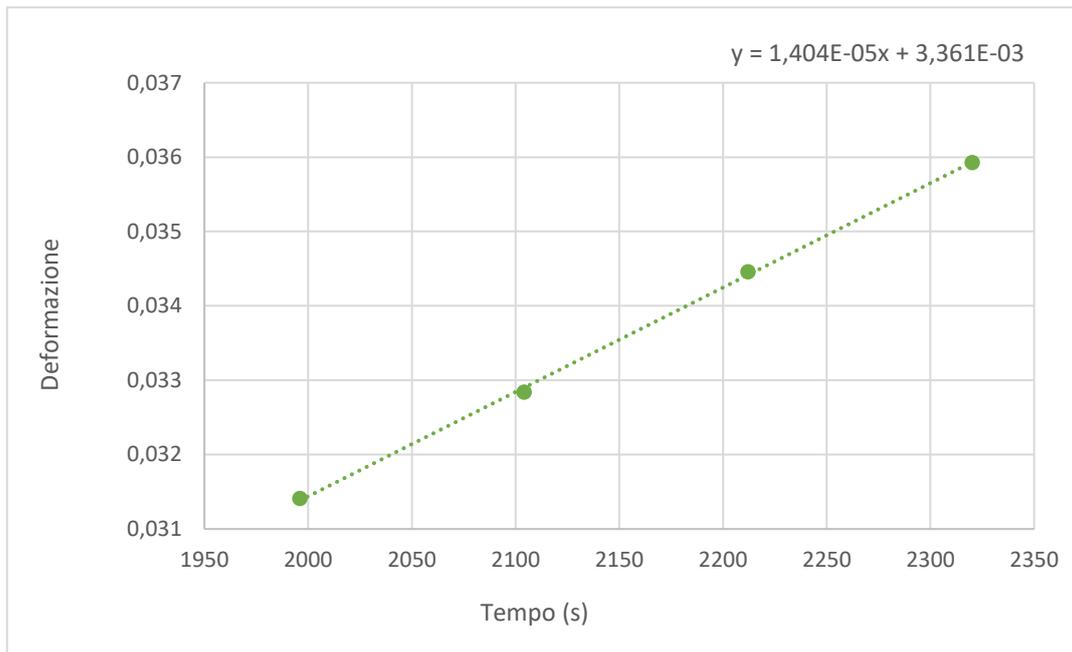


Grafico 5.2.1 – deformazione-tempo dello stadio secondario del secondo provino

Attraverso l'analisi dell'andamento deformazione-tempo nel secondario è stata ricavata, anche in questo caso, la velocità minima di deformazione che è pari a $1,4E-05$ 1/s.

σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_m$ (1/s)
550	$1,4E-05$

5.3 Prova n. 3

La prova sul terzo provino è stata invece condotta applicando due carichi diversi.

Inizialmente il campione è stato sollecitato con un carico di 350 MPa.

Una volta raggiunto lo stadio secondario che è quello di maggior rilevanza per la nostra analisi, è stato aumentato il carico fino a 500 MPa.

La durata complessiva di esposizione è stata di 47,8 ore.

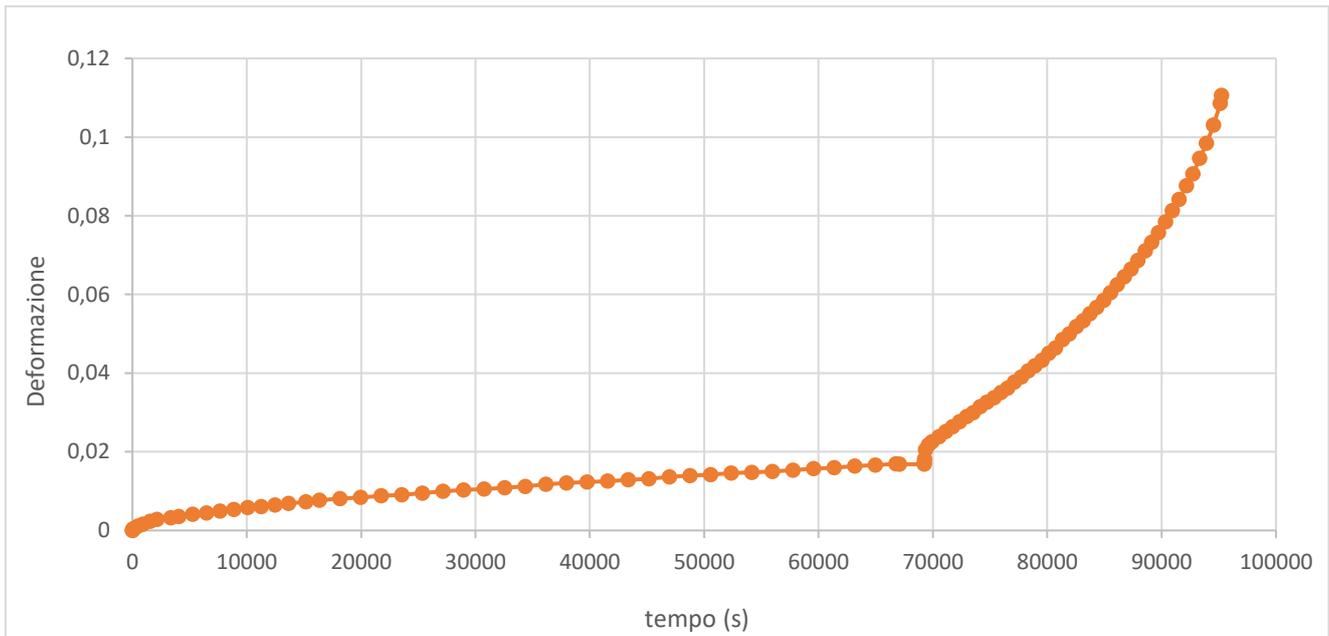


Grafico 5.3.0 – grafico deformazione-tempo del terzo provino

È possibile suddividere questo grafico in due curve di *creep* differenti, una relativa al carico di 350 MPa e l'altra al carico di 500 MPa.

La prima termina con lo stadio stazionario e quindi si possono analizzare i punti finali e riportarli su un grafico deformazione-tempo in modo da poter esaminare l'andamento del secondario e ricavarne la relativa velocità di deformazione.

Dal successivo grafico 5.3.1 è stato possibile ricavare la velocità di deformazione minima relativa al carico di 350 MPa, essa è pari a $1,74E-07$ 1/s.

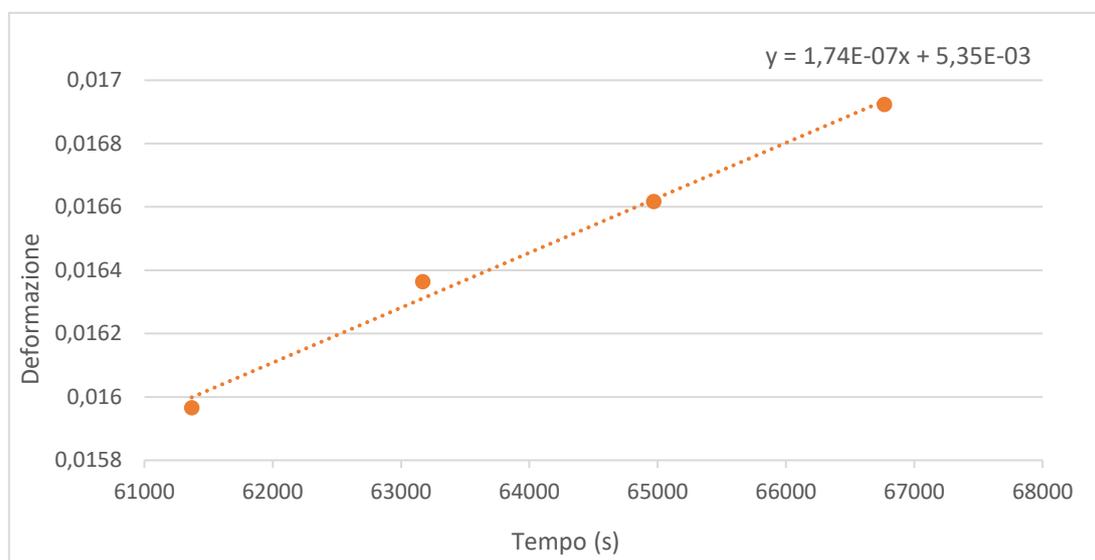


Grafico 5.3.1 – grafico deformazione-tempo dello stadio secondario del terzo provino per il carico di 350 MPa

Analizzando, successivamente, i punti del secondario corrispondenti al carico di 500 MPa si ottiene il seguente grafico.

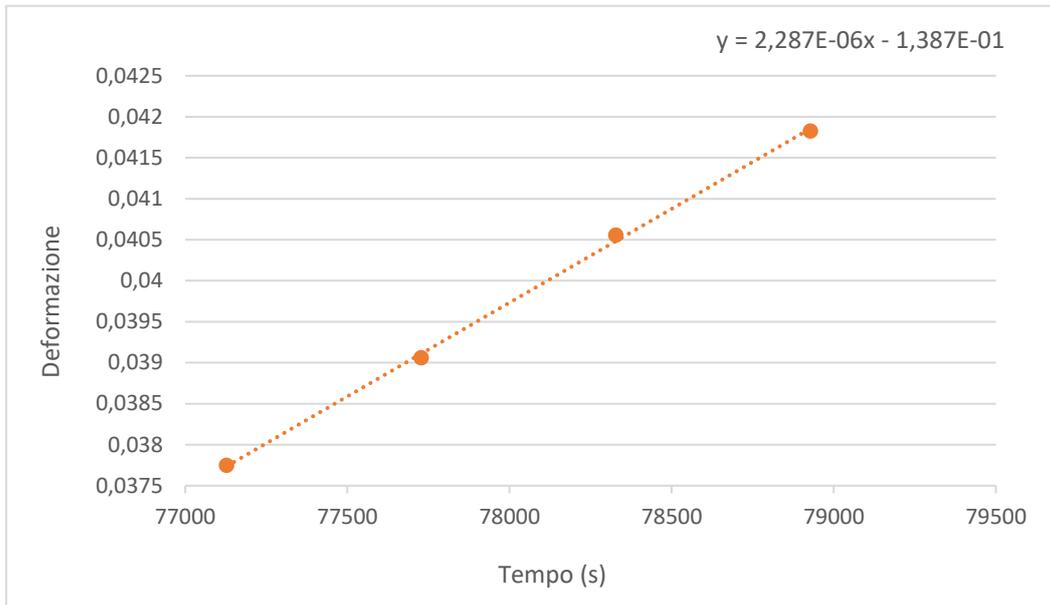


Grafico 5.3.2 – grafico deformazione-tempo dello stadio secondario del terzo provino per il carico di 500 MPa

Dall'equazione della retta che approssima i punti del grafico 5.3.2 si ricava la velocità minima di deformazione $2,3E-06$ 1/s relativa al carico di 550 MPa.

σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_m$ (1/s)
350	1,7E-07
500	2,3E-06

5.4 Prova n. 4

L'ultima prova è stata sottoposta a quattro carichi differenti; un primo carico di 225 MPa, il secondo di 557 MPa, il terzo nuovamente di 225 MPa e infine un carico di 350 MPa.

La durata totale di esposizione è stata di 355 ore.

Il grafico successivo deformazione-tempo può essere analizzato considerandolo come composto da quattro curve di *creep* differenti, di cui si esaminano i rispettivi stradi secondari.

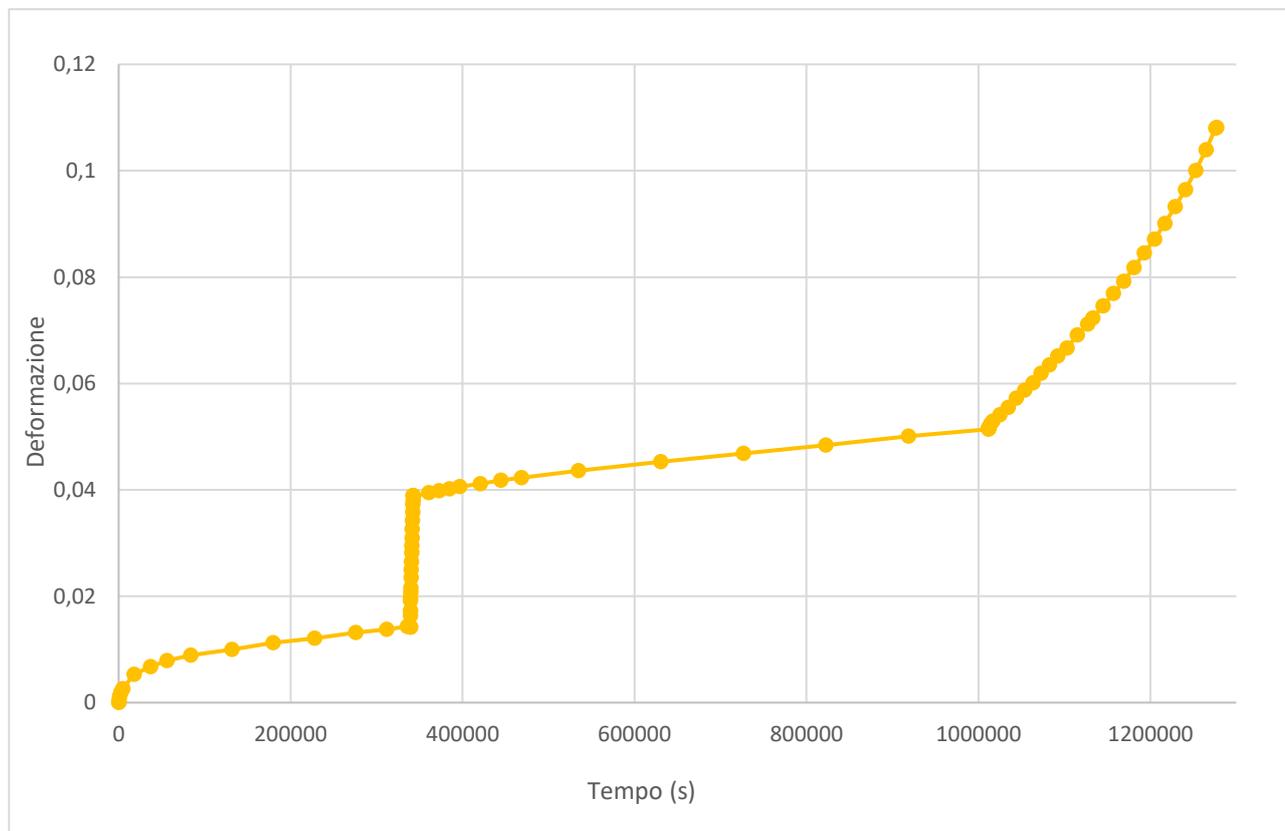


Grafico 5.4.0 – grafico deformazione-tempo del quarto provino

Dal grafico 5.4.0 si possono ricavare alcuni punti per ogni fase secondaria e analizzarle in modo da ricavare anche in questo caso le velocità di deformazione minime associate ad ogni carico.

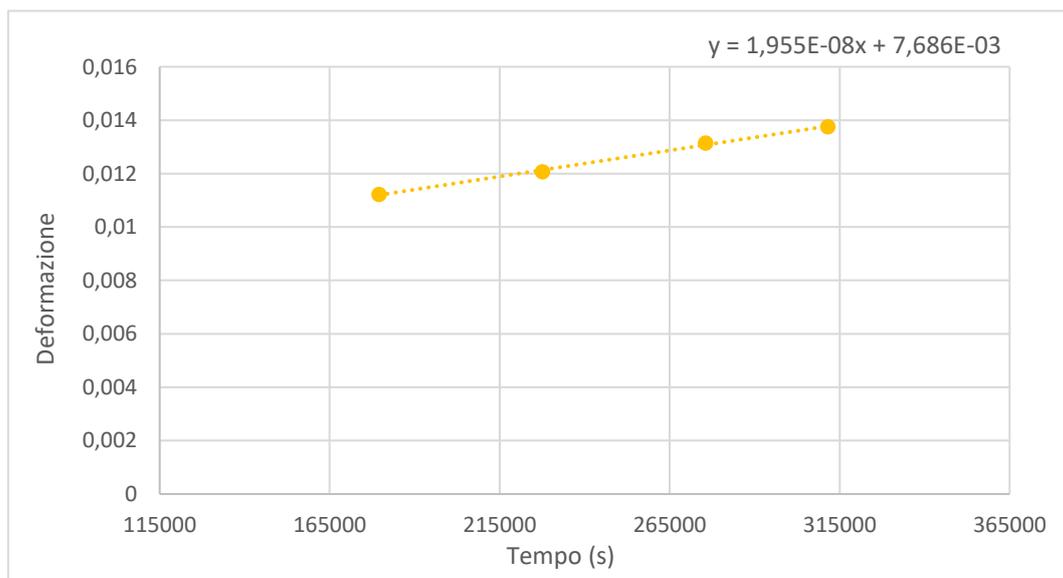


Grafico 5.4.1 – grafico deformazione-tempo del secondario del quarto provino con carico di 225 MPa

Dal grafico 5.4.1, prendendo gli ultimi punti rilevati con primo carico, si ricava la velocità minima di deformazione del primo tratto della curva che è pari a $2.0E-08$ 1/s.

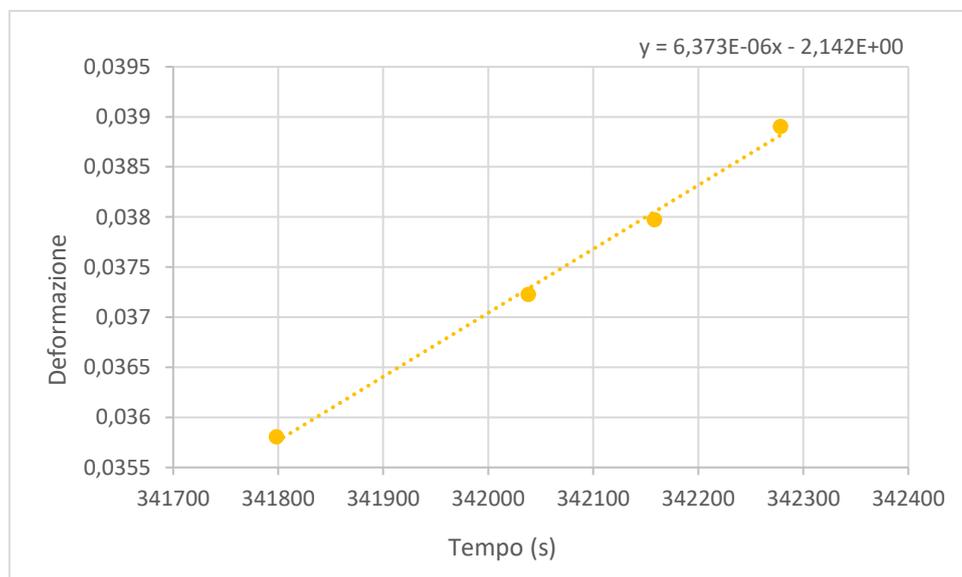


Grafico 5.4.2 – grafico deformazione-tempo del secondario del quarto provino con carico di 577 MPa

Ricavando l'equazione della retta interpolante i punti del grafico 5.4.2 si può ottenere $\dot{\epsilon}_m = 6,4E-06$ 1/s per il carico corrispondente a 577 MPa.

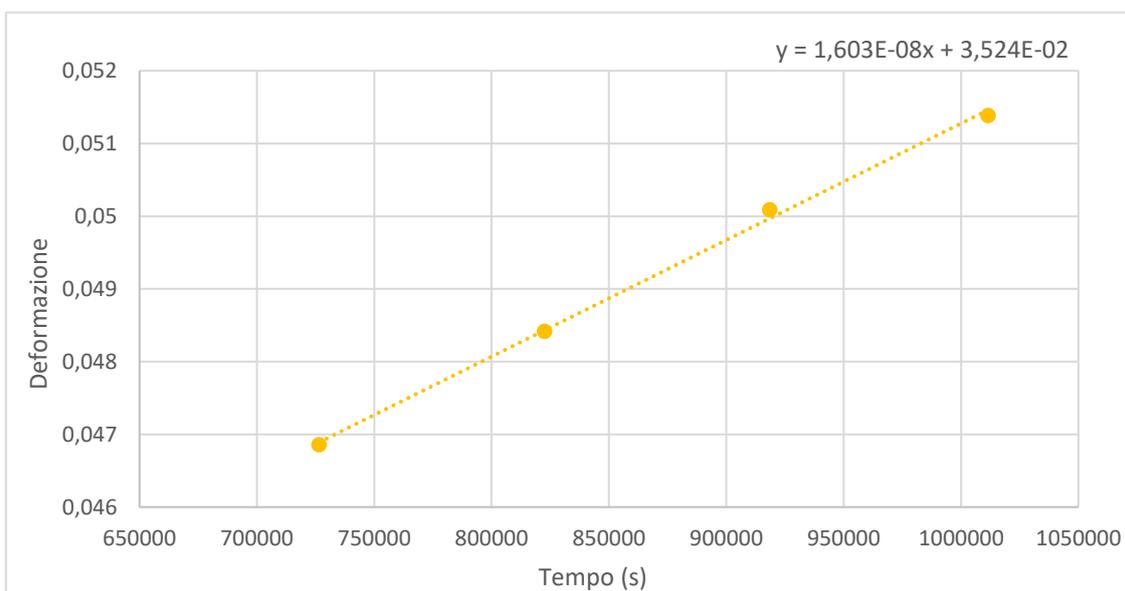


Grafico 5.4.3 – grafico deformazione-tempo del secondario del quarto provino con carico di 225 MPa

La velocità di deformazione del secondario per il terzo carico applicato corrispondente a $1,6E-08$ 1/s.

Infine, prendendo alcuni punti dello stadio secondario dell'ultimo carico applicato, come per i precedenti, si può restringere il grafico solo a questi punti e ricavarne la velocità minima di deformazione.

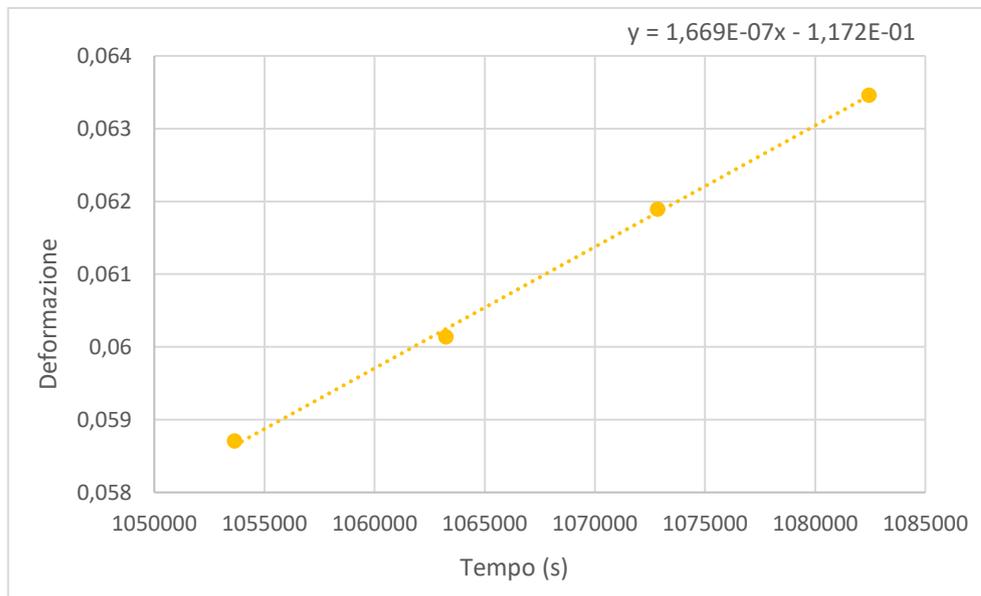


Grafico 5.4.4 – grafico deformazione-tempo del secondario del quarto provino con carico di 350 MPa

La velocità minima di deformazione ricavata è $1,7E-07$ 1/s.

σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_m$ (1/s)
225	2E-08
557	6,4E-06
225	1,6E-08
350	1,7E-07

5.5 Equazione di Norton

Dopo aver ricavato i valori di tutte le velocità minime di deformazione corrispondenti ad ogni prova e ad ogni carico applicato, si può realizzare il grafico bilogarithmico della velocità minima di deformazione in funzione della tensione di prova.

In questo caso, le prove sono state effettuate tutte alla stessa temperatura, corrispondente a 500°C e si otterrà, quindi, una sola retta dalla quale si può ricavare l'esponente n .

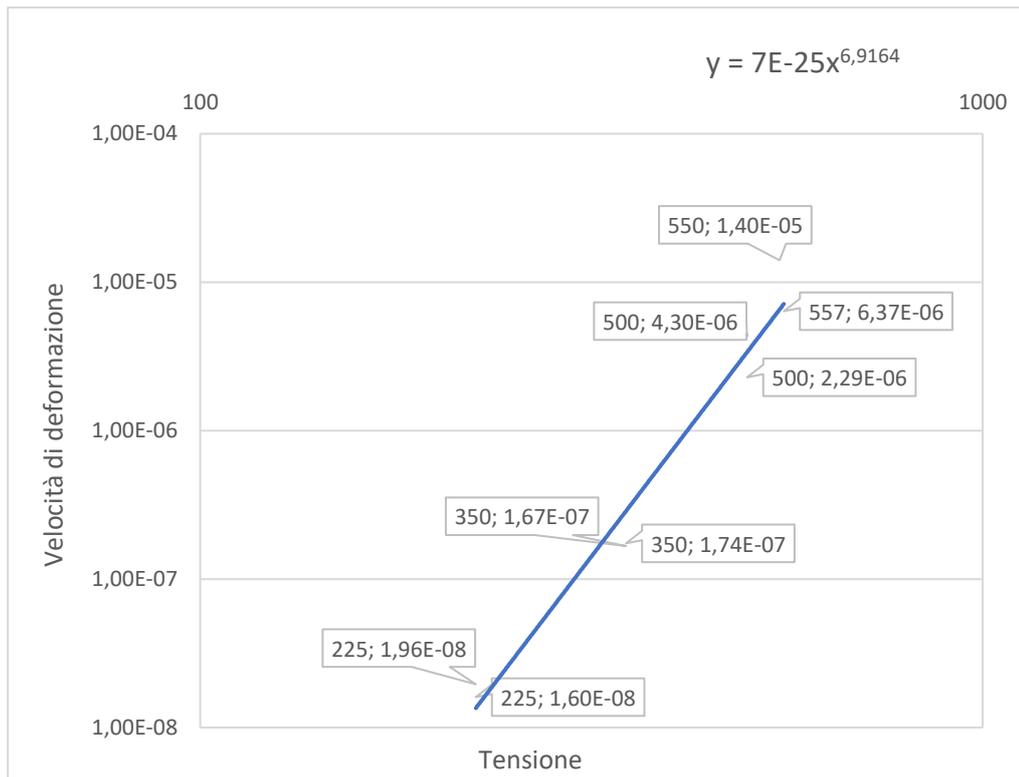


Grafico 5.5 – grafico bilogarithmico velocità minima di deformazione-tensione

È utile fare un'ulteriore considerazione sui dati ottenuti dalle prove di microdurezza considerando le durezze HV medie.

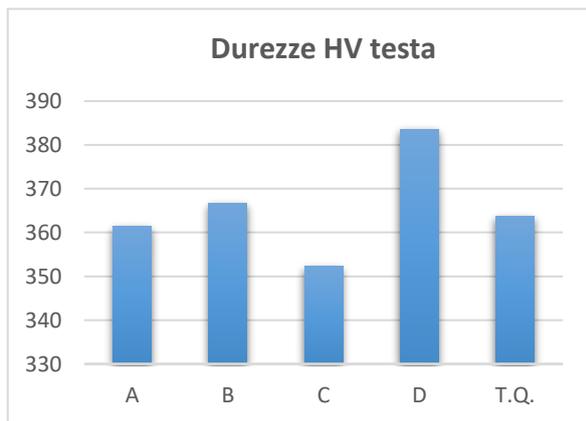


Grafico 5.6 (a) – confronto tra le durezze medie delle teste dei quattro provini e del provino non sottoposto a creep.

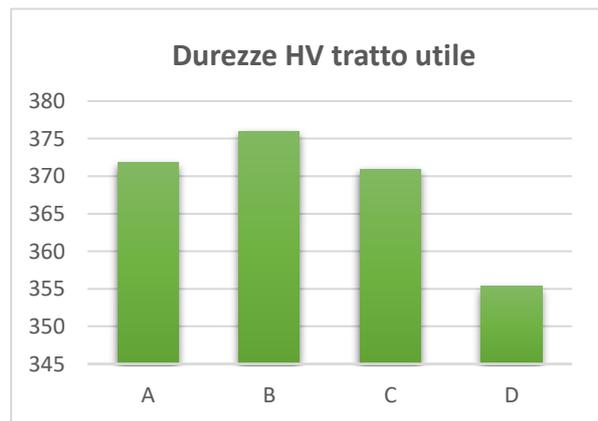


Grafico 5.6 (b) – confronto tra le durezze medie dei tratti utili dei provini.

Nel grafico 5.6 (a) sono riportate le durezze delle teste dei campioni dopo le prove e un valore di durezza di un provino tal quale; si può notare un generale aumento dovuto all'esposizione ad alta temperatura. Nel grafico 5.6 (b) sono, invece, riportate le durezze dei tratti utili, i quali hanno subito l'effetto del carico applicato oltre a quello dovuto all'esposizione ad alta temperatura.

CONCLUSIONI

Avendo analizzato le curve di *creep*, tramite il grafico bilogarithmico ottenuto in funzione delle tensioni di prova si ricavano i parametri di B e di n, ricavando l'equazione, si ottiene:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = 7 \times 10^{-25} \sigma^{6,9}$$

Si può ricavare, quindi, per la lega di Ti-6Al-4V ad una temperatura di prova di 500°C, il parametro n è circa 7.

Si può osservare dal grafico 5.1 che, con la stessa tensione di prova per due campioni differenti, i valori delle velocità minime di deformazione variano.

La prima prova, condotta a 500 MPa con tempo di permanenza di 2,5 ore, ha una velocità di deformazione nel secondario più alta rispetto a quella ottenuta nella terza prova alla stessa tensione. Il provino C è stato sottoposto prima ad una tensione di 350 MPa con una durata di esposizione di 47,8 ore.

In generale si osserva un significativo aumento della durezza dopo l'esposizione ad alta temperatura (teste dei campioni). Questo fatto è coerente con i valori della velocità di deformazione misurata nei campioni a carico variabile, quando confrontati con quelli ricavate da prova a carico costante (prove a 500 e 550 MPa). Dopo una prolungata esposizione ad alta temperatura, le velocità di deformazione a 500 e 550 MPa sono sensibilmente più basse di quelle ottenute da prove a carico costante, molto brevi. Nel tratto utile, oltre a questo fenomeno, interviene l'incrudimento, che sovrapposto ai fenomeni di ripristino, determina il diverso andamento delle durezze riportate in questo studio.

BIBLIOGRAFIA E SITOGRAFIA

- [1] S. Spigarelli, *Metallurgia Meccanica*. Esculapio, 2018.
- [2] F. Gabrielli, I. Rosolino, and F. Micari, *Analisi e tecnologia delle lavorazioni meccaniche*. McGraw-Hill, 2012.
- [3] Santecchia E., “Additive Manufacturing di materiali metallici”.
- [4] E. Yasa, “Online quality control of selective laser melting,” 2011. [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/268293509>
- [5] “Selective Laser Melting (SLM): processo, gestione, materiali e applicazioni.” <https://www.meccanicaneews.com/2020/11/10/selective-laser-melting-slm-processo-gestione-materiali-e-applicazioni/> (accessed Nov. 29, 2021).
- [6] C.A. Biffi and A. Tuissi, “Produzione additiva.”
- [7] S. Liu and Y. C. Shin, “Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review,” *Materials and Design*, vol. 164, Feb. 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2018.107552.
- [8] S. Barella and A. Gruttadauria, *Metallurgia e materiali non metallici*. Esculapio, 2017.
- [9] Santecchia E., “Microscopio Ottico e Metallografia”.
- [10] Santecchia E., “Prove di durezza e microdurezza”.