

**UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI NAPOLI
FEDERICO II**



SCUOLA POLITECNICA E DELLE SCIENZE DI BASE

**Dottorato di Ricerca in
TECNOLOGIE E SISTEMI DI PRODUZIONE**

XXV CICLO

**DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA CHIMICA,
DEI MATERIALI E DELLA PRODUZIONE INDUSTRIALE**

TESI DI DOTTORATO

**STUDIO DEL PROCESSO DI HOT STRETCH FORMING DI UNA
LEGA DI TITANIO PER APPLICAZIONI AERONAUTICHE**

**Coordinatore:
Ch.mo Prof. Luigi Carrino**

**Candidato:
Ing. Antonello Astarita**

**Tutor:
Ch.mo Prof. Giuseppe Giorleo**

ANNO ACCADEMICO 2012-2013

INDICE DEI CONTENUTI

INTRODUZIONE	<i>Pag. 3</i>
CAPITOLO 1 – IL TITANIO E LE SUE LEGHE	<i>Pag. 8</i>
CAPITOLO 2 – APPLICAZIONI DEL TITANIO IN CAMPO AERONAUTICO	<i>Pag. 42</i>
CAPITOLO 3 – IL PROCESSO DI HOT STRETCH FORMING	<i>Pag. 68</i>
CAPITOLO 4 – MATERIALI E METODI	<i>Pag. 84</i>
CAPITOLO 5 – RISULTATI E DISCUSSIONI	<i>Pag. 136</i>
CONCLUSIONI	<i>Pag. 200</i>
BIBLIOGRAFIA	<i>Pag. 206</i>

INTRODUZIONE

*“L’armadio era così lucido, pulito e bianco che era quasi indispensabile toccarlo. Maria si avvicinò all’armadio, ma l’uomo se ne accorse e disse: **-Non toccare. Non devi toccare-**. Maria si arrestò interdetta, e chiese: **-Perché?**- al che l’uomo rispose: **-perché non bisogna-**. Maria ci pensò sopra, poi chiese ancora: **-perché è così bianco?**- anche l’uomo pensò un poco, come se la domanda gli sembrasse difficile, e poi disse con voce profonda: **-Perché è titanio-**. Maria si sentì percorrere da un delizioso brivido di paura, come quando nelle fiabe arriva l’orco; guardò con attenzione, e constatò che l’uomo non aveva coltelli, né in mano né intorno a sé: poteva però averne uno nascosto. Allora domandò: **-Mi tagli che cosa?**- e a questo punto avrebbe dovuto rispondere **-Ti taglio la lingua-**. Invece disse soltanto: **-Non ti taglio: titanio-**.”Così Primo levi, nel suo “Il sistema periodico”, parlava del titanio.*

Nella moderna realtà industriale si è sempre alla ricerca di tecnologie e materiali che consentano di ottenere componenti dalle prestazioni più elevate. In particolare nel settore aeronautico l’esigenza di ridurre i pesi, garantendo nel contempo le elevate caratteristiche richieste nella costruzione di aeroplani, è sempre più sentita. A questo riguardo è possibile presentare un diagramma (fig. 1), frutto di uno studio dell’ Massachusetts Institute of Technology, in cui è mostrato come a parità di peso risparmiato il risparmio economico connesso aumenti con l’aumentare della velocità del sistema di trasporto considerato.

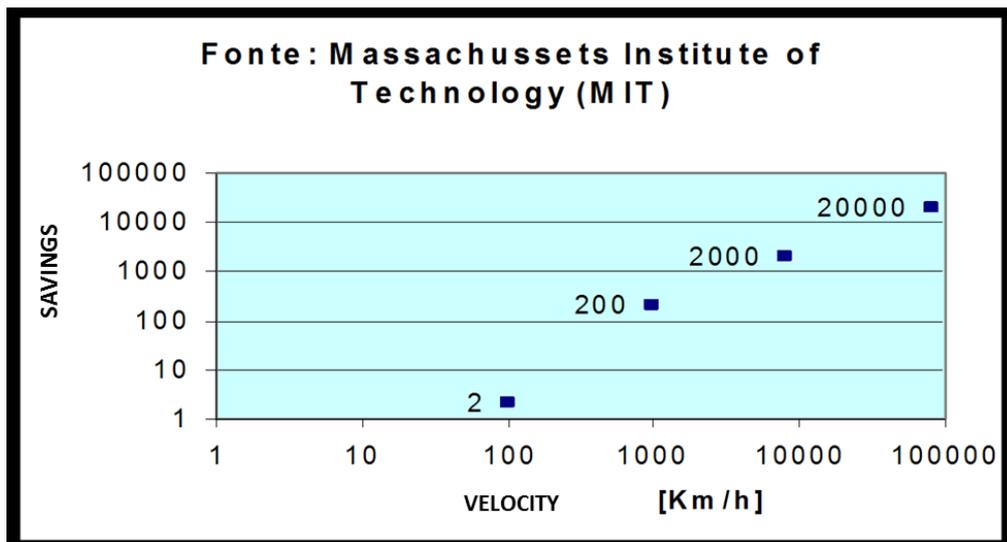


Fig. I.1 – Studio del MIT sui risparmi economici derivanti dal risparmio di peso per un sistema di trasporto

Da qui appare evidente come la riduzione dei pesi sia un obiettivo centrale in aeronautica, settore nel quale i sistemi di trasporto, gli aerei appunto, si muovono a velocità elevatissime per cui ogni risparmio di peso nelle aero strutture si traduce immediatamente in rilevanti benefici economici.

Il settore aeronautico è quindi considerato tradizionalmente un promotore dello sviluppo e dell'applicazione di materiali ingegneristici avanzati. La loro richiesta è determinata dai sempre più spinti requisiti di prestazione dei componenti che diventano parti integranti di un sistema tecnico più complesso.

Parametri chiave nello sviluppo di tali materiali avanzati sono le proprietà del materiale, i loro processi di trasformazione ed i relativi costi. Infatti, la prestazione di un componente è principalmente determinata da proprietà meccaniche quali resistenza, rigidità, tolleranza al danno, come pure da proprietà fisico-chimiche quali peso specifico e resistenza alla corrosione. Inoltre, la disponibilità di adatti metodi di fabbricazione gioca un ruolo cruciale per quanto riguarda sia le proprietà del materiale che i costi, e può perciò determinare l'applicabilità o meno del materiale stesso. A tal fine, un importante strumento per valutare l'applicabilità economica del materiale è il costo dell'intero ciclo di vita operativa.

In Aeronautica, fattori trainanti nello sviluppo di tali materiali ingegneristici sono la riduzione di peso ed un'augmentata capacità di resistenza ad alte temperature. Il modo più efficiente per ridurre il peso è ridurre la densità. La riduzione del peso di un singolo componente (carrello di atterraggio, ala e fusoliera) può generare un effetto valanga sul resto della struttura e sui motori di un velivolo riducendone il peso complessivo. Come regola di massima, ogni kg di peso diretto risparmiato su una struttura primaria si traduce in circa un altro kg indirettamente risparmiato in un'altra parte del velivolo stesso.

Inoltre, la crescente scarsità di risorse disponibili in natura ed il corrispondente aumento del loro costo implicano la necessità di una crescente riduzione del consumo di energia per ogni kg di passeggero e beni trasportati. Da questo punto di vista, il settore aeronautico gioca un ruolo fondamentale riguardo all'applicazione di nuovi materiali. Infatti, rispetto ai sistemi di trasporto terrestri, il più elevato consumo di energia specifica e la minore quantità di velivoli complessivi permette al progettista di tollerare costi di un ordine di grandezza più elevato per risparmiare peso. Per esempio, mentre un kg di peso risparmiato nell'industria automobilistica non tollera un aumento

di costo maggiore di 10€, nelle applicazioni aeronautiche può essere accettato un aumento di costo fino a 1000€. Per il ritorno economico molto più alto sull'intero ciclo di vita del sistema, i prezzi dei materiali tollerati nel settore aeronautico sono di 3-5 ordini di grandezza più alti rispetto a quelli nel settore automobilistico. Inoltre, un peso al decollo ridotto di un velivolo ha effetto sulla quantità di carburante consumato, comportando un enorme beneficio dal punto di vista economico ed ecologico. Sebbene vadano usati criteri specifici addizionali per ciascuna applicazione individuale, i materiali sono spesso classificati usando il diagramma di Fig. I.2 che mostra immediatamente come le leghe di alluminio e di titanio siano le classiche leghe leggere di impiego aeronautico. Le principali caratteristiche che rendono il titanio importante per le applicazioni aeronautiche sono la sua elevata resistenza meccanica ed il basso peso specifico associati anche ad una buona resistenza alle alte temperature. Tuttavia si contrappongono un costo di produzione e di trasformazione relativamente elevati.

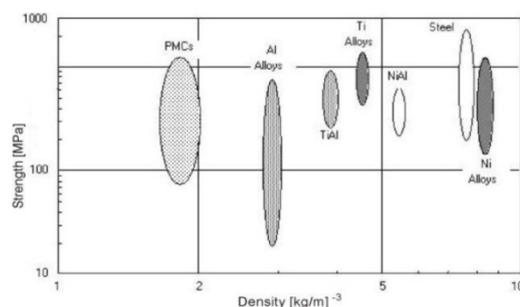


Fig. I.2 – Diagramma resistenza vs. peso specifico per i materiali strutturali

La riduzione del peso dei velivoli sta diventando un obiettivo sempre più rilevante non solo per il miglioramento delle prestazioni, ma anche per rispondere ad esigenze ambientali (minori emissioni) e di contenimento dei costi di gestione (minori consumi). È per questo motivo che oggi si stanno sviluppando nuove architetture strutturali con l'impiego di materiali e tecnologie innovative.

I materiali compositi (a base prevalente di carboresine) sono sempre più utilizzati per la realizzazione di parti strutturalmente critiche di velivoli. Tuttavia resta la necessità dell'utilizzo di leghe metalliche soprattutto nelle zone di introduzione di carichi concentrati.

A tal fine, l'applicazione delle leghe di titanio risulta essere ottimale per l'accoppiamento al composito, consentendo di superare sia le problematiche di corrosione galvanica, sia quelle concernenti le dilatazioni termiche. Infatti, tali leghe hanno un coefficiente di dilatazione termica molto basso e compatibile con quello dei materiali compositi a matrice organica con rinforzo in fibra di carbonio.

Di conseguenza, si è esteso l'uso del titanio a geometrie fino ad oggi realizzate in lega di alluminio, caratterizzate da nervature strette, tasche profonde, elevata snellezza che comportano però un elevato costo di lavorazione del titanio con le tecniche tradizionali per asportazione di truciolo. Infatti l'utilizzo di queste tecniche tradizionali partendo da piastre, blocchi forgiati o estrusi comporta un elevato sfrido di materiale con conseguente elevato rapporto buy-to-fly (ossia il rapporto tra il peso del materiale acquistato per produrre quel componente ed il peso del componente finito) ed incremento del costo finale dei componenti.

Una sensibile riduzione dei costi di produzione e di conseguenza una diminuzione del costo delle parti realizzate (a parità di condizioni di sicurezza e qualità degli standard di riferimento) possono essere ottenute sviluppando tecnologie innovative tese alla realizzazione di parti complesse in lega

di titanio quali processi di formatura Hot Stretch Forming (HSF), che costituirà l'oggetto di questo lavoro di tesi. Obiettivo qualificante dei suddetti processi è quello di ottenere componenti di geometria complessa e con elevate caratteristiche sia meccaniche che elettrochimiche contemporaneamente ad una riduzione dei costi associata al miglioramento del rapporto buy-to-fly. Pertanto, per giustificare le linee di progettazione che oggi si stanno seguendo in Aeronautica, appare utile analizzare il diagramma di Fig. I.3 dove si rileva che l'impiego dei materiali compositi è cresciuto sempre più negli ultimi anni e che l'uso del titanio, strettamente legato al composito al fine di evitare problemi di corrosione, è aumentato di pari passo nelle applicazioni di tipo aeronautico. Nei velivoli di nuova concezione (Boeing 787 ed Airbus A350XWB) il peso dei compositi è pari a circa il 50% dell'intero airframe (fig. I.4), a fronte di una quota non superiore al 20% nel caso di velivoli tradizionali. In modo consequenziale, sulle due tipologie di velivoli citati, la quota di titanio è gradualmente aumentata dal 4% al 15% del peso dell'intera cellula. Considerando il trend attuale ed il continuo miglioramento della tecnologia e dei processi produttivi, si stima che per le nuove famiglie di narrow body Airbus e Boeing l'impiego dei compositi possa attestarsi intorno al 50-55% mentre quello di titanio intorno al 15-20% in peso.

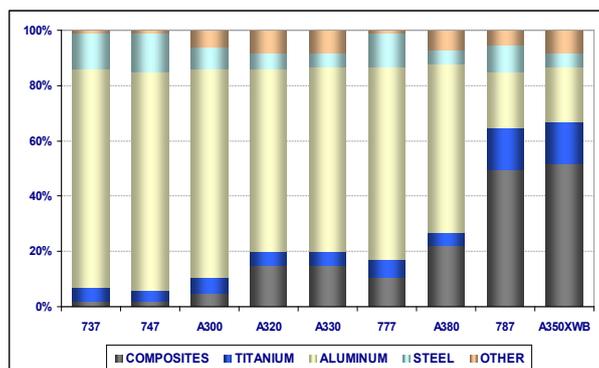


Fig. I.3 – Evoluzione dei rapporti relativi dei materiali impiegati nelle strutture aeronautiche (Alenia Aermacchi courtesy)

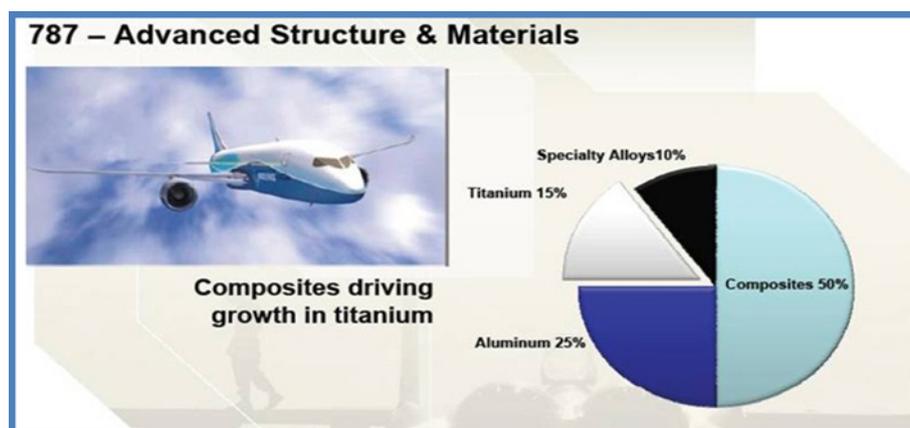


Fig. I.4 – Diagramma che rappresenta la distribuzione in peso dei materiali usati nella costruzione della fusoliera del Boeing 787.

L'interesse verso questi argomenti da parte della comunità scientifica internazionale è testimoniato dai numerosi progetti di ricerca finanziati da vari enti con lo scopo di studiare i processi di

lavorazione di leghe di titanio che consentano di ridurre i costi di lavorazione ed ottenere componenti dalle alte prestazioni.

Col presente lavoro si vuole studiare nel dettaglio il processo di HSF con particolare riferimento alla realizzazione di componenti reali che possano trovare applicazione nelle nuove generazioni di velivoli ed in particolare sul Boeing 787. Il processo di HSF consente di realizzare componenti di grandi dimensioni a curvatura anche complessa, ad esempio le frame di fusoliera, a partire da un precursore laminato o estruso, laddove con tecnologie convenzionali si ricorrerebbe all'asportazione di truciolo partendo dal pieno con rapporti buy to fly elevati. Tale processo è stato sviluppato dalla Cyril Bath, un'azienda americana leader mondiale nella lavorazione per deformazione plastica di leghe di titanio.

Nella parte iniziale di questo lavoro si descriveranno le leghe di titanio, la loro metallurgia e le loro caratteristiche generali facendo anche riferimento ai campi di impiego. Nel secondo capitolo varrà invece discusso nel dettaglio l'impiego delle suddette leghe in campo aeronautico, facendo riferimento sia ai motivi che ne hanno determinato l'uso sia alle specifiche applicazioni. Si enucleeranno inoltre i vantaggi derivanti dalla costruzione di componenti aeronautici con leghe di titanio.

Il cuore di questo lavoro è costituito dallo studio del processo di Hot Stretch Forming, che sarà diffusamente descritto partendo dai fondamenti fisici su cui si basa fino ad arrivare alla descrizione dettagliata della macchina di formatura e dei cicli di lavorazione. L'ultima parte di questo lavoro è dedicata alla caratterizzazione completa, dal punto di vista sia meccanico che elettrochimico, di un componente ottenuto con questa tecnologia e dal confronto delle proprietà mostrate da quest'ultimo con le analoghe proprietà caratteristiche di un componente analogo ma realizzato con tecnologie convenzionali (ad esempio asportazione di truciolo).

Ovviamente, come si conviene ad una tesi di dottorato, il presente lavoro è chiuso da una ricca sezione bibliografica in cui sono riportati tutti gli articoli, i testi e le norme consultati per la stesura del presente lavoro di tesi.

CAPITOLO 1 - Il Titanio e le sue leghe

Introduzione

Il **titanio** è ampiamente distribuito in tutto l'Universo; ne è stata infatti scoperta la presenza nelle stelle, nella polvere interstellare, nelle meteoriti e sulla superficie terrestre. È situato nel IV gruppo della tavola periodica degli elementi con numero atomico 22 e peso atomico 47,9 (Fig. 1.1). In condizioni standard, è un metallo allo stato solido di color argento con un basso peso specifico (circa 4,5 g/cm³).

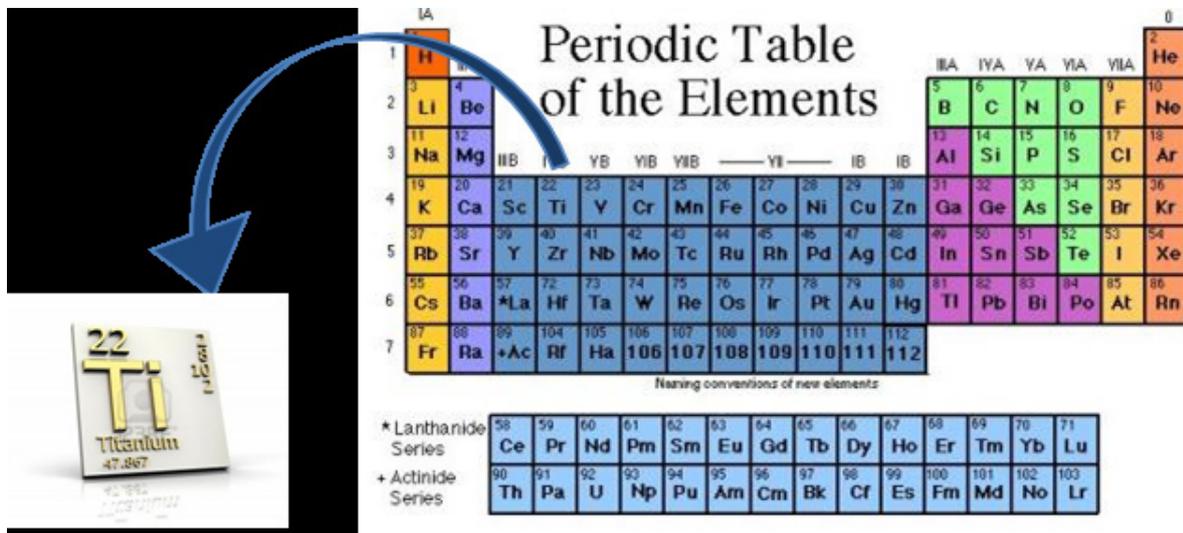


Fig. 1.1 – Posizione del titanio nella tavola periodica degli elementi

Sulla superficie terrestre è il nono elemento più diffuso allo stato naturale (dopo ossigeno, silicio, alluminio, ferro, magnesio, calcio, sodio, potassio) costituendone infatti lo 0,6% ed è il quarto metallo strutturale più abbondante dopo l'alluminio, il ferro ed il magnesio (la sua concentrazione è circa 1/20 di quella dell'alluminio ed 1/10 di quella del ferro).

Poiché il raggio ionico del titanio è simile a quello della maggior parte dei comuni elementi (Al³⁺, Fe³⁺, Mg²⁺), gran parte dei minerali, ciottoli e suolo contengono tracce di titanio. Tuttavia è

difficile da trovare in elevate concentrazioni e mai allo stato puro; esso si presenta, infatti, sotto forma di ossidi complessi, generalmente diossido di titanio cristallino (TiO_2) in cui sono presenti varie impurità (soprattutto ferro ed elementi alcalini) che conferiscono una colorazione scura (eliminando il bianco candido del diossido allo stato puro ed impedendone l'utilizzo diretto come pigmento bianco). Inoltre, i minerali da cui è industrialmente conveniente la riduzione del metallo sono quelli con un contenuto di titanio superiore all'1% che si trovano generalmente in poche località. Il titanio si trova principalmente in rocce ignee, dove costituisce il componente acido di magmi basici ed il componente basico di magmi acidi. Nel primo caso il titanio è presente sotto forma di titanati, i più importanti dei quali sono l'ilmenite (FeTiO_3), il leucoxene (ilmenite alterata) e la perovskite (CaTiO_3), mentre nel secondo caso i minerali contengono titanio nella forma di ossidi, principalmente rutilo ed anatasio (entrambi TiO_2 , sono forme polimorfe).

Fonti concentrate del metallo sono l'anatasio, il rutilo e la brookite (tre forme minerali diverse di TiO_2), l'ilmenite (FeTiO_3) e la titanomagnetite (Fe_2TiO_4). Infatti, l'ilmenite è ematite (Fe_2O_3) in cui metà del ferro è stato sostituito dal titanio, e la titanomagnetite è magnetite (Fe_3O_4) in cui 1/3 del ferro è stato sostituito dal titanio. In natura l'ilmenite si trova in forma di particelle di ematite in una matrice di ilmenite, mentre la titanomagnetite è magnetite che contiene strisce allungate di ilmenite. In generale, i minerali di titanio più importanti sono l'**ilmenite** ed il **rutilo** per la maggiore facilità con la quale questi minerali possono essere processati per produrre titanio (Fig. 1.2).



Fig. 1.2 – Minerali del titanio: ilmenite (a) e rutilo (b)

Sebbene il rutilo abbia una maggiore percentuale di diossido di Titanio nella sua formula rispetto all'ilmenite, si cerca di sfruttare maggiormente quest'ultima dato che i suoi giacimenti (ignei o sedimentari) sono molto comuni di quelli di rutilo (solo sedimentari), che peraltro stanno progressivamente esaurendosi.

1.1 Cenni storici

Il Titanio, rispetto ad altri metalli in uso fin dall'età preistorica come ferro, rame e bronzo, è stato scoperto relativamente di recente, infatti esso fu individuato, ma non isolato, quasi contemporaneamente in Inghilterra ed in Germania nel XVIII secolo.

Nel 1791 lo scopre il reverendo inglese William Gregor (1761-1817), chimico dilettante, durante uno studio delle sabbie del fiume locale Herford in Cornovaglia che oggi si sa essere ricche di ilmenite (FeTiO_3), il minerale più diffuso del Titanio.

Quattro anni dopo, nel 1795, un altro chimico, il tedesco Martin Heinrich Klaproth, riconobbe la presenza di questo nuovo elemento in un minerale che oggi conosciamo come rutilo (TiO_2). Klaproth dimostrò che l'elemento da lui isolato era uguale a quello individuato da Gregor. Il nuovo metallo, per le sue caratteristiche meccaniche eccezionali, e fino ad allora irraggiungibili, fu battezzato da Klaproth con il nome dei mitologici Titani, figli di Giove ed Era, che secondo la mitologia greca non erano dei, ma erano abbastanza potenti da ribellarsi a loro. Il Titanio allo stato elementare fu isolato, ma in un campione molto impuro, solo nel 1825 da J. J. Berzelius. Nel 1887 Lars Nilsson e Otto Pettersson riuscirono ad isolare il metallo puro al 95%.

Qualche anno dopo, Henri Moissan individuò un metodo per isolare il prezioso materiale puro al 98% ma occorre addirittura arrivare al secondo decennio del 20esimo secolo per poterlo studiare in laboratorio quando, nel 1910, Matthew A. Hunter del Rensselaer Polytechnic Institute in collaborazione con la General Electric Company, produsse una quantità di titanio sufficientemente pura (99.9%) tramite riscaldamento di TiCl_4 con del sodio a $700\text{-}800^\circ\text{C}$, avviando quindi gli studi sulle proprietà di questo nuovo elemento.

Nonostante questo, la produzione del titanio a livello industriale non si realizzò fino alla fine della seconda guerra mondiale, infatti il metallo rimase una curiosità da Museo delle Scienze fino al momento in cui, nel 1946, il Lussemburghese William J. Kroll sviluppò il processo che apre la strada all'applicazione industriale del materiale. Nonostante i numerosi tentativi di estrarlo per via elettrolitica, come succede anche per l'alluminio, il Titanio viene tuttora prodotto tramite riduzione del tetracloruro di titanio con il magnesio come quasi 70 anni fa ha fatto Kroll, il quale, per questo motivo, viene generalmente chiamato il padre dell'industrializzazione del Titanio.

Fu proprio la pubblicazione del Rapporto del 1946 del Bureau of Mines a stimolare un'ondata di ricerche in tutto il mondo. In un periodo molto breve centinaia di nuove composizioni per potenziali leghe vennero alla luce. Tuttavia nessuna di queste raggiunse il successo nelle vendite poiché, nella corsa verso la commercializzazione, i ricercatori avevano trascurato la metallurgia di base del titanio. Fu grazie all'Army Titanium Program dell'Esercito Americano che si diede impulso ad un'attività di sviluppo finalmente coordinata ed impostata su basi rigorose. I primi semilavorati commerciali furono realizzati dalla Titanium Metal Company of America (TMCA). Da quell'epoca ad oggi la produzione del metallo è cresciuta ad un tasso annuale di circa l'8%, anche se con un'ampia fluttuazione della domanda. Infatti il mercato principale del titanio nei primi anni è stato quello dell'industria aeronautica che è proprio caratterizzato da questo andamento. Ma fin dagli inizi degli anni '60 c'è stata una crescita annuale del 13% del settore civile che ha bilanciato la diminuzione della richiesta nel militare, stabilizzando i volumi produttivi. Grazie all'elevato rapporto resistenza/peso e all'elevata resistenza alla corrosione, le strutture aeronautiche ed i componenti dei motori per aviazione hanno ampiamente beneficiato dell'introduzione del titanio. Nel campo non aeronautico le applicazioni includono palette di turbina, serbatoi per idrogeno, superconduttori, tubazioni di condensazione per impianti di generazione energia ed altre applicazioni dove è richiesta resistenza alla corrosione quali piattaforme petrolifere, sottomarini, impianti di desalinizzazione, impianti di trattamento rifiuti, industria cartacea, chimica e petrolchimica ed articoli sportivi.

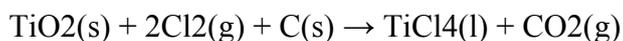
1.2 Processi Kroll e Hunter

Per soddisfare la richiesta di un metallo è importante avere un rifornimento stabile abbondante di minerale base, e da questo punto di vista l'industria del titanio è fortunata. Il biossido di titanio è prodotto in grandi quantità per molte applicazioni al punto che, ad esempio, nel 1977 soltanto una piccola percentuale della produzione mondiale di minerale di titanio fu destinata alla raffinazione della spugna metallica (infatti, la maggior parte del minerale era destinata alla produzione di pigmenti per vernici).

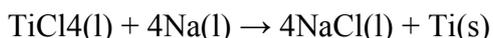
La crescente sensibilità ai problemi energetici ha enfatizzato però un aspetto negativo del processo di raffinazione del metallo: la quantità di energia necessaria. L'energia richiesta per produrre una tonnellata di spugna di titanio dal suo minerale è 16 volte maggiore di quella necessaria per produrre una tonnellata di acciaio, 3,7 volte quella necessaria per il ferrocromo, 1,7 volte quella necessaria per la produzione di alluminio ed un po' di più di quella necessaria per produrre una tonnellata di magnesio. Questo evidenzia la necessità di aumentare l'efficienza energetica del processo di raffinazione del titanio.

I processi più diffusi a livello industriale per la preparazione del titanio metallico sono il processo Kroll e il processo Hunter. A questi se ne affiancano altri di minor diffusione, che pur presentando alcuni vantaggi specifici non hanno mai avuto un significativo sviluppo industriale a causa dei costi elevati di realizzazione. Entrambi i processi consistono nella riduzione del tetracloruro di titanio, ottenuto a partire dal rutilo o dall'ilmenite, attraverso una clorurazione del minerale realizzata ad una temperatura di circa 800°C e una successiva distillazione.

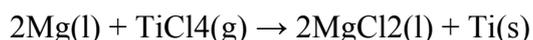
Il processo Hunter è stato il primo metodo in assoluto che ha permesso di ottenere del titanio metallico puro al 99,9%. Consta in una prima fase nella quale avviene la preparazione di una miscela di rutilo, cloro e coke. Portandola a una temperatura di circa 800°C, il coke funge da fonte di carbonio per fissare l'ossigeno del TiO₂ e si ottiene tetracloruro di titanio (TiCl₄) e diossido di carbonio (CO₂):



Nella seconda fase, che costituisce il processo di Hunter vero e proprio, il tetracloruro di titanio è ridotto con del sodio per formare titanio metallico:



Questa reazione è pericolosa sia perché utilizza sodio elementare, sia perché avviene in modo esplosivo. Proprio la pericolosità del processo e la sua scarsa efficienza lo rendono poco adatto alla produzione di titanio in grandi quantità. Il processo Kroll, invece, è basato sulla riduzione di tetracloruro di titanio con del magnesio (il magnesio bolle a 1120°C e il cloruro di magnesio fonde a 711°C). L'odierno processo Kroll è cambiato pochissimo da quello sviluppato agli inizi del Novecento. L'elevata purezza del magnesio utilizzato ed il range di temperatura coinvolto nel processo sono condizioni molto vantaggiose per la produzione industriale di titanio a partire da TiCl₄. Brevemente, questo processo consta nelle seguenti fasi: un reattore pulito ed essiccato, in cui è stato fatto il vuoto, costituito da piani di acciaio al carbonio ed acciaio al cromo-nichel, con lo strato più interno rivestito in titanio, viene riempito di argon. In seguito, viene introdotta nel reattore una quantità di magnesio puro sufficiente a ridurre tutto il TiCl₄, più un eccesso del 15-30%. Quando la temperatura del reattore raggiunge gli 850°C, il TiCl₄ purificato viene fatto scorrere lentamente dall'alto verso il basso o viene insufflato come vapore. Il magnesio riduce il TiCl₄ secondo la reazione:



Il titanio che si forma con questo processo è una massa porosa che somiglia ad una spugna, la quale si deposita sulle pareti del reattore e forma una crosta solida sopra il magnesio fuso. La temperatura del reattore non deve superare i 1025°C per impedire la reazione tra il titanio e il ferro di cui è costituito il reattore. Il range di temperatura che può essere utilizzato nella pratica è di 850-950°C, temperature minori portano a tempi di reazione più lunghi, ma anche ad una spugna di titanio più pura. Alla spugna di titanio estratta vengono aggiunti alcuni elementi metallici in lega e, a volte, alcuni pezzi di titanio. Tutto ciò in seguito viene fuso più volte per produrre un lingotto uniforme e rimuovere le inclusioni. In teoria la produzione di 1 kg di spugna di titanio richiede 3.96 kg di TiCl_4 , 1.015 kg di magnesio e 3.975 kg di MgCl_2 , ma nella pratica solo il 65/70 % del magnesio prende parte al processo di riduzione, mentre la parte rimanente può essere in gran parte recuperato attraverso distillazione sotto vuoto. La spugna di titanio, infine, viene convertita in titanio metallico. L'energia necessaria è di circa 30 kWh per ogni chilogrammo di spugna di titanio ottenuta, il che rende tale processo molto costoso.

Entrambi i metodi sono utilizzati a livello industriale, anche se il processo Kroll è molto più utilizzato, ed entrambi producono una spugna di titanio di purezza sufficientemente alta. Il sodio ha un punto di fusione più basso del magnesio e quindi può essere trasportato allo stato fuso ma la riduzione con sodio richiede circa il 130% della quantità stechiometrica richiesta dal magnesio. Il processo Hunter presenta il vantaggio che la spugna di titanio può essere facilmente allontanata dal reattore in quanto il cloruro di sodio è solubile in acqua e questo rende tale metodo più economico rispetto a quello di purificazione in vuoto della spugna di titanio prodotta tramite riduzione con magnesio. La densità della spugna ridotta con magnesio è di 1.0-1.2 g/cm³, mentre quella ridotta con sodio 0.7-0.9 g/cm³. Il titanio del processo Kroll ha un più basso contenuto di ossigeno rispetto a quello ottenuto dalla riduzione con sodio che invece ha un più basso contenuto di ferro.

I costi della riduzione con sodio sono usualmente il 10% più bassi di quelli della riduzione con magnesio, ma l'economicità del processo Kroll può essere migliorata adoperando grandi reattori di riduzione e ottimizzando la distillazione in vuoto. Ciò nonostante nel 2005 il 98% della produzione mondiale di spugna di titanio è stata ottenuta con il processo Kroll.

Sul processo Kroll sono stati effettuati pochi studi teorici e di conseguenza rimane molto da imparare a tal proposito. Probabilmente una migliore comprensione delle reazioni coinvolte nel processo Kroll condurrebbe a miglioramenti del processo stesso. Possibili miglioramenti comprendono la riduzione della quantità di magnesio puro in eccesso richiesta, o la riduzione della quantità di spugna di titanio inutilizzabile a causa della contaminazione con le pareti del reattore, oppure, ancora, un miglior controllo delle inclusioni di nitrato. Potrebbe persino essere possibile modificare i due processi con l'intento di renderli continui. Tuttavia è improbabile che un miglioramento nel processo Kroll provochi una drastica riduzione del prezzo del titanio, ma cambiamenti evolutivi che producono molti piccoli miglioramenti possono condurre senz'altro a costi di produzione meno elevati.

Il processo di raffinazione del lingotto è seguito da quelli di **fabbricazione primaria** che includono tutte le operazioni necessarie a convertire il lingotto in semilavorati (billette, barre, piastre, lamiere, nastri, estrusi, tubi e fili) che poi possono essere riutilizzati nelle operazioni di fabbricazione secondaria per la realizzazione di parti o strutture.

In ciascuna di queste fasi le proprietà meccaniche e fisiche del titanio nel semilavorato finale possono essere influenzate da parecchi fattori quali: quantità di elementi alliganti specifici e di

impurezze, processo di fusione usato per produrre il lingotto, metodi per la trasformazione del lingotto nel semilavorato, processi di fabbricazione o trattamenti nella realizzazione della parte finale. La dipendenza delle proprietà dai parametri di processo richiede quindi uno stretto controllo delle condizioni della loro conduzione. Variando parametri termici o meccanici od entrambi si può ottenere un'ampia gamma di proprietà speciali nel titanio commercialmente puro (cp) e nelle leghe di titanio. I tipici processi di formatura quali la forgiatura, l'estrusione, la rullatura, la trafilatura sono applicabili utilizzando le stesse attrezzature usate in siderurgia per la produzione di semilavorati di acciaio adattando in modo appropriato i parametri di processo al titanio.

Una volta completato il processo di fusione, ed indipendentemente dal metodo di fusione applicato, il lingotto solidificato subisce un condizionamento meccanico per creare una superficie liscia e libera da punti di concentrazione delle tensioni che possono indurre fessurazioni durante la sbazzatura del lingotto e nelle operazioni di trasformazione. Questo processo può essere eseguito attraverso molatura o tornitura di lingotti tondi, oppure attraverso molatura di bramme. Successivamente, prima della lavorazione a caldo, viene generalmente eseguita una ricottura di omogeneizzazione.

Il processo di deformazione plastica seguente è realizzato in una pressa di forgiatura attraverso una serie di successivi raffreddamenti in aria e riscaldamenti a temperatura opportuna per migliorare l'omogeneità della composizione e l'uniformità strutturale della lega con una migliore risposta ai successivi processi termo-meccanici.

A questo punto, le restanti fasi di lavoro sono principalmente determinate dalla forma che il lingotto deve assumere (billette, piastre, lamiere, o barre). Prima di continuare, il pezzo è ispezionato per crepe, rotture o discontinuità con bordi acuti che potrebbero propagarsi durante la lavorazione; se presenti, sono eliminate con un opportuno condizionamento.

Ci sono fondamentalmente **quattro tipi di semilavorati** in lega di titanio: **billette, laminati piani (piastre e lamiere), barre ed elettrodi di fusione**. La billetta è tipicamente tonda ed è usata come materiale di partenza per fucinati ed anelli rullati. La lamiera è un laminato piano che arriva ad uno spessore massimo di circa 25 mm, mentre la piastra è sempre un laminato piano che è più spesso di 25 mm. La barra può essere tonda, quadrata, oppure può essere sagomata per soddisfare particolari esigenze. L'elettrodo di fusione viene rifuso dal produttore di modo che sia simile ad una billetta nella forma, ma è sagomato al diametro richiesto e tagliato a misura, senza tenere cura della necessità di creare una particolare microstruttura dato che sarà rifuso. Billette e barre di grande diametro sono realizzate usando una macchina di stampaggio di tipo rotativo (General Forging Machine - GFM) oppure una pressa di forgiatura. Poiché la billetta è un semilavorato usato per realizzare forgiati, la finitura superficiale della billetta deve essere tale da consentire l'ispezione ad ultrasuoni ad alta sensibilità. A seconda della lega e della temperatura della billetta fucinata, può essere richiesta una sgrossatura o una lavorazione di macchina. La barra, d'altro canto, è un prodotto finito. Come tale, la barra richiede sempre molatura o tornitura per conferire una finitura superficiale accettabile ed un diametro uniforme nelle dimensioni e nelle forme desiderate. La finitura superficiale e la concentricità

della barra sotto la macchina rotativa sono migliori rispetto a quelle della barra fucinata ottenuta da una pressa di forgiatura. L'altro vantaggio di queste macchine è l'introduzione di una lavorazione a caldo più uniforme ed un minor numero di eventuali riscaldamenti. Le barre di diametro più piccolo sono realizzate in un treno vergella, macchina che presenta una serie di rulli sagomati con aperture sempre più piccole (es. il laminatoio Kocks).

1.3 Caratteristiche del Titanio

In generale, le proprietà dei metalli sono basate sull'esistenza dei legami metallici fra gli atomi nel reticolo cristallino. La mobilità degli elettroni di valenza nel reticolo spiega proprietà quali la conduttività elettrica, la deformazione plastica per scorrimento degli atomi nel reticolo, le proprietà di alligazione per incorporamento di atomi di impurezza nel reticolo con aumento di durezza e resistenza insieme alla riduzione di duttilità.

In particolare, i metalli hanno una notevole variabilità di peso specifico. Il litio è il più leggero con un peso specifico di $0,5 \text{ g/cm}^3$, mentre l'osmio e l'iridio sono i più pesanti con un peso specifico di $22,5 \text{ g/cm}^3$. Il titanio con il suo peso specifico di $4,51 \text{ g/cm}^3$ è il più pesante dei metalli leggeri. Sebbene pesante il doppio del classico metallo leggero (alluminio) ha soltanto la metà del peso specifico del ferro o del nickel (Fig. 1.3). Le sue caratteristiche meccaniche possono essere accresciute notevolmente con processi di alligazione e deformazione.

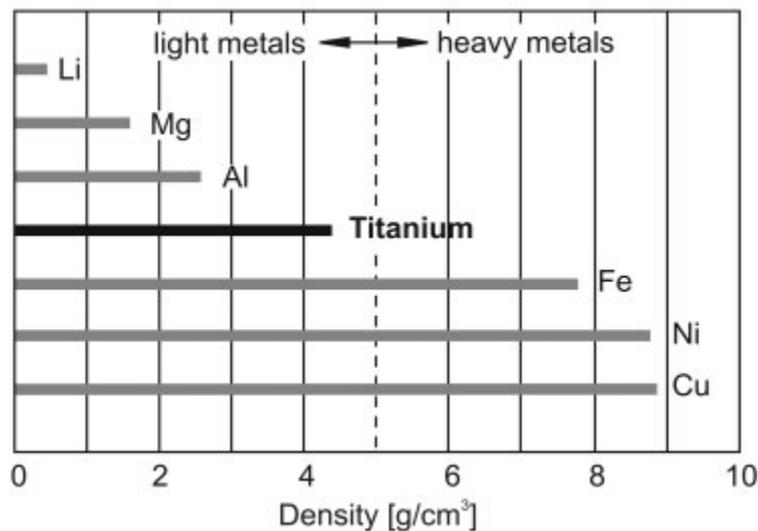


Fig. 1.3 Confronto dei valori di peso specifico di alcuni metalli.

È un metallo non magnetico con buone proprietà di trasferimento di calore, il suo coefficiente di espansione termica è leggermente minore di quello dell'acciaio e meno della metà di quello dell'alluminio. Il titanio e le sue leghe hanno temperatura di fusione più elevata di quella dell'acciaio, con temperature utili per le applicazioni strutturali che variano fra 427°C e 538°C . Ha la capacità di passivarsi e quindi esibire un elevato grado di immunità nei confronti della maggior parte degli acidi minerali e cloruri. Analogamente, offre una spiccata resistenza ad erosione e formazione di cavità. Non è tossico ed è generalmente compatibile con i tessuti umani e le ossa.

È da evidenziare che soltanto a temperature al di sotto di 300°C le plastiche rinforzate con fibre di carbonio hanno una resistenza specifica più elevata di quella del titanio (Fig. 1.4). La resistenza specifica delle leghe di titanio risulta particolarmente attraente alle temperature più elevate. Comunque la massima temperatura di applicazione è limitata dal loro comportamento all'ossidazione. Poiché gli alluminuri di titanio bilanciano parzialmente questo svantaggio sono stati oggetto di notevole sviluppo. Mentre per le leghe di titanio convenzionali la temperatura massima è intorno a 500°C , le leghe basate sugli alluminuri competono direttamente con i classici acciai per alta temperatura o le superleghe a base di nickel.

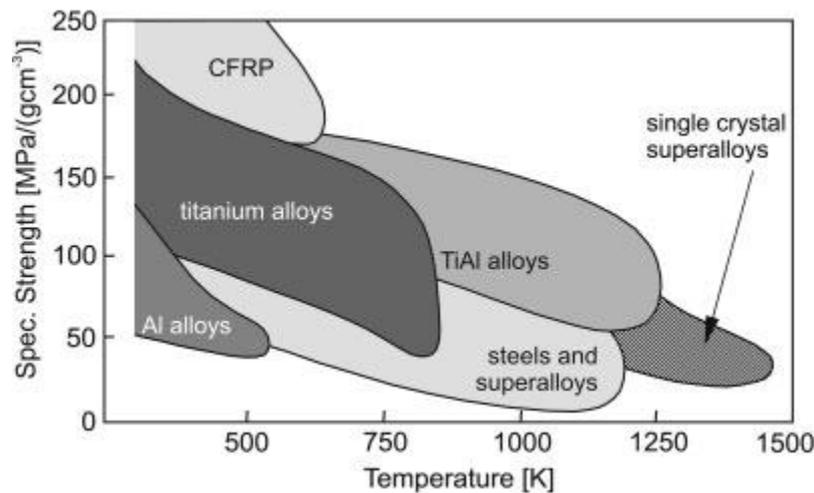


Fig. 1.4 – Temperature applicative dei diversi materiali strutturali

Le **proprietà del titanio** ne fanno dunque il materiale di riferimento per tutta una serie di applicazioni caratterizzate da condizioni di impiego particolarmente severe. Il titanio e le sue leghe hanno dimostrato di possedere notevolissime caratteristiche tecniche, una grandissima affidabilità ed un ottimo rapporto costo/prestazioni. Infatti, è vero che il costo di produzione del titanio è piuttosto elevato ma il costo complessivo di un manufatto in titanio, considerato per tutto il suo ciclo di vita, si rivela inferiore a quello dello stesso prodotto realizzato con un metallo sostitutivo. Inoltre, vi è un'ampia gamma di applicazioni per le quali un metallo sostitutivo semplicemente non esiste.

La combinazione di alta resistenza e bassa densità conferisce alle leghe basate sul titanio rapporti resistenza/peso eccezionalmente favorevoli, superiori a quasi tutti gli altri metalli. Pertanto, simili caratteristiche risultano preziose in un vastissimo campo di applicazioni che spaziano dal settore aerospaziale a quello medico, passando per una larga varietà di applicazioni chimiche, industriali, marine, etc.

I principali pregi del titanio possono essere brevemente riassunti:

- **Amagneticità:** la completa amagneticità del titanio ne consente l'utilizzo in campi ove sia da evitare la formazione di interferenze magnetiche.
- **Biocompatibilità - Atossicità:** la biocompatibilità e l'atossicità praticamente totale del materiale ne consente il pieno e vantaggioso utilizzo nel settore sanitario, biomedico, dentistico e chirurgico nonché nel settore della lavorazione e conservazione dei prodotti alimentari. Sono stati condotti vari test per quantificare l'eventuale perdita di metallo per effetto elettrochimico in soluzioni fisiologiche ma in nessun caso è stata osservata distruzione di tessuto nelle zone contenenti titanio.
- **Densità:** il basso peso specifico del titanio (4,5 g/cm³) permette di realizzare, a parità di resistenza meccanica, prodotti più leggeri rispetto a quelli ottenuti con altri materiali.
- **Modulo elastico:** il basso modulo elastico consente al titanio di subire deformazioni considerevoli. Grazie a questa caratteristica, unita alla notevole resistenza meccanica, il titanio è in grado di assorbire molta energia elastica. Questo lo rende particolarmente adatto, per esempio, alla fabbricazione di molle.
- **Periodo di dimezzamento radioattivo:** il titanio possiede un periodo di dimezzamento radioattivo particolarmente basso, il che lo rende adatto ad un impiego in ambito nucleare.

- **Rapporto resistenza/peso:** tale rapporto, che può essere ugualmente inteso come rapporto del carico di snervamento o di rottura rispetto al peso specifico, nel caso del titanio raggiunge valori notevolmente elevati.
- **Rapporto tra carico di snervamento e carico di rottura:** nel caso del titanio questo valore raggiunge 0,9-0,95 (il più elevato tra i metalli) ed implica la possibilità di sollecitare un elemento in titanio fin quasi al livello di rottura senza entrare in campo plastico e recuperando le deformazioni. Comunque questo aspetto risulta molto legato alla velocità di applicazione del carico. In ogni caso, si può affermare che le leghe di titanio hanno caratteristiche meccaniche equivalenti se non superiori a quelle dei migliori acciai.
- **Resistenza a corrosione ed erosione:** le leghe di titanio sono pressoché inattaccabili da una vasta gamma di acidi ed ambienti ossidanti o riducenti. Si presta pertanto all'impiego in ambienti marini, così come in molte attività industriali nelle quali tali problemi siano particolarmente severi. La loro resistenza alla corrosione è superiore a quella di qualsiasi altro metallo usato per applicazioni industriali.
- **Resistenza alle temperature elevate:** il titanio, e la maggior parte delle sue leghe, si è rivelato adatto ad impieghi continuativi in presenza di temperature fino a 400-500°C. I bassi coefficienti di conduzione ed espansione termica garantiscono ottime prestazioni in tutta una serie di applicazioni caratterizzate da alta temperatura di esercizio. In questo senso, anche la temperatura di fusione abbastanza elevata si presenta come un vantaggio.

Riassumendo quanto esposto sopra è possibile dire che il Titanio è un metallo duro, leggero e con bassa densità (il 40% di quella dell'acciaio), è altresì importante la resistenza alla corrosione e il rapporto peso/resistenza. Alla temperatura ambiente il Titanio presenta notevoli caratteristiche riassunte nella tabella 1.1 tra le quali spicca il peso specifico, che risulta inferiore del 45% rispetto a quello di un acciaio. Ad alte temperature il Titanio presenta invece delle caratteristiche che lo rendono unico, a 500°C tende ad assorbire Ossigeno, Azoto, Idrogeno e reagisce con il Carbonio, pertanto, è necessario applicare un'adeguata protezione. Esso forma una patina di Ossido passivo se esposto all'aria, ma quando è in un ambiente libero da Ossigeno è molto duttile. Inoltre il Titanio presenta notevoli capacità di attenuare il rumore, e, al contrario della gran parte dei metalli, non è magnetico.

	Numero atomico	Peso atomico	Densità (g/cm ³)	Punto di fusione (°C)	Coeff. termico di esp. (°C)	Calore specifico (cal/g/°C)	Conducibilità Termica (cal/cm ² /s ec°C/cm)	Conducibilità Elettrica (%IACS)	Modulo di Young (MPa)	Coeff. di Poisson
Titanio	22	47,90	4,51	1,668	8,4x10 ⁻⁶	0,124	0,041	31	106,000	0,34

Tabella 1.1 – Caratteristiche del Titanio.

Il Titanio puro è un elemento che presenta due forme allotropiche: a basse temperature la struttura cristallina è del tipo esagonale compatta, convenzionalmente chiamata fase α , ad alte temperature invece assume una struttura cristallina del tipo cubica a corpo centrato convenzionalmente chiamata fase β (Fig. 1.5).

**Struttura esagonale compatta
(Fase α)**

**Struttura cubica a corpo centrato
(Fase β)**

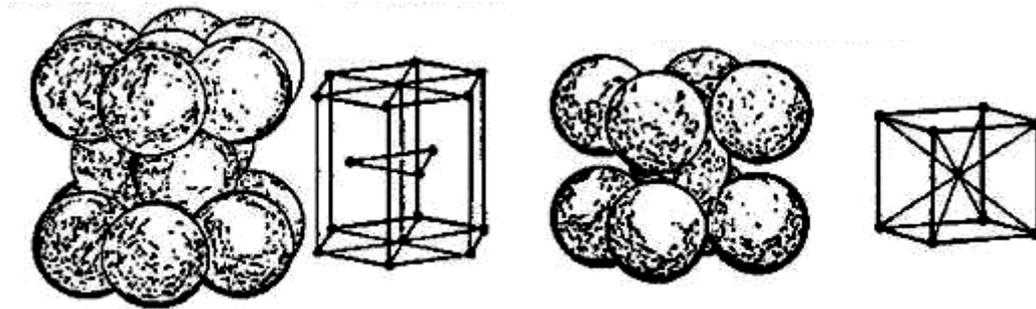


Figura 1.5 – I reticoli cristallini EC e CCC del titanio.

La temperatura di transizione da struttura α a struttura β è detta β transus ed è circa pari a 883°C , nelle leghe di titanio invece la β transus è fortemente influenzata dalla presenza di stabilizzanti, ovvero elementi che stabilizzano la fase α o la fase β e in particolare quest'ultimi abbassano la temperatura di β transus.

Ritornando alla struttura cristallina α del Titanio, essa comporta una forte anisotropia delle proprietà fisiche del materiale ed in particolar modo delle costanti elastiche. Il valore del modulo di Young per la struttura esagonale compatta della fase α nelle direzioni perpendicolari all'asse "c" (E_{11}) è di circa 100 GPa mentre nella direzione parallela all'asse "c" (E_{33}) è di circa 145 GPa. L'anisotropia elastica genera due effetti di rilevante importanza pratica: il primo è l'allineamento non casuale dei grani cristallini α (provocando la forte dipendenza direzionale dei moduli elastici); il secondo è che la velocità del suono è proporzionale ai moduli elastici del solido. Il grado di allineamento cristallografico di unità microstrutturali individuali in un materiale è chiamato orientamento preferenziale, struttura cristallografica o semplicemente 'microstruttura'. L'esistenza della microstruttura, nei prodotti in Titanio, dipende dalla storia della lavorazione, la quale si esprime in termini della quantità di deformazione plastica che il materiale ha subito e della temperatura alla quale si sono verificate queste deformazioni.

1.4 Leghe di Titanio

La presenza di forme allotropiche diverse offre la possibilità di formare leghe con strutture diverse secondo il particolare impiego richiesto, aggiungendo degli elementi che stabilizzano rispettivamente la fase α o β . Stabilizzare la fase α significa, in pratica, spostare verso temperature maggiori la transizione, cioè il β transus (vale, ovviamente, anche il viceversa). Quindi gli elementi di alligazione del titanio sono classificati in **α -stabilizzanti** e **β -stabilizzanti**, a seconda che innalzino o abbassino la temperatura di trasformazione α/β rispetto a quella del titanio puro. Esistono poi anche elementi neutrali che hanno una bassissima influenza sulla temperatura di β transus (Fig. 1.5). L'elemento di sostituzione Al e gli elementi interstiziali O, N e C sono tutti dei forti α -stabilizzanti ed innalzano la temperatura di transizione all'aumentare del contenuto di soluto, come si può vedere in Fig. 1.5. L'alluminio è l'elemento di alligazione maggiormente usato nel titanio, perché è l'unico metallo comune che innalza la temperatura di transizione avendo al tempo

stesso ampia solubilità sia nella fase α che β . Tra gli elementi interstiziali, l'ossigeno può essere considerato un alligante in quei casi in cui il suo contenuto è usato per ottenere desiderati livelli di resistenza meccanica. Questo è specialmente vero per i differenti gradi di titanio cp. Altri α -stabilizzanti includono B, Ga, Ge e le terre rare ma la loro solubilità allo stato solido è molto più bassa per cui non sono usati comunemente. Gli elementi β -stabilizzanti sono divisi in elementi β isomorfi ed β eutetoidici, a seconda degli specifici diagrammi binari di fase risultanti (Fig. 1.7). Gli elementi β isomorfi maggiormente usati nelle leghe di titanio sono il V, Mo, Nb. Concentrazioni sufficienti di questi elementi stabilizzano la fase β a temperatura ambiente. Invece, fra gli elementi che formano β eutetoidi quelli maggiormente usati in lega di titanio sono Cr, Fe e Si, mentre Ni, Cu, Mn, W, Pd e Bi hanno un uso molto limitato in leghe a scopi speciali. Anche l'H è un β eutettoide ma è limitato a contenuti di 125-150 ppm per problemi di infragilimento. Infine, vi sono degli elementi come Zr, Hf e Sn che hanno un comportamento totalmente neutrale come si vede sempre in Fig. 1.8, in quanto, se presenti in basse concentrazioni, abbassano leggermente la temperatura di trasformazione α/β per poi farla aumentare nuovamente a concentrazioni più elevate. Sono comunque presenti in alcune leghe di titanio in quanto intervengono quali elementi di rinforzo da soluzione solida.

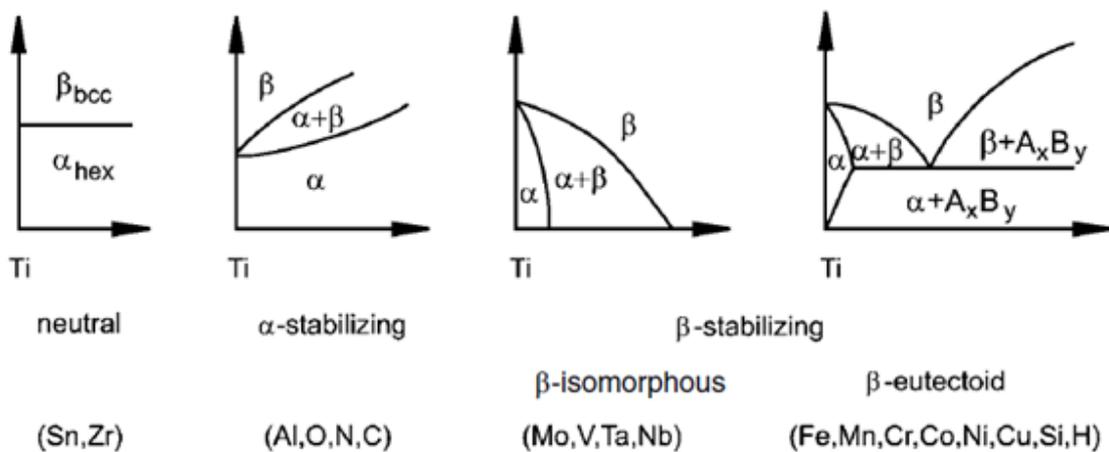


Fig. 1.6 –Effetto degli elementi di alligazione sui diagrammi di fase delle leghe di titanio

Come già evidenziato, l'alluminio è l'elemento α -stabilizzante più importante ed è quindi presente in molte leghe di titanio. Il diagramma di fase binario Ti-Al (Fig. 1.6) mostra che al crescere del contenuto di alluminio si forma una fase Ti_3Al (α_2) e che al di sopra di una temperatura di $500^\circ C$ intorno al 5% di alluminio comincia una regione a due fasi ($\alpha+Ti_3Al$). Per evitare una quantità significativa di precipitati coerenti di Ti_3Al nella fase α , il contenuto di alluminio nella maggior parte delle leghe di titanio viene limitato al 6%. Si può pure vedere che per livelli di alluminio intorno al 6% la temperatura di trasformazione α/β viene innalzata a circa $1000^\circ C$ per la regione a due fasi $\alpha+\beta$.

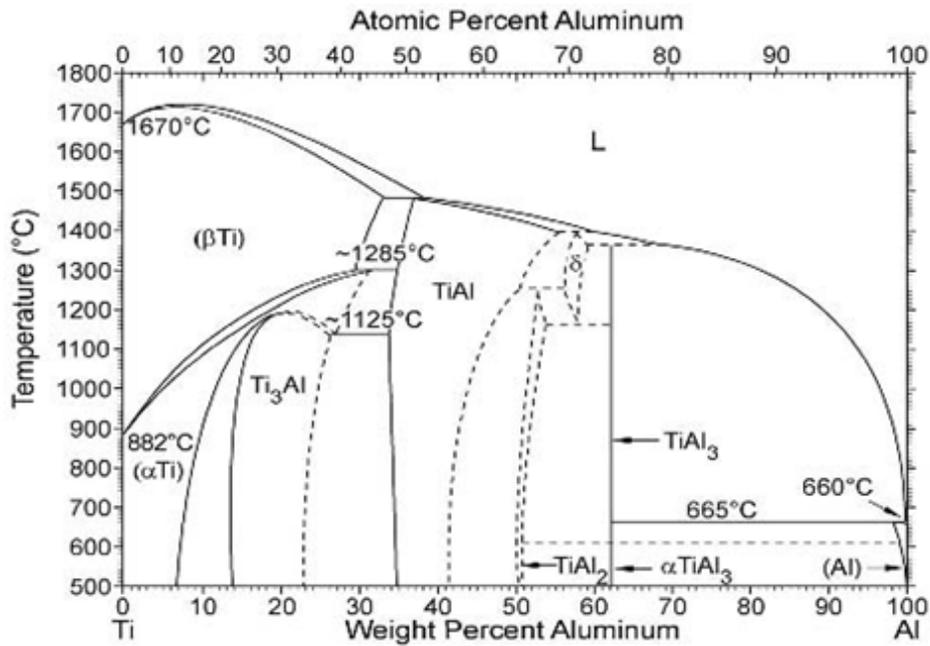


Fig. 1.7– Diagramma di fase binario Ti-Al

Dei tre più importanti elementi β isomorfi (V, Mo e Nb) la Fig. 1.7 mostra il diagramma di fase binario Ti-Mo. Questa scelta è legata alla convenienza di calcolare un contenuto equivalente di Mo per tutti i β -stabilizzanti nelle leghe di titanio multicomponenti. Il diagramma mostra una mancanza di miscibilità al di sopra del 20% di molibdeno, in cui la fase β si separa in due fasi bcc ($\beta'+\beta$) al di fuori del campo di fase ($\alpha+\beta$). Il massimo contenuto di molibdeno nelle leghe di titanio convenzionali si limita al 15%. Questa percentuale abbassa la temperatura di trasformazione da β ad $\alpha+\beta$ a circa 750°C. Inoltre la solubilità allo stato solido del molibdeno nella fase α è molto bassa (al di sotto dell' 1%). I diagrammi di fase Ti-V e Ti-Nb sono qualitativamente simili a quello del Ti-Mo.

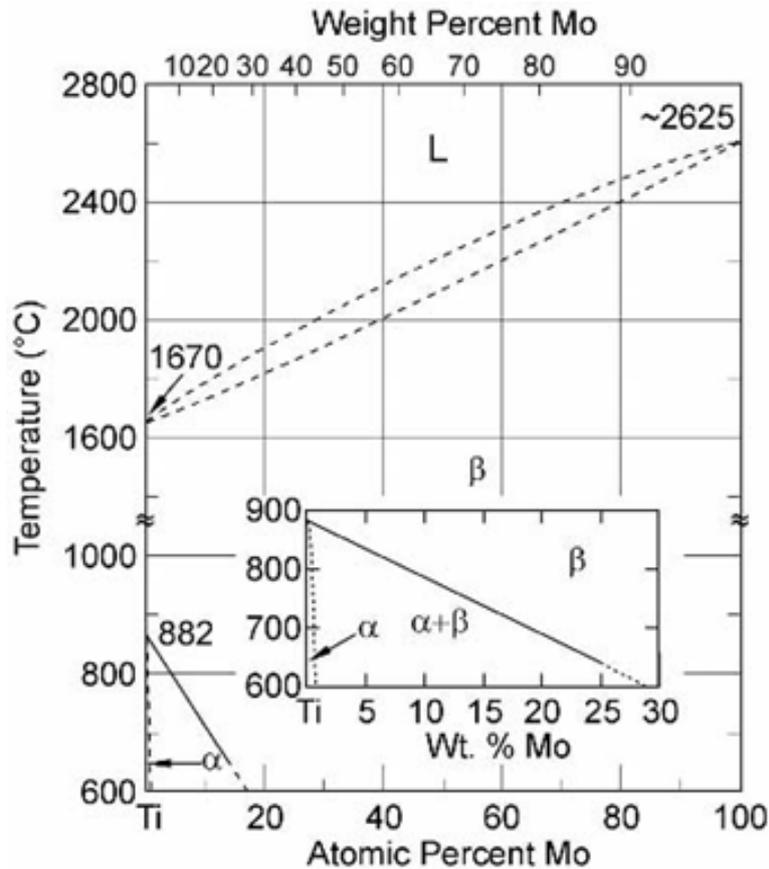


Fig. 1.8 – Diagramma di fase binario Ti-Mo

Fra gli elementi che formano β eutettoide, la Fig. 1.8 mostra il diagramma di fase binario Ti-Cr. Si può vedere che il cromo è effettivamente un elemento β -stabilizzante, la temperatura dell'eutettoide è di 667°C ed il punto dell'eutettoide si trova al 15% di cromo. È importante che la decomposizione dell'eutettoide sia molto lenta, in modo da evitare la precipitazione del composto intermetallico $TiCr_2$ nelle leghe di titanio con un contenuto di cromo al di sotto del 5%. Una caratteristica di tutti gli elementi che formano β eutettoide è la bassa solubilità nella fase α . Per esempio, nel sistema Ti-Cr (Fig. 1.9) la massima solubilità è appena intorno allo 0,5%. Di conseguenza, quasi tutte le aggiunte di questi elementi aumentano la fase β .

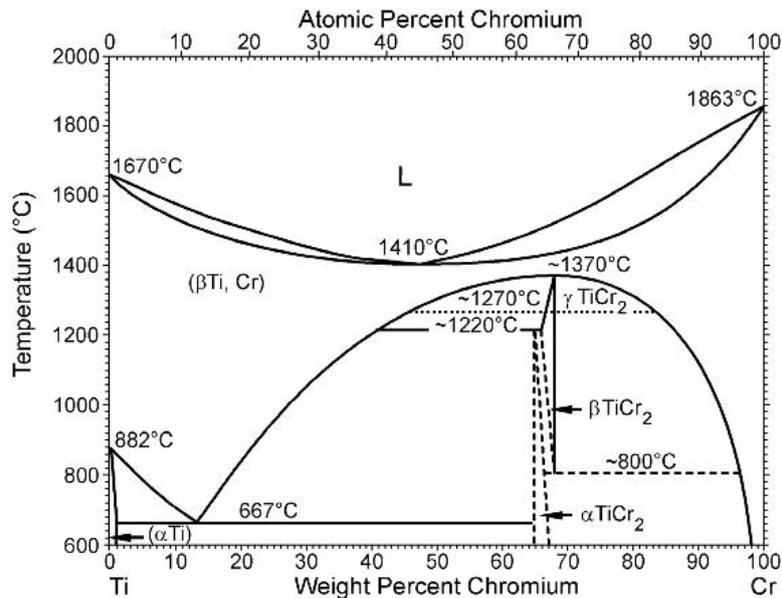


Fig. 1.9 – Diagramma di fase binario Ti-Cr

Si deve comunque enfatizzare che la maggior parte delle leghe di titanio sono multicomponenti. Quindi, i diagrammi di fase binari costituiscono soltanto una guida qualitativa in quanto si dovrebbero usare i diagrammi ternari o quaternari.

Solitamente le leghe di titanio sono classificate in leghe α , $\alpha+\beta$ e β , con un'ulteriore sottodivisione in leghe quasi α e metastabili β . Questa classificazione è mostrata nel diagramma di fase tridimensionale di Fig.1.10 che risulta dalla composizione di due diagrammi binari con elementi α -stabilizzanti e β -stabilizzanti rispettivamente.

Secondo questo schema le leghe α includono esclusivamente il titanio alligato con elementi α -stabilizzanti e/o neutri. Se sono aggiunte delle frazioni minori di elementi β -stabilizzanti sono classificate come leghe quasi α . Le leghe $\alpha+\beta$, che costituiscono il gruppo maggiormente utilizzato, seguono questa classe; a temperatura ambiente queste leghe hanno una frazione in volume di fase β che va dal 5% al 40%. Se la proporzione di elementi β -stabilizzanti è aumentata ulteriormente al punto che la fase β non si trasforma più in martensite per effetto di tempra, le leghe restano nel campo bifasico e si raggiunge la classe di leghe metastabili β . Si deve notare che queste leghe mostrano all'equilibrio una frazione in volume di fase α maggiore del 50%. Infine, le leghe a singola fase β segnano la fine della scala di alligazione delle leghe di titanio convenzionali.

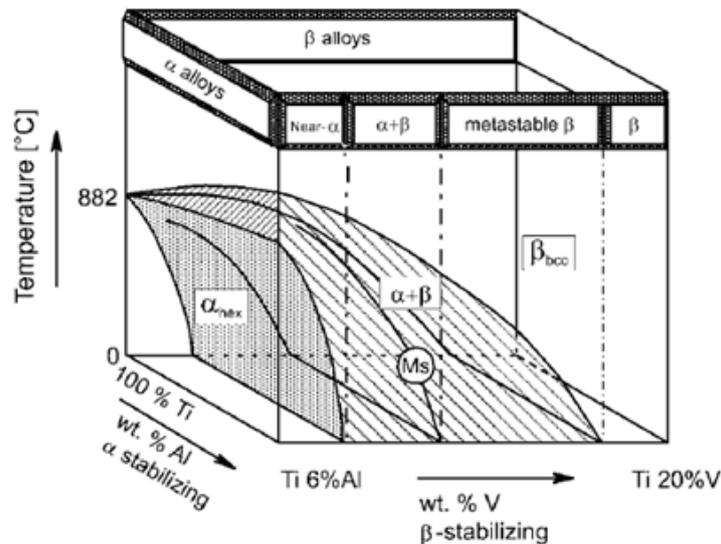


Fig. 1.10 – Diagramma di fase tridimensionale per classificare schematicamente le leghe di titanio

Lo scopo principale dell'aggiunta di elementi di lega al titanio, è quello di migliorare le sue proprietà meccaniche; di conseguenza le leghe di titanio hanno delle caratteristiche spesso anche più interessanti rispetto al titanio puro e pertanto vengono maggiormente utilizzate ove vi siano zone fortemente sollecitate, soprattutto se in ambiente corrosivo o con alte temperature. Le leghe di Titanio sono infatti in grado di operare a temperature che vanno da sotto lo zero fino a 600 °C, e per pressioni fino a 1200 MPa.

Le proprietà delle leghe di titanio sono determinate principalmente dall'organizzazione, dalla frazione volumetrica e dalle proprietà individuali delle due fasi α e β .

In Tab. 1.2, sono evidenziate le differenze essenziali tra le tre classi di leghe – α , $\alpha+\beta$ e β – sulla base delle proprietà fisiche, meccaniche e tecnologiche.

	α	$\alpha+\beta$	β
Density	+	+	-
Strength	-	+	++
Ductility	-/+	+	+/-
Fracture toughness	+	-/+	+/-
Creep strength	+	+/-	-
Corrosion behavior	++	+	+/-
Oxidation behavior	++	+/-	-
Weldability	+	+/-	-
Cold formability	--	-	-/+

Tab. 1.2 – Proprietà delle leghe α , $\alpha+\beta$, β

Le **leghe α** sono leghe a singola fase rinforzate meccanicamente per soluzione solida con l'aggiunta di elementi α -stabilizzanti o neutri. Dal momento che il più importante elemento α -stabilizzante (alluminio) ha soltanto metà del peso specifico del titanio, le leghe α hanno un peso specifico più basso delle leghe β , ancor più perché queste ultime sono estensivamente alligate con elementi pesanti quali molibdeno o vanadio. Di solito, mostrano solo una moderata resistenza in quanto non

sono suscettibili di trattamento termico di solubilizzazione ed invecchiamento. Subiscono unicamente trattamenti di distensione per ridurre ed uniformare gli stati di tensione indotti da lavorazioni meccaniche ed inoltre si prestano bene alla saldatura. Sono caratterizzate comunque da una buona stabilità e da buone proprietà ad alta temperatura. Per quanto riguarda la resistenza meccanica, hanno una buona resistenza all'intaglio, discreta duttilità, mentre vantano eccellenti caratteristiche in campo criogenico. Le leghe con maggior tenore di alliganti offrono elevate resistenze al creep ad alte temperature ed all'ossidazione.

Le **leghe quasi α** (o **super α**) sono caratterizzate da piccole aggiunte (1-2%) di β -stabilizzanti per migliorare la resistenza meccanica e la lavorabilità. Sono un buon compromesso fra la resistenza meccanica più elevata delle leghe $\alpha+\beta$ e la resistenza a creep delle leghe semplicemente α . Infatti sono trattabili termicamente (tempra + invecchiamento). Le leghe commerciali resistenti ad alta temperatura di maggiore uso nelle applicazioni aeromotoristiche appartengono a questa classe. Sono principalmente leghe α che contengono una certa quantità di fase β trattenuta nella microstruttura finale.

Le composizioni a struttura esagonale spiccano su tutti i tipi di leghe di titanio per la più alta resistenza all'ossidazione ad alte temperature (300-550°C). Le più rappresentative tra le leghe α sono la Ti-5Al-2,5Sn che è quella di maggior impiego, e la Ti-8Al-1Mo-1V tipica super α . Per quest'ultima sono stati messi a punto particolari cicli di ricottura che ne esaltano la resistenza al creep e la tenacità alla frattura, mentre consentono di mantenere buoni livelli di resistenza a rottura. Le leghe che contengono, oltre all'alluminio e stagno, anche zirconio presentano le migliori caratteristiche per impieghi a caldo (creep) e criogenici. In particolare, le **leghe ELI** (Extra LowInterstitial) a bassissimo tenore di interstiziali mantengono duttilità e tenacità anche a temperature criogeniche. La lega Ti-5Al-2,5Sn ELI è la più usata per applicazioni in questo campo.

Nelle **leghe $\alpha+\beta$** la quantità di elementi di lega α e β -stabilizzanti è bilanciata in modo tale da avere a temperatura ambiente, in condizioni di metastabilità, una certa percentuale di fase β accanto a quella α stabile; le proprietà meccaniche della lega dipendono, dunque, dalla distribuzione delle fasi α e β . Le leghe $\alpha+\beta$ sono quelle che presentano la migliore combinazione di proprietà meccaniche per applicazioni fino a 315-400°C. Di fatto, offrono un vantaggio di peso quali sostituti degli acciai aeronautici di più bassa resistenza e delle leghe di alluminio, presentando al tempo stesso una migliore resistenza a corrosione. Le leghe $\alpha+\beta$, quindi, sono di gran lunga le più usate, comprendendo circa il 70% di tutto il titanio impiegato. Queste leghe hanno, rispetto alle leghe α , più elevata resistenza meccanica, sono trattabili termicamente ma hanno minore formabilità e resistenza al creep. Non presentano problemi alla saldatura. Variano considerevolmente come composizione e, pertanto, come caratteristiche generali.

Vi sono leghe ad alta stabilità della fase β induribili più in profondità (fino a sezioni di circa 6 cm), quali ad esempio la Ti-6Al-6V-2Sn, che presentano alta resistenza meccanica a temperatura ambiente ed intermedia. All'estremo della gamma di tali leghe sono quelle meno ricche di fase β , come ad esempio la **Ti-6Al-4V** (oggetto di studio in questo lavoro di tesi), di cui parleremo più ampiamente nel prossimo paragrafo.

Le **leghe β metastabili** contengono dal 10 al 15% di stabilizzanti β , per cui la fase β è mantenuta a temperatura ambiente in una condizione metastabile. Infatti, a temperatura ambiente presentano una struttura in cui predomina largamente la fase β , per cui gli elementi predominanti sono i β -stabilizzanti ed in particolare il cromo. Al contrario delle leghe α , quelle β sono suscettibili di indurimento attraverso opportuni trattamenti termici di invecchiamento che, a temperature elevate,

determinano la precipitazione di particelle finissime di fase α (è possibile anche la precipitazione del composto $TiCr_2$, indesiderato perché provoca infragilimento). Il trattamento porta alla formazione di una sottile struttura Widmanstätten di fase α in una matrice di β arricchito. Questi precipitati producono caratteristiche meccaniche molto elevate: $\sigma_R \cong 1500$ MPa con allungamenti del 5%. Queste leghe contengono piccole quantità di elementi α -stabilizzanti come agenti di incremento delle caratteristiche meccaniche. Hanno elevata resistenza meccanica, tenacità, eccellente capacità di indurimento e forgiabilità su un'ampia gamma di temperature. Le leghe β metastabili offrono una tenacità a frattura più elevata rispetto alle leghe $\alpha+\beta$ per un determinato livello di resistenza meccanica e stanno trovando un uso crescente nelle applicazioni strutturali in Aeronautica. Infatti, esse presentano mediamente le più alte caratteristiche meccaniche a temperatura ambiente pur presentando un maggior peso specifico. Anche queste leghe si comportano bene quanto a saldabilità e formabilità. Inoltre, si prestano particolarmente bene alla realizzazione di piastre, sezioni spesse, elementi di connessione e molle. Poiché le prime leghe formulate non erano termicamente stabili nella condizione ricotta, sono state sviluppate successivamente leghe β metastabili di maggiore stabilità termica e più alta tenacità alla frattura

Le **leghe β** sono quelle caratterizzate dall'aggiunta di una grande quantità percentuale di elementi β -stabilizzanti che permettono la presenza di β come fase stabile a temperatura ambiente. Le leghe β somigliano ai metalli refrattari per la loro elevata densità e bassa duttilità e sono usate per applicazioni altamente specializzate quali resistenza alla fiamma e resistenza a corrosione.

1.5 Microstruttura delle leghe di Titanio

Il titanio e le sue leghe mostrano un'ampia varietà di microstrutture funzione della chimica della lega e del processo termo-meccanico. Questo è reso possibile proprio dall'ampio campo di trasformazioni di fase che mostrano il titanio e le sue leghe. Alcune di queste trasformazioni sono legate alla trasformazione allotropica dalla fase β alla fase α , mentre altre sono reazioni di precipitazione che coinvolgono la formazione di fasi metastabili di transizione e di fasi di equilibrio che avvengono durante la decomposizione delle fasi α e β metastabili. Le trasformazioni del secondo tipo, di solito, avvengono con leghe con più elevato contenuto di elementi di alligazione e le strutture risultanti sono spesso complesse. Tali variazioni microstrutturali possono inoltre derivare da cambiamenti morfologici delle fasi costituenti dovuti ad altri processi metallurgici (quali la ricristallizzazione e la sferoidizzazione).

Le microstrutture del titanio e delle sue leghe si caratterizzano per le differenze nello sviluppo morfologico della fase α e della fase β che dipendono dalla chimica della lega, dal processo subitico, dalla temperatura di inizio raffreddamento e dalla velocità di raffreddamento. Si possono produrre strutture grossolane e strutture fini aciculari, così come strutture equiassiche. La Fig. 1.11 mostra microstrutture tipiche dei vari tipi di lega, anche se vanno intese come rappresentative ma non esaustive di tutte le possibili microstrutture.

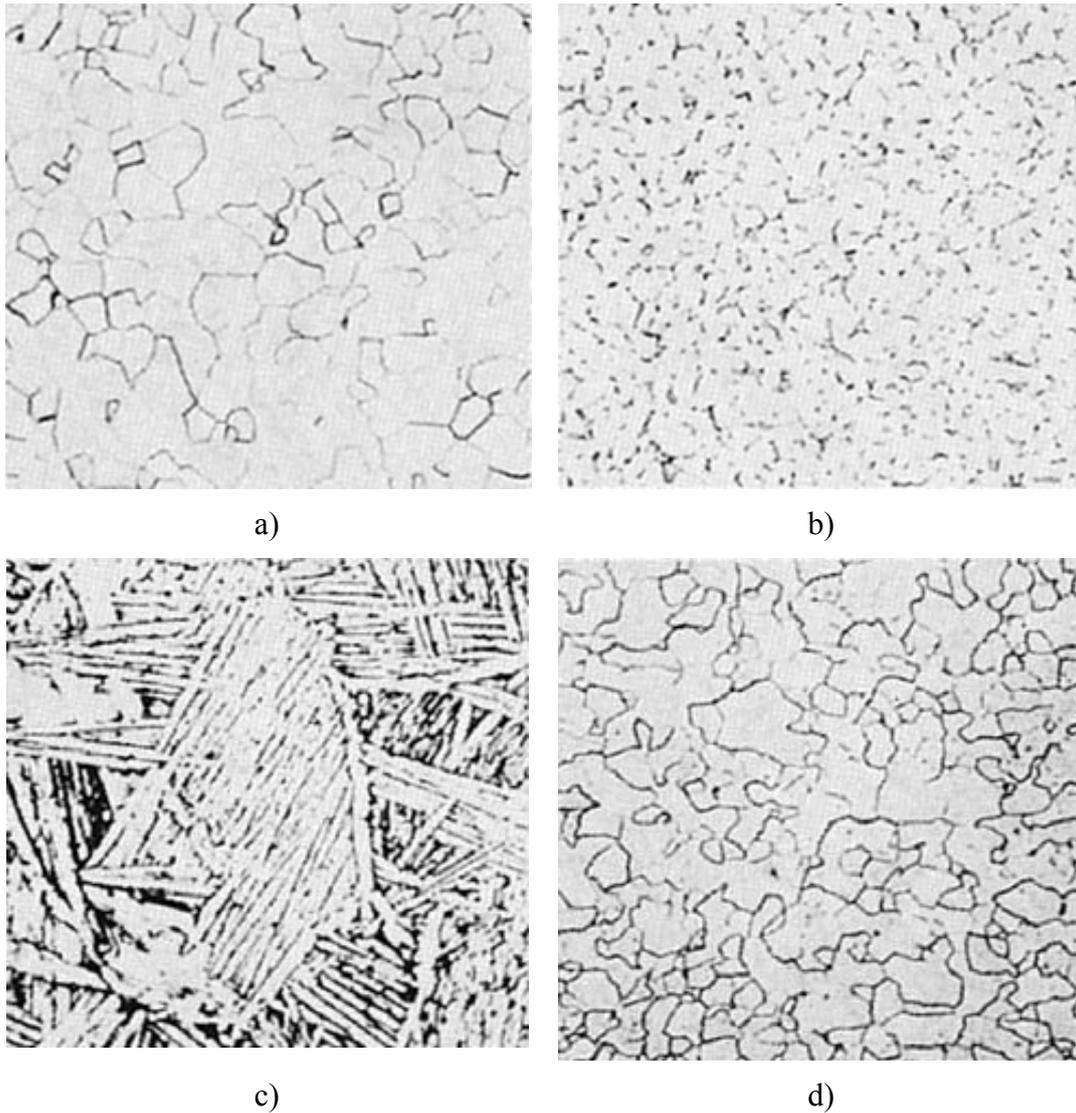


Fig. 1.11 – Microstrutture tipiche di diverse leghe di titanio. (a) α equiassico in titanio cp dopo 1 h a 699°C. (b) $\alpha+\beta$ equiassico. (c) $\alpha+\beta$ aciculare in Ti-6Al-4V. (d) β equiassico in Ti-13V-11Cr-3Al

Le Fig. 1.12 – 1.13 presentano l'effetto delle temperature iniziali (e della velocità di raffreddamento) sulla microstruttura di una lega di titanio quasi α e di una lega $\alpha+\beta$ rispettivamente.

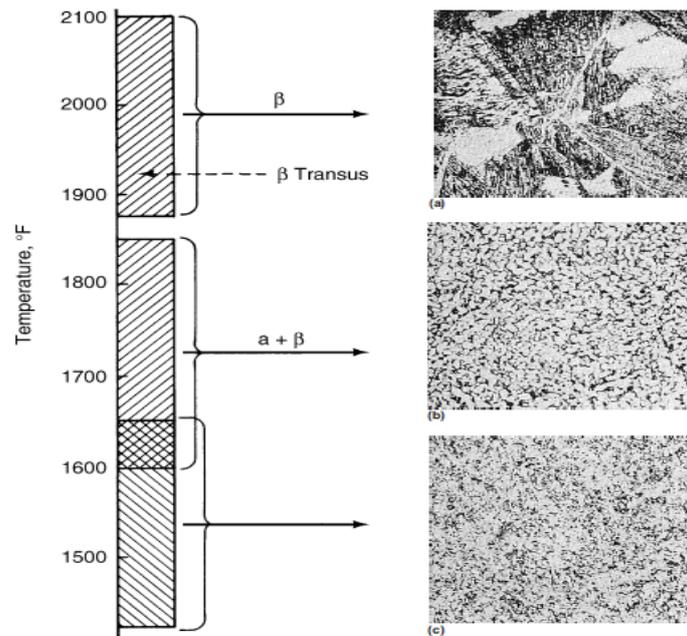


Fig. 1.12 – Microstruttura di una lega (Ti-8Al-1Mo) quasi α ricotta dopo il raffreddamento da zone differenti del campo di fase. (a) α aciculare. (b) α equiassica e β intergranulare (c) struttura $\alpha+\beta$ sottile

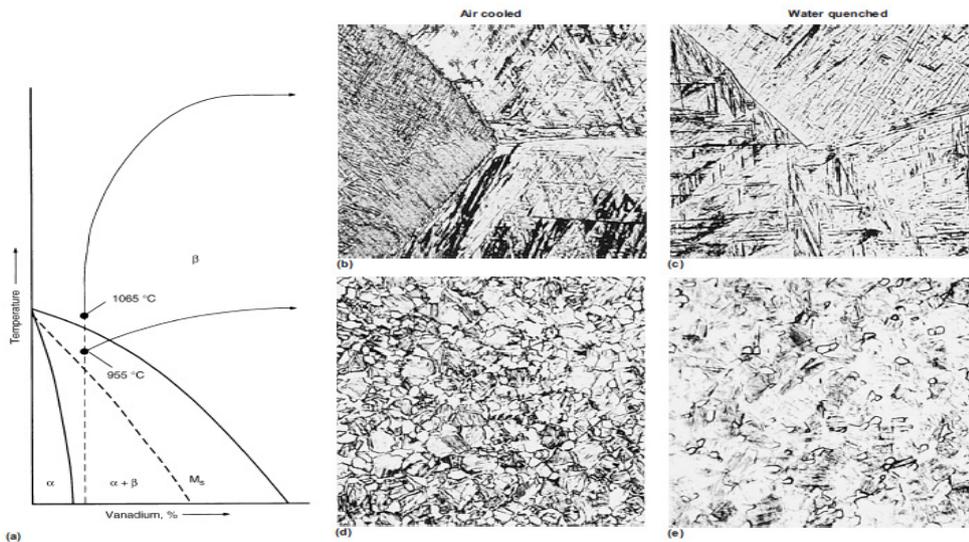


Fig 1.13 – Pseudo-diagramma di fase più microstrutture di una lega $\alpha+\beta$ (Ti-6Al 4V) ricotta dopo il raffreddamento da zone diverse del campo di fase. (a) diagramma con la composizione indicata della lega Ti-6Al-4V. (b) α aciculare (β trasformato) con gli originari confini dei grani β . (c) matrice di α primario (martensite) con fase β (scura) e gli originari confini dei grani β . (d) grani di α primario (chiarissimi) in una matrice di β trasformato contenente α aciculare. (e) α primario equiassico in una matrice di α primario (martensite)

Punto centrale nell'evoluzione delle microstrutture delle leghe di titanio è la temperatura di trasformazione α/β . Il β transus separa il campo di esistenza della singola fase β da quello bifasico $\alpha+\beta$. Per descrivere questi processi riportiamo nella Fig. 1.14 rispettivamente un diagramma di fase pseudo-binario ed un diagramma tempo-temperatura-trasformazione (TTT) per le leghe di titanio.

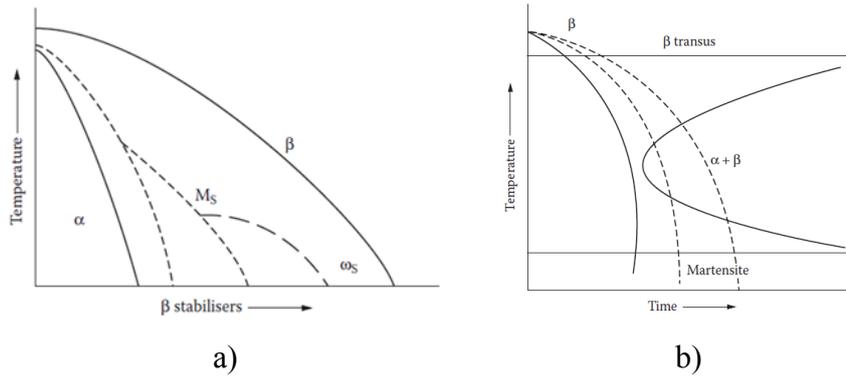


Fig. 1.14 – Pseudo-diagramma di fase binario di una lega $\alpha+\beta$ (sx.) e curva TTT di una lega di titanio tipica $\alpha+\beta$ (dx.)

Le leghe di titanio (ad eccezione di quelle α -stabilizzate), quando portate a temperatura superiore a quella del β transus, si trovano in un campo di singola fase β . Attraversando di nuovo la temperatura di transizione nella fase di raffreddamento, la fase β si può trasformare in varie fasi di equilibrio o non equilibrio in funzione della velocità di raffreddamento e del contenuto di elementi di alligazione. Col raffreddamento dal campo di fase β del titanio, la trasformazione β/α causa una leggera distorsione atomica (Fig. 1.15).

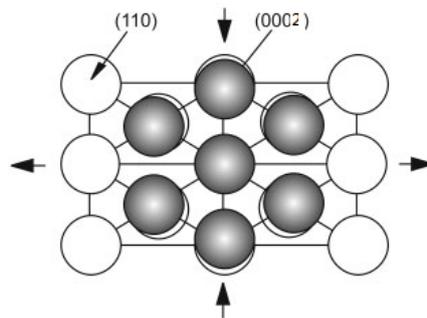
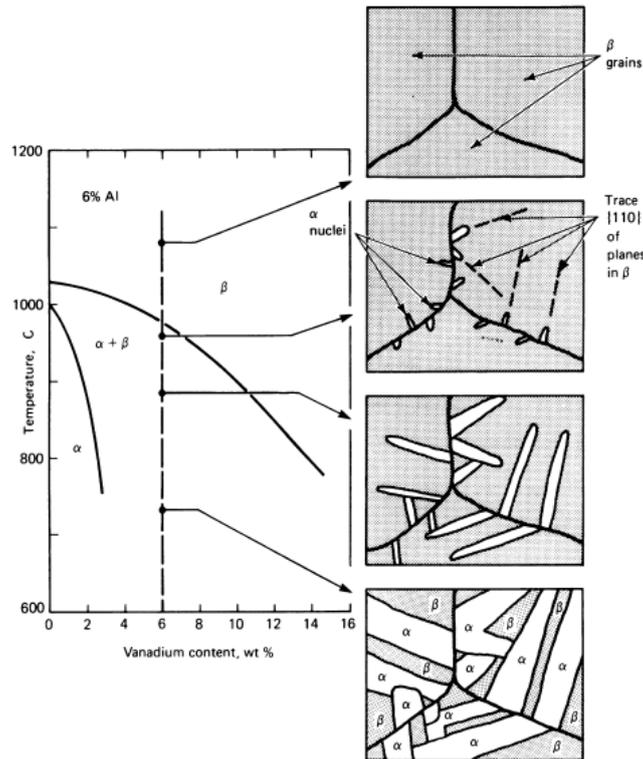


Fig. 1.15 – Distorsione del reticolo nella trasformazione β/α

Con il raffreddamento lento, la fase α comincia a nucleare e ad accrescersi a partire dai bordi dei grani β , in modo da assumere la forma di placchette. Il processo di formazione è riportato in Fig. 1.16 per la lega Ti-6Al-4V che mostra delle regioni più scure che sono la fase β residua fra le placchette α che si sono formate.



Microstructures achieved at various intermediate temperatures by slowly cooling from above the β transus. Final microstructure consists of plates of α (white) separated by the β phase (dark).

Fig. 1.16 – Schema di sviluppo di una struttura Widmanstätten in una lega Ti-6Al-4V

All'interno degli originari grani β , che possono essere della dimensione di parecchi millimetri, si vengono a nucleare singoli pacchetti lamellari α che si accrescono. I singoli pacchetti presentano una comune orientazione fra di loro. Questo processo di nucleazione e crescita della fase α risulta in una **microstruttura** molto caratteristica denominata **Widmanstätten** riportata in Fig. 1.17. Da notare come con raffreddamenti più lenti la fase α si presenta anche ai bordi dei grani β originari.



Fig. 1.17 – Micrografia di un provino di Ti-6Al-4V riscaldato a 1020°C/20min e raffreddato in forno. Struttura Widmanstätten con presenza di fase α sui bordi dei grani β originari

La morfologia della fase α nella struttura Widmanstätten può variare da una colonia di placchette α fra loro allineate ad una disposizione simile per aspetto a quella di un cestino di vimini chiamata basket-weave, in funzione dell'aumento della velocità di raffreddamento o del contenuto di elementi di alligazione. La struttura lamellare Widmanstätten diventa sempre più sottile con il crescere della velocità di raffreddamento. Infatti, per il maggiore addensamento di atomi nel titanio α hcp la diffusione è notevolmente inferiore a quella nel titanio β bcc con un coefficiente di diffusione nel titanio α di un ordine di grandezza inferiore a quello nel titanio β . Poiché al di sotto della temperatura di transizione β i processi di diffusione (che dipendono dal tempo e dalla temperatura) sono ancora più lenti, le diverse velocità di raffreddamento spiegano la formazione di una struttura lamellare fine o grossolana in relazione ai tempi necessari per l'equilibrio termodinamico del fenomeno. La Fig. 1.18 è rappresentativa delle differenze morfologiche delle fasi in funzione delle diverse condizioni di trattamento per una lega di titanio $\alpha+\beta$.

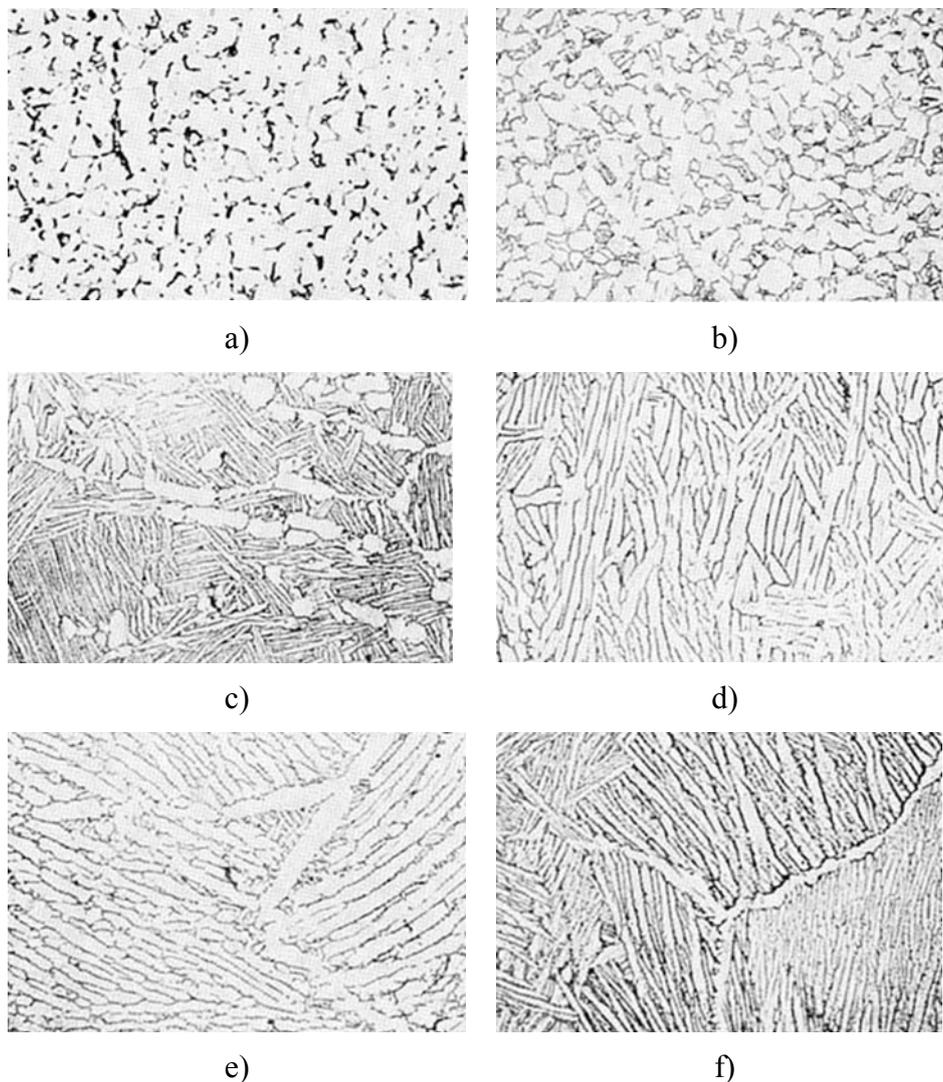


Fig. 1.18 – Microstruttura di una lega Ti-6Al-4V in diverse condizioni metallurgiche rappresentative. (a) α equiassico e piccola quantità di β intergranulare. (b) α equiassico ed aciculare e piccola quantità di β intergranulare. (c) α equiassico in una matrice di α aciculare (β trasformato). (d) piccola quantità di α equiassico in una matrice di α aciculare (β trasformato). (e) placchette di α aciculare (β trasformato) con α ai bordi dei grani β originari. (f) colonie di placchette α aciculare (β trasformato) con α ai bordi dei grani β originari.

Se le variazioni di temperatura dal campo di stabilità di una fase β a quello di stabilità della fase α hanno gradienti eccessivamente elevati, il sistema non può raggiungere condizioni di equilibrio e si sviluppano **fasi di non equilibrio** che possiamo di seguito riassumere:

- **α' – martensite esagonale**: è una fase α supersatura con una fine morfologia lenticolare ed è prodotta da una trasformazione priva di diffusione per raffreddamento rapido dalla fase β . Si può osservare in due morfologie: martensite massiva (lenticolare o a pacchetti) ed aciculare. La martensite massiva si ha nel titanio puro ed in leghe molto diluite o in leghe con un'elevata temperatura di trasformazione martensitica. La martensite aciculare si ha in leghe con più elevato contenuto di soluto (temperatura di trasformazione martensitica più bassa).



Fig. 1.19 – Esempio di martensite massiva in un provino di Ti-1,78Cu temprato a partire da 900°C. (a) micrografia ottica che mostra grandi colonie. (b) micrografia elettronica che mostra le singole placchette all'interno delle colonie

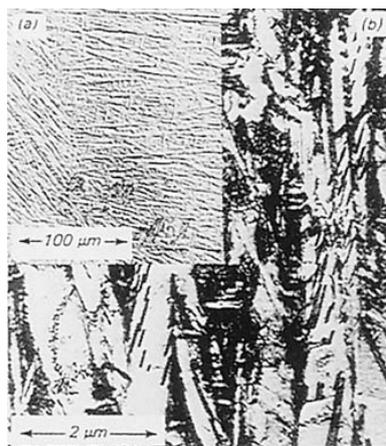


Fig. 1.20 – Esempio di martensite aciculare in un provino di Ti-12V temprato a partire da 900°C. (a) micrografia ottica. (b) micrografia elettronica che mostra placchette di forma lenticolare alcune delle quali gemellate internamente

Generalmente le placchette martensitiche hanno un'elevata densità di dislocazioni. La martensite α' esagonale è supersatura negli stabilizzanti β e, dopo ricottura nella fase $\alpha+\beta$, si decompone in $\alpha+\beta$ facendo precipitare particelle β in corrispondenza delle dislocazioni o ai bordi delle placchette. Si forma più facilmente nelle leghe con β -stabilizzanti perché la

temperatura di trasformazione martensitica decresce all'aumentare di questi elementi. Morfologicamente è molto simile alla fase α lenticolare sebbene la martensite α' è generalmente più fine e ha bordi dritti anziché curvi.

- **α'' – martensite ortorombica:** al crescere del contenuto di soluto la struttura esagonale della martensite si distorce. La struttura cristallina perde la sua simmetria esagonale ed è descrivibile come ortorombica designata come martensite α'' . La temperatura di inizio della trasformazione martensitica del titanio puro dipende dal livello di impurità (O, Fe) ma si trova intorno a 850°C; essa, inoltre, cresce con gli elementi α -stabilizzanti (Al, O) e decresce con il contenuto degli elementi β -stabilizzanti.
- **ω :** in molte leghe in cui la reazione martensitica è compressa, la fase β si decompone atermicamente con un raffreddamento rapido generando la fase ω . Questa fase ω forma una dispersione uniforme di particelle estremamente sottili ed è una fase esagonale che si suppone essere una fase di transizione durante la formazione di α da β . Avviene nelle leghe quasi β indotta da elevate pressioni idrostatiche e può portare ad un forte infragilimento. Si può anche formare dentro fasi β di una certa composizione durante un raffreddamento rapido come prodotto di una trasformazione adiabatica o durante l'invecchiamento.

Queste configurazioni di non equilibrio si ottengono con raffreddamento più rapido dal campo β ottenuto con tempra in acqua o tempra in olio.

Da notare che la trasformazione martensitica non porta ad un infragilimento e la resistenza meccanica risulta leggermente accresciuta rispetto al titanio α . Come è stato detto, la martensite può essere ulteriormente distinta in martensite esagonale α' e martensite ortorombica α'' . Quest'ultima può essere osservata temprando da temperature inferiori a 900°C ed è caratterizzata da buona deformabilità. La martensite esagonale α' ha una relazione di orientazione verso β come il titanio α . Questo spiega perché anche la microstruttura martensitica è caratterizzata da una struttura basket-weave molto fine con carattere aghiforme per il processo di nucleazione privo di diffusione (Fig. 1.21).

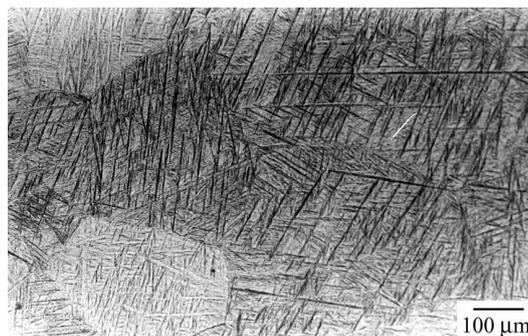


Fig. 1.21 – Struttura martensitica della Ti-6Al-4V ottenuta per tempra dal campo β

In aggiunta ai prodotti di trasformazione (α , α' , α''), la microstruttura può trattenere piccole quantità di fase β in funzione del contenuto di elementi di alligazione. La quantità di β residuo nella microstruttura ottenuta raffreddando dal campo β aumenta con la percentuale di soluto. La martensite α' o α'' si decompone con un successivo invecchiamento per precipitare fase β fine che porta ad un utile aumento della resistenza della lega.

Nelle leghe stabilizzate con elevato contenuto di β -stabilizzanti, la fase β viene mantenuta completamente come fase metastabile con raffreddamento rapido. Comunque con raffreddamento lento la fase α può precipitare ai bordi dei grani ed all'interno degli stessi in una percentuale

funzione della velocità di raffreddamento e del contenuto di β -stabilizzanti. In alcune composizioni si può formare, durante la tempra, la fase atermica ω all'interno della fase β sottoforma di precipitati sottili (2-5 nm). La fase β metastabile si decompone per successivo invecchiamento per precipitare fase α fine. L'invecchiamento porta ad un significativo aumento di resistenza mentre la duttilità diminuisce. La formazione di fase ω può causare severo infragilimento ed è evitata controllando le condizioni di invecchiamento.

La microstruttura risultante dal trattamento di solubilizzazione al di sopra del β transus e la trasformazione della fase β sono in genere richiamati come struttura β trasformata o β trattata termicamente, indipendentemente dal grado di finezza della struttura.

Di fatto le differenti microstrutture sono generate da trattamenti termo-meccanici che sono una sequenza complessa di trattamenti termici di solubilizzazione, deformazione, ricristallizzazione, invecchiamento e ricottura per la distensione delle tensioni come mostrato schematicamente in Fig. 1.22.

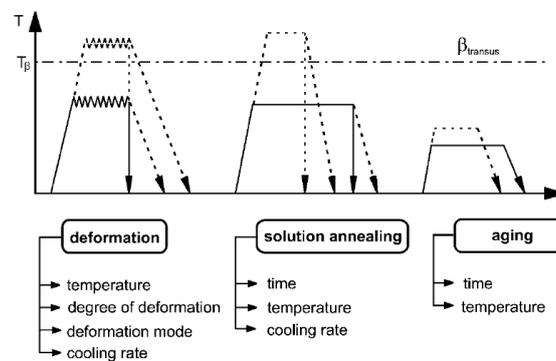


Fig. 1.22 – Trattamenti termo-meccanici delle leghe di titanio

In aggiunta alle morfologie della fase α che risulta da una trasformazione martensitica o dalla nucleazione ed accrescimento di fase α (in genere designata come fase α secondaria), **processare termo-meccanicamente a temperature nella regione bifasica ha un effetto importante sulla morfologia della fase α** . La lavorazione meccanica a caldo al di sotto del β transus (nel campo bifasico $\alpha+\beta$) risulta in una ricristallizzazione della fase α che porta ad una morfologia equiassica (α primario). La configurazione della fase α primaria è determinata dalla temperatura, dalla velocità di deformazione e dall'entità della lavorazione meccanica a caldo nella regione bifasica. Un trattamento di solubilizzazione della lega lavorata meccanicamente in $\alpha+\beta$ permette un controllo sulla microstruttura finale. La frazione volumetrica relativa di α primario e β trasformato può essere controllata dalla temperatura del trattamento di solubilizzazione nel campo bifasico e dalla velocità di raffreddamento a partire da questa temperatura. L'effetto della velocità di raffreddamento sulla microstruttura a partire da una determinata temperatura di solubilizzazione è mostrata nelle Fig. 1.23 – 1.24 – 1.25 con raffreddamenti rispettivamente in acqua, in aria ed in forno.

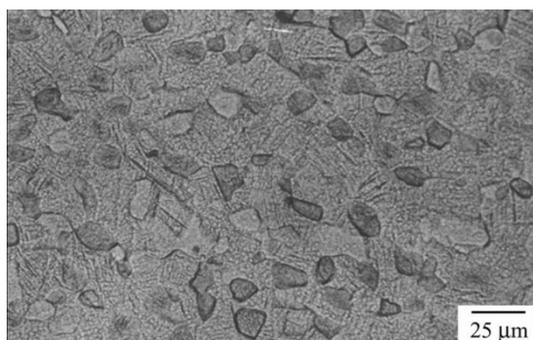


Fig. 1.23 – Ti-6Al-4V trattata termicamente in $\alpha+\beta$ a $960^{\circ}\text{C}/1\text{h}/\text{WC}$. La micrografia mostra fase α equiassica e fase β trasformato

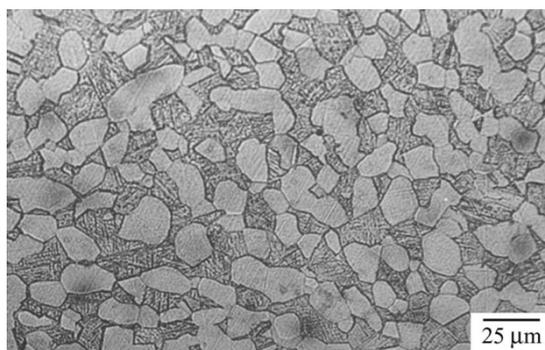


Fig. 1.24 - Ti-6Al-4V trattata termicamente in $\alpha+\beta$ a $960^{\circ}\text{C}/1\text{h}/\text{AC}$. La micrografia mostra fase α equiassica e fase β trasformato

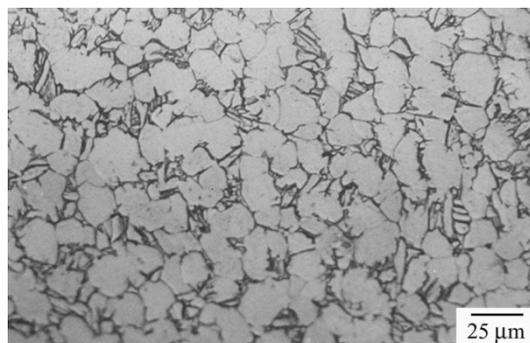


Fig. 1.25 - Ti-6Al-4V trattata termicamente in $\alpha+\beta$ a $960^{\circ}\text{C}/1\text{h}/\text{FC}$. La micrografia mostra fase α equiassica e fase β trasformato. La frazione volumetrica di α cresce al decrescere della velocità di raffreddamento e la fase β trasformato diviene più grossolana

La fase β presente alla temperatura di solubilizzazione subisce una trasformazione ad $\alpha/\alpha'/\alpha''$ in base alla velocità di raffreddamento ed alla chimica della fase β , come precedentemente detto. Questi tipi di microstrutture sono comunemente note come strutture $\alpha+\beta$ o strutture equiassiche $\alpha+\beta$ trasformato. La struttura $\alpha+\beta$ presenta dei grani β molto più fini di quelli delle strutture ottenute partendo dal campo β .

Per la velocità di diffusione più elevata nella fase β i tempi di solubilizzazione per i trattamenti nel campo β sono generalmente molto brevi. Nei trattamenti nel campo $\alpha+\beta$ l'accrescimento dei grani β è limitato dalla presenza della seconda fase (α) alle temperature del trattamento di solubilizzazione. Le varie microstrutture hanno una forte influenza sul comportamento meccanico delle leghe di titanio. Una microstruttura in scala fine accresce la resistenza meccanica come pure la duttilità. Inoltre, essa ritarda la nucleazione della crepa ed è un prerequisito per la deformazione superplastica. Le microstrutture grossolane invece sono più resistenti al creep ed all'accrescimento della crepa a fatica.

1.6 Formabilità delle leghe di Titanio

La lavorabilità di una lega metallica fa riferimento alla facilità con cui il materiale può essere formato facendolo fluire plasticamente senza l'insorgere di fratture.

È quindi fondamentale che le tecniche di processamento meccanico siano basate su una buona comprensione dei parametri da cui dipende tale lavorabilità, con particolare riferimento agli aspetti metallurgici ed allo stato di sollecitazione. Infatti, la lavorabilità è influenzata non soltanto dalla microstruttura del materiale, dalla temperatura applicata, dalla velocità di deformazione e dall'entità della deformazione stessa, ma anche dallo stato di sollecitazione nella zona deformata.

La lavorabilità può essere così divisa in due parti: quella dipendente dallo stato di tensione (State Of Stress - SOS) e quella intrinseca.

La lavorabilità SOS dipende dalla geometria della zona deformata, dove la parte in lavorazione è sottoposta ad uno stato di tensione pluriassiale. Questo stato di tensione è rappresentato da un tensore di sollecitazione con 9 componenti, di cui 6 indipendenti. Le 3 componenti di taglio contribuiscono al flusso del materiale, mentre le 3 componenti idrostatiche definiscono la lavorabilità. Per esempio, se le componenti idrostatiche sono di trazione una debole interfaccia nel materiale verrebbe ad aprirsi causando delle fratture interne. Per una buona lavorabilità SOS, pertanto, le componenti idrostatiche dovrebbero essere essenzialmente di compressione. Naturalmente, lo stato di sollecitazione è controllato dalla natura delle sollecitazioni applicate e dalla geometria della zona di deformazione, entrambe differenti per i vari processi di deformazione plastica. Quindi, la lavorabilità SOS è legata al processo di deformazione ed è indipendente dal comportamento del materiale.

La lavorabilità intrinseca dipende dalla microstruttura iniziale definita dalla chimica della lega e dalla storia dei processi precedenti, oltre che dalla risposta del materiale alla temperatura applicata, alla velocità di deformazione ed alla deformazione stessa. Questa risposta è implicitamente inclusa nella variazione della sollecitazione di flusso con temperatura, velocità di deformazione e deformazione ed è rappresentata matematicamente attraverso un'equazione costitutiva. Comunque, quale parte della risposta esplicita del materiale ai parametri di processo imposti, certe variazioni microstrutturali avvengono all'interno del materiale e devono essere caratterizzate. Per esempio, in certe condizioni, la risposta può aversi in termini di danneggiamento microstrutturale con il flusso che diventa instabile o localizzato. Alternativamente, la microstruttura può essere sottoposta ad una ricostituzione favorevole come una ricristallizzazione dinamica. Per ottenere una buona lavorabilità intrinseca è essenziale scegliere condizioni di processo che evitino danni microstrutturali ed instabilità durante il processo di deformazione.

In generale nei metalli e nelle leghe hanno luogo diversi processi microstrutturali durante la deformazione a caldo che vengono di seguito presentati.

Ricristallizzazione dinamica (DRX) – questo processo si riferisce al verificarsi di una ricristallizzazione contemporaneamente ad una deformazione applicata. La DRX avviene attraverso un processo di nucleazione ed accrescimento e differisce dalla ricristallizzazione statica nel senso che le caratteristiche della DRX, in termini di velocità di nucleazione ed accrescimento, sono definite dall'entità della deformazione e dalla velocità di deformazione, oltre che dalla temperatura imposta. Nella ricristallizzazione statica, d'altro canto, una quantità fissa di energia immagazzinata (dipendente dall'incrudimento a freddo) viene rilasciata dal recupero delle dislocazioni attivate termicamente e dalla migrazione dei bordi dei grani e consiste in un processo cinetico. La DRX è un fenomeno accettabile nella deformazione a caldo nel senso che non solo dà un flusso stabile ed una buona lavorabilità al materiale perché lo rende meglio formabile, ma ricostituisce anche la microstruttura. Per esempio, la DRX rompe la microstruttura dendritica di un pezzo fuso per originare la nuova microstruttura del semilavorato, oppure globularizza le preforme aciculari di materiali quali il titanio.

Deformazione superplastica – i materiali con una struttura granulare fine e stabile, quando vengono deformati a bassa velocità e ad alta temperatura, mostrano un allungamento anormale ed il processo è chiamato di deformazione superplastica. Il principale meccanismo coinvolto è lo slittamento dei bordi dei grani ed un flusso regolato dalla diffusione in corrispondenza delle giunzioni triplici dei bordi dei grani per mitigare la formazione locale di crepe. Le principali differenze con il processo di DRX si possono così riassumere:

- la deformazione superplastica avviene a velocità di deformazione che solitamente sono di parecchi ordini di grandezza più bassi del processo DRX e quindi è un processo di fabbricazione molto lento;
- in considerazione delle basse velocità coinvolte, la deformazione superplastica richiede condizioni di isothermicità per cui la matrice deve essere riscaldata alla stessa temperatura del pezzo in lavorazione;
- non c'è una ricostituzione su grande scala della microstruttura durante il processo a differenza della DRX e per preforme microstrutturali come il titanio β trasformato la superplasticità è ristretta dal momento che le interfacce non possono slittare facilmente per la loro relazione cristallografica con la matrice;
- dal momento che la formatura superplastica è un processo lento e ad alta temperatura, può essere combinato con processi quali l'incollaggio per diffusione molto utile nella realizzazione di componenti a geometria molto intricata e complessa, quali alcune strutture aeronautiche.

Recupero dinamico – il processo di deformazione può causare l'eliminazione o la redistribuzione dei difetti contenuti nella struttura, con un rilascio dell'energia immagazzinata. Poiché il recupero riduce la densità delle dislocazioni, il processo è normalmente accompagnato da una riduzione della resistenza del materiale ed un contemporaneo accrescimento della duttilità. In effetti il recupero dinamico causa un incrudimento del materiale, ma con un'entità molto più bassa di quella dell'incrudimento per deformazione a freddo.

Wedge cracking – in condizioni di bassa velocità di deformazione e di temperatura più elevata per lo scorrimento dei bordi dei grani sotto sollecitazioni di taglio si producono crepe nei punti triplici di giunzione. Se la concentrazione di tensione è attenuata da un flusso facilitato dalla diffusione avviene la superplasticità quale conseguenza del wedge cracking. Questo fenomeno si riduce aumentando la velocità di deformazione o diminuendo la temperatura o l'accrescimento dei grani.

Formazione di vuoti – se sono presenti particelle dure in una matrice tenera, la deformazione causa la rottura dell'interfaccia ed uno scollamento poiché la matrice è sottoposta a flusso plastico mentre le particelle non si deformano. Quando le sollecitazioni accumulate diventano grandi, l'interfaccia si può separare o le particelle stesse si rompono portando alla formazione di cavità che contribuiscono alla fine alla rottura duttile della parte. Questo processo è importante alle temperature più basse ed alle più alte velocità di deformazione.

Rotture intercrystalline – la propagazione di crepe lungo i bordi dei grani durante la deformazione può aver luogo quando si formano composti basso-fondenti per la segregazione di elementi di alligazione. A temperature molto alte (più vicine al punto di fusione) possono avvenire rotture intercrystalline ad elevate velocità di deformazione per la fusione incipiente. Alle temperature intermedie generalmente incontrate nel creep, la rottura intercrystallina è una modalità comune.

Processi di instabilità del flusso – le manifestazioni microstrutturali dell'instabilità del flusso sono molte, ma il processo che avviene più comunemente è l'insorgere di striature di taglio adiabatiche. A velocità di deformazione elevate il calore generato per l'innalzamento locale di temperatura per effetto della deformazione plastica non è allontanato verso le regioni più fredde del corpo perché il tempo disponibile è troppo breve. Le sollecitazioni di flusso nella fascia di deformazione si abbassano e l'ulteriore flusso plastico diventa localizzato. Queste striature sono chiamate *adiabaticshearbands* (ASB) e possono portare a crepe, ricristallizzazione o trasformazione di fase lungo piani di taglio macroscopici. Quindi, hanno manifestazioni dipendenti dallo stato di sollecitazione. La loro intensità dipende dalle proprietà fisiche del materiale quali calore specifico e conduttività in aggiunta alle caratteristiche di deformazione.

La seconda comune manifestazione di instabilità del flusso in una microstruttura è la localizzazione del flusso. Questo difetto è meno intenso della formazione delle striature di taglio adiabatico e causa disomogeneità microstrutturali localizzate che possono presentarsi curve o ondulate. La localizzazione del flusso avviene anche ad elevate velocità di deformazione. Vi sono altre manifestazioni di instabilità del flusso quali le linee di Luder che si presentano a velocità di deformazione più basse, oppure ripiegamento delle linee di flusso nei materiali con direzionalità granulometrica o *twinning* meccanico.

Fra tutti questi meccanismi la DRX e la deformazione superplastica sono meccanismi sicuri per la lavorazione a caldo, mentre il recupero dinamico è preferito per lavorazioni a temperature più basse. Tutti gli altri meccanismi causano danni microstrutturali o disomogeneità di diversa intensità per cui vanno evitati nella microstruttura dei componenti attraverso un opportuno controllo dei parametri di processo.

Il titanio e le sue leghe possono essere formati con macchine standard a tolleranze simili a quelle ottenute nella formatura degli acciai inossidabili. Comunque per ridurre l'effetto della variazione del ritorno elastico, migliorare l'accuratezza ed ottenere il vantaggio di una maggiore duttilità, la maggior parte dei componenti formati in titanio sono lavorati a caldo oppure preformati a freddo e poi finiti a caldo. Le principali caratteristiche da considerare nella formatura del titanio sono:

- sensibilità all'intaglio che può causare inneschi di crepe e rotture, soprattutto nella formatura a freddo;
- *galling*;
- una bassa capacità di ritiro termico che è uno svantaggio in alcune operazioni di flangiatura;

- potenziale infragilimento per super-riscaldamento e per assorbimento di gas, principalmente idrogeno ed ossigeno (la scaglia e lo strato superficiale interessati negativamente dalla penetrazione dell'ossigeno possono essere rimossi facilmente);
- limitata lavorabilità che varia con la lega;
- maggiore ritorno elastico di quello che si ha con le leghe ferrose con caratteristiche di resistenza analoghe.

È comunque possibile la formatura di parti complesse, anche se la formabilità del titanio e delle sue leghe varia ampiamente con le proprietà meccaniche delle stesse. Le leghe di titanio mostrano un elevato grado di ritorno elastico nella formatura a freddo. Per superare questa caratteristica il titanio deve essere ampiamente sovra-formato o finito a caldo dopo la formatura a freddo. Sulle leghe di titanio formate a freddo vanno comunque effettuate delle operazioni di invecchiamento o di distensione. La raddrizzatura può essere effettuata durante il ciclo di invecchiamento o distensione con l'uso di adatta attrezzatura.

La formatura a caldo non impatta notevolmente le proprietà finali. Formando a temperature che variano tra 595-815°C si permette al materiale di formarsi più facilmente e contemporaneamente si ha una distensione delle tensioni accumulate nel materiale deformato. Si ha anche una minimizzazione del ritorno elastico. L'effetto finale in ogni operazione di formatura dipende dalla deformazione totale e dalla temperatura effettiva durante la formatura stessa. Poiché il titanio tende a subire creep a temperatura elevata, mantenere il materiale sotto carico alla temperatura di formatura (creepforming) è un'altra alternativa per ottenere la geometria desiderata senza necessità di compensare per un ritorno elastico eccessivo.

Effetto Bauschinger

In tutte le operazioni di formatura il titanio e le sue leghe sono suscettibili dell'effetto Bauschinger. Questo consiste in una caduta del carico di snervamento a compressione per effetto di uno stiramento del materiale (deformazione di trazione) e viceversa. Questo effetto, a differenza del comportamento ad incrudimento osservato in altri metalli, coinvolge un'asimmetria nella curva carico-deformazione che fa nascere il ciclo di isteresi mostrato in Fig. 1.26.

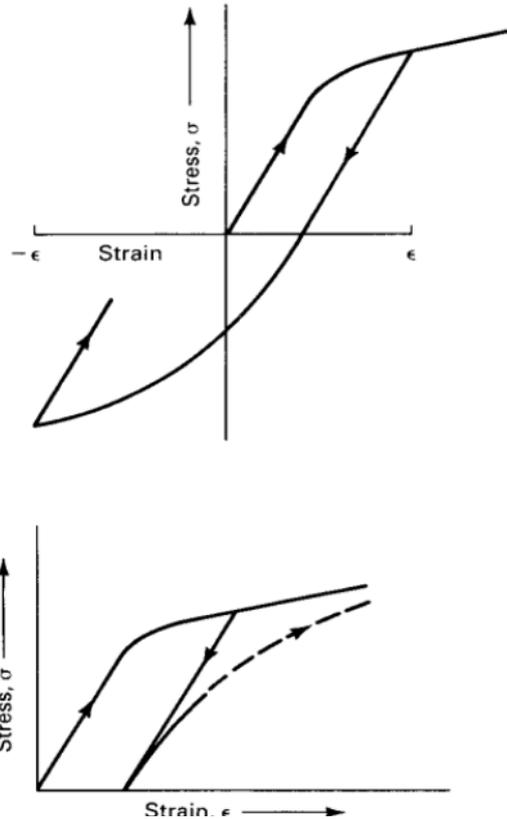


Fig. 1.26 – Cicli di isteresi nel titanio per effetto Bauschinger

L'effetto Bauschinger è pronunciato soprattutto a temperatura ambiente. La deformazione plastica a temperatura ambiente (con un allungamento tra 1-5% a trazione) introduce sempre una perdita importante nel livello di resistenza a compressione per snervamento, indipendentemente dal trattamento termico iniziale o dalla resistenza della lega. Ad esempio, con il 2% di deformazione a trazione lo snervamento a compressione per la Ti-6Al-4V si dimezza rispetto al valore del materiale nello stato solubilizzato. Aumentando la temperatura, l'effetto Bauschinger si riduce ed il successivo completo rilassamento delle tensioni per effetto termico lo rimuove completamente.

Nell'eliminazione dell'effetto Bauschinger non si deve però superare la temperatura di invecchiamento nelle leghe solubilizzate. Riscaldando o deformando plasticamente a temperature superiori a quelle normali di invecchiamento, per esempio per la lega Ti-6Al-4V, si ha un super-invecchiamento che ha come conseguenza una diminuzione delle caratteristiche meccaniche.

Formatura a freddo

Il titanio cp e la maggior parte delle leghe di titanio β metastabili possono essere formate a freddo entro certi limiti. La formatura a freddo delle altre leghe mostra un eccessivo ritorno elastico e richiede delle operazioni di distensione fra le varie fasi del processo e comunque l'impegno di maggiore potenza.

In particolare la formatura per stiramento è realizzata a freddo senza riscaldamento della parte in lavorazione, anche se lo stampo è a volte riscaldato a 150°C. Per la formatura a freddo di tutte le leghe di titanio si ha una migliore formabilità con basse velocità di formatura.

Normalmente sono poi necessarie operazioni di finitura a caldo e di distensione delle tensioni per migliorare la configurazione della parte, ridurre le tensioni ed evitare crepe che si possono aprire successivamente e tensocorrosione. La distensione è anche necessaria per ripristinare le

caratteristiche di snervamento in compressione che sono diminuite con la formatura a freddo. Spesso la finitura a caldo è combinata con l'operazione di distensione mantenendo la parte in lavorazione nell'attrezzo di forma per prevenire distorsioni.

Formatura a caldo

Il riscaldamento del titanio ne aumenta la formabilità, riduce il ritorno elastico, si avvantaggia di una minore variazione nelle caratteristiche di snervamento e permette di ottenere la massima deformazione con la minima ricottura fra le varie fasi del processo di formatura. Una formatura severa deve essere effettuata in matrici riscaldate previo pre-riscaldamento delle parti stesse da formare. Il miglioramento nella duttilità e nell'uniformità delle proprietà, per la maggior parte delle leghe di titanio, è a temperature al di sopra di 540°C. A temperature ancora più elevate alcune leghe mostrano un comportamento superplastico. Comunque a queste temperature più elevate anche la contaminazione è più severa. Al di sopra di una temperatura di 870°C, la formatura dovrebbe essere fatta sotto vuoto o in atmosfera protettiva quale argon per minimizzare l'ossidazione. Invece, quando la formatura è fatta in aria, è necessaria la rimozione di metallo per eliminare lo strato ricco di ossigeno che si forma sulla superficie del titanio. La maggior parte delle operazioni di formatura a caldo è fatta a temperature superiori a 540°C. Per le applicazioni in cui è richiesto il massimo della duttilità vanno evitate temperature al di sotto di un valore tra 315-425°C. Le leghe $\alpha+\beta$ non dovrebbero essere formate al di sopra della temperatura del β transus. Le temperature in generale dovrebbero essere tenute al di sotto di 815°C per evitare un forte deterioramento di proprietà meccaniche, in particolare per evitare il rischio di forte riduzione della duttilità e della resistenza a fatica. Tuttavia la formatura superplastica di alcune leghe come la Ti-6Al-4V è effettuata a temperature fra 870-925°C. Bisogna comunque porre attenzione a non superare la temperatura del β transus. La temperatura di riscaldamento ed il tempo di permanenza a temperatura devono essere controllati in modo che il titanio rimanga ad alta temperatura per il più breve tempo pratico e che la temperatura del metallo sia nel corretto intervallo di valori.

La finitura a caldo viene usata per correggere le inaccurately di forma e dimensioni nelle parti preformate. Questo processo usa il principio del creepforming per forzare le parti formate irregolarmente ad assumere la geometria corretta contro un attrezzo riscaldato tramite l'applicazione controllata di forze orizzontali e verticali applicate per un certo periodo di tempo. In questo modo, possono essere rimosse dalle parti preformate imbozzamenti e grinze. Una combinazione di formatura per creep e per compressione è usata quando si vogliono ridurre i raggi di curvatura con un'operazione di finitura a caldo. L'effetto della temperatura sulle proprietà del metallo può limitare la massima temperatura utile per applicare il suddetto processo. Normalmente si usano presse a piani caldi per la finitura a caldo e la formatura del titanio. L'attrezzatura è progettata per tenere la parte da lavorare nella forma richiesta per il tempo necessario a temperatura. La formatura/finitura a caldo sotto presse a piani caldi è fatta con la seguente successione di operazioni:

- le parti sono solitamente pulite e rivestite con un inibitore di scaglia;
- le parti sono caricate sull'attrezzo di formatura a caldo, la pressa viene chiusa e le parti vengono fatte riscaldare prima di applicare la forza di formatura;
- la forza è applicata attraverso i piatti della pressa e martinetti laterali ausiliari ove richiesto e mantenuta per completare il ciclo di formatura/ricottura;

- le parti sono rimosse e raffreddate in maniera uniforme. Le parti calde sono molto suscettibili a distorsioni per effetto del loro maneggiamento.

Alcune temperature di formatura a caldo sono alte a sufficienza per invecchiare una lega di titanio. Le leghe $\alpha+\beta$ trattabili termicamente in genere devono essere risolubilizzate dopo la formatura a caldo. Invece alcune delle leghe β metastabili hanno temperature di solubilizzazione nell'intervallo di formatura a caldo e possono essere risolubilizzate durante l'operazione di formatura stessa. Il trattamento di solubilizzazione di componenti di piccolo spessore che richiede tempra in acqua è rischioso per il pericolo di distorsioni.

La formatura a caldo ha il vantaggio di un miglioramento dell'uniformità nelle caratteristiche di snervamento, specialmente quando le temperature di formatura o finitura sono al di sopra di 540°C. Comunque va posta attenzione all'accumulo di errori dimensionali causati da:

- differenze nelle espansioni termiche;
- variazioni di temperatura;
- variazioni dimensionali dovute alla formazione di scaglia;
- variazioni nelle dimensioni degli attrezzi;
- riduzione dello spessore dovuto alle operazioni di decapaggio chimico.

Formatura per stiramento

L'attrezzatura utilizzata per lo stiramento degli acciai inossidabili è generalmente adatta per il titanio quando usata con forze di afferraggio elevate per evitare slittamenti e strappi in corrispondenza delle ganasce. Particolare attenzione si deve porre alla geometria della superficie di afferraggio delle ganasce per evitare slittamenti e/o rotture. Il titanio può presentare stiramenti incrementali irregolari sotto carichi di trazione. Perciò, risultati ottimali sono ottenuti quando il titanio è stirato a basse velocità di deformazione. La velocità di formatura contro l'attrezzo non dovrebbe superare i 205 mm/min. Un post-stiramento della Ti-6Al-4V non va bene perché il materiale è sensibile all'intaglio e si può rompere. Invece, il titanio cp di più bassa resistenza si forma per stiramento molto bene. Nella formatura per stiramento di angolari, sezioni a C e sezioni a Ω la deformazione avviene principalmente per piegatura intorno al punto di fulcro della superficie dello stampo. Imbozzamenti per compressione sono evitati applicando carichi di trazione sufficienti a produrre approssimativamente un allungamento dell'1% delle fibre interne. Le fibre esterne si allungano di più. L'entità dipende dalla curvatura dello stampo e dalla forma della parte in lavorazione. Qualche volta è preferibile o richiesto (specialmente se non è disponibile potenza sufficiente per formare) di effettuare l'operazione di stiramento a temperatura elevata. Ancora, la velocità di stiramento deve essere bassa per prevenire surriscaldamenti locali o strizioni.

I limiti di formabilità possono essere estesi permettendo l'insorgere di piccoli imbozzamenti per compressione in corrispondenza delle fibre interne, rimossi successivamente con finitura a caldo. Le aree imbozzate rappresentano una condizione di super-formatura e dovrebbero essere limitate alla quantità che può essere effettivamente rimossa per finitura a caldo. Deve essere posta attenzione a permettere soltanto imbozzamenti che possono essere rimossi. Piccole grinze a bordi taglienti possono marcare l'attrezzo di formatura a caldo piuttosto che essere rimosse. L'imbozzamento per compressione non è un problema per le lamiere da formare per stiramento su curvatura singola o complessa. La duttilità della lamiera varia con l'orientazione ed è generalmente migliore quando la direzione di piegatura coincide con quella dello stiramento. Nella formatura per stiramento di curvature complesse la forza di tiro deve essere applicata nella direzione del raggio più piccolo.

Creepforming

Nel creepforming calore e pressione sono combinati per causare la lenta formatura di una lamiera di titanio a varie geometrie, quali pannelli a doppia curvatura, sezioni a C, sezioni a Z, grandi anelli e piccole inginocchiature. Il metallo fluisce plasticamente avendo raggiunto il suo punto di snervamento corrispondente alla temperatura applicata. A bassa temperatura, la velocità di creep è molto lenta (per esempio si ha un allungamento dello 0,1% in 1000 h) ma questa velocità cresce drasticamente con l'aumento della temperatura.

La formatura per creep/finitura a caldo è fatta applicando una forza sulla parte per un certo periodo di tempo mentre la parte è a temperatura. L'effetto desiderato è quello di forzare la parte nella configurazione corretta contemporaneamente ad una distensione delle tensioni residue. Questo assicura che la parte rimanga nella configurazione corretta durante il raffreddamento. Si possono applicare i seguenti metodi:

- la parte è afferrata alle estremità come nella formatura per stiramento ed un attrezzo maschio riscaldato è caricato per premere contro la porzione non supportata della parte in lavoro: il metallo si snerva per la combinazione di calore e pressione e lentamente fluisce per adattarsi all'attrezzo.
- la parte è posizionata su un attrezzo con pesi e contemporaneamente sottoposta ad un ciclo di distensione delle tensioni. Durante questo ciclo la parte si deforma alla configurazione corretta.
- la parte è forzata nella configurazione corretta e poi sottoposta ad un ciclo di distensione delle tensioni.
- si usa un attrezzo riscaldato ed un sacco a vuoto. La parte è posizionata sull'attrezzo e sottoposta a riscaldamento e si applica il vuoto per produrre la necessaria forza di formatura. Poi la parte è sottoposta ad un ciclo di distensione delle tensioni. Possono essere richiesti tempo e/o pressione addizionali per ottenere la configurazione desiderata.

Le temperature per il creepforming sono le stesse di quelle usate nella formatura a caldo. Generalmente il titanio deve essere tenuto alla temperatura di creepforming per un tempo da 3 a 20 min per operazione. Il processo di creepforming a volte richiede anche un tempo di 2 h.

CAPITOLO 2 - Applicazione del Titanio in Aeronautica

2.1 Aspetti generali

Rispetto agli acciai o alle leghe di alluminio, le leghe di titanio devono essere considerate un materiale strutturale molto più recente. Le prime leghe furono sviluppate verso la fine degli anni '40 negli USA. Fra queste c'era la classica lega di titanio Ti-6Al-4V che ancora oggi è impiegata in diverse applicazioni aeronautiche.

Le proprietà più significative delle leghe di titanio sono l'elevata resistenza specifica e l'eccellente resistenza a corrosione. Pertanto, queste leghe hanno trovato applicazione in Aeronautica laddove la combinazione di peso, resistenza meccanica, resistenza a corrosione e/o stabilità ad elevata temperatura delle leghe di alluminio, degli acciai ad elevata resistenza, o delle superleghe a base di nickel non è sufficiente.

I principali **fattori che motivano l'impiego del titanio in Aeronautica** sono:

- **riduzione di peso** (in sostituzione degli acciai e delle superleghe a base di nickel);
- **temperatura operativa** (in sostituzione delle leghe di alluminio, delle superleghe a base di nickel e degli acciai);
- **resistenza a corrosione** (in sostituzione delle leghe di alluminio e degli acciai basso legati);
- **compatibilità galvanica con i compositi a matrice polimerica** (in sostituzione delle leghe di alluminio);
- **limitazione di spazio** (in sostituzione delle leghe di alluminio e degli acciai).

La Fig. 2.1 mostra le percentuali di peso strutturale per diverse classi di materiali impiegate nei moderni velivoli commerciali di grandi dimensioni, differenziati tra materiali per la cellula e per il motore. La fusoliera dell'Airbus A330/340, per esempio, è realizzata per quasi 2/3 in alluminio. Con un valore di circa il 7%, le leghe di titanio hanno una percentuale in peso strutturale simile a quella degli acciai. Al contrario, con più di 1/3 del peso strutturale, il titanio è il secondo materiale più comune nei motori a reazione dopo le superleghe a base di nickel; ed in volume, le leghe di titanio rappresentano il materiale più diffuso nei motori.

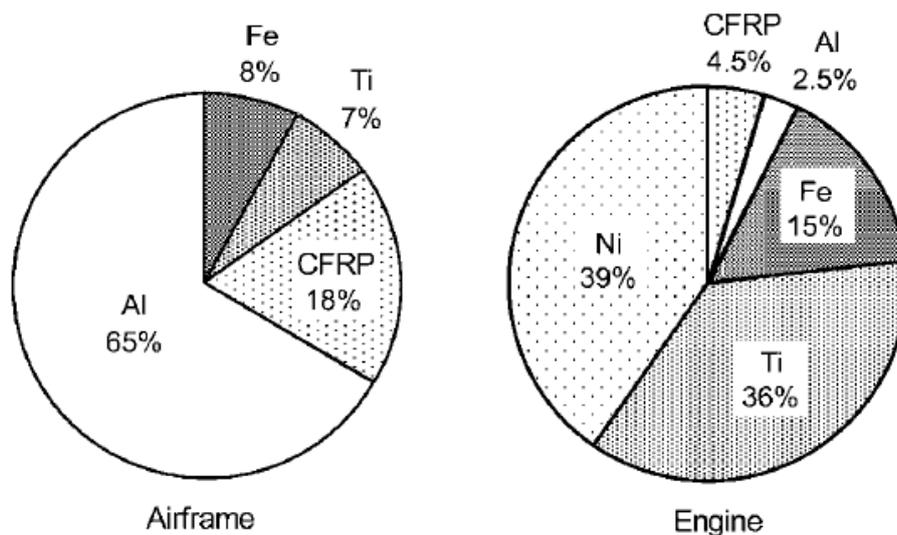


Fig. 2.1 - Percentuali di peso strutturale delle leghe di alluminio, titanio ed acciaio e di compositi a matrice organica nei moderni velivoli commerciali e nei motori a turbina a gas

In aggiunta alle proprietà del materiale, il **costo** è un fattore determinante nella scelta dei materiali per la progettazione. Non bisogna considerare solo il costo della materia prima, ma anche il costo di produzione del componente finito. Quindi, oltre alle caratteristiche meccaniche richieste per l'integrità dei componenti, la producibilità di un materiale misurata attraverso la sua facilità di produrre pezzi fusi, di essere lavorata di macchina, di essere formabile plasticamente e di essere saldabile rappresenta un importante fattore di impatto sui costi. Indispensabile nel settore aeronautico è adottare un approccio a vita intera per la selezione del materiale, prendendo in considerazione le implicazioni di costo legate alla manutenzione ed alla riparazione per tutta la durata attesa del componente.

2.2 Motivazioni per l'uso del titanio

Il titanio è un materiale estremamente attrattivo in Aeronautica per il suo basso peso specifico, l'elevata resistenza meccanica, le sue buone proprietà a temperatura elevata ed un'eccellente resistenza a corrosione. Tuttavia l'uso del titanio è fortemente limitato dal suo costo più alto rispetto a quello di altri materiali competitivi, soprattutto leghe di alluminio ed acciai. Quindi, i vantaggi nel suo impiego devono essere bilanciati da queste considerazioni di costi aggiuntivi. Infatti, la materia prima può costare 3-10 volte tanto quanto l'acciaio o l'alluminio, ed i costi di lavorazione del titanio sono in genere significativamente superiori rispetto a quelli di altri materiali (almeno 10 volte più della lavorazione dell'alluminio). Pertanto, è indispensabile che i vantaggi nell'utilizzare il titanio siano sufficienti a motivare i costi aggiuntivi.

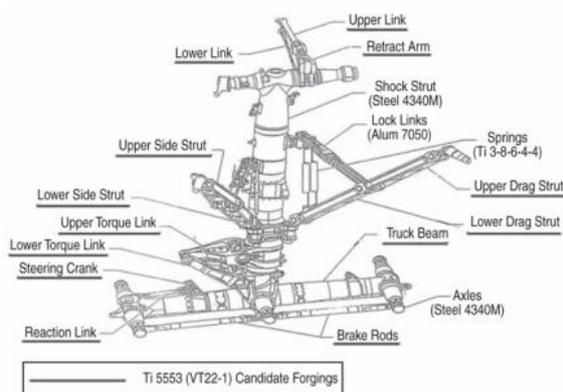
Sviluppiamo ora una breve panoramica dei principali fattori che incentivano l'uso del titanio in ambito industriale, focalizzandosi in particolare sul settore aeronautico.

Risparmio di peso

È evidente che l'elevato rapporto resistenza/peso del titanio consente notevoli guadagni in peso. Il peso specifico più basso del titanio rispetto all'acciaio permette risparmi di peso se sostituito agli

acciai, anche se questi ultimi possono avere una resistenza meccanica maggiore. Allo stesso modo, dal momento che la resistenza delle leghe di titanio è significativamente più alta di quella delle leghe di alluminio, risparmi di peso possono essere sempre raggiunti nonostante un peso specifico del titanio maggiore del 60%, anche laddove non ci sono limitazioni di spazio.

L'elevata resistenza associata al basso peso specifico (circa il 40% in meno dell'acciaio) offre infatti molte opportunità di risparmio di peso. Uno dei migliori esempi è il suo uso sul carrello di atterraggio principale del Boeing 777, dove è stata introdotta la lega Ti-10V-2Fe-3Al sui principali elementi componenti (Fig. 2.2). Tutte le parti evidenziate nello schema di sinistra sono state realizzate con tale lega.



a)



b)

Fig. 2.2 – Uso della lega Ti-10V-2Fe-3Al sul carrello di atterraggio principale del Boeing 777: schema (sx.) e componente finito (dx.)

Questa lega è usata con una resistenza minima a trazione di 1193 MPa in sostituzione di un acciaio basso legato ad alta resistenza 4340M che è usato a 1930 MPa. Questa sostituzione ha portato sul 777 ad un risparmio di peso di oltre 580 kg. Il Boeing 787 usa la nuova generazione di lega di titanio ad elevata resistenza Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr, che ha una resistenza meccanica leggermente più alta ed alcuni vantaggi nella lavorazione. L'uso del titanio nella struttura del carrello di atterraggio riduce significativamente i costi di manutenzione per la migliore resistenza alla corrosione rispetto all'acciaio.

Il basso peso specifico e l'elevata resistenza lo rendono molto attrattivo per le parti dotate di moto alternativo, come le barre di connessione nelle applicazioni automobilistiche. Tuttavia il costo del titanio è ancora troppo alto per un'ampia famiglia di veicoli, ma la tendenza è quella di un contenimento dei costi per una sempre più ampia utilizzazione del titanio sui componenti di automobili e veicoli pesanti (il titanio è già utilizzato con successo sulle vetture da competizione dove il costo presenta minori vincoli).

Temperatura operativa

Il titanio potrebbe sostituire anche l'alluminio quando la temperatura operativa supera i 130°C, che è la normale temperatura massima di funzionamento dell'alluminio convenzionale. Queste condizioni si trovano, ad esempio, nelle aree della gondola e dell'unità di potenza ausiliaria e nei sistemi antighiaccio dell'ala.

La struttura posizionata nell'area dei motori e degli scarichi opera a temperatura elevata e quindi le principali opzioni sono il titanio o le leghe a base di nickel, ma queste ultime porterebbero ancora ad un significativo aumento di peso (il loro peso specifico è circa 1,7 volte maggiore di quello del titanio). Le leghe di titanio per i motori possono essere usate per applicazioni fino a circa 600°C. Vi sono applicazioni nella zona di scarico dei gas (Fig. 2.3) che sono sottoposte a temperature anche più alte di questa per tempi brevi durante certe condizioni operative.

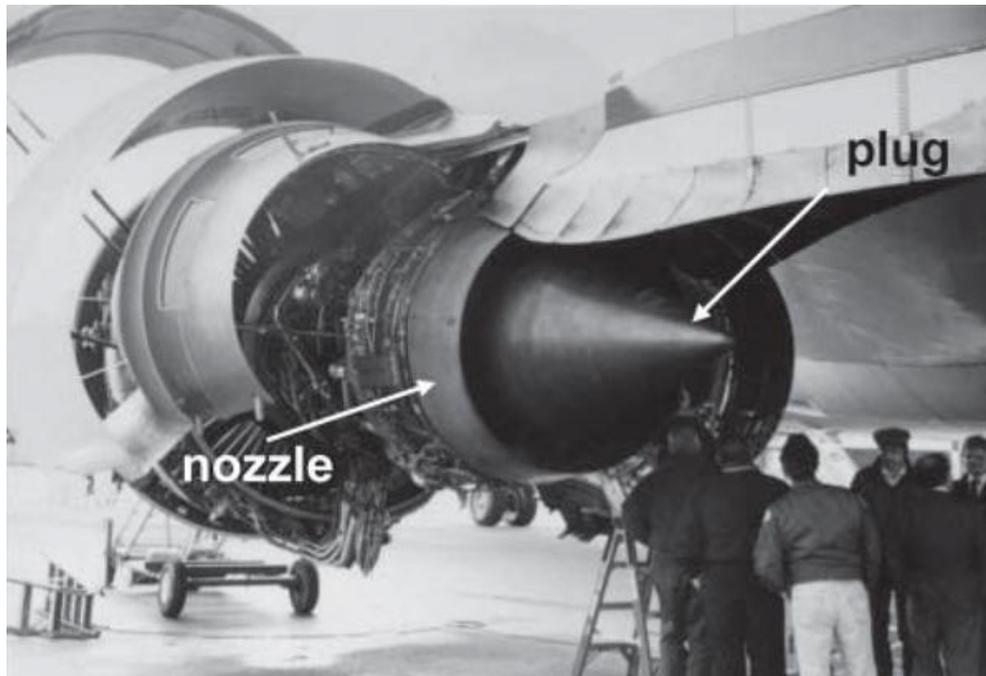


Fig. 2.3 – Sistema di scarico del Boeing 777

La limitazione di temperatura per le leghe di titanio, a parte quelle specifiche per i motori, è di circa 540°C. Al di sopra di questa temperatura, la contaminazione da ossigeno porta ad un infragilimento della superficie. Il titanio è usato anche a temperature criogeniche per strutture come quelle delle giranti per i motori dei razzi.

Resistenza a corrosione

La corrosione non è un problema per il titanio nelle applicazioni aeronautiche. Il titanio presenta un ossido nascente molto tenace che si forma istantaneamente per esposizione all'aria. È questo ossido la ragione della sua eccellente resistenza a corrosione. Il titanio non presenta vaiolature, come dimostrato dalla sua eccellente esperienza in servizio. Al contrario, le leghe di alluminio e gli acciai possono presentare vaiolature che possono portare a picchi di sollecitazione da cui si originano crepe di tensocorrosione o fatica.

La resistenza alla corrosione del titanio è tale che vernici o rivestimenti protettivi non sono richiesti (la vernice è applicata quando il titanio entra in contatto con un componente in alluminio o in acciaio basso legato per prevenire la corrosione galvanica da contatto). Gran parte della struttura di sostegno del pavimento sotto le cucine ed i servizi igienici è in un ambiente molto corrosivo che impone l'uso del titanio per offrire alta resistenza strutturale.

Il titanio e le sue leghe hanno un'eccellente resistenza in presenza di condizioni ossidanti, neutre e riduttive. Per questa sua caratteristica, il titanio trova utili applicazioni anche nell'industria chimica, petrolchimica, della carta e nel campo architettonico. È anche resistente a corrosione nel corpo

umano presentando un'eccellente biocompatibilità. È usato infatti per protesi e l'osso crescerà ottimamente intorno a strutture di titanio progettate in maniera appropriata.

Compatibilità con i compositi

La compatibilità con i compositi a matrice polimerica (PMC) sta diventando sempre più un problema con l'ampio impiego delle strutture composite sui velivoli. Il titanio è compatibile galvanicamente con le fibre di carbonio all'interno dei compositi, mentre l'alluminio (e gli acciai basso legati) ed il carbonio presentano una significativa differenza di potenziale elettrochimico. Se l'alluminio entra in contatto con la carboresina, in presenza di umidità, si corrode. Può essere isolato dal composito con metodi quali l'interposizione di uno strato di vetroresina, o strati multipli di materiale di rivestimento la cui integrità deve però essere tenuta in considerazione per la durata utile della struttura. Quindi, per i componenti posizionati in aree difficili da ispezionare e complicate per una sostituzione si ricorre ad un approccio conservativo utilizzando titanio (Fig. 2.4).



Fig. 2.4 - Centina di forza flap esterno Boeing 777 in Ti-6Al-4V (Alenia Aermacchi courtesy)

Il titanio è stato anche usato con strutture PMC per la buona corrispondenza con il coefficiente di espansione termica. Infatti, il coefficiente di espansione termica del titanio, seppur più elevato del carbonio, è molto più basso di quello dell'alluminio. Quindi anche nell'intervallo di temperatura operativa di una struttura di fusoliera (da -60°C a quota di crociera a $+55^{\circ}\text{C}$ in una giornata calda), la differenza nel coefficiente di espansione termica di una struttura di alluminio collegata ad una di composito si tradurrebbe in elevati sovraccarichi. Questo non è un problema con le strutture di titanio. Ovviamente, maggiore è la lunghezza del componente, maggiore sarebbe il problema derivante dall'utilizzazione dell'alluminio.

Limitazioni di spazio

Ottimi esempi dell'utilizzo del titanio per motivi di vincoli di volume sono le travi del carrello di atterraggio dei Boeing 737, 747 e 757. La trave del 747 è uno dei più grandi forgiati in titanio mai prodotti. Il materiale preferibile per questa applicazione sarebbe stata una lega di alluminio, come la 7075, in quanto il costo sarebbe stato inferiore. Tuttavia, per sostenere i carichi richiesti, il componente lavorato in alluminio non sarebbe stato alloggiabile all'interno dell'ala. Si sarebbe potuto impiegare l'acciaio, ma sarebbe stato più pesante a causa del maggiore peso specifico. Altri velivoli Boeing utilizzano lega di alluminio per questa applicazione, ma per i velivoli indicati i carichi sono più alti ed una struttura in alluminio non sarebbe sufficientemente contenuta per adattarsi alla geometria dell'ala.

2.3 I costi del titanio

A dispetto del prezzo elevato, il titanio può risultare più conveniente di molti altri metalli apparentemente più economici, specie se si prende in considerazione l'intero ciclo di vita di un manufatto in titanio anziché il semplice costo d'acquisto.

I vari aspetti legati alla valutazione dei costi sono: il costo d'acquisto, il costo di gestione, la manutenzione ed il tempo di fermo e le linee guida nel controllo dei costi in fase di progettazione.

Costi di acquisto

Come già visto, il titanio possiede un alto rapporto resistenza/peso. A parità di prestazioni, quindi, si possono ottenere dei componenti molto più leggeri rispetto all'impiego di altri metalli. Già questo può consentire delle riduzioni nei costi. Per esempio una tubazione in titanio, a parità di diametro e prestazioni, potrà essere lunga quasi il doppio di una prodotta in un metallo concorrente.

Costi di gestione

Il titanio offre molte opportunità per ridurre le spese di funzionamento. Nel caso di velivoli o parti in movimento, il risparmio di peso si può tradurre in risparmi di carburante. Inoltre, l'uso del titanio in ambienti aggressivi (acidi, composti ossidanti, etc.) aiuta a contenere i costi di esercizio e non solo. Ad esempio, negli impianti petrolchimici, si rende possibile l'uso del greggio meno costoso contenente livelli più alti di solfuro d'idrogeno.

Manutenzione e tempo di fermo

I costi associati a manutenzione e tempo di fermo possono essere un elemento molto significativo in impianti, velivoli e macchinari progettati per una lunga vita operativa. Il titanio consente notevoli risparmi assicurando prestazioni affidabili. Ad esempio, tubazioni in titanio per condensatori impiegati in centrali termoelettriche vengono vendute con periodi di garanzia fino a 40 anni.

Controllo dei costi in fase di progettazione

Si possono quindi definire delle linee guida per una progettazione che controlli gli aspetti dei costi:

- verificare i prodotti standard già disponibili e le specifiche al fine di ottenere la migliore disponibilità a costi più bassi;
- basare le strategie di progettazione sulla ricerca del minimo spessore per i componenti;
- sfruttare al meglio le caratteristiche di resistenza alla corrosione;
- dove pratico, produrre i componenti ricorrendo all'unione di più parti tramite saldatura anziché indirizzarsi su un uso massiccio di forgiatura e lavorazione di macchina;
- consultare fornitori e produttori fin dalle fasi iniziali del progetto;

- adattare le scelte di configurazione alle caratteristiche del materiale, non limitandosi alla semplice sostituzione del titanio al posto di altri metalli nei disegni pre-esistenti.

Quindi, si può senz'altro dire che il fattore limitativo principale nell'uso del titanio è il suo costo. Infatti, con un costo significativamente più elevato rispetto a quello dell'alluminio e degli acciai, l'utilizzazione del titanio deve essere giustificata per ogni applicazione.

Ci sono diversi fattori che spiegano questo costo maggiore. Per ridurre il metallo dal minerale è richiesta un'elevata quantità di energia. Anche la fusione del lingotto richiede un'elevata quantità di energia; inoltre la reattività del metallo richiede che la fusione avvenga in un'atmosfera inerte usando una storta di rame raffreddata ad acqua o un crogiuolo, a seconda della tecnica di fusione. Anche la lavorazione di macchina comporta costi elevati nell'ordine di processi 10-100 volte più lenti di quelli relativi alla lavorazione di macchina delle leghe di alluminio. Si può addirittura dire che 1 kg di lamiera di alluminio può essere acquistato ad un costo più basso di quello di 1 kg di spugna di titanio, che è soltanto il materiale di partenza. Infatti, la spugna deve passare processi di fusione multipla con l'aggiunta di lega madre, fucinata o fucinata e rullata ad una dimensione appropriata di barra ed essere ulteriormente rullata allo spessore finale per ottenere la lamiera di titanio.

Tenendo presente questi fattori, gli sforzi dei ricercatori sono mirati ad ottenere una forte riduzione del rapporto buy-to-fly dei componenti in titanio. Per esempio, si può partire da una piastra di 40 kg per ottenere di macchina un componente di 5 kg, il che significa che quasi il 90% del titanio è trasformato in trucioli. La riduzione del rapporto buy-to-fly significa, quindi, ridurre il peso iniziale di un materiale molto costoso e ridurre anche la quantità di lavorazione fatta su questo materiale.

Ci sono due metodi per raggiungere questo obiettivo: il primo è quello di **ridurre il costo delle leghe di partenza**, mentre il secondo è quello di **migliorare il processo per ridurre i costi di fabbricazione**.

Per esempio, nel caso di forgiati, si può partire da billette di polvere di lega di titanio compattate in forme (sbozzati) vicine a quelle finali. Tali sbozzati si otterranno compattando isostaticamente a caldo le polveri metalliche di lega di titanio o sviluppando opportuni cicli di sinterizzazione in vuoto. Le polveri stesse a loro volta saranno fabbricate con processi a basso costo, come la miscelazione di polveri elementari (utilizzando anche polveri finissime di spugna di titanio) o solo parzialmente pre-alligate ma miscelate e sinterizzate fino ad ottenere, sfruttando la diffusione allo stato solido, l'omogeneità compositiva richiesta per la lega aeronautica. Già oggi, infatti, l'impianto industriale della International Titanium Powder ha prodotto a livello industriale negli USA migliaia di tonnellate di polvere di titanio con il processo Armstrong.

Probabilmente con una potenzialità di sviluppo ancora maggiore si sta lavorando sull'innovazione di processo. Infatti, si stanno sviluppando numerose tecnologie per raggiungere questo scopo quali saldature, un maggior uso di estrusi dove possibile, formatura superplastica, formatura per stiramento per ottenere configurazioni più precise. Con riferimento alla saldatura, si stanno sviluppando sia saldature per fusione che per attrito. La Fig. 2.5 mostra un esempio di riduzione del rapporto buy-to-fly ottenibile mediante saldatura laser. La parte lavorata di macchina a partire da piastra presenta un rapporto buy-to-fly di 30:1, mentre la stessa parte ottenuta con saldatura laser potrebbe presentare un rapporto buy-to-fly di 3:1.

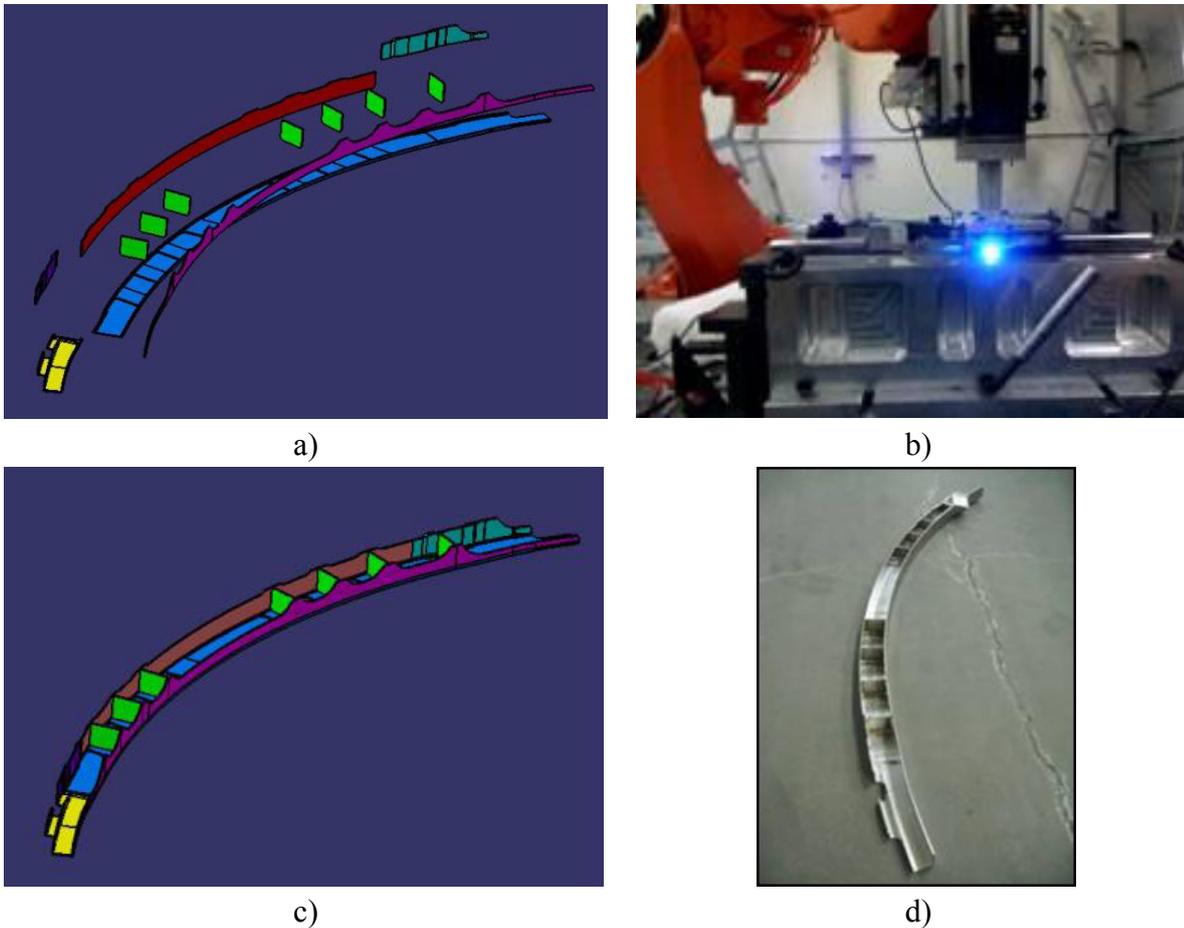


Fig. 2.5 – Componente in titanio saldato al laser: elementi componenti (a), processo di saldatura (b), componente saldato (c), parte finita di macchina (d) (Boeing courtesy)

2.4 Casi applicativi

Evidenziamo ora in maggiore dettaglio le applicazioni delle leghe di titanio in Aeronautica, indicando prima le applicazioni nell'ala fissa, poi l'uso del titanio nei motori a reazione e, infine, alcuni esempi per elicotteri ed applicazioni spaziali.

2.4.1 Velivoli ad ala fissa

Nella maggior parte dei casi il risparmio di peso è la ragione principale per la scelta delle leghe di titanio nelle applicazioni in fusoliera, sfruttando così l'elevata resistenza specifica del metallo. Spesso è conveniente la sostituzione degli acciai ad alta resistenza anche se con caratteristiche meccaniche più elevate di quelle del titanio o delle leghe di alluminio nonostante queste abbiano un peso specifico più basso. Questo ha portato ad un maggior uso delle leghe di titanio in fusoliera negli ultimi quattro decenni. La Fig. 2.6 riporta la costante crescita dell'utilizzo del titanio negli aerei commerciali della Boeing dall'introduzione del titanio in fusoliera negli anni '50. Oggi rappresenta circa il 9% del peso strutturale di un velivolo come il Boeing 777. Valori simili si possono trovare per i velivoli Airbus.

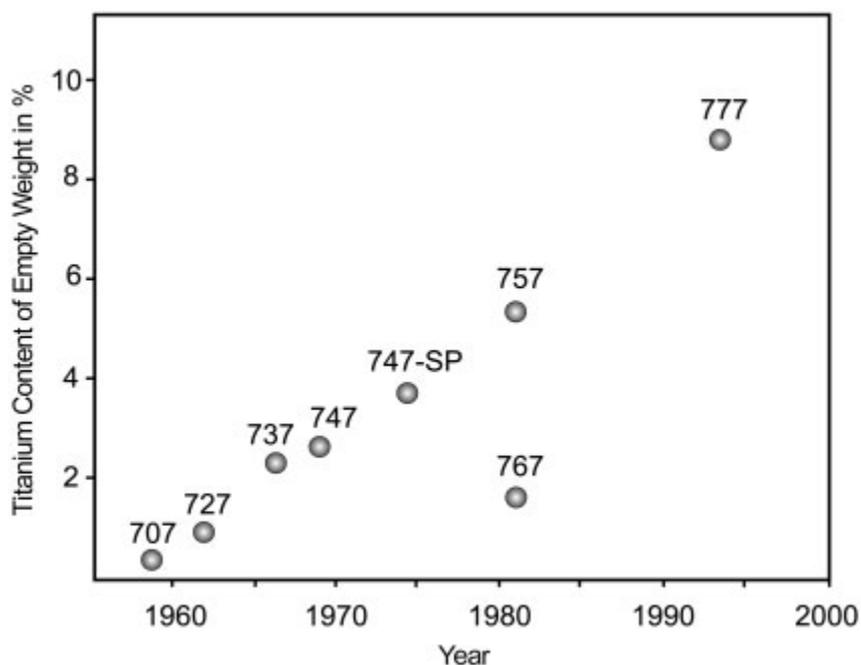


Fig. 2.6 – Crescita delle applicazioni delle leghe di titanio nei velivoli commerciali della Boeing

Un esempio di applicazione delle leghe di titanio è quella finalizzata ad arrestare la crescita delle cricche da fatica in fusoliera. Elementi di rinforzo sotto forma di anelli stretti e sottili sono applicati intorno alla fusoliera in corrispondenza delle ordinate per prevenire che eventuali cricche da fatica si propaghino in maniera catastrofica nella pannellatura esterna (Fig. 2.7).

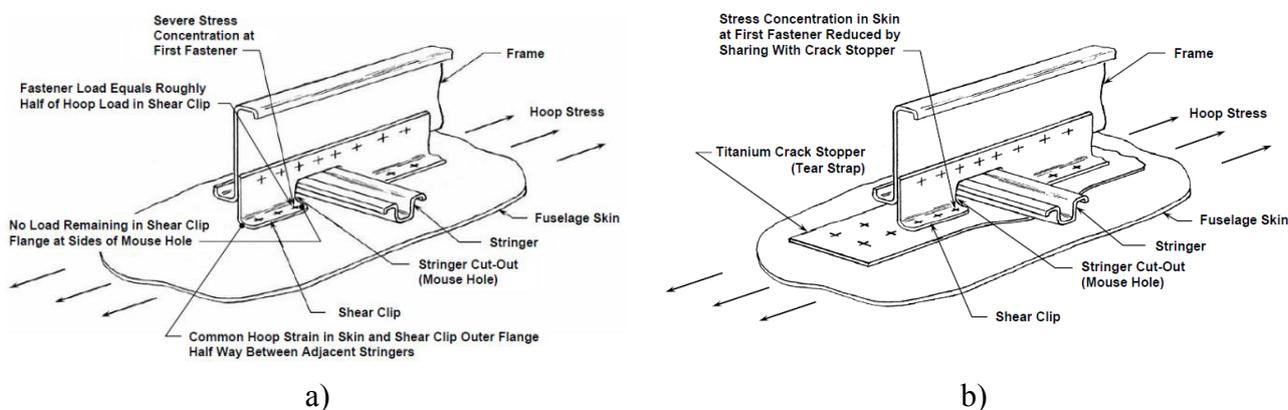


Fig. 2.7 – Utilizzazione di anelli di rinforzo in titanio in corrispondenza delle ordinate di fusoliera

Oggi le leghe di titanio sono anche usate per le tubazioni idrauliche dei moderni velivoli. Rispetto ai tubi in acciaio, sono possibili risparmi in peso fino al 40%. Per questa applicazione si usa principalmente la lega $\alpha+\beta$ Ti-3Al-2,5V, perché si può deformare plasticamente in modo facile e mantiene un livello di resistenza sufficientemente elevato (Fig. 2.8).



a)



b)

Fig. 2.8 – Tubazioni idrauliche in titanio per applicazioni aeronautiche

È usato titanio cp laddove è richiesta un'elevata resistenza a corrosione associata a resistenza meccanica moderata. I pavimenti degli aerei intono alle cucine di bordo ed ai servizi igienici sono un esempio dove l'ambiente corrosivo richiede l'uso del titanio.

Il sistema di tubazioni per l'impianto di sghiacciamento è costruito in titanio non legato. Qui la resistenza è meno importante della stabilità termica. Dato che le temperature possono superare i 200°C non si possono più usare leghe di alluminio. Inoltre, è richiesta un'eccellente resistenza alla corrosione poiché le tubazioni devono trasportare fluidi caldi aggressivi.

Nonostante il costo iniziale più elevato, i componenti primari dei carrelli di atterraggio sono sempre più realizzati a partire da leghe di titanio forgiato. Il costo iniziale più elevato viene ammortizzato sul lungo termine dal momento che gli acciai ad elevata resistenza devono essere sostituiti almeno una volta durante la vita del velivolo per la loro suscettibilità alla tensocorrosione. La sostituzione di componenti del carrello di atterraggio è evitata se realizzati in leghe di titanio, ed il Boeing 777 (Figg. 2.9 - 2.10) ha aperto la strada per il loro uso. Qui il carrello principale è quasi completamente realizzato in componenti forgiati di TIMETAL 10-2-3, che ha quasi raddoppiato la quantità di titanio usato sul 777. Il risparmio di peso ammonta a circa 270 kg per aereo.

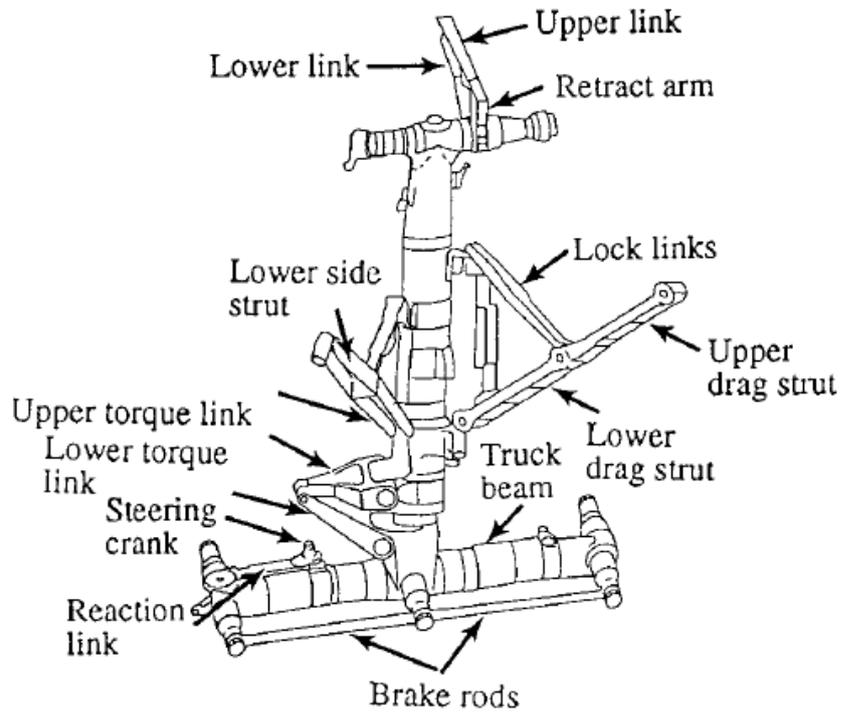


Fig. 2.9 – Carrello di atterraggio principale del 777 realizzato con parti forgiate in TIMETAL 10-2-3



Fig. 2.10 – Gamba orizzontale carrello di atterraggio del 777 in forgiato di Ti-10V-2Fe-3Al

A causa dei carichi potenzialmente elevati, per esempio da impatto con uccelli, le corniere dei finestrini della cabina di guida sono realizzate in leghe di titanio forgiato (Fig. 2.11), mentre le leghe di alluminio forniscono sufficiente resistenza per le corniere degli altri finestrini di bordo.



Fig. 2.11 – Corniere finestrini cabina di guida di un velivolo commerciale in lega Ti-6Al-4V

Le leghe di titanio sono da preferire per sostenere la struttura dello stabilizzatore verticale ed orizzontale realizzata in CFRP. Questo uso è principalmente dettato dalla stretta corrispondenza tra il coefficiente di espansione termica del titanio e quello dei compositi a matrice polimerica (a differenza di quanto succede con l'alluminio). Inoltre, le leghe di titanio sono chimicamente più compatibili con le fibre di carbonio rispetto all'alluminio e sono utilizzate per evitare problemi di corrosione galvanica.

Rispetto al mercato degli aeromobili commerciali, l'uso delle leghe di titanio è notevolmente più elevato nei velivoli militari da combattimento. L'uso più ampio è dettato dalla necessità progettuale di rispondere ai più elevati carichi termici e meccanici associati ad una maggiore manovrabilità e velocità di crociera supersonica. Ne è un ottimo esempio il velivolo Tornado del consorzio italo-anglo-francese Panavia (Fig. 2.12).



Fig. 2.12 – Velivolo Tornado Panavia in assetto di volo supersonico

La percentuale di leghe di titanio in fusoliere di aerei militari può superare il 50%, per il Lockheed SR-71 Blackbird è stata del 95% (Fig. 2.13).



Fig. 2.13 – Lockheed SR-71 Blackbird

A causa del riscaldamento aero-cinetico della superficie esterna sono state usate leghe di titanio, dal momento che le leghe di alluminio con elevata resistenza a temperature più avanzate non erano adatte. Oggi si stima che il titanio sia usato in una percentuale del 35-50% in peso in un moderno velivolo da combattimento. La zona più comune per trovare il titanio è nel vano motore degli aerei da combattimento, dove le temperature possono superare rapidamente la capacità dell'alluminio. Per esempio, nella fusoliera posteriore del velivolo US F-15 è stata usata una costruzione convenzionale di lamiera di titanio rivettate. Tuttavia con la riprogettazione del modello F-15E, sono state impiegate in maniera estesa tecniche avanzate di formatura superplastica ed incollaggio per diffusione (SPF-DB) per la stessa struttura. Questa variazione nelle tecniche di fabbricazione ha eliminato 726 dettagli e 10000 organi di collegamento, migliorando il grado di manutenzione del velivolo. Altro esempio di applicazione di questa tecnologia che permette la realizzazione di strutture in titanio a forte integrazione con geometrie complesse è data dalla chiglia motore del velivolo Typhoon del consorzio italo-anglo-ispano-tedesco Eurofighter (Fig. 2.14). In figura è riportata la parte anteriore della chiglia vano motore realizzata presso gli stabilimenti di Alenia Aermacchi di Torino Caselle.



Fig. 2.14 – Sezione anteriore chiglia vano motore velivolo Typhoon (Alenia Aermacchi courtesy)

Leghe più recenti come la $Ti-6Al-2Zr-2Sn-2Mo-2Cr-0,25Si$ vengono utilizzate nelle fusoliere dei velivoli US F-22 e Joint Strike Fighter F-35. Questa lega ha una moderata capacità di resistere a temperatura e viene utilizzata principalmente nelle paratie del vano motore di questi aerei dove le temperature della fusoliera sono più alte. In generale, raggiungere i requisiti di alta prestazione per i velivoli militari è di importanza maggiore rispetto agli aeromobili commerciali, dove l'efficacia del costo complessivo è il parametro principale. La più grande, e probabilmente anche la più spettacolare, struttura in titanio negli aerei militari è il cassone alare che porta i carichi alari e può prevedere il progetto di ala a geometria variabile. La Fig. 2.15 mostra un esempio di paratia di fusoliera centrale dello US F-22 che è parte del cassone alare. Con una larghezza di 4,90 m, una profondità di 1,80 m ed un'altezza di 0,2 m è uno dei più grandi forgiati in titanio mai prodotti. Anche se il componente finale pesa soltanto 150 kg, è stato inizialmente forgiato da un singolo lingotto di quasi 3000 kg. Questo esempio chiaramente dimostra che i trucioli prodotti nella lavorazione di macchina di forgiati in titanio hanno un volume estremamente elevato, anche del 95%, il che dimostra l'opportunità di ottimizzazione del processo di forgiatura nelle applicazioni future.

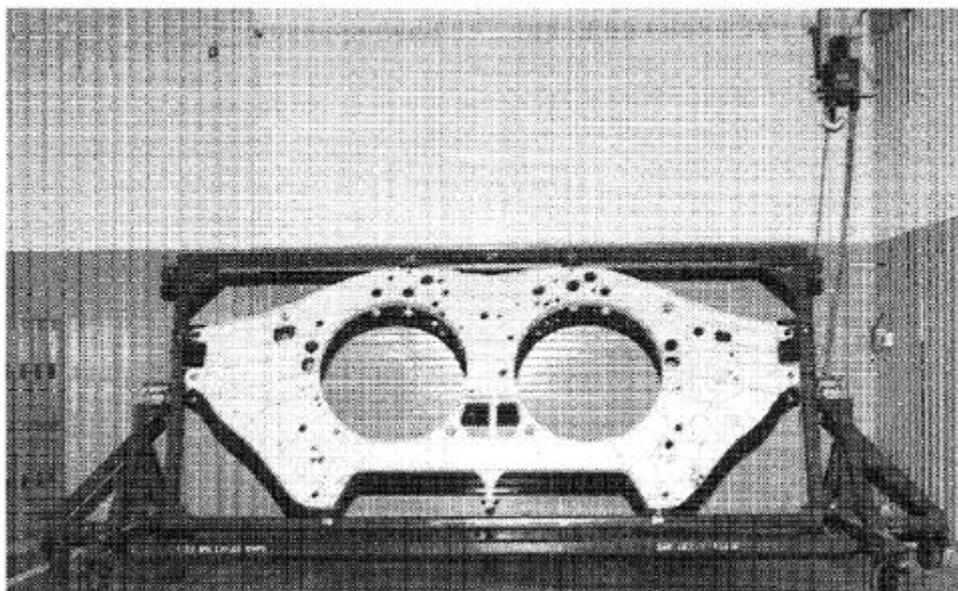


Fig. 2.15 – Paratia centrale cassone alare del velivolo F-22 Raptor

Le leghe di titanio sono eccezionalmente adatte come materiale per molle. In confronto con gli acciai ad alta resistenza, il modulo di elasticità specifico può portare ad un risparmio di peso fino al 70%, ed un parallelo risparmio di volume fino al 50% ed una migliore resistenza a corrosione. Per la loro resistenza meccanica più elevata, le leghe β come la Beta C o la Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al sono le leghe candidate preferite.

2.4.2 Motori a turbina a gas

La principale area di applicazione delle leghe di titanio in Aeronautica è quella dei motori a turbina a gas. Circa 1/3 del peso strutturale di un moderno motore a turbina è fatto di titanio. Oltre alle superleghe a base di nickel, le leghe di titanio sono il materiale standard per i motori. In realtà, già i primi motori a getto introdotti all'inizio degli anni '50 dalla Pratt&Whitney in USA e dalla Rolls-Royce in Inghilterra contenevano leghe di titanio. Da allora, il contenuto in titanio è progressivamente aumentato come mostrato in Fig. 2.16 per i motori Rolls-Royce. Inoltre, negli anni si è osservato una tendenza evolutiva nella scelta delle leghe da quelle $\alpha+\beta$ alle leghe quasi α maggiormente resistenti alle elevate temperature.

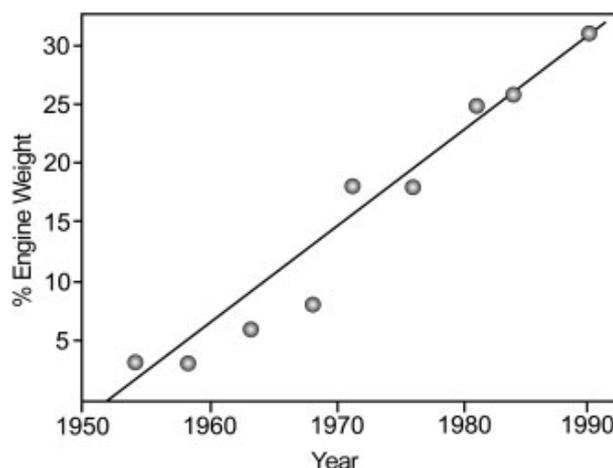


Fig. 2.16 – Applicazioni delle leghe di titanio nei motori Rolls-Royce

Le pale del compressore dei moderni reattori a getto sono stati i primi componenti motore ad essere prodotti in titanio. È seguita subito dopo l'introduzione dei dischi del compressore in titanio. La Fig. 2.17 mostra l'ampio numero di parti in Ti-6Al-4V usate sul motore GE-90 del Boeing 777.

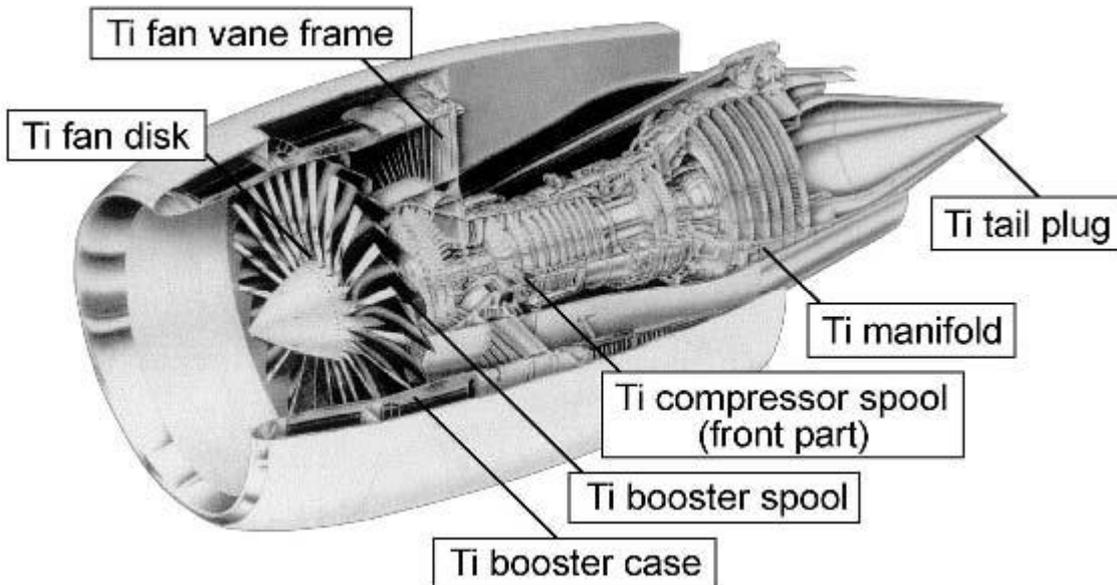


Fig. 2.17 – Applicazioni del titanio nel motore aeronautico GE-90

La Fig. 2.18 mostra la scala di questi componenti rappresentata dalla serie dei motori a getto Trent della Rolls-Royce.



Fig. 2.18 – Compressori anteriori dei motori Trent della Rolls-Royce fatti in Ti-6Al-4V

Per il continuo aumento del rapporto di by-pass del motore, i progetti più recenti delle pale eccedono la lunghezza di 1 m. A queste dimensioni, il flutter delle pale del compressore può diventare un problema serio dal momento che le estremità delle pale possono raggiungere la velocità del suono e causare un rimescolamento dei campi di flusso supersonico-subsonico generando onde d'urto associate. Per aumentarne la rigidità sono stati aggiunti nella zona centrale

degli elementi schermanti. Sebbene questi elementi sono stati in grado di controllare la vibrazione, hanno diminuito però l'efficienza aerodinamica della pala ed abbassato l'efficienza del motore in termini di consumo di carburante. Disegni avanzati delle pale hanno eliminato questi schermi migliorando la rigidità delle pale attraverso l'aumento della larghezza della corda portando ad una riduzione del numero delle pale di circa 1/3. Oggi queste pale per compressore di grande corda sono usate nell'ultima generazione dei motori a getto. Comunque, la massa notevole di queste pale richiede un progetto diverso da quelli precedentemente usati di forgiati in lega di titanio.

I principali produttori di motori hanno seguito concetti diversi per la produzione di questi tipi di pale a grande corda nei loro ultimi motori di grande dimensione. La General Electric è stata la prima ad usare compositi polimerici rinforzati in fibra nelle pale del compressore del loro GE-90. Comunque, per soddisfare i requisiti di resistenza all'erosione le pale sono progettate con i loro bordi di attacco fatti di titanio. La Rolls-Royce e la Pratt&Whitney hanno continuato ad usare progetti basati sul titanio. Per ridurre il peso dei loro motori entrambi sono passati ad una tecnologia di pale cave per il compressore in titanio. I primi disegni di pale cave erano basati su facce lavorate di macchina in titanio incollate per diffusione ad un'anima di nido d'ape in titanio. La Fig. 2.19 mostra che le pelli esterne della struttura incollata sono fatte espandere ad elevate temperature per mezzo di gas inerte pressurizzato.

contro matrici metalliche a profilo interno aerodinamico. I nuovi motori per l'Airbus A380 sia della Rolls-Royce (Trent 900) che della GE/Pratt&Whitney Engine Alliance (GP7200) hanno diametri di compressore di circa 3 m ed incorporano pale di titanio cave.

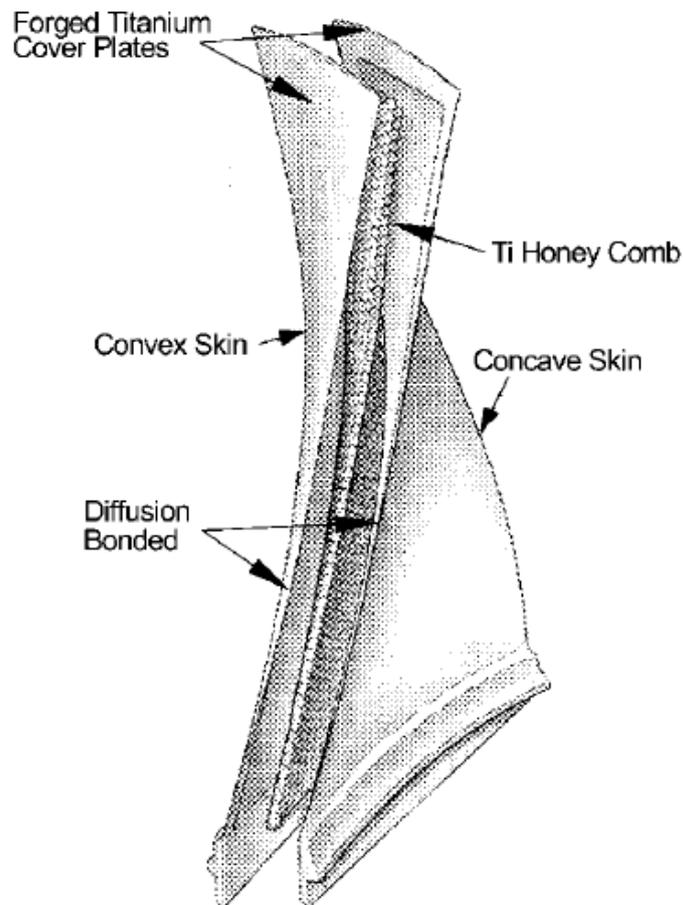


Fig. 2.19 – Costruzione di pale cave per la prima generazione di pale compressore di grande corda (costruzione Rolls-Royce)

L'evoluzione del progetto del motore rafforza l'esigenza di diminuire ulteriormente il peso delle pale e dei dischi del compressore, aumentando allo stesso tempo la vita del componente o gli intervalli di ispezione. Questo può essere ottenuto usando un disco integrato con le pale, ossia la configurazione di disco palettato detta blisk (bladed disk). La configurazione finale del blisk è un assemblaggio singolo dove disco e pale sono incollate insieme metallurgicamente. Dal punto di vista dei costi, per pale di piccola altezza (fino a circa 60-80 mm), è più efficace lavorare di macchina il blisk da un disco forgiato sovradimensionato. Pale più grandi sono generalmente collegate al disco con saldatura per attrito lineare. In aggiunta alla riduzione di peso, la mancanza di un'interfaccia meccanica nel blisk fra le pale ed i dischi elimina una zona di innesco di crepe da fatica. Questo si traduce in intervalli di ispezione allungati. Un esempio di stadio di compressore a blisk fabbricato dalla MTU AeroEngines è mostrato in Fig. 2.20.

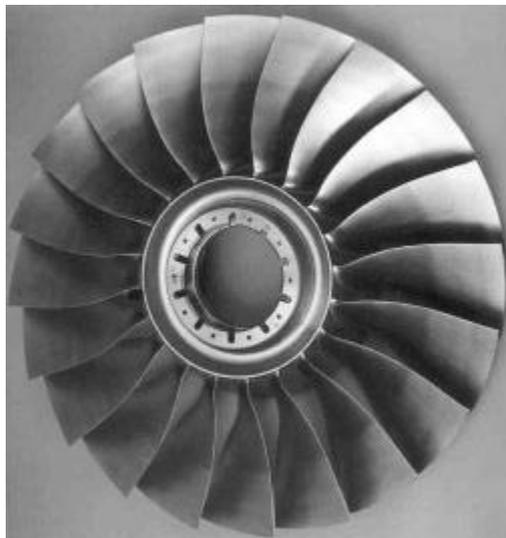


Fig. 2.20 – Blisk in titanio per applicazioni per compressore (MTU Aero Engines)

La tecnologia blisk è ora una tecnologia standard nella categoria dei compressori di dimensione medio-piccola per motori commerciali e militari. Per esempio, nel motore EJ200 dell'Eurofighter i tre stadi della sezione del compressore anteriore hanno una configurazione blisk: i primi due sono fabbricati usando saldatura per attrito lineare, il terzo per lavorazione elettrochimica (ECM).

Poiché pale e dischi del compressore anteriore sono usati a basse temperature, sono normalmente fabbricati in Ti-6Al-4V. Il limite massimo di temperatura per questa lega è di circa 315°C. Pertanto, dischi e pale dei primi 4-5 stadi del compressore (compressore di bassa pressione) pure possono essere fatti di Ti-6Al-4V. Comunque, nel compressore ad alta pressione sono usate leghe quasi α per alte temperature. Oggi la massima temperatura limite per queste leghe è di circa 540°C. Questo limite non è dovuto alla resistenza meccanica ad alta temperatura o alla resistenza al creep delle leghe quasi α , ma alla loro moderata resistenza all'ossidazione, soprattutto in confronto alle superleghe a base di nickel. Per esposizione prolungata ad elevate temperature, le leghe di titanio formano una scaglia di ossido superficiale (α -case), vale a dire una zona con una fase α fragile

dovuta all'arricchimento di ossigeno che porta ad una drastica riduzione di duttilità e resistenza a fatica.

Per componenti rotanti, il limite di temperatura del titanio può essere anche più basso per la loro propensione a bruciarsi. Questa condizione è creata quando una pala rotante striscia sulla parete interna dell'involucro motore causando un riscaldamento localizzato all'estremità della pala. A temperature elevate ed in un ambiente di aria ad alta pressione, questo può condurre ad una rapida ossidazione del titanio. Sono queste le condizioni che si incontrano nei compressori ad alta pressione del motore. Il processo di ossidazione, che è esotermico, si può auto-propagare e causare l'incendio del titanio. Per mitigare questo problema, la Pratt&Whitney ha sviluppato una lega β fortemente stabilizzata chiamata lega C (Ti-35V-15Cr) che è resistente alla bruciatura. Questa lega sta trovando applicazione nel motore F119 del velivolo F-22 e negli statori del compressore, come pure nei componenti del cono di incremento della spinta e dell'ugello.

Queste limitazioni di temperatura implicano che le parti più calde del compressore, cioè dischi e pale degli ultimi stadi del compressore, devono essere fabbricate con superleghe a base di nickel che hanno un peso circa doppio. In aggiunta, sorgono problemi associati all'espansione termica differenziale ed alle tecniche di incollaggio dei due sistemi di lega. Pertanto, è in corso un notevole sforzo per sviluppare un compressore fatto completamente di titanio. Si richiedono leghe di titanio che possano essere usate a temperature superiori a 600°C. Come mostrato nella Fig. 2.21 la massima temperatura di applicazione delle leghe di titanio è stata innalzata da circa 300°C a circa 600°C negli ultimi 40 anni.

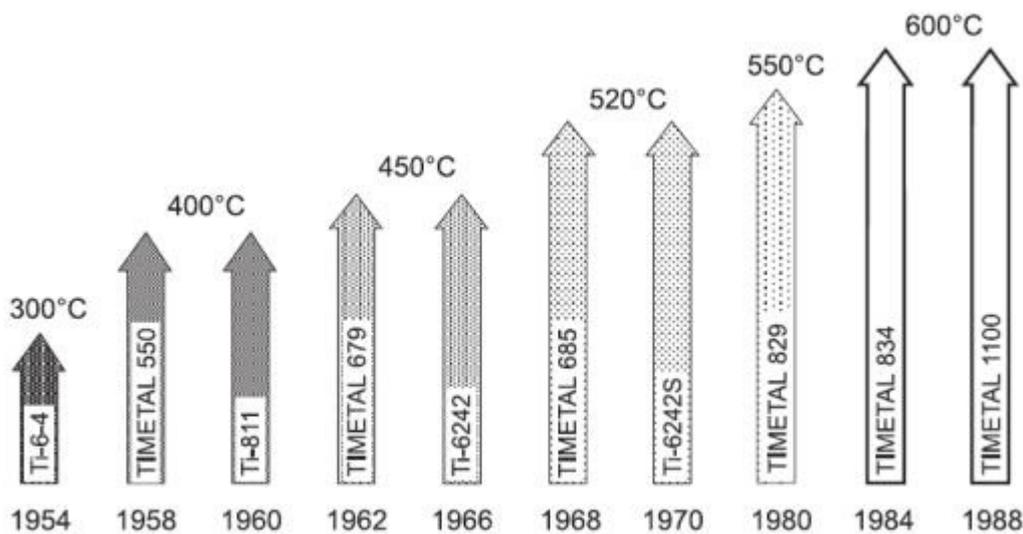


Fig. 2.21 – Aumento nel tempo della massima temperatura applicativa delle leghe di titanio

Negli ultimi anni la classe quasi α delle leghe di titanio per alta temperatura è stata oggetto di un particolare interesse di sviluppo. Un esempio dello stato dell'arte di questo sviluppo è la lega IMI 834 (Ti-5,8Al-4Sn-3,5Zr-0,7Nb-0,5Mo-0,35Si) sviluppata congiuntamente in Gran Bretagna dalla IMI Titanium e dalla Rolls-Royce negli anni '80. Con una temperatura di uso potenziale di circa 600°C, la lega era finalizzata a sostituire le leghe IMI 685 e IMI 829 preferite nei motori a getto europei. Dopo che l'IMI fu acquisita dalla Titanium Metal Corporation (Timet), questa lega è stata indicata con il nome commerciale TIMETAL 834 e da allora si è fatta strada nei motori a getto dei velivoli militari europei. Attualmente è anche usata per i dischi compressori negli ultimi due stadi

del compressore di media pressione e nei primi due stadi del compressore di alta pressione in derivati della serie Trent della Rolls-Royce per motori a getto commerciali. L'elevata frazione volumetrica di α primario (15%) ne ha ottimizzato l'uso per questa applicazione. Negli USA la lega Ti-6-2-4-2S è ancora la lega preferita per le alte temperature nelle applicazioni dei motori a getto.

Nonostante la discussione delle leghe di titanio quasi α , l'obiettivo di aumentare ulteriormente la resistenza ad alta temperatura è focalizzato attraverso lo sviluppo degli alluminuri di titanio. Questi materiali, basati sui composti intermetallici Ti₃Al e TiAl, sono stati studiati per il loro potenziale accrescimento delle temperature di applicazione delle leghe di titanio a 650°C e 800°C rispettivamente. La loro eccellente resistenza al creep è dovuta alla natura ordinata della struttura cristallina. Tuttavia questa struttura rende gli intermetallici fragili e quindi difficili da deformare. L'alligazione con Nb, Cr, V, Mn o Mo e l'ottimizzazione microstrutturale sono i due approcci per incrementarne la duttilità.

Un altro importante aspetto dell'uso degli alluminuri di titanio nei motori a turbina è la resistenza di questi materiali ad iniziare un incendio del titanio, come mostrato in Fig. 2.22. In particolare, le leghe basate su TiAl minimizzano il rischio di incendio del titanio.

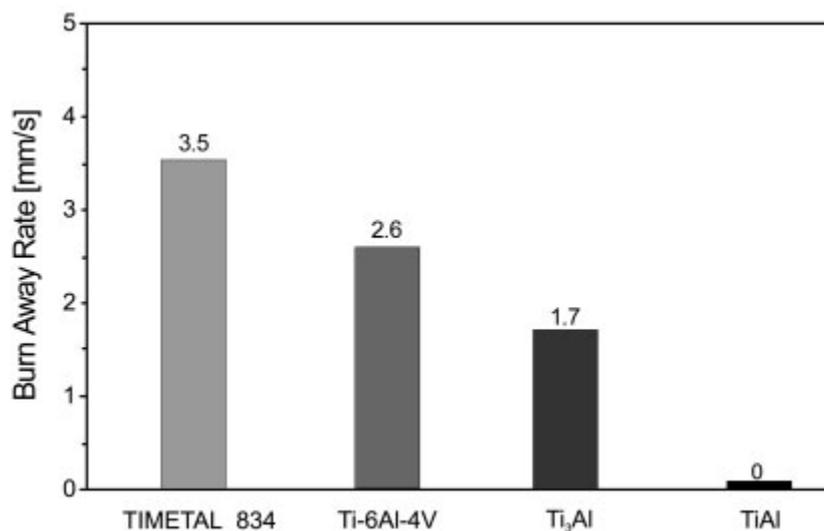


Fig. 2.22 – Resistenza alla bruciatura degli alluminuri di titanio confrontati con le leghe di titanio convenzionali

Le pale per compressore dei futuri stadi di alta pressione costituiscono pertanto una potenziale applicazione delle leghe TiAl. Una tolleranza al danno sufficiente, un soddisfacente comportamento all'ossidazione ed i costi di produzione sono parametri critici che in via definitiva determineranno l'uso degli alluminuri di titanio in Aeronautica. La prospettiva di una potenziale applicazione di queste leghe nei componenti dei motori a getto è molto più alta diminuendo i requisiti di tolleranza al danno.

La Fig. 2.23 mostra il quinto stadio di una turbina di bassa pressione del motore a getto GE CF6-80C2 con le pale della turbina realizzate da un getto di lega Ti-47Al-2Cr-2Nb.

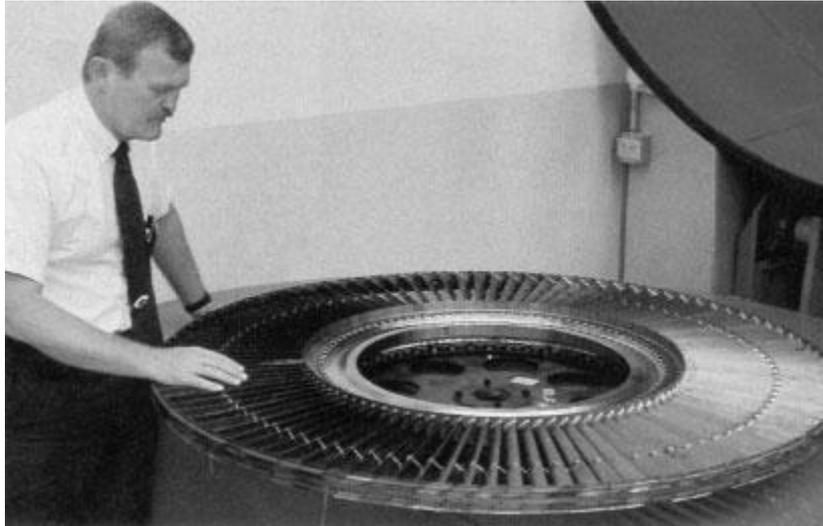


Fig. 2.23 – Pale della turbina di bassa pressione in TiAl per il motore CF6-80C2 (GE Aircraft Engines)

Ciascuna delle 98 pale ha una lunghezza di 50 cm ed un peso di 217 g, che è circa la metà del peso di una pala in superlega a base di nickel convenzionale. Il peso ridotto delle pale in alluminuro di titanio permette un peso più basso dell'intera turbina con l'imposizione sul disco di minori forze centrifughe. L'uso di queste leghe in un grande motore a getto come il GE-90 potrebbe far risparmiare più di 250 kg. A motivi di costo, l'approccio delle pale di fusione è favorito per la produzione delle pale di turbine a bassa pressione in TiAl. Al momento, la produzione di queste pale è differita per considerazioni di costo.

Una rigidità aumentata ed una resistenza alle elevate temperature sono i principali obiettivi dello sviluppo dei compositi a matrice di titanio rinforzati con fibre lunghe (TMC). Aree di potenziale applicazione nei motori a getto sono le pale ad elevata rigidità e resistenza del compressore anteriore ed i componenti cilindrici termicamente stabili nel compressore di alta pressione. La maggior parte delle ricerche sono state fatte sulla lega Ti-6Al-4V rinforzate con fibre lunghe di SiC. Anche le matrici quasi α e gli alluminuri di titanio stabili a temperature più elevate sono di interesse. La disponibilità di TMC permette alla progettazione degli approcci precedentemente impossibili, quali un anello di compressore integrato con le palette (bling). Il disegno bling elimina il mozzo del disco, riducendo significativamente il peso del componente fino al 70%. Tuttavia, la resistenza del materiale alla base delle pale deve essere molto più alta per sostenere i carichi centrifughi e richiede l'uso di rinforzi di composito a matrice metallica. Come con i blisk, il numero delle parti è drasticamente ridotto riducendo sostanzialmente i costi di manutenzione in confronto ai rotori palettati convenzionalmente. Questi miglioramenti giustificano gli elevati costi di fabbricazione e permetteranno di costruire i compressori e gli stessi motori in una maniera molto più compatta. Ricerca e sviluppo continuato, particolarmente sul processo e sulle tecniche di controllo a vita intera di questi componenti, devono ancora essere completati prima dell'ingresso effettivo in servizio. Il primo uso di materiale composito in titanio rinforzato è un'applicazione a basso rischio quale un pistone attuatore sul motore F119 del F-22.

Il fluido idraulico per applicazioni aeronautiche è uno dei pochi mezzi corrosivi nei confronti delle leghe di titanio. Al di sopra di 130°C, il fluido idraulico forma un acido che attacca il titanio e porta all'infragilimento da idrogeno del componente. Una delle poche leghe che sembra essere immune

da questo attacco è la lega β TIMETAL 21S. Per questa ragione, è usata per alcune parti dell'ugello e per il plug del motore del Boeing 777 (Fig. 2.24).

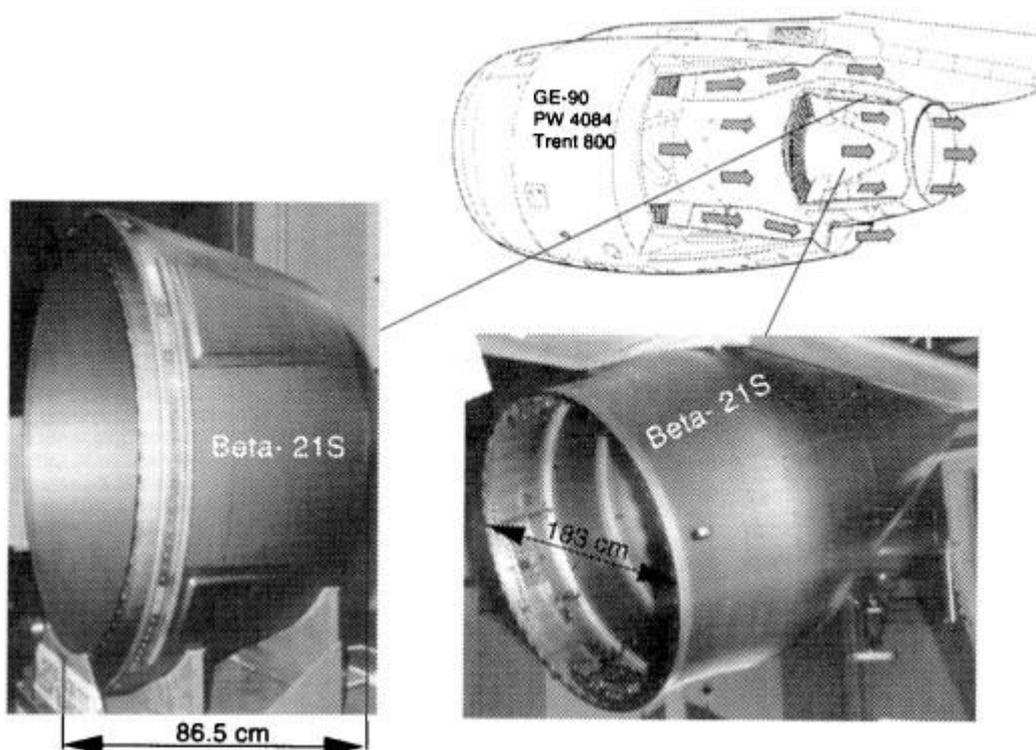


Fig. 2.24 – Applicazioni della TIMETAL 21S nella zona dell'ugello del Boeing 777

2.4.3 Elicotteri

Per quanto riguarda gli elicotteri, le leghe di titanio vengono utilizzate nel componente più sollecitato: il mozzo rotore. La Fig. 2.25 mostra esempi di mozzi rotore forgiati in Ti-6Al-4V per gli elicotteri Eurocopter BO 105 e BK 117. Tuttavia, sono in corso studi approfonditi per la sostituzione con una lega β ad alta resistenza. Ad esempio, la lega β TIMETAL 10-2-3 ha sostituito la Ti-6Al-4V per il mozzo rotore principale dell'elicottero Agusta Westland Super Lynx. Oggi le leghe β sono previste anche per altri elicotteri. La TIMETAL 10-2-3 è usata per l'albero rotore e per il mozzo rotore dell'elicottero US RAH-66 Comanche. La stessa lega viene anche applicata nel sistema di snodo del convertiplano V-22 Osprey (Fig. 2.26).

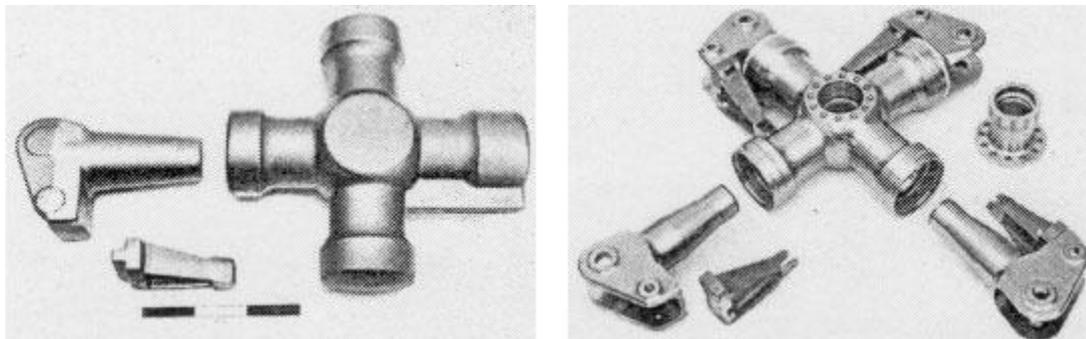
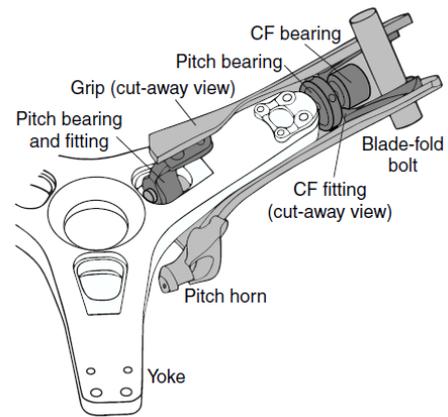


Fig. 2.25 – Mozzo rotore forgiato degli elicotteri BO 105 e BK 117



a)



b)

Fig. 2.26 – Sistema di snodo del convertiplano V-22 Osprey

2.4.4 Aerospazio

La piccolezza comparativa del carico pagante dei veicoli spaziali rende ancora più importante il risparmio di peso in queste strutture. Per questa ragione le leghe di titanio sono state ampiamente usate nei primi programmi Apollo e Mercury. I serbatoi carburante sono visti come un'applicazione standard per le leghe di titanio. Il basso peso del titanio, l'elevata resistenza e la compatibilità chimica a lungo termine con il carburante danno un vantaggio alle leghe di titanio sugli acciai ad elevata resistenza. Inoltre, l'integrità dei serbatoi deve essere controllata in modo non distruttivo ed affidabile prima del lancio in orbita, cosa che è fatta normalmente per i serbatoi metallici. I componenti non metallici richiedono uno sforzo aggiuntivo per garantire la loro integrità. La Fig. 2.27 mostra recipienti in pressione fatti di lega di titanio per il programma spaziale US Shuttle.

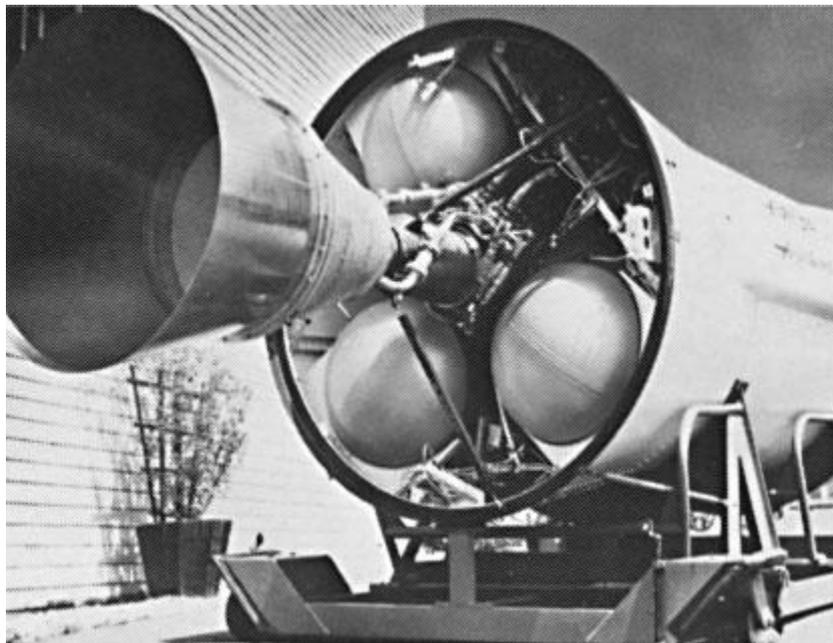


Fig. 2.27 – Serbatoi pressurizzati fabbricati in titanio per sistemi di trasporto spaziale

I requisiti di costruzione di componenti per satelliti di peso estremamente basso richiedono tecniche molto spinte di fabbricazione che ottimizzino il peso. In condizioni favorevoli, lo spessore finale

delle pareti del serbatoio carburante nei sistemi di propulsione per satelliti comunemente usati è lavorato di macchina da un semiguscio forgiato partendo da uno spessore di 25 mm per arrivare a 1 mm. Questo livello di lavorazioni di macchina eccezionalmente spinto può essere drasticamente ridotto con tecniche di superplasticforming. Fogli di titanio di spessore 6-10 mm possono essere formati superplasticamente in semisfere da incollare per diffusione simultaneamente o saldare successivamente in maniera convenzionale per formare un serbatoio. Confrontato con la produzione convenzionale a partire da forgiato e da lavorare di macchina, chiaramente si ottengono dei risparmi di costo. In aggiunta alla formatura superplastica, le leghe β formabili a freddo forniscono un'altra possibilità per la riduzione dei costi. La MAN Technologie AG usa questo approccio per produrre i serbatoi carburanti per il veicolo di trasferimento automatizzato (ATV) dell'ESA per la Stazione Spaziale Internazionale (ISS). I due semigusci del serbatoio in Ti-15-3 sono formati con un processo speciale brevettato di rullatura a freddo chiamato counter-role spin forming.

In confronto al processo SPF, infrastruttura ed attrezzatura richieste sono sostanzialmente più economiche. Inoltre, la lega β mostra proprietà meccaniche molto buone. Fra le altre applicazioni, lo spin forming è usato per la produzione dei semigusci dei serbatoi dello Storable Propellant Stage (SPS) per lo stadio superiore dell'Ariane 5.

La lega Ti-3Al-2,5V è stata sviluppata, fra gli altri requisiti, per applicazioni a bassa temperatura e mostra buona tenacità e duttilità fino a temperature criogeniche. Pertanto, è stata usata per le tubazioni di alta pressione del sistema di pompaggio dell'idrogeno dello US Space Shuttle.

2.5 Il titanio nelle future strutture aeronautiche

Il nuovo velivolo Boeing 787 ha introdotto un nuovo approccio alla progettazione che tiene in maggiore considerazione i costi necessari a sostenere la manutenzione della struttura e dei sistemi del velivolo per l'intera vita operativa dello stesso. Il risultato è una drastica riduzione del costo di manutenzione della struttura, minore del 30% se confrontato con quello di velivoli della stessa categoria. Il 787 riflette una nuova **filosofia di progettazione a vita intera** che impone cambiamenti significativi nel modo di costruire un velivolo. Questi cambiamenti includono un uso estensivo dei compositi nella cellula e nella struttura primaria che, unito ad un programma di manutenzione affidabile, offre ai clienti la garanzia di una forte riduzione dei costi di manutenzione. Il 787 sarà in grado di restare continuamente in servizio per tempi molto più lunghi di qualsiasi altro aereo commerciale. Infatti, nel velivolo sono state introdotte tutte quelle innovazioni allo stato dell'arte che riducono i costi operativi ed aumentano la disponibilità del velivolo.

L'approccio di progettare a vita intera è stato ampliato aggiungendo due parametri fondamentali per la misura della prestazione di un velivolo (oltre quelli tradizionali quali aerodinamica, peso, rumore, costi di sviluppo, costi di fabbricazione): il **costo di manutenzione** e la **disponibilità del velivolo**. La disponibilità di un velivolo include non solo il rispetto del servizio programmato, ma anche altri fattori quali l'arco di tempo durante il quale un aereo deve restare fuori servizio per manutenzione. È ovvio che tenere un velivolo fuori servizio per due giorni ha un impatto sull'utile dell'operatore molto maggiore che tenerlo fuori servizio solo per due ore.

Uno degli aspetti strutturali più importanti del Boeing 787 è stato l'uso dei materiali compositi nella cellula e nella struttura primaria molto più ampio di un qualsiasi altro velivolo commerciale. Il processo di progettazione è stato sviluppato senza idee preconcepite, permettendo la scelta ottimale del materiale per le applicazioni specifiche in tutta la struttura. Il risultato è stato una struttura costituita quasi per metà da materiali compositi a matrice organica rinforzata con fibre di carbonio.

Questo ha consentito di ottenere mediamente un risparmio di peso dell'ordine del 20% rispetto ad un progetto convenzionale in lega di alluminio. Selezionare il materiale ottimale per ogni specifica applicazione ha richiesto di analizzare ogni singola area della struttura per determinare il materiale maggiormente adatto, in considerazione dell'ambiente operativo e dei carichi cui ogni componente è sottoposto per l'intera vita della struttura. Per esempio, l'alluminio è sensibile ai carichi di trazione ma assorbe molto bene quelli di compressione. D'altro canto, i compositi non sono molto efficienti nel sostenere i carichi di compressione ma hanno un comportamento eccellente a trazione. L'ampliamento dell'uso dei compositi, soprattutto nelle aree con forti carichi di trazione in fusoliera, riduce fortemente i costi di manutenzione dovuti alla fatica se confrontato con una struttura di alluminio.

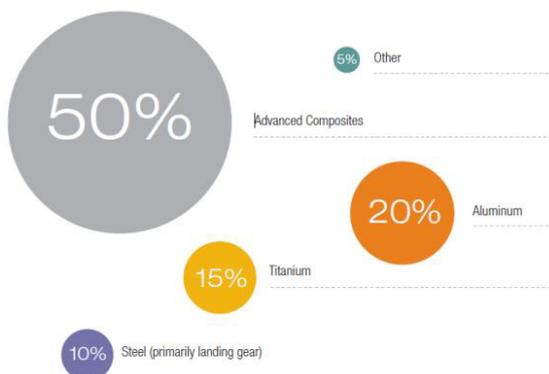
Questo tipo di analisi si è tradotto anche nell'**aumento dell'uso del titanio**. Infatti, laddove i carichi agenti suggeriscono l'impiego del metallo ma contemporaneamente le considerazioni ambientali indicano che l'alluminio è una cattiva scelta, il titanio si presenta come un'eccellente soluzione per una progettazione a basso costo di manutenzione. **Il titanio può sostenere carichi paragonabili meglio dell'alluminio, ha un migliore comportamento a fatica ed un'elevata resistenza a corrosione**. L'uso del titanio si è così esteso a quasi il 14% dell'intera struttura.

Queste soluzioni non solo hanno portato ad una riduzione complessiva di peso dell'intero velivolo, ma permettono anche una riduzione dei costi di manutenzione programmata. Infatti, l'esperienza di servizio ha dimostrato che le strutture in composito richiedono meno ore di manutenzione di quelle in alluminio in percentuali significativamente ampie (dell'ordine del 30-40% per il ridotto rischio di corrosione e fatica) e questo è ulteriormente rafforzato dalla scelta di estendere l'uso del titanio a componenti che restano in metallo ma non più in alluminio. D'altro canto, anche per le soluzioni che restano in alluminio è stato introdotto un processo rigoroso di valutazione dell'uso di questa lega metallica correlando i rischi di possibile corrosione alle conseguenze della stessa in termini di impatto sulla manutenzione. Corrosione e fatica nelle strutture costituiscono un onere notevole per le avioleone. Infatti, la manutenzione non programmata raddoppia o triplica le ore di manodopera spese durante un controllo di manutenzione. Con l'uso ampliato di compositi e titanio associato ad una rigorosa disciplina nell'uso dell'alluminio, il Boeing 787 sosterrà costi di manutenzione non programmata di gran lunga inferiori a quelli delle strutture metalliche convenzionali.

La Fig. 2.28 mostra la ripartizione dell'uso sul 787 dei diversi materiali strutturali, evidenziando il grande uso dei compositi, la notevole contrazione dell'alluminio e il più ampio uso del titanio.



a)



b)

Fig. 2.28 – Ripartizione dei materiali strutturali sul Boeing 787 Dreamliner

L'uso più estensivo del titanio ha però fatto emergere due tipi di problemi. Il primo è quello connesso direttamente al costo del titanio rispetto a quello dell'alluminio. Infatti, il **costo dei semilavorati** di titanio è 3-10 volte maggiore di quello dell'alluminio (o dell'acciaio). Inoltre, l'uso del titanio si è esteso a geometrie per le quali il materiale fin qui usato era l'alluminio. Di conseguenza, i **costi di lavorazione** per asportazione di truciolo necessari per realizzare nervature sottili, ottenere profonde variazioni di spessore, realizzare configurazioni con rapporti di snellezza molto spinti partendo dal semilavorato di partenza diventano molto onerosi per la maggiore difficoltà di lavorazione del titanio. Ricordiamo che il costo di lavorazione del titanio è di un ordine di grandezza maggiore rispetto a quello dell'alluminio, con conseguenti maggiori impegni di tempo, consumo di energia e soprattutto sfrido eccessivamente elevato di materiale. Quindi, diventa indispensabile lo **sviluppo di tecnologie indirizzate ad abbassare i costi dei componenti** nella fabbricazione del velivolo. Infatti, per la sempre più accresciuta enfasi sui costi di consegna, diventerebbe difficile per il titanio mantenere (o accrescere) la sua quota di peso strutturale nel sistema velivolo a meno di ridurre il costo del singolo componente. Ci sono due strade per ottenere un abbattimento dei costi. La prima strada, che offre maggiori potenzialità, è quella del **miglioramento dei processi** per ridurre i costi di fabbricazione, attraverso il miglioramento delle caratteristiche di lavorabilità, il maggiore uso di processi quali fusioni, SPF/DB, formatura a net shape. La seconda è lo **sviluppo di leghe più economiche** che facciano uso di alliganti di più basso costo, quali ad esempio il ferro e il molibdeno invece del vanadio, che consente anche l'eliminazione di una lega madre costosa. Infatti, queste leghe possono avere ricadute in altri settori, quali quello automobilistico, permettendo comunque anche applicazioni in componenti aeronautici meno critici, ampliando in tal modo la base produttiva e portando quindi ad una maggiore stabilità dei prezzi.

CAPITOLO 3 - Descrizione del processo di Hot Stretch Forming

Lo sviluppo di un processo di **Hot Stretch Forming (HSF)** è stato motivato dalla necessità di progettare e costruire strutture in titanio accoppiate a pannellature di fusoliera in carboresina per i velivoli di nuova generazione. La necessità di controllare dilatazioni termiche differenziate e corrosione ha portato all'uso del titanio in profilati con sezioni a L o a T, tradizionalmente in alluminio, configurati per adattarsi alla curvatura interna della fusoliera.

Allo scopo è stata sviluppata negli USA dalla Cyril Bath Company **una nuova tecnologia**, coperta da brevetto, **che combina la formatura per stiramento con la tecnica di formatura a caldo dei metalli**. In tal modo è possibile progettare una varietà di profili di strutture in titanio sagomate ad uno specifico e preciso raggio prima della lavorazione finale di macchina. Inoltre il processo può apportare un significativo valore aggiunto rispetto alle altre tecniche di fabbricazione, soprattutto per componenti di lunghezza maggiore di 2500 mm. L'opportuno dimensionamento della pressa di formatura e la progettazione dell'attrezzatura permettono la produzione di componenti di lunghezze multiple, tagliate poi a dimensione. Tutti questi componenti strutturali richiederebbero una successiva lavorazione di macchina a controllo numerico per realizzare la geometria finale, ma con questo processo è possibile ridurre significativamente l'entità della lavorazione finale di macchina. È stata quindi messa a punto una tecnologia vantaggiosa dal punto di vista dei costi, ripetibile e disponibile per una produzione di ampio volume tale da soddisfare i ratei produttivi dei futuri velivoli commerciali. Infatti il processo permette di risparmiare sia materiale che tempi di lavorazione ed insieme fornisce una qualità ripetitiva a garanzia dei tempi di fabbricazione e consegna (Fig. 3.1).



Fig. 3.1 – Profilato in titanio curvato con tecnica HSF (Cyril Bath courtesy)

È stata sviluppata una tecnologia innovativa tesa a generare una curvatura in un profilato (estruso o rullato a caldo) in titanio, controllandone stabilità dimensionale e tensioni residue.

I profilati rullati a caldo, per gli spessori per i quali risultano convenienti, costituiscono una buona alternativa a quelli estrusi ai fini della realizzazione di parti di forma vicina a quella finale con limitato sfrido di materiale. La migliore formabilità per lamiere, piastre e barre (da rullare a caldo) si ha al di sopra della temperatura di β transus che, nel caso della lega in esame, corrisponde a circa 990°C. Infatti in questo intervallo di temperature il titanio non ha un'elevata resistenza a snervamento e può essere formato in geometrie complesse, mentre al di sotto del β transus il materiale perde la sua duttilità. Come già evidenziato, il superamento del β transus abbassa la resistenza a rottura ed a snervamento del titanio e lo rende al tempo stesso meno suscettibile all'insacco della frattura per fatica.

Le operazioni di stiramento a caldo successive si effettuano nel campo $\alpha+\beta$, sfruttando le buone caratteristiche di formabilità della microstruttura su cui si opera per i corrispondenti livelli di deformazione richiesti. Il programma di sviluppo è stato focalizzato sulla lega Ti-6Al-4V.

Il processo di formatura per stiramento di un estruso o profilato rullato consiste in un pre-stiramento della parte in lavorazione fino al suo punto di snervamento e successivo adattamento alla geometria di un attrezzo di forma. Il processo in esame è limitato a componenti profilati con un rapporto di allungamento di 1:20 e con singolo raggio di curvatura. La Fig. 3.2 riporta un esempio di applicazione a freddo della tecnica di stiramento per un profilato in alluminio che consiste in un'azione di stiramento, piegatura o entrambe.

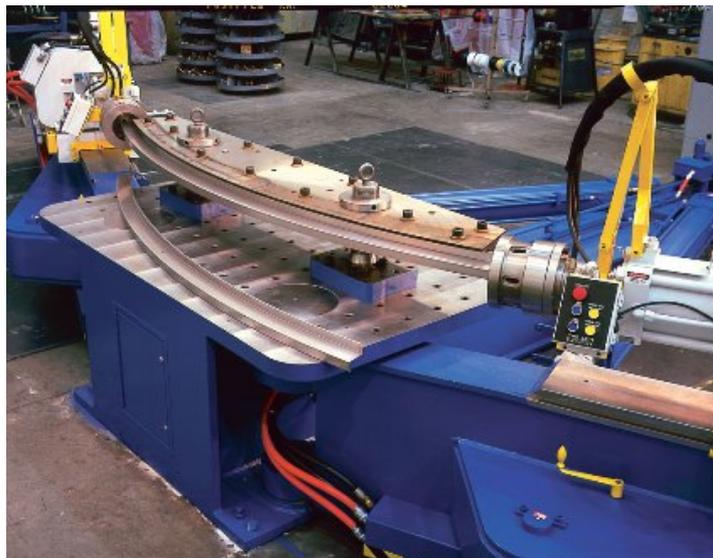


Fig. 3.2 – Formatura per stiramento a freddo (Cyril Bath courtesy)

Nel caso del titanio, il processo di stiramento a freddo presenta maggiori difficoltà perché il suo punto di snervamento è molto vicino al carico limite di rottura con un allungamento percentuale minimo. Pertanto i componenti in titanio di questa geometria tipicamente sono ottenuti con lavorazione per asportazione di truciolo partendo da grandi billette, processo quindi costoso e temporalmente lungo. Si è reso quindi opportuno lo sviluppo di un apparato e di un processo per lo stiramento del titanio e delle sue leghe. Per consentire l'applicazione della tecnologia di HSF al caso del titanio è stata modificata una macchina di stretch forming da 75 tons (70 t) per permettere il riscaldamento della parte (Fig. 3.3).

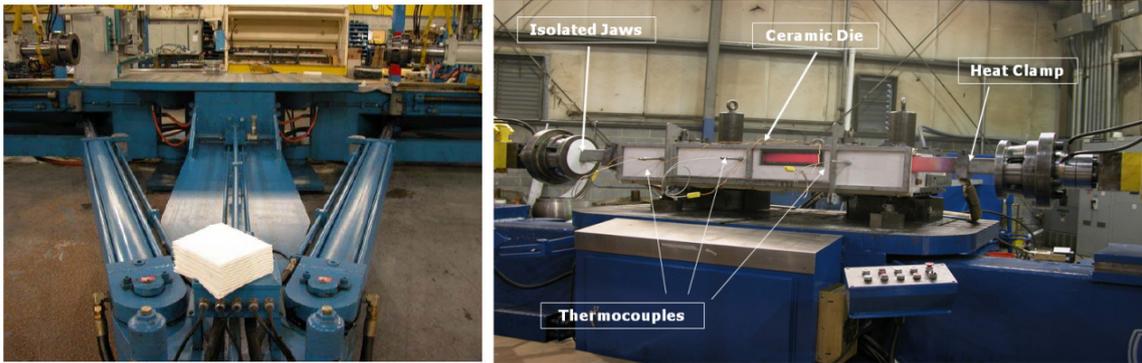


Fig. 3.3 – Macchina di HSF per l’attività sperimentale in Cyril Bath: sistema di attuazione (sx.) e vista frontale della macchina modificata (dx.) (Cyril Bath courtesy)

La **macchina di formatura** (Fig. 3.4) è costituita da un’intelaiatura rigida (#12) che sostiene la superficie di montaggio dello stampo (#14) e supporta inoltre i principali componenti operativi del sistema.

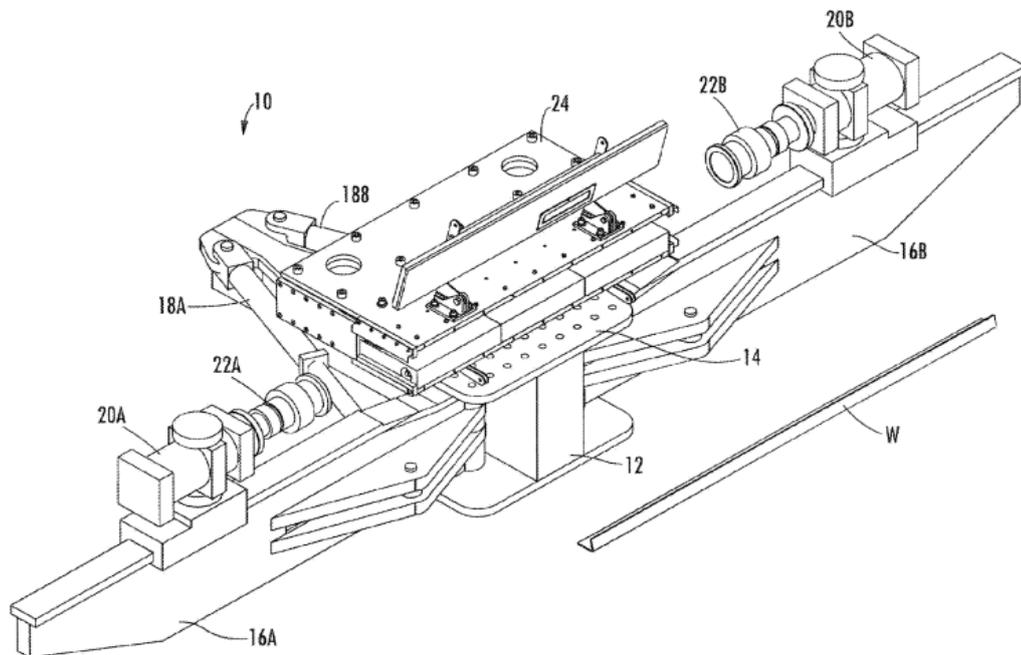


Fig. 3.4 – Schema macchina HSF (Cyril Bath patent)

Due bracci rotanti in contrapposizione (#16) sono imperniati all’intelaiatura e mossi rispettivamente da due martinetti idraulici di formatura (#18). I bracci rotanti sostengono due ulteriori martinetti idraulici di tiro (#20) che a loro volta portano due sistemi di ganasce (#22) operabili idraulicamente. I martinetti di tiro (#20) sono collegati ai bracci rotanti con un’orientazione fissa oppure possono ruotare rispetto agli stessi intorno ad un asse verticale. Il contenitore dello stampo (#24) è montato sulla superficie (#14) di montaggio dello stampo posizionato fra le due ganasce.

Un sistema di pompe, valvole e componenti di controllo alimenta con un fluido idraulico pressurizzato i martinetti di formatura (#18), i martinetti di tiro (#20) ed il sistema di ganasce (#22). Il sistema di attuazione è regolato da un circuito idraulico che controlla accuratamente i cinematismi permettendo l’applicazione di forze di stiramento variabili a velocità controllata. Il sistema di ganasce è isolato elettricamente rispetto alla parte in lavorazione tramite rivestimenti isolanti.

Il contenitore dello stampo (#24) è una struttura scatolare di acciaio, rappresentata sia in vista prospettica che in sezione in Fig. 3.5. È realizzata minimizzando ogni perdita d'aria e di radiazione termica da parte del componente da formare.

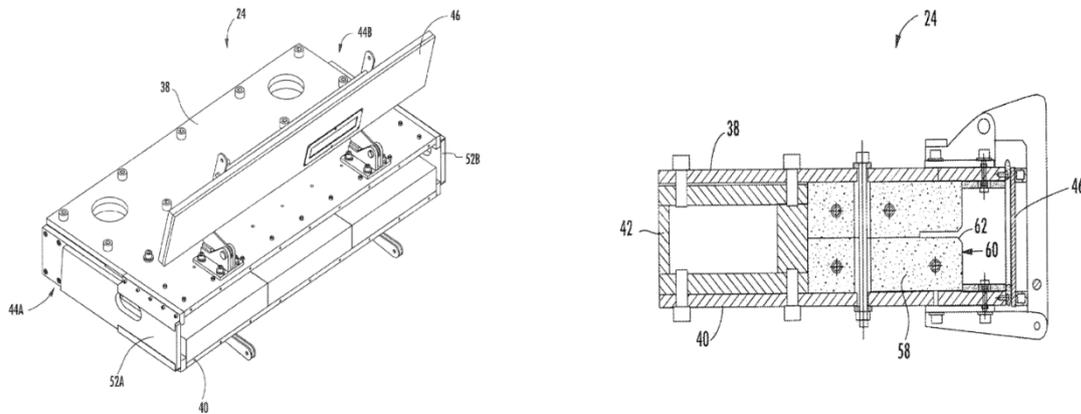


Fig. 3.5 – Vista prospettica del contenitore dello stampo di formatura con il portello frontale aperto (sx.); Sezione trasversale dello stampo e del suo contenitore (dx.) (Cyril Bath patent)

All'interno dello stesso è disposto lo stampo (#58) che è una parte relativamente massiva con una superficie di lavoro (#60) conformata per impartire alla parte in lavorazione una specifica curvatura quando questa viene spinta contro lo stampo stesso. In Fig. 3.6 viene rappresentato in sezione un profilato ad L montato nello stampo per la successiva operazione di stiramento a caldo.

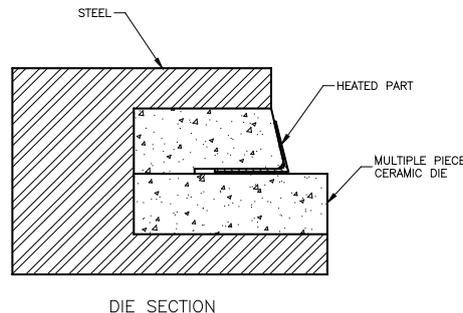


Fig. 2.6 – Profilato ad L in titanio posizionato nello stampo HSF (Cyril Bath courtesy)

La sezione trasversale della superficie di lavoro dello stampo (#60) si conforma a quella della parte in lavorazione e può includere un recesso (#62) per contenere parti sporgenti del pezzo stesso (flange, nervature, etc.). Se necessario lo stampo o una parte dello stesso può essere riscaldato, nel qual caso la superficie di lavoro è fatta con uno strato di acciaio che può essere riscaldato elettricamente. Le pareti laterali del contenitore dello stampo presentano delle aperture per consentire l'inserimento del componente in lavorazione.

Durante l'operazione di stretch forming la parte in lavorazione è riscaldata a temperature nell'intervallo di 680-760°C. Pertanto, lo stampo è costruito di materiali o combinazioni di materiali termicamente isolati in modo da resistere al riscaldamento derivante dal contatto con la parte in lavorazione, rimanendo dimensionalmente stabile ad alta temperatura e minimizzando l'assorbimento di calore derivante dalla parte in lavorazione. È preferibile che lo stampo sia un isolante elettrico in modo che le correnti di riscaldamento per resistenza non fluiscano dalla parte in lavorazione nello stampo stesso.

Nella Fig. 3.7 è mostrato un profilato montato all'inizio del processo e, dal momento che lo stesso è elettricamente isolato dalla macchina di formatura, può essere riscaldato usando un sistema di resistenze elettriche posizionando un connettore elettrico (#64) su ciascuna estremità del pezzo stesso.

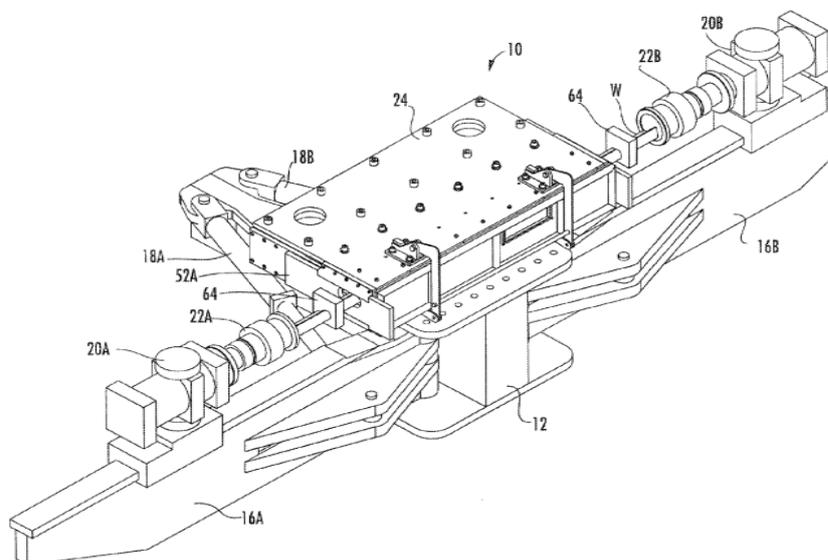


Fig. 3.7 – Vista prospettica della macchina di HSF con un profilato caricato e pronto ad essere formato (Cyril Bath patent)

Termocoppie opportunamente disposte permettono di controllare i valori di temperatura della parte dando segnali di ritorno al sistema di controllo che adegua le velocità di riscaldamento in modo che lo stesso sia rapido ma uniforme. Allo stesso modo il sistema di controllo permette di ritardare l'erogazione di corrente una volta che la parte raggiunge la temperatura operativa. Il sistema di controllo consente aggiustamenti automatici se durante il ciclo di formatura ci sono variazioni di temperatura della parte in lavorazione.

La Fig. 3.8 presenta la posizione delle parti componenti la macchina al termine del processo di formatura per stiramento quando il componente assume la curvatura finale.

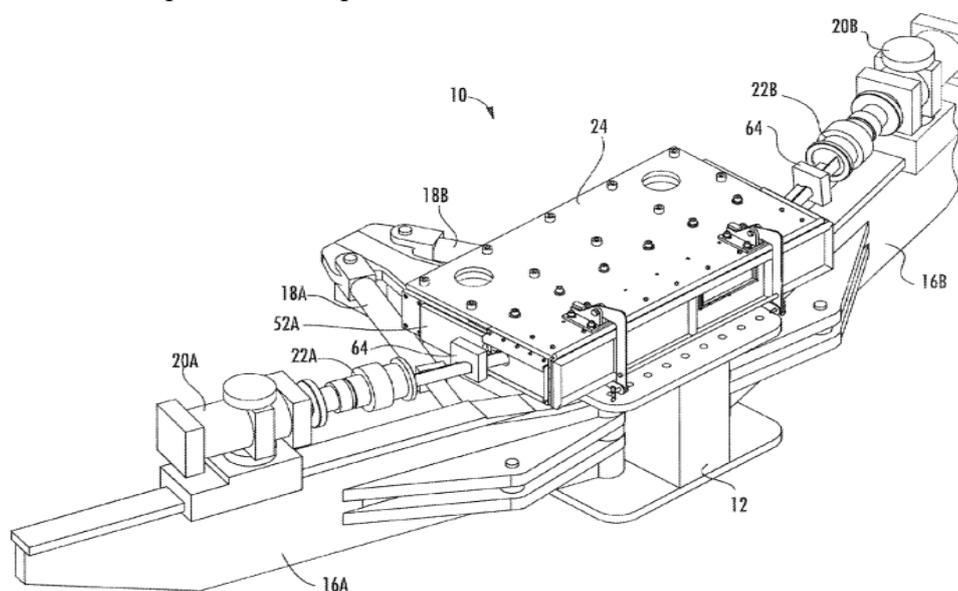


Fig. 3.8 – Vista prospettica della macchina di HSF con la parte completamente formata (Cyril Bath patent)

Problema principale per il processo HSF era la messa a punto di tecniche di riscaldamento efficienti ed il controllo della temperatura durante l'operazione di formatura ed il successivo raffreddamento. Infatti, il processo implica **quattro fasi** fondamentali:

- **ciclo di riscaldamento iniziale** per raggiungere una temperatura uniforme compresa fra 680°C e 760°C;
- **formatura per stiramento** per ottenere il contorno della parte desiderata;
- **processo di creepforming** per minimizzare le tensioni residue e stabilizzare il profilo della parte desiderata;
- **raffreddamento controllato**.

Notiamo che, nella lavorazione per HSF di profilati rullati a caldo, queste quattro fasi sono generalmente precedute da un'operazione di **raddrizzamento per stiramento a caldo**. È questa una criticità importante perché variazioni geometriche significative delle parti potrebbero causare un danneggiamento dello stampo se tali parti venissero forzate inizialmente contro lo stesso. L'operazione di raddrizzamento per stiramento a caldo viene realizzata applicando una sollecitazione di circa 28 MPa ad una temperatura di 538°C con la parte in ambiente aperto. L'allungamento totale è approssimativamente del 2%.

Dopo questa fase di pre-stiramento, inizia quella di **formatura** vera e propria. Il profilato da formare è caricato nell'attrezzo con le estremità, sporgenti dallo stampo, afferrate dalle ganasce. Viene fatta passare a questo punto corrente nella parte in lavorazione, in modo da riscaldarla per effetto Joule; una volta raggiunta la temperatura di 677°C gli attuatori di tiro, applicando una sollecitazione di 48 MPa, stirano longitudinalmente la parte in lavorazione fino alla posizione desiderata (Fig. 3.9).

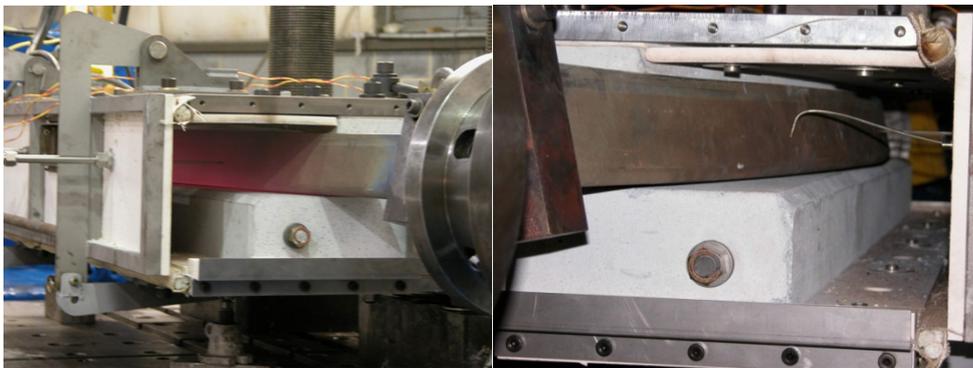


Fig. 3.9 – Dettagli dell'effetto Joule indotto nella parte (sx.) e del connettore di ingresso corrente e posizionamento termocoppia (dx.) (Cyril Bath courtesy)

La variazione dell'allungamento e la diminuzione della resistenza allo snervamento con la temperatura della parte fino al raggiungimento della zona di formatura sono riportate nelle Fig. 3.10 – 3.11 rispettivamente.

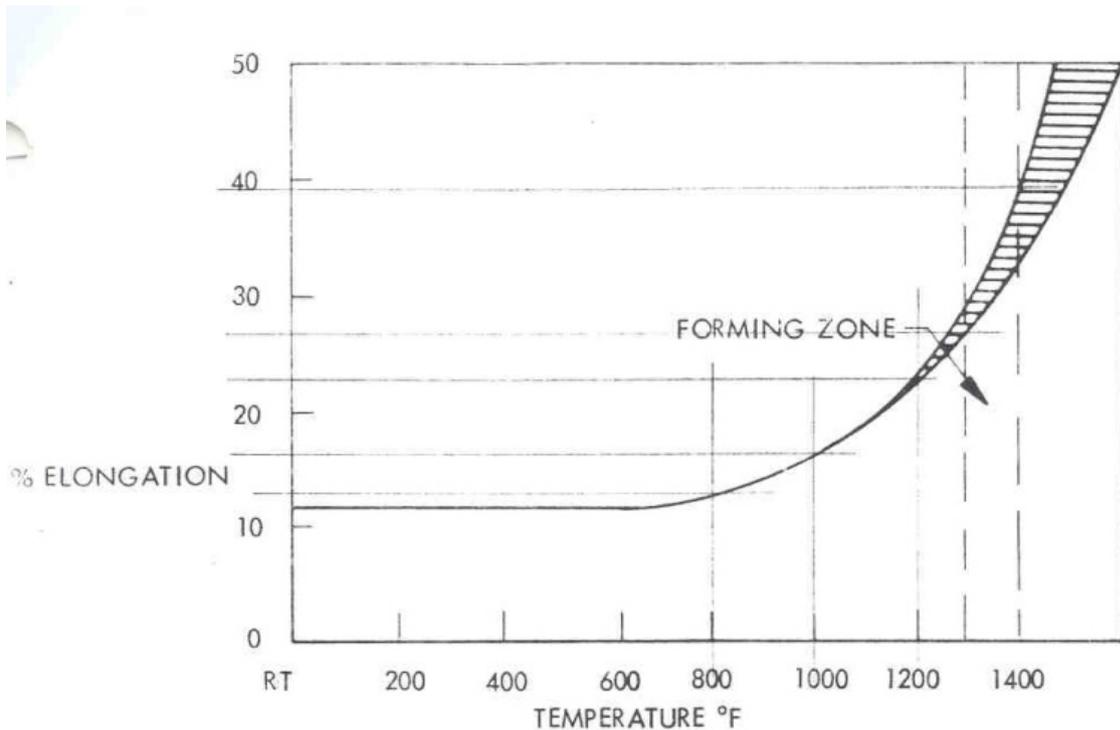


Fig. 3.10 – Allungamento a rottura in funzione della temperatura di formatura per la Ti-6Al-4V ricotta (Boeing courtesy)

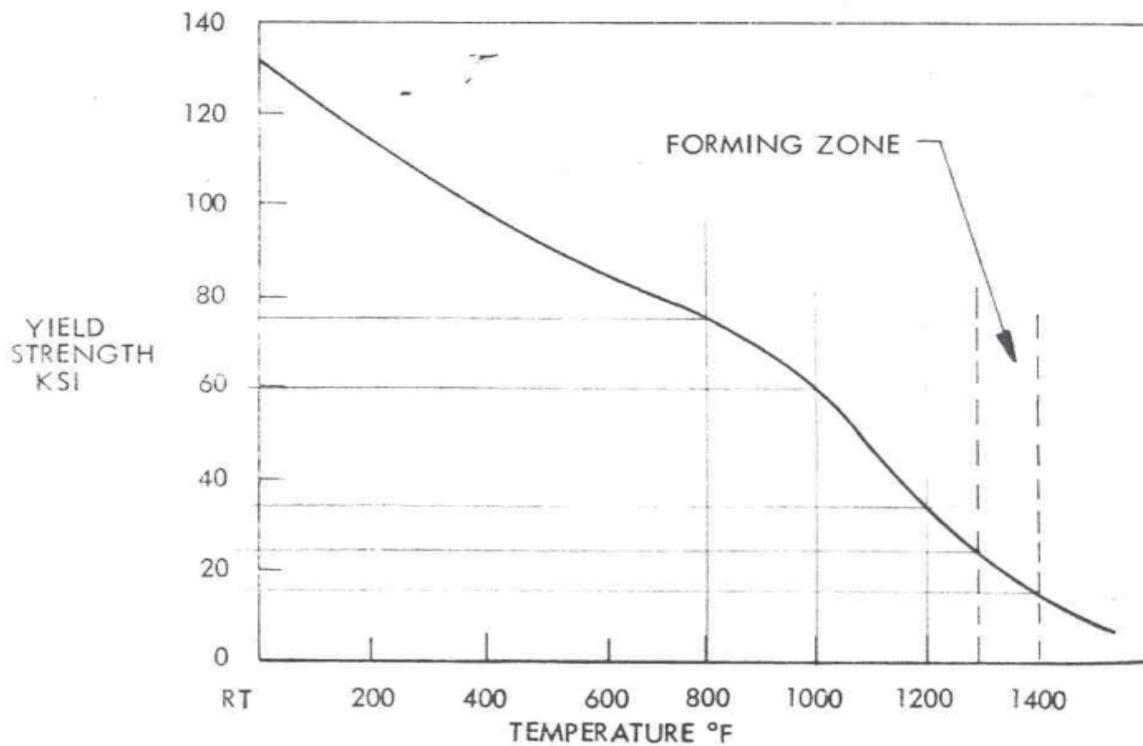


Fig. 3.11 – Resistenza allo snervamento in funzione della temperatura di formatura per la Ti-6Al-4V ricotta (Boeing courtesy)

Una volta che si è nell'intervallo 680-760°C, come deducibile da queste figure, il titanio non ha più sufficiente resistenza allo snervamento e può essere formato in geometrie complesse. Inoltre questa temperatura di formatura è sufficientemente lontana dal β transus per cui non c'è alterazione della microstruttura del profilato di partenza.

I valori di temperatura forniti dalle termocoppie, opportunamente posizionate nello stampo, permettono di ottenere un controllo continuo della velocità di riscaldamento fino a raggiungere il valore di temperatura desiderato per la formatura. Questa velocità di riscaldamento è determinata tenendo conto della sezione trasversale della parte e della sua lunghezza, come pure dei segnali di ritorno delle termocoppie. Quando la temperatura di lavoro è stata raggiunta, l'operazione di formatura può cominciare. A questo punto gli attuatori di formatura fanno ruotare i bracci della macchina verso l'interno in modo da spingere la parte in lavorazione contro lo stampo, con la temperatura di lavoro opportunamente controllata. L'entità dello stiramento, della permanenza nelle varie posizioni, delle variazioni di temperatura sono tutte tenute sotto controllo dal sistema durante l'intero processo di formatura. Quando i sensori di posizione indicano che la parte è arrivata nella posizione finale contro lo stampo, il controllo mantiene la parte in posizione sempre sotto tiro mentre continua a riscaldare.

Per garantire la perfetta corrispondenza della parte con la superficie dell'attrezzo di forma e rilasciare le tensioni residue, si ricorre, a questo punto, a un trattamento di **creepforming**. La temperatura viene mantenuta allo stesso valore di quella di formatura ed il tiro scende gradualmente in modo da mantenere un allungamento costante e indurre una formatura per scorrimento. In questa fase la sollecitazione di tiro viene ridotta a 9,2 MPa.

Il **raffreddamento** della parte è realizzato ad una velocità più bassa di quella del raffreddamento naturale continuando a riscaldare attraverso la sorgente di energia elettrica. Una volta arrivati al valore fissato di temperatura, la forza di tiro sulla parte viene rilasciata ed il flusso di corrente arrestato. A questo punto l'attrezzo viene aperto e la parte formata viene estratta. I tempi del ciclo variano a seconda delle parti ma generalmente sono compresi fra le 2-3 ore per completare il processo. La Fig. 3.12 riporta lo schema di un ciclo completo di HSF.

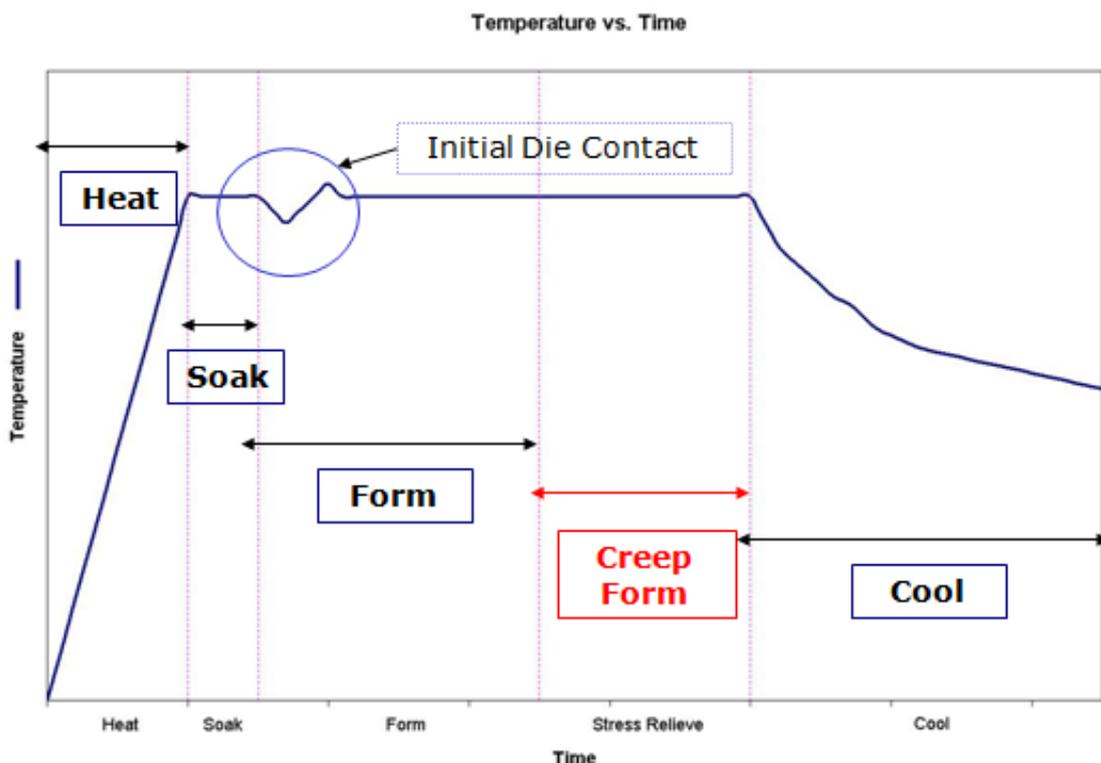


Fig. 3.12 – Ciclo di HSF (Cyril Bath courtesy)

La Fig. 3.13 riporta la variazione del carico di tiro applicato alla parte da formare durante l'intero ciclo di HSF.

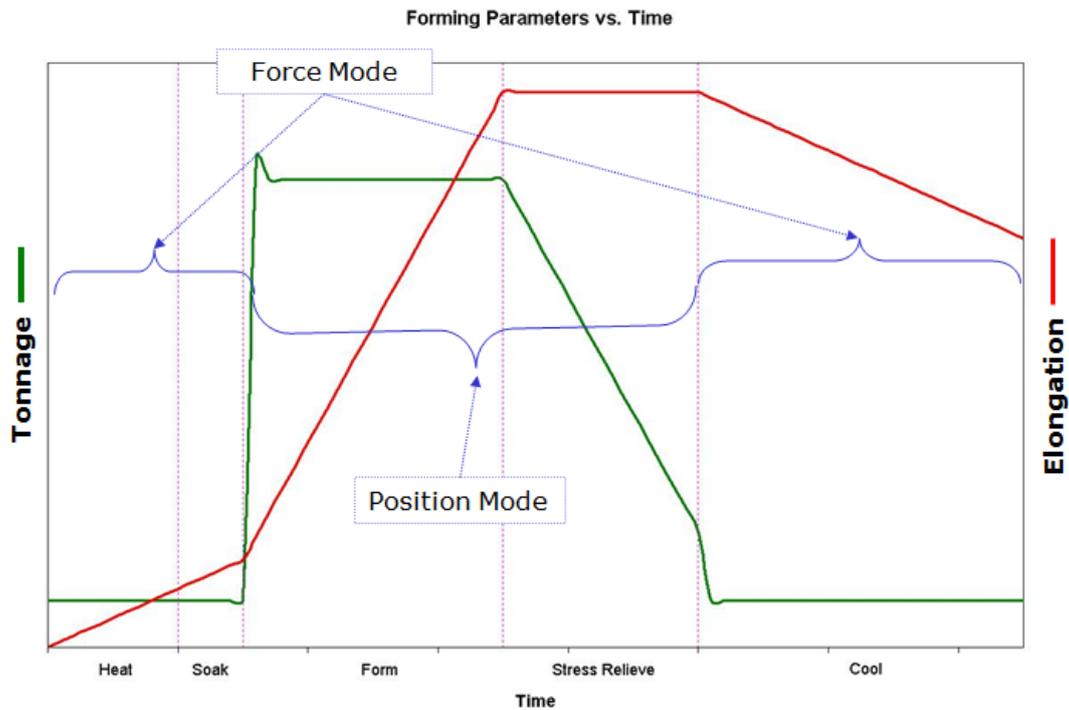


Fig. 3.13 – Profilo dei parametri dell'andamento dei carichi e dell'allungamento durante il ciclo di HSF (Cyril Bath courtesy)

La Fig. 3.14 mostra la sequenza delle operazioni descritte per la formatura per stiramento a caldo di un profilato in titanio ad L.

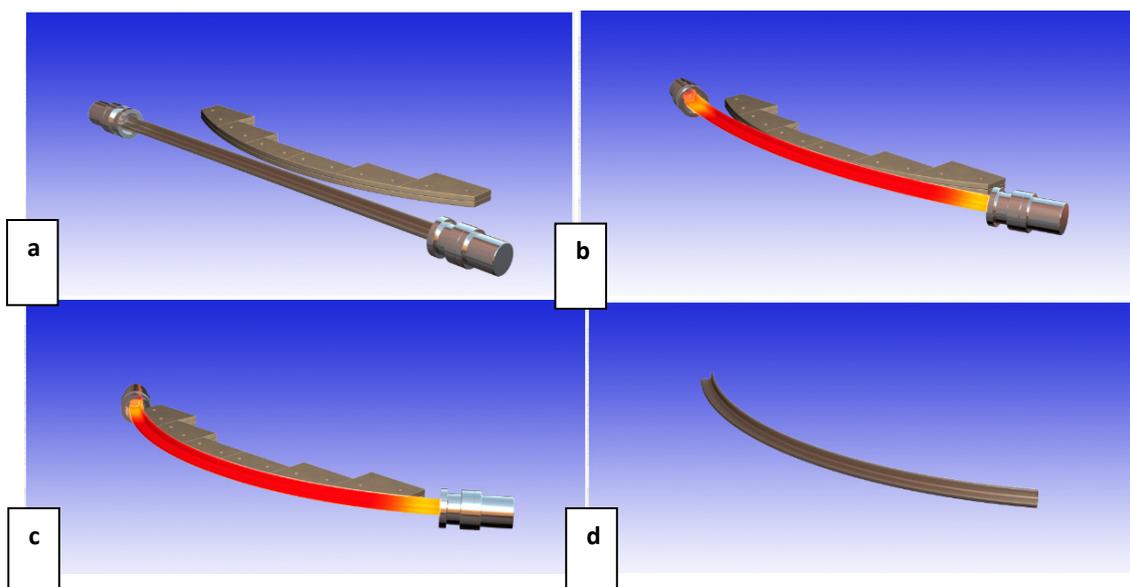


Fig. 3.14 – Processo HSF per un profilato ad L in titanio (Cyril Bath courtesy)

Il processo di HSF è reso possibile da una stretta integrazione fra i requisiti da definire nella fase progettuale ed i requisiti di fabbricazione. Infatti vanno fissati in fase progettuale il materiale e la

configurazione della parte, le tolleranze da rispettare durante la formatura, oltre che il sovrametallo da lasciare per permettere la lavorazione alla geometria finale. Sempre in fase progettuale vanno individuati i parametri chiave del processo, quali i valori di temperatura da misurare con termocoppie o sistemi all'infrarosso, i valori delle sollecitazioni di formatura ad elevata temperatura e quelli di allungamento. Questi requisiti preparano la fase di fabbricazione che deve innanzitutto sviluppare il programma di movimentazione e controllo della macchina e definire i requisiti di controllo e la sequenza delle operazioni.

I **benefici** della **tecnologia HSF** si possono sintetizzare nei seguenti punti:

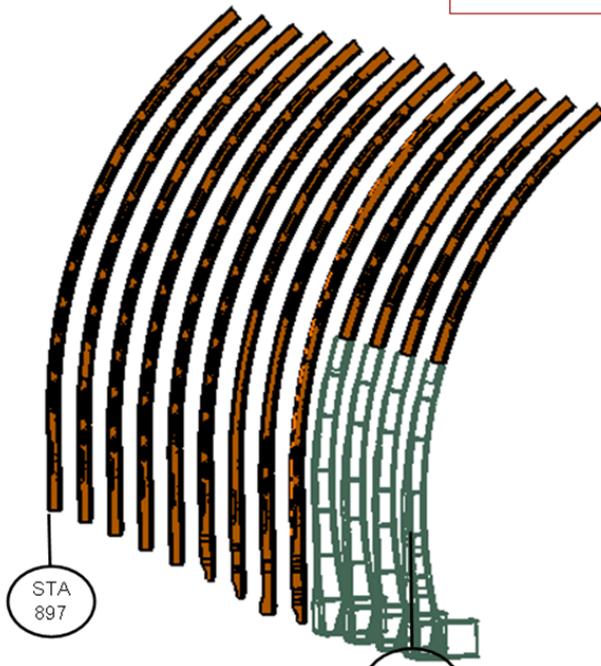
- **ridotto peso di titanio richiesto per fabbricare le parti(rapporto buy-to-fly);**
- **ridotto tempo di lavorazione di macchina per ogni singola parte;**
- **processo ripetibile con i parametri chiave registrati per ciascuna parte, inclusi i diagrammi di temperatura.**

È possibile ottenere un rapporto buy-to-fly di 4:1 che si confronta molto positivamente con quello relativo alla stessa parte prodotta per asportazione di truciolo dove si può avere un valore medio del rapporto buy-to-fly pari a 40:1. Il risultato del processo sono quindi profilati curvi a geometria quasi finita (near net shape) pronte per la lavorazione di macchina finale e la finitura.

Descrizione del componente studiato

Al fine di conferire maggiore rispondenza alla realtà industriale ed alle esigenze dei produttori di aerei a questa tesi è deciso di studiare un componente del velivolo Boeing 787, che costituisce la piattaforma di riferimento per lo studio delle nuove tecnologie di lavorazione del titanio. Una tale scelta è stata fatta anche perchè il Boeing 787 è l'aereo civile per la cui costruzione è impiegata la quantità maggiore di titanio e quindi è l'aereo che annovera il maggior numero di componenti in titanio. Il componente scelto è una C-side frames della sezione 44 di fusoliera all'accoppiamento con il tronco centrale dell'ala nel velivolo Boeing 787 in corrispondenza della zona del Side of Body, cioè la carenatura fra ala e fusoliera, in particolare la STA 897 indicata in figura 3.15. In figura 3.16 è riportata una foto della sezione di fusoliera in cui è montato il componente mentre figura 3.17 è una foto reale dello stesso componente.

Section 44 Side Frames



Station	MAKE FROM P/N	DETAIL PART P/N
897	444Z5000-35 / 36	441Z3101-3 / 4
921	444Z5000-37 / 38	441Z3102-3 / 4
945	444Z5000-39 / 40	441Z3103-3 / 4
969	444Z5000-41 / 42	441Z3104-3 / 4
993	444Z5000-43 / 44	441Z3105-3 / 4
1017	444Z5000-45 / 46	441Z3106-3 / 4
1041	444Z5000-47 / 48	441Z3107-3 / 4
1065	444Z5000-51 / 52	441Z3109-3 / 4
1089	444Z5000-49 / 50	441Z3108-3 / 4
1113	444Z5000-53 / 54	441Z3110-3 / 4
1137	444Z5000-55 / 56	441Z3111-3 / 4
1161	444Z5000-57 / 58	441Z3112-3 / 4
1185	444Z5000-59 / 60	441Z3113-5 / 6

Figura 3.15 – Posizionamento della STA 897 all'interno della sezione 44 della fusoliera.



Figura 3.16 – Sezione 44 della fusoliera del Boeing 787 (Boeing courtesy).



Figura 3.17 – Macrografia della side frame STA 897.

Tale componente è realizzato mediante processo HSF partendo da una barra rullata a caldo avente già la sezione desiderata, prima di essere posto in esercizio tale componente viene lavorato per asportazione di truciolo fino ad ottenere la geometria finale. Il semilavorato di partenza è un profilo rullato a caldo, ricotto per due ore alla temperatura di 1300°F (704°C) e raffreddato in aria, successivamente formato a caldo dalla Cyril Bath alla geometria richiesta secondo il ciclo di HSF precedentemente descritto.

Per le attività di questa tesi si lavorerà sul componente dopo il processo HSF e prima che venga lavorato di macchina. Una tale scelta sia perché le lavorazioni di macchina non costituiscono oggetto di interesse per questo progetto sia perché i disegni finali dei componenti sono coperti da brevetto e di proprietà di Boeing. Il componente è stato realizzato da Cyril Bath nella sua sede operativa di Monroe (North Carolina, The United States of America). il processo di HSF, eseguito mediante la macchina riportata in figura 3.18, consta di 4 fasi principali:

- ciclo di riscaldamento iniziale per raggiungere una temperatura uniforme compresa fra 680°C e 760°C;
- formatura per stiramento per ottenere il contorno della parte desiderata;
- processo di creepforming per minimizzare le tensioni residue e stabilizzare il profilo della parte desiderata;
- raffreddamento controllato.

Il profilato da formare è caricato nell'attrezzo con le estremità, sporgenti dallo stampo, afferrate dalle ganasce. Viene fatta passare a questo punto corrente nella parte in lavorazione in modo da riscaldarla per effetto Joule, mentre gli attuatori di tiro stirano longitudinalmente la parte in lavorazione fino alla posizione desiderata. I valori di temperatura forniti dalle termocoppie, opportunamente posizionate nello stampo, permettono di ottenere un controllo continuo della velocità di riscaldamento fino a raggiungere il valore di temperatura desiderato per la formatura. Questa velocità di riscaldamento è determinata tenendo conto della sezione trasversale della parte e della sua lunghezza, come pure dei segnali di ritorno delle termocoppie. Quando la temperatura

Il lavoro è stata raggiunta, l'operazione di formatura può cominciare. A questo punto gli attuatori di formatura fanno ruotare i bracci della macchina verso l'interno in modo da spingere la parte in lavorazione contro lo stampo, con la temperatura di lavoro opportunamente controllata. L'entità dello stiramento, della permanenza nelle varie posizioni, delle variazioni di temperatura sono tutte tenute sotto controllo dal sistema durante l'intero processo di formatura. Quando i sensori di posizione indicano che la parte è arrivata nella posizione finale contro lo stampo, il controllo mantiene la parte in posizione sempre sotto tiro mentre continua a riscaldare. Per garantire la perfetta corrispondenza della parte con la superficie dell'attrezzo di forma e rilasciare le tensioni residue, la parte è mantenuta a temperatura per un certo tempo in modo da indurre una formatura per scorrimento (creepforming). Il raffreddamento della parte è realizzato ad una velocità più bassa di quella del raffreddamento naturale continuando a riscaldare attraverso la sorgente di energia elettrica. Una volta arrivati al valore fissato di temperatura, la forza di tiro sulla parte viene rilasciata ed il flusso di corrente arrestato. A questo punto l'attrezzo viene aperto e la parte formata viene estratta. I tempi del ciclo variano a seconda delle parti ma generalmente sono compresi fra le 2-3 ore per completare il processo.

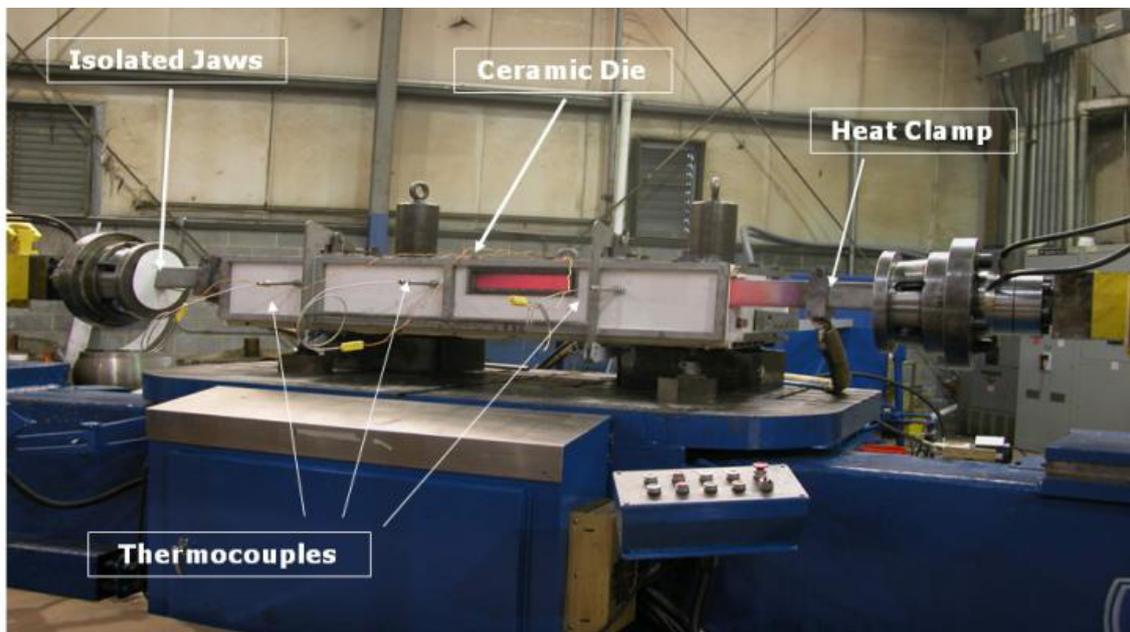


Figura 3.18 – Macchina di Hot Stretch Forming in Cyril Bath (Cyril Bath courtesy)

Da ultimo si riportano indicazioni di massima del ciclo di stiratura specifico subito dal componente in esame in modo da permettere una migliore affinatura del modello software. I dati geometrici rilevati all'inizio ed alla fine della fase di formatura sono indicati in corrispondenza di sezioni trasversali posizionate ad una distanza di 10 pollici (254 mm) fra loro, come indicato in figura 3.19.

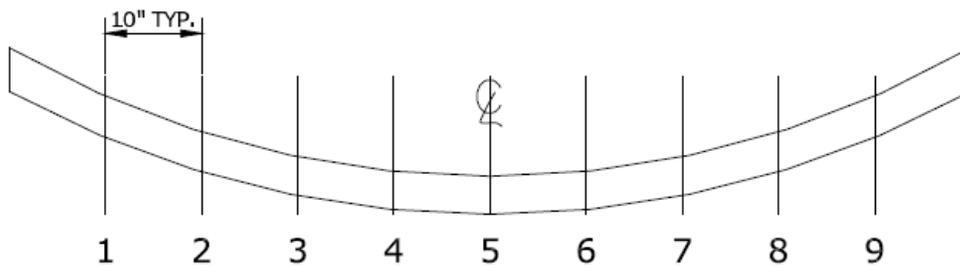


Figura 3.19 – Sezioni del profilato in cui sono stati rilevati i dati geometrici prima e dopo il processo di formatura.

Il profilato è stato formato pre-stirandolo con un tiro di 3 tons (2,7 t) durante il riscaldamento. Una volta raggiunta la temperatura di 1250°F (677°C), si è atteso un certo tempo per consentire che la stessa si distribuisse uniformemente, prima di spingere il profilato contro lo stampo. Trascorsi 2000 s dall'inizio del processo, il profilato si è allungato di 0,36 in (9,14 mm) con una velocità di deformazione di 0,01 in/s (0,25 mm/s), ed il tiro raggiunge un valore massimo di 6,7 tons (6 t). Nei successivi 1200 s, durante i quali il profilato è tenuto in posizione contro lo stampo, il carico si è ridotto approssimativamente ad 1 ton (0,9 t). Una volta che la formatura è stata completata, il profilato è stato tenuto in controllo del tiro, oscillante in prossimità di 1 ton (0,9 t), mentre lo stesso è stato raffreddato fino a 900°F (482°C) ad una velocità di raffreddamento di 150°F/h (66°C/h). A questo punto è stata sospesa l'alimentazione all'unità di riscaldamento elettrico a resistenza ed il profilato è stato fatto raffreddare fino a 600°F (316°C) per i successivi 15 min. Quindi le ganasce sono state aperte ed il profilato rimosso dallo stampo.

Si riportano di seguito le figure 3.20 e 3.21 relative ai dati sperimentali rilevati sul profilato.

Initial (straightened) Part Data

Length (In) 98.1875

Pos	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Angles	76.9	75.5	76	75	74	74.3	74.1	75.1	76.2

Final (formed) Part Data

Length (In) 100.4375

Angles	76.9	75.4	75.6	73.9	73.1	73.2	73.1	74.1	75.7
Change in Angle	0	-0.1	-0.4	-1.1	-0.9	-1.1	-1	-1	-0.5

Avg Part Radius 105.4 in

Avg Bow 0.32 in Part supported at posn 2 & 8 and measured at posn 5

Avg Twist 0.03 in Difference at back of short flange between posn 2 and 8

Figura 3.20 – Dati geometrici ricavati prima e dopo la formatura sul componente nelle sezioni esplicitate in figura 3.19 (Cyril Bath Courtesy).

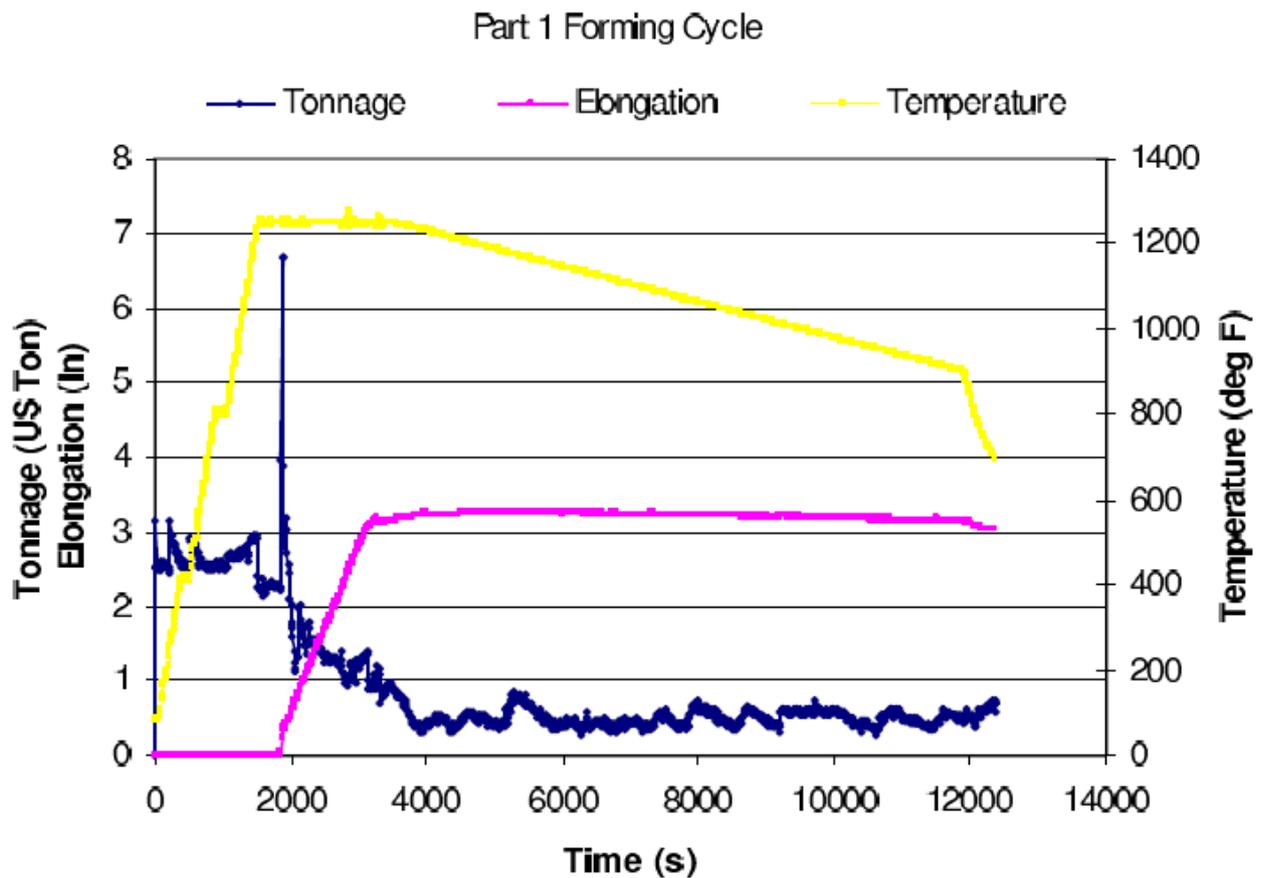


Figura 3.21 – Diagramma dei carichi, degli allungamenti e delle temperature rilevati durante il ciclo di formatura sul componente (Cyril Bath Courtesy).

Da ultimo, nelle figure 3.22 e 3.23, è riportata la geometria del componente studiato.

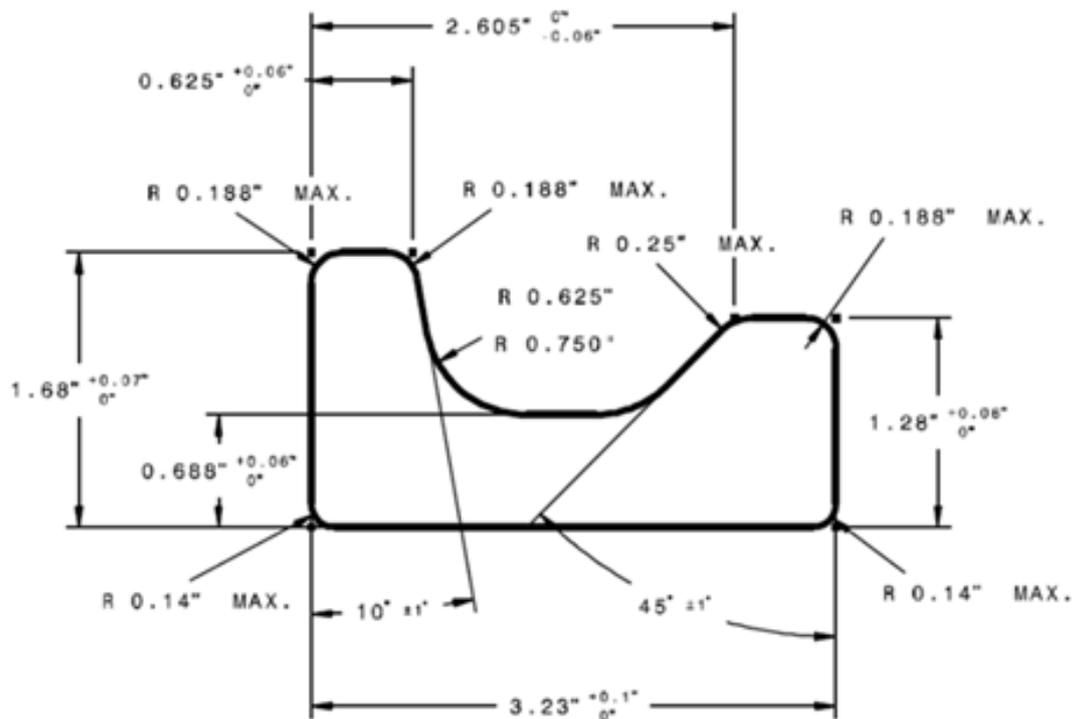


Figura 3.22 – Vista in sezione del componente

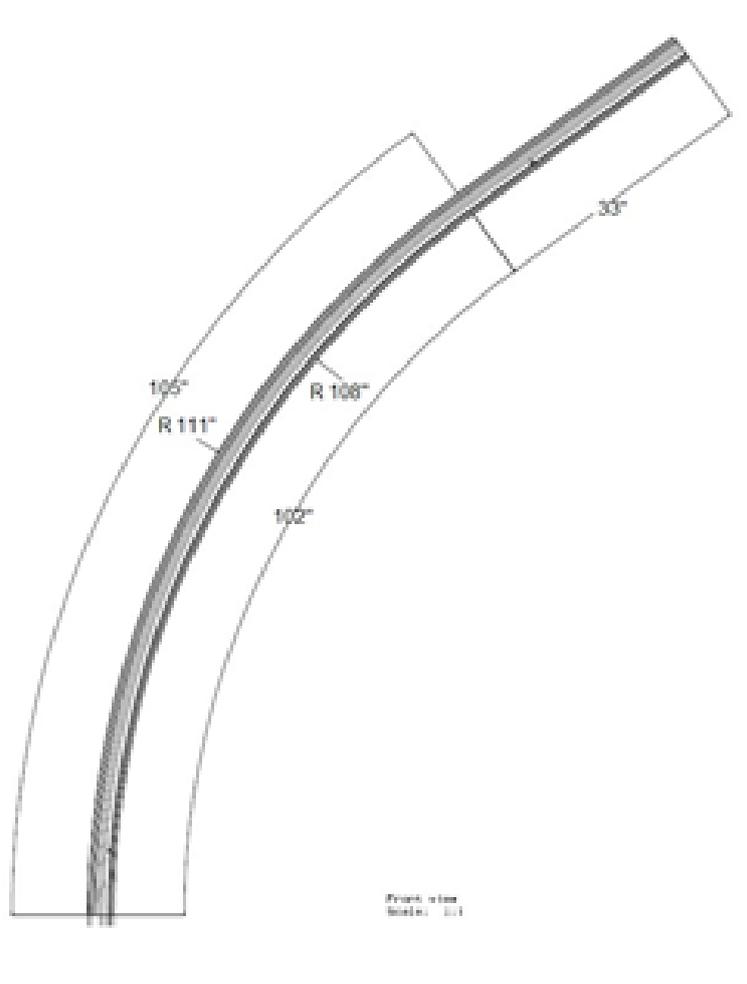


Figura 3.23 – Profilolongitudinale del componente

CAPITOLO 4 – Materiali e Metodi

In questo capitolo verranno presentate e descritte le prove effettuate sul componente oggetto di questo studio. Attraverso tali prove si vuole caratterizzare completamente il componente, sia dal punto di vista meccanico che da quello elettrochimico, al fine di poter confrontare le prestazioni offerte dal componente realizzato mediante hot stretch forming con quelle fornite da un componente realizzato con tecnologie convenzionali, ad esempio asportazione di truciolo. Tale fase di caratterizzazione è di vitale importanza per una tecnologia che si vuole impiegare in campo aeronautico in quanto in questo settore le prestazioni richieste ai componenti sono molteplici e i requisiti molto stringenti. Di seguito quindi vengono riportate nel dettaglio le prove effettuate, indicando le modalità di prova e spiegando la base scientifica e le motivazioni che hanno determinato la scelta dell'esecuzione delle suddette prove.

4.1 Prove di microdurezza

La **durezza** di un materiale è generalmente definita come la resistenza che esso oppone alla penetrazione di un altro corpo di durezza maggiore e di definita geometria, al quale è applicato lentamente un determinato carico nella direzione perpendicolare alla superficie da esaminare.

Per i materiali metallici la durezza è indicativa della loro resistenza alla deformazione plastica permanente ed è empiricamente correlabile al loro carico di rottura.

Le prove più semplici e rapide di durezza si basano sulla misura di un'impronta lasciata sulla superficie del saggio da un penetratore di geometria standard adeguatamente caricato. Si ottengono delle impronte permanenti che hanno la particolarità di essere geometricamente simili al variare della profondità di penetrazione, ovvero al variare del carico di prova. L'estensione di queste impronte (cioè l'area misurata dopo aver rimosso il carico) consente il computo diretto del valore di durezza, intesa come pressione media esercitata dal penetratore sull'area dell'impronta.

Appartengono a questa classe le misure di durezza Brinell, Vickers, Rockwell e Knoop che si distinguono per il tipo di penetratore usato e per il carico applicato, nonché per la tecnica di rilevamento della dimensione dell'impronta lasciata sul saggio provato.

Delle prove citate la più versatile, precisa, non distruttiva (per le modestissime dimensioni dell'impronta) e valida in un intervallo di durezza praticamente illimitato è la **prova Vickers**.

In questa prova si adopera come penetratore una piramide di diamante a base quadrata, sotto un carico fisso F , e si misurano le diagonali dell'impronta lasciata; il carico deve raggiungere il suo valore massimo entro 10-15 s e permanere per un tempo altrettanto lungo prima di essere rimosso.

La durezza sarà data dall'equazione:

$$HV = \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{\theta}{2}}{d^2} = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2}$$

in cui F è il carico [kp], d è la media delle diagonali [mm], $\theta = 136^\circ$ è l'angolo interno della piramide.

Il simbolo HV senza ulteriori specificazioni indica che la prova è stata eseguita con $F = 30$ kp e durata di permanenza del carico 10-15 s; in condizioni di test diverse si pone alla destra di HV un indice che specifichi il carico impiegato e la durata di permanenza (ad esempio HV_{30/20} o HV_{5/15}).

La piramide Vickers, essendo adoperabile con carichi da 1 a 1000 g, viene usata per test di microdurezza, cioè per valutare la durezza di microcostituenti cristallini oppure la variazione di durezza all'interno di regioni molto piccole del pezzo, sfruttando le piccole dimensioni delle impronte.

Quindi le misure di microdurezza sono utili alla fine della caratterizzazione microstrutturale, in quanto correlabili alla durezza dei costituenti strutturali della lega in esame, a livello del grano cristallino.

Essendo la deformazione indotta sul provino determinata da una componente elastica e da una plastica, per piccoli valori del carico, l'impronta lasciata sul provino in seguito alla rimozione del carico imposto, ha dimensioni leggermente minori (la durezza misurata viene sovrastimata rispetto a quella reale). Nella prova Vickers unificata il recupero elastico è trascurabile per i valori più elevati del carico e delle dimensioni dell'impronta. La Fig. 4.1 mostra la diminuzione del valore della microdurezza all'aumentare del carico applicato sino a raggiungere un valore pari al valore della durezza Vickers unificata.

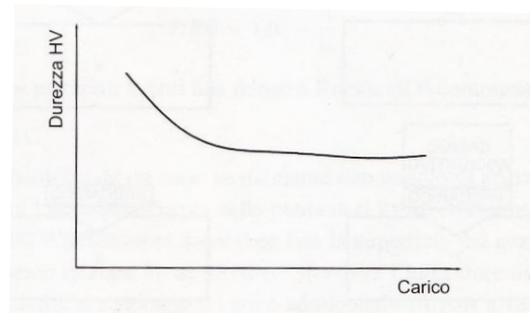


Fig. 4.1 – Variazione della microdurezza in funzione del carico applicato

È pertanto necessario che, nel riportare i valori della prova di microdurezza, il simbolo di durezza Vickers sia sempre seguito dal valore del carico applicato.

È da notare che questo tipo di prova, proprio perché lascia impronte molto piccole, risente molto dell'eterogeneità del campione di prova e risulta quindi alquanto laboriosa; infatti per garantire una sufficiente precisione, la superficie dev'essere adeguatamente lucidata (in modo da renderla il più regolare possibile) e la lettura dei diametri delle impronte dev'essere effettuata con un microscopio ottico ad almeno a 100 ingrandimenti.

Esecuzione delle prove di microdurezza

Le prove di microdurezza sono state eseguite su un provino ricavato sezionando la C-side frame in corrispondenza della zona rettilinea (Fig. 4.2), in modo da facilitare le operazioni di finitura necessarie per il posizionamento del campione sul piano di appoggio dello strumento e la successiva indentazione e misurazione.

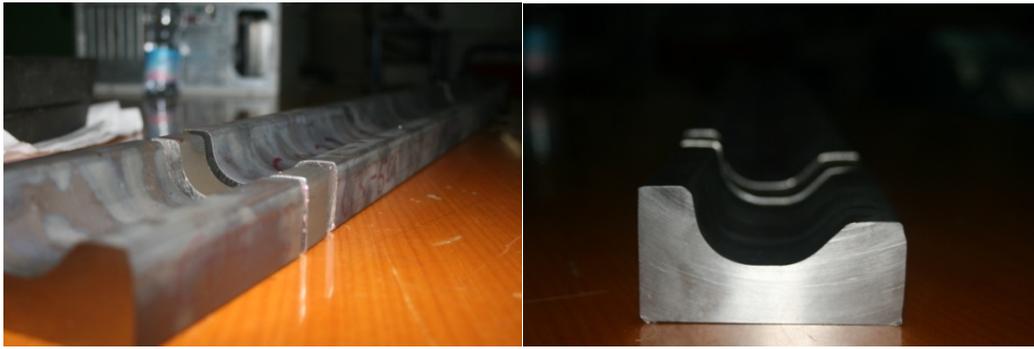


Fig. 4.2 – Provino estratto per l'esecuzione delle prove di microdurezza

Il sezionamento della frame è stato prima effettuato tramite sega a nastro e raffreddamento con fluido-lubrorefrigerante, finendo poi le superfici laterali del campione mediante taglio con troncatrice a disco, utilizzando un utensile rivestito di corindone (carburo di silicio), raffreddato con olio emulsionato. In tal modo non si sono apportate sulle superfici del campione modifiche metallurgiche dovute al calore generatosi per l'attrito e si è garantito il parallelismo delle facce laterali del campione ottenuto.

La superficie di prova del campione è stata successivamente finita mediante un'operazione di lucidatura che consiste nel trattare la superficie del provino con dischi di carta abrasiva di varia grana via via più sottile messi in rotazione a 150 rpm o a 300 rpm tramite il portadischi di una lappatrice.

Come è stato già evidenziato è necessario ottenere una superficie perfettamente liscia ed uniforme in quanto, nel caso delle prove di microdurezza, la dimensione media dell'impronta diventa confrontabile con quella del grano cristallino. La dimensione del provino non ha consentito l'inglobamento in cilindretti di resina, per cui le operazioni di lucidatura sono state eseguite in modalità manuale.

Nel caso in esame sono state utilizzate carte abrasive della Leco e della Buhler nella sequenza 180, 280, 320, 400 e 500 mesh. Ci si è fermati al valore indicato della grana più fine in quanto sufficiente per la finitura necessaria ad una prova di microdurezza. Non occorre infatti la finitura più spinta delle prove di analisi metallografica. Durante l'operazione di lucidatura viene mantenuto sul disco un velo di acqua per facilitare l'asportazione di calore generato dalla carteggiatura e assicurarne la pulizia. Terminata l'operazione di lucidatura, il provino è stato posizionato sulla tavola porta-pezzi del microdurometro per l'esecuzione delle misure di microdurezza.

Tali prove sono state eseguite utilizzando un peso di 200 g e sono state condotte lungo tre direzioni parallele posizionate nella parte centrale e nelle due laterali del provino come mostrato in Fig. 4.3. Lungo ciascuna di queste linee sono state fatte 20 misurazioni con una distanza tra due impronte successive di 0,5 mm, partendo ad una distanza di 0,5 mm dal bordo esterno. Il tutto nel rispetto delle norme ASTM che regolano l'esecuzione delle prove di microdurezza.

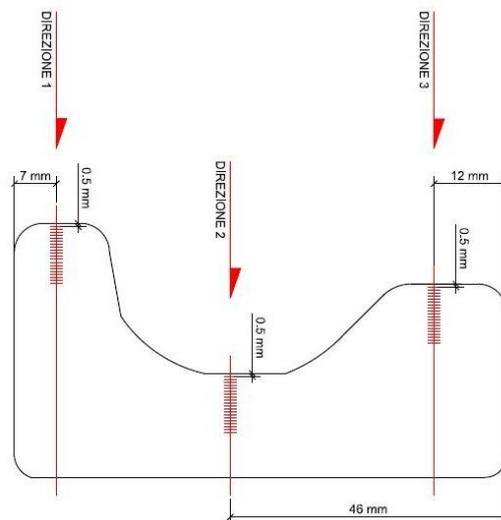


Fig. 4.3 – Punti di misurazione della microdurezza nella sezione della C-side frame

La penetrazione dell'indentatore nella superficie del campione è fatta automaticamente, come pure automaticamente sono regolati i tempi di permanenza e di rilascio del carico (sono stati impiegati 10 s in ciascuna delle due fasi). L'allineamento dei pesi di carico con il penetratore di diamante fornisce una precisa applicazione del carico. Una volta ottenuta l'impronta quadrata, si passa alla misurazione delle diagonali. Infatti la misurazione è fatta manualmente ed il valore della durezza è calcolato dal software a corredo della macchina. La determinazione può essere effettuata attraverso l'oculare regolando i margini mobili della scala graduata posizionandoli in corrispondenza delle estremità di ciascuna diagonale. Il misuratore digitale collegato al microscopio ottico restituisce la lunghezza direttamente in micrometri. La lettura del campo piatto del campione è fatta dall'obiettivo a 40x che riesce a leggere accuratamente l'impronta anche più piccola.

Alternativamente la lettura delle lunghezze delle diagonali dell'impronta può essere effettuata a monitor tramite il software dell'apparecchiatura. Infatti è possibile evidenziare in maniera netta l'immagine dell'impronta in modo da posizionare il puntatore in corrispondenza dei vertici della stessa tramite mouse. Il software restituisce anche in questo caso tutte le informazioni direttamente a schermo.

I valori ricavati sono stati quindi inseriti in un apposito foglio di lavoro Excel (tarato per il carico di prova utilizzato di 200 g) che ci restituisce direttamente il valore delle due diagonali, il loro rapporto e la microdurezza Vickers ricavata dalla singola impronta.

Le prove di microdurezza sono state eseguite utilizzando un microduremetro Micro-Vickers CV-400 DAT della Rupac, riportato in Fig. 4.4.

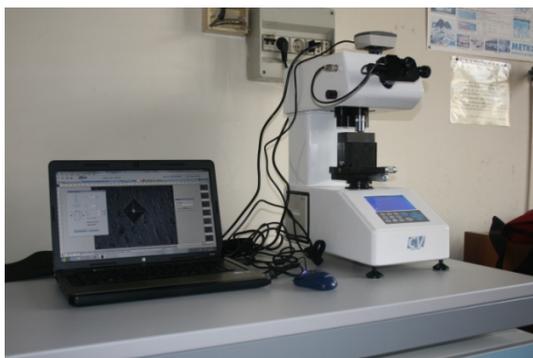


Fig. 4.4 - Microdurometro Micro-Vickers CV-400 DAT della Rupac

Per l'esecuzione delle suddette prove, l'apparecchiatura è corredata di pesi variabili fra 0,01 kp e 1 kp, di un oculare con ingrandimento 10x e di un misuratore digitale delle diagonali dell'impronta. Lo strumento è dotato di un meccanismo automatico a torretta per l'utilizzazione di obiettivi ottici diversi (10x, 40x), di un penetratore e di un accurato meccanismo di carico. Un ampio display LCD mostra le principali informazioni della prova effettuata, fra cui il carico applicato, la lunghezza delle diagonali ed i valori di durezza.

Sullo schermo compare anche il valore della resistenza a rottura, ma tale valore, è puramente indicativo in quanto non esiste un'esatta correlazione matematica con la misura di durezza.

Il microdurometro permette di effettuare misure di durezza Vickers e Knoop, rispondendo ai requisiti dei metodi di prova standardizzati dell'ASTM E-384 e ISO/DIS6507. È infine dotato di un sistema integrato di acquisizione delle immagini CMEX-5000 della Euromex, motorizzato per permettere il passaggio rapido della lettura dall'oculare allo schermo e viceversa.

Per la campagna di prove di microdurezza effettuata è stato utilizzato un penetratore di tipo Vickers, ovvero a forma piramidale a base quadrata. Quindi l'impronta da esso lasciata sulla superficie del materiale è pressoché quadrata e le dimensioni di questa aumentano all'aumentare della profondità di penetrazione e quindi del peso.

4.2 Osservazioni metallografiche

I metodi d'indagine propri della metallografia hanno lo scopo di approfondire la conoscenza delle proprietà intrinseche dei metalli come la microstruttura e le proprietà meccaniche e fisiche. L'indagine effettuata si poneva due obiettivi:

- verificare l'uniformità della struttura cristallina in sezioni rappresentative della configurazione complessiva della parte;
- caratterizzare la morfologia della struttura per dimostrarne la corrispondenza a quella del trattamento termo-meccanico complessivamente subito dalla parte.

Per avere informazioni che fossero complementari a quelle di microdurezza ai fini della caratterizzazione della parte, sono stati tagliati provini metallografici dalla sezione precedentemente ricavata, posizionati in corrispondenza delle stesse zone in cui sono state effettuate le prove di microdurezza. È stata prima effettuata una suddivisione nei sottocomponenti mostrati in Fig. 4.5.



Fig. 4.5 – Sezionamento campione in esame

Le due parti esterne sono state poi ulteriormente suddivise in senso longitudinale in modo da poterle inglobare in resina per la successiva preparazione per l'analisi metallografica. Sono quindi stati complessivamente ottenuti sei campioni secondo lo schema di Fig. 4.6.

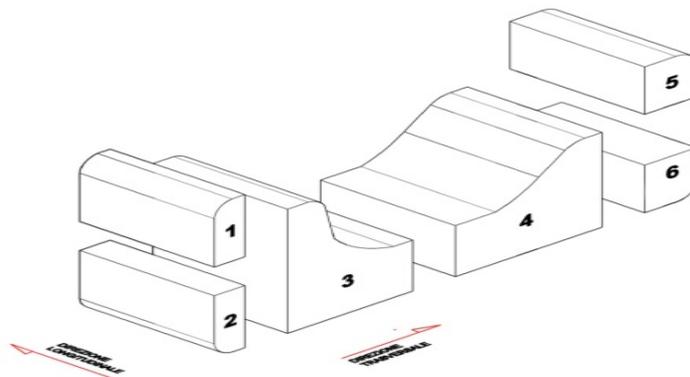


Fig. 4.6 – Schema orientazione provini metallografici

Da queste sezioni sono stati ricavati dei campioni da sottoporre ad analisi metallografica secondo le orientazioni longitudinale e trasversale (come rappresentato in Fig. 4.6) per verificare l'effetto del processo di deformazione complessivo sulla granulometria cristallina.

Al fine di poter procedere con l'analisi metallografica è stato necessario preparare le superfici da ispezionare. La preparazione delle superfici per l'ispezione visiva si compone di due parti: lucidatura a specchio ed attacco chimico.

Lucidatura

I campioni di dimensione più piccola (1-2-5-6) sono stati inizialmente inglobati in cilindretti di resina conduttiva mediante inglobamento a caldo. E' stato scelto questo tipo di resina perché consente di osservare i campioni al microscopio a scansione elettronica. Inglobare i provini nella resina consente sia di lucidare più rapidamente ed in maniera meglio controllata (in automatico), che di poter maneggiare più comodamente un campione di piccole dimensioni durante la fase di osservazione al microscopio.

A valle del processo di polimerizzazione della resina i provini inglobati sono stati lucidati mediante un'operazione che consiste nel trattare la superficie del provino con carte abrasive di varia grana secondo una sequenza prefissata. Nel caso in esame è stata utilizzata la sequenza 180, 320, 600, 1200, 2400 mesh. Segue poi un'operazione finale di lappatura con speciali paste diamantate.

La lucidatura inizia con la pulitura dei provini su di un piatto rotante a 150-300 rpm con carta abrasiva a numero di grit crescente (cioè grana sempre più fine), in modo da riuscire a ridurre gradualmente la rugosità superficiale.

Questa operazione è accompagnata da simultaneo raffreddamento e pulizia con acqua. Ad intervalli regolari di 1 minuto l'operazione viene interrotta per verificare lo stato della superficie trattata. Si passa alla carta successiva quando sono scomparse tutte le rigature lasciate dalla carta precedente. Il campione viene prima pulito per 3 minuti con una soluzione in bagno ultrasonico per evitare l'inglobamento di particelle abrasive staccatesi dalla carta, e poi riposizionato nella giostra dopo averlo ruotato di 90° rispetto alla posizione precedente.

La pulitura è seguita dalla lappatura su dischi ricoperti di panno vellutato, su cui viene spalmata una pasta diamantata di opportuna granulometria.

È stata impiegata una pasta diamantata da 6 µm su cui è stato spruzzato ad intermittenza un velo d'olio per circa 4 minuti. Segue un'ulteriore operazione di pulizia in bagno ultrasonico ed infine si passa alla pulitura finale utilizzando silice liquida distribuita sul panno di lappatura. Si sono mantenute le stesse velocità di rotazione del disco, ma la forza di tenuta è stata aumentata a 40 N. Infine segue un'ultima operazione di pulitura in bagno ultrasonico e di detersione delle superfici trattate con acqua distillata.

Per le loro dimensioni maggiori non è stato possibile inglobare in resina i provini 3 e 4. Tuttavia le superfici da esaminare al microscopio sono state lucidate seguendo la stessa procedura, mantenendo però a mano i provini in posizione sui piatti.

Attacco chimico

Al fine di rendere visibile al microscopio la microstruttura del titanio, dopo la fase di lucidatura viene effettuato l'attacco chimico della superficie da osservare mediante l'utilizzo di una soluzione acida. Nel nostro caso si è effettuato l'attacco mediante Kroll, un reagente composto al 2% da HF, 6% da HNO₃ e 92% da H₂O (percentuali volumetriche). L'attacco acido viene eseguito tenendo a contatto la superficie da osservare con la suddetta soluzione per 25 s, dopodiché si esegue un accurato lavaggio con acqua distillata ed un'asciugatura all'aria.

Costituenti microstrutturali di diverso potenziale elettrochimico sono attaccati dall'acido a velocità diverse e questo comporta contrasti microstrutturali. In un attacco chimico la soluzione acida reagisce con la superficie del campione attraverso una dissoluzione selettiva in base ai potenziali elettrochimici dei componenti costituenti la superficie stessa. La dissoluzione porta di conseguenza ad una rimozione di materiale specie nelle zone di bordo-grano andando così a mettere in evidenza la morfologia dei grani cristallini ed anche una loro eventuale orientazione: questo consente l'osservazione e l'analisi della microstruttura.

I provini così preparati sono stati osservati al microscopio a scansione elettronica a disposizione del laboratorio, in particolare un Hitachi TM 3000 corredato da sonda per le analisi di composizione EDX.

4.3 Caratterizzazione meccanica: prove di trazione statica

La prova di trazione misura le fondamentali proprietà meccaniche con cui si classificano, si designano e si scelgono i materiali. Consiste nel sottoporre una provetta, di forma e dimensioni opportune, ad un carico monoassiale di trazione applicato con velocità di incremento del carico o

dell'allungamento prestabilite dalle norme, relative al materiale, allo scopo di determinare le caratteristiche di *resistenza*, di *elasticità*, di *deformabilità*.

Il comportamento dei materiali alla sollecitazione di trazione statica dipende da:

- proprietà intrinseche dei componenti strutturali;
- dimensioni dei cristalli;
- distribuzione delle fasi e/o strutture;
- stato del materiale;
- temperatura.

Dunque a parità di composizione chimica potremmo avere risposte diverse. Il diagramma che si ricava da una prova di trazione è, dunque, la “carta d’identità” di un materiale.

Durante la prova si misura il valore del carico e la lunghezza del provino tramite rispettivamente una cella di carico e un estensimetro o un estensometro. I risultati potrebbero essere riportati in un diagramma carico-lunghezza ma in tal modo sarebbero influenzati, ad esempio, dal diametro del provino. Per svincolarsi dalla geometria e dalla dimensione del provino, quindi, si preferisce misurare durante la prova lo sforzo σ (stress o engineering stress) e la deformazione ϵ (strain o engineering strain) definibili rispettivamente come

$$\sigma = \frac{F}{S_0} [\text{N/mm}^2]$$

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_0} [\text{adimensionale}],$$

in cui S_0 è l’area della sezione del provino prima del test, L_0 è la lunghezza iniziale del provino e L quella durante la prova dopo che il carico F è stato applicato. Si usa anche:

$$A\% = \frac{\Delta L}{L_0} 100 = \epsilon 100.$$

In tal modo si ottiene la tipica curva sforzo-deformazione (stress-strain curve) di cui riportiamo un esempio in fig4.7.

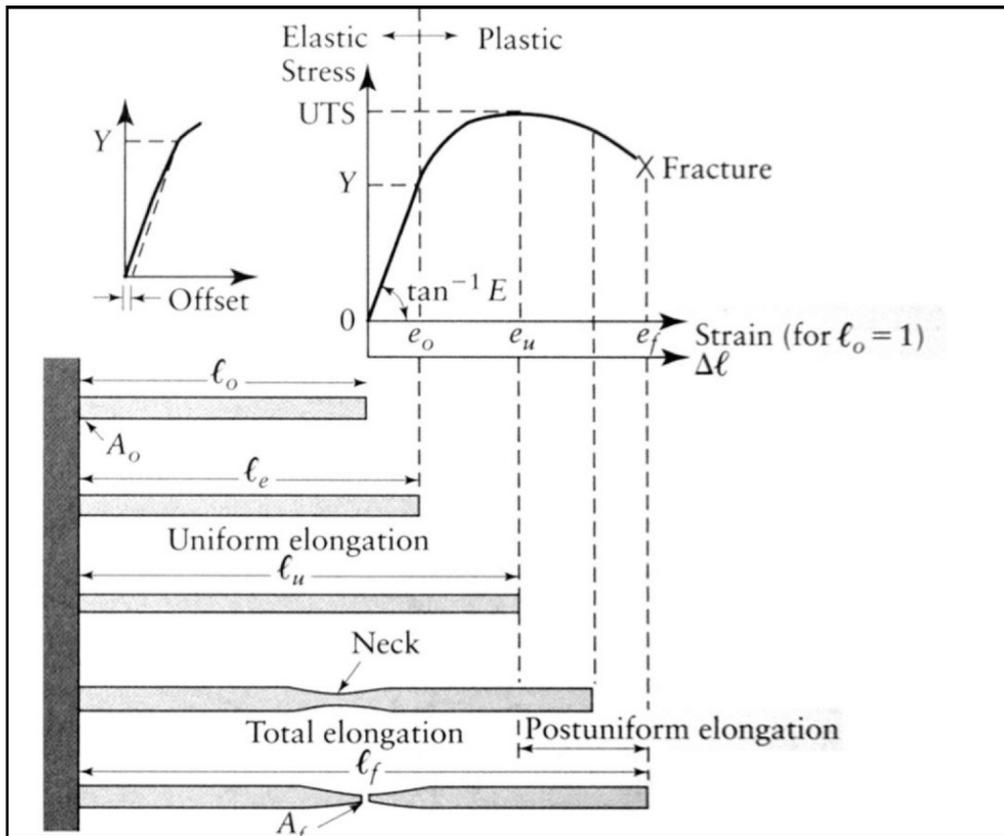


Figura 4.7: Tipico diagramma sforzo deformazione

È chiaro che questi diagrammi σ - ϵ sono fittizi perché S (generica area della sezione) e L (generica lunghezza del tratto utile) cambiano nel corso della prova. Una più accurata descrizione del comportamento di un materiale è fornita dalla curva sforzo-deformazione vera (true stress-strain curve) nella quale lo sforzo e la deformazione vengono calcolati in base, rispettivamente, alla sezione e lunghezza attuali del provino.

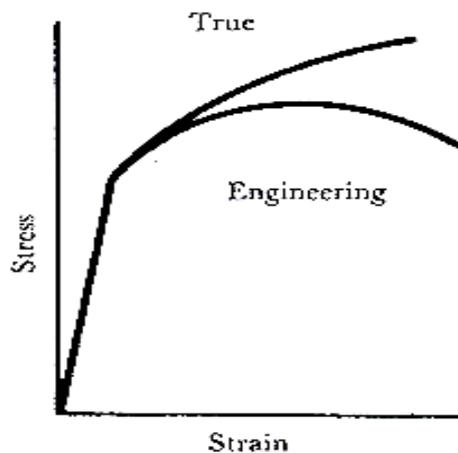


Figura 4.7: Confronto tra curva sforzo deformazione vera e ingegneristica

Si riporta qui di seguito in figura 4.8 un'analisi di nomenclatura.

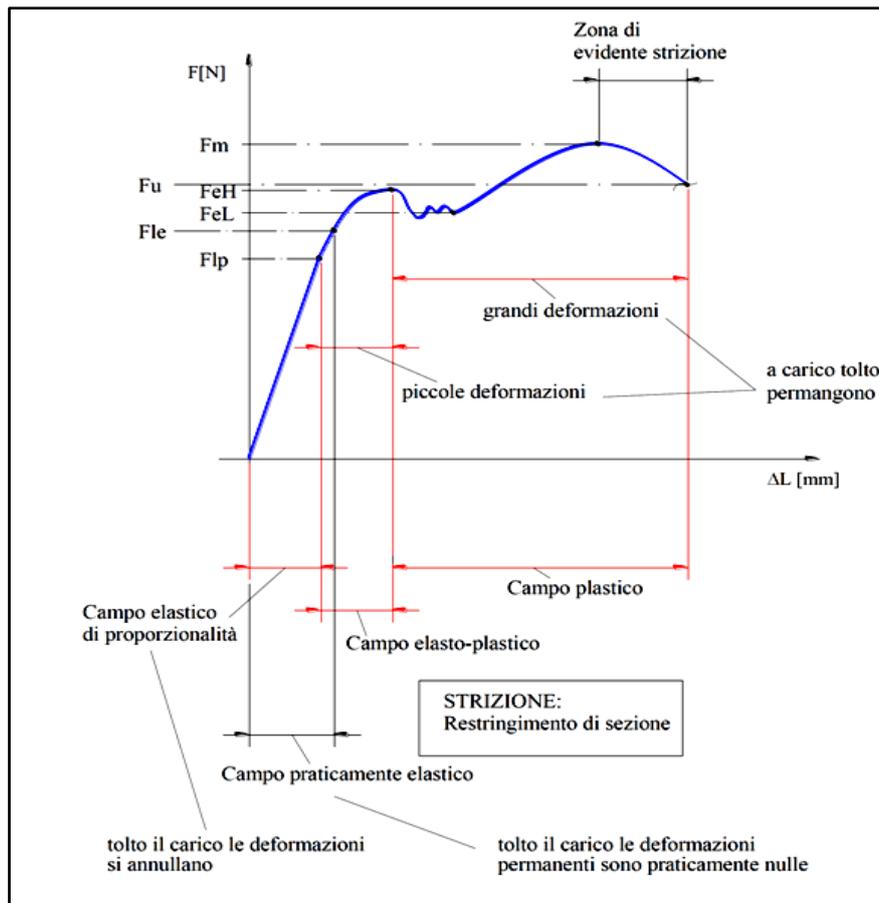


Figura 4.8 Nomenclatura usata nella prova di trazione

- F_{lp} [N; daN] carico (al) limite di proporzionalità;
- F_{le} [N; daN] carico (al) limite di elasticità;
- F_{eL} [N; daN] carico di snervamento inferiore;
- F_{eH} [N; daN] carico di snervamento superiore;
- F_m [N; daN] carico massimo.

Il comportamento in campo elastico è governato dalla legge di Hooke:

$$\sigma = E \varepsilon$$

dove $E = \sigma / \varepsilon$ viene detto Modulo di Young.

Poiché lo snervamento non sempre si manifesta (per esempio non compare affatto per gli acciai ad alta resistenza) o altri carichi quali F_{le} sono di difficile determinazione (per esempio per i materiali ad alta), si ricorre spesso alla determinazione di carichi convenzionali. Per esempio, si assume come σ_y quello che comporta una deformazione plastica dello 0,2%: esso viene determinato portando la parallela al tratto elastico iniziale della curva, in corrispondenza del valore $\varepsilon = 0,002$, e vedendo a quale valore dello stress corrisponde l'intersezione di tale retta con la curva.

Per quanto riguarda i provini usati durante il test, essi hanno generalmente tre tipi di teste (quadra, filettata o a spillo) ed una forma a "osso di cane", con una sezione più piccola nella parte centrale in modo da favorire la frattura lontano dalle zone di ammassaggio. Generalmente la scelta della forma dei provini è determinata dalla geometria del pezzo da analizzare, mentre le dimensioni sono stabilite da apposite norme.

Esecuzione delle prove

Le prove di trazione statica sono state eseguite seguendo la norma ASTM E 8.

Si è scelto di utilizzare provini cilindrici, realizzati mediante tornitura presso il laboratorio meccanico dell'Università.

Al fine di realizzare i provini, sono stati tagliati, dal tratto curvilineo centrale del C-side frame, tre pezzi di uguale lunghezza (figura 4.9a); in ciascun pezzo sono state individuate tre aree caratteristiche di spessore differente da cui ricavare i campioni (figura 4.9b). Si sono così ottenuti sei provini di diametro minore e tre di diametro maggiore, per un totale di nove.

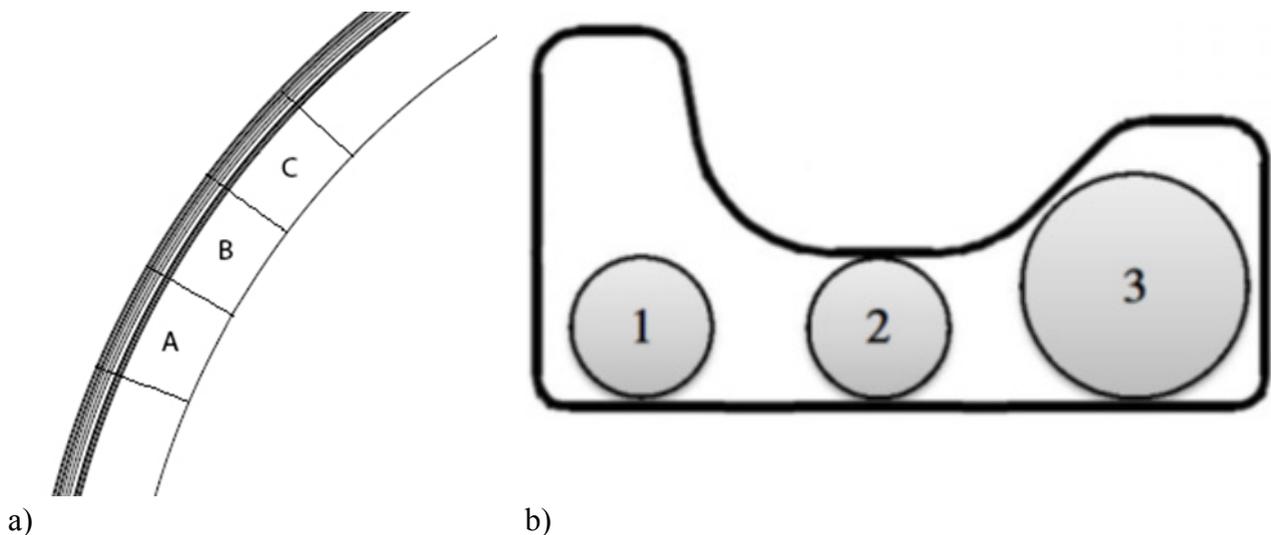


Figura 4.9 – Estrazione dei provini per le prove di trazione.

Nella figura 4.10 si riportano i provini individuati secondo la norma di riferimento e quelli realizzati per la prova di trazione.

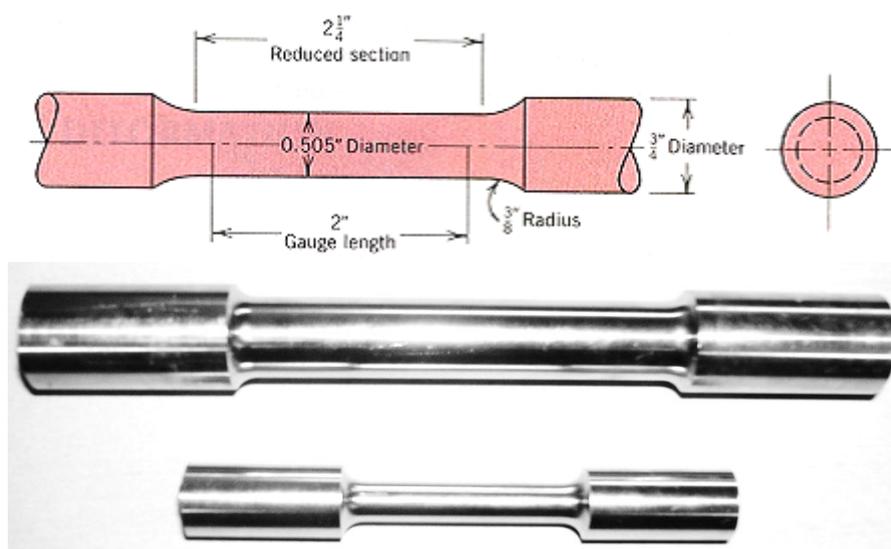


Figura 4.10: Provini cilindrici secondo norma e realizzati al tornio

Sul provino si riconoscono due teste di afferraggio e un tratto utile, quest'ultimo è la parte interessata dalla deformazione durante la prova di trazione.

Per attestare la corretta esecuzione della prova, la prima verifica da effettuare è sulla modalità di rottura, ossia se avviene nella zona centrale e se si presenta come frattura duttile o fragile.

Tutte le curve vengono poi confrontate, al fine di ricavare i valori fondamentali prima descritti e da cui sarà possibile ottenere i valori definitivi di snervamento, rottura e modulo di Young.
Apparecchiature utilizzate

Per l'esecuzione delle prove è stata utilizzata una macchina universale per prove meccaniche MTS 810 corredata con un estensometro MTS per la misurazione delle deformazioni (figura 4.11). La velocità di spostamento della traversa mobile è stata impostata a 2 mm al minuto.



Figura 4.11 – Particolare della prova di trazione

4.4 Caratterizzazione dell'ossido superficiale

Nel seguito illustreremo una serie di prove che sono state effettuate al fine di valutare le caratteristiche dell'ossido superficiale del componente di prova, formatosi in maniera non controllata durante la lavorazione del pezzo. In particolare, si sono volute mettere in luce le differenze esistenti tra l'ossido del tratto rettilineo (sottoposto solo a hot rolling) e quello del tratto curvo (formato per HSF).

4.4.1 Misure elettrochimiche di polarizzazione potenziodinamica

Cenni sui fenomeni corrosivi

Il fenomeno di corrosione è un processo spontaneo di natura elettrochimica che altera la superficie di un materiale metallico a contatto con l'ambiente esterno. A causa di questo processo si ha una perdita netta di materiale graduale nel tempo il cui risultato è un degrado delle proprietà meccaniche del metallo. Il decadimento tecnologico di un metallo, prodotto da un processo corrosivo, non è soltanto connesso alla dissoluzione macroscopica del metallo, ma si riferisce anche alla riduzione dell'efficienza funzionale della struttura

Per quanto concerne il titanio, un film d'ossido stabile e sostanzialmente inerte fornisce al metallo un'eccezionale resistenza a corrosione in una vasta gamma di mezzi aggressivi. Essendo un materiale estremamente reattivo, ogni volta che esso è esposto all'atmosfera o ad un ambiente contenente ossigeno libero, il titanio si ricopre immediatamente di un film d'ossido sottile e tenace. A condizione che sia presente una sufficiente quantità d'ossigeno, il film può autorigenerarsi quasi

immediatamente se danneggiato meccanicamente. Siccome la passivazione del titanio dipende dalla presenza del film d'ossido superficiale, questo metallo è sensibilmente più resistente a corrosione nelle soluzioni ossidanti che nei mezzi non ossidanti, in cui si hanno velocità d'attacco relativamente alte. Il titanio non è soggetto a rottura per stress-corrosion o per pitting in soluzioni acquose di cloruri di metalli inorganici ed ha un'eccezionale resistenza ad acqua di mare, anche in condizioni di alta velocità o in acqua inquinata.

Fondamenti della tecnica di polarizzazione potenziodinamica

Le misure di polarizzazione in D.C. sono tra le più comuni misure elettrochimiche a cui si ricorre per la caratterizzazione e la classificazione di materiali metallici. Queste consentono di ottenere le cosiddette curve di polarizzazione potenziodinamiche attraverso le quali è possibile descrivere il comportamento del materiale in oggetto per diversi valori del potenziale applicato.

Dall'analisi delle curve potenziodinamiche si possono dedurre informazioni sulla natura e sull'entità dei fenomeni in corso quali passivazione o pitting e, sotto opportune ipotesi, è possibile valutare la velocità di corrosione del materiale nell'ambiente aggressivo.

Illustriamo ora la teoria alla base della tecnica della polarizzazione potenziodinamica. Al metallo (nel nostro caso il campione di lega di titanio), immerso nella soluzione di prova, viene applicato un certo potenziale che polarizza l'interfaccia metallo soluzione e genera correnti di ossidazione (anodiche, definite positive) o di riduzione (catodiche, definite negative) a seconda che sia maggiore o minore rispetto al potenziale d'equilibrio del metallo considerato (potenziale di libera corrosione E_{eq}). Se tale potenziale viene fatto variare nel tempo, impostando un andamento a rampa che parte dal potenziale di libera corrosione e arriva a valori più bassi rispetto a questo, le correnti scambiate dal metallo con l'ambiente saranno catodiche; allo stesso modo se la rampa parte dal valore del potenziale di libera corrosione e arriva a valori più alti rispetto a questo, le correnti saranno anodiche. Le caratteristiche potenziale-corrente così ottenute vengono rispettivamente definite curva caratteristica catodica e anodica, combinandole si ottiene la curva di polarizzazione completa. Tali curve sono rappresentate con il potenziale (riferito ad un elettrodo a potenziale noto) sull'asse delle ordinate ed il logaritmo decimale del valore assoluto della densità di corrente sull'asse delle ascisse (stiamo implicitamente assumendo che il legame tensione-corrente sia definito dalla legge di Tafel).

In fig 4.12 è riportato un diagramma esemplificativo di una curva di polarizzazione sperimentale

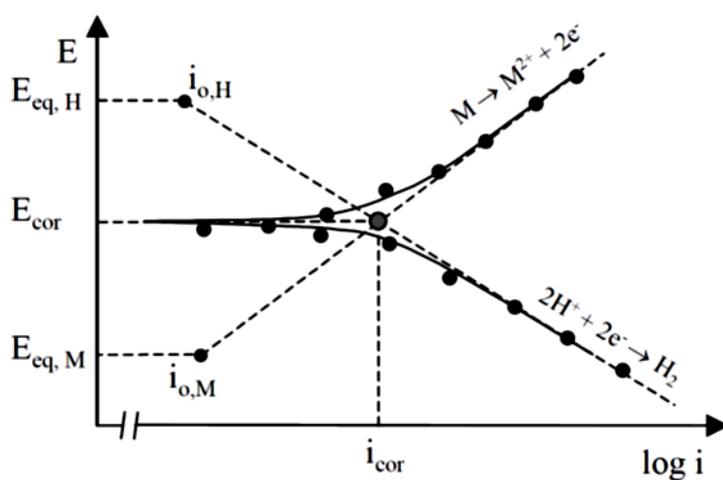
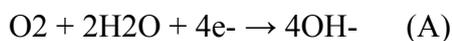


Fig 4.12 Diagramma schematico potenziale/corrente (per il metallo in ambiente acido) illustrante il legame tra le curve sperimentali e le rette di Tafel.

Come si vede dalla figura 4.12, nel caso dei processi corrosivi che sono costituiti da un processo anodico di ossidazione del metallo e da uno catodico di riduzione di una specie presente nell'ambiente, la curva anodica e quella catodica si incontrano ad un potenziale intermedio tra i potenziali di equilibrio dei due processi (detto *potenziale di corrosione* (E_{cor})) e la corrente scambiata in senso anodico o catodico ($i_a = i_c = i_{cor}$) è detta *corrente di corrosione* (o *densità di corrente di corrosione* se ci riferisce ad una superficie di area unitaria).

Il ramo catodico descrive, in sintesi, la velocità dei processi di riduzione sulla superficie del metallo, ove tali processi rappresentano la forza termodinamica spingente (driving force) dei fenomeni corrosivi. Il processo che si osserva dipende dal valore del potenziale: per valori di potenziale pari a -1.2 Volt vs SHE (valutato rispetto all'elettrodo di riferimento ad idrogeno) e per valori più bassi, il processo osservato è quello di scissione dell'acqua. Per valori crescenti del potenziale (>-1.2 Volt vs SHE) si osserva dapprima il processo di riduzione catodica dell'ossigeno, descritto dalla reazione:



e, successivamente, quello di evoluzione dell'idrogeno per riduzione degli ioni H^+ , descritto dalla reazione



Il ramo anodico descrive la velocità dei processi di ossidazione, i quali rappresentano la vera e propria cinetica di dissoluzione del metallo (nel nostro caso la lega Ti-6Al-4V) ovvero la vera e propria velocità di corrosione. E' bene ricordare che la caratteristica anodica del titanio e delle sue leghe presenta l'andamento tipico dei metalli attivo-passivi:

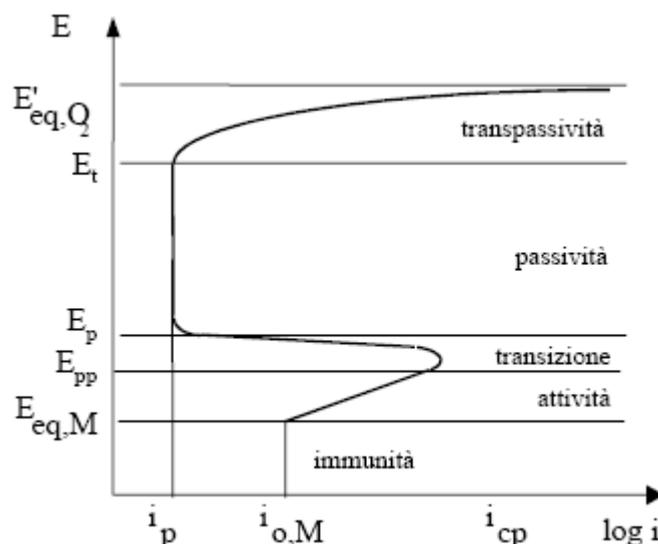


Fig.4.13 : Caratteristica anodica di un materiale metallico a comportamento attivo- passivo

Analizzando il precedente grafico si possono distinguere quattro zone cui corrispondono altrettanti comportamenti a corrosione:

zona di **immunità**, (per $E < E_{eq}$) dove il materiale non si corrode perché la sua tendenza è, nel caso in soluzione esistessero ioni del metallo, quella di depositarsi;

zona di **attività** (o anche **ramo attivo** della caratteristica) per ($E_{eq} < E < E_{pp}$). Il materiale non si ricopre di strati protettivi e passa in soluzione. L'intervallo di potenziale è compreso tra il potenziale di equilibrio del metallo e un valore di potenziale corrispondente al massimo della densità di corrente anodica, chiamato potenziale di passivazione primaria, E_{pp} ; la massima densità di corrente scambiata dal metallo prima di entrare nella zona successiva è chiamata densità di corrente critica di passivazione, i_{cp} ;

zona di **transizione** per ($E_{pp} < E < E_p$) compresa cioè tra il potenziale di passivazione primaria (E_{pp}), e un valore del potenziale a partire dal quale la densità di corrente anodica cessa di diminuire che viene definito potenziale di passività (E_p), in passato detto anche potenziale di Flade. È la zona che porta alla formazione dei film superficiali. Il tratto con pendenza negativa non è mai rappresentativo di condizioni di funzionamento stabili;

zona di **passività** (o **ramo passivo** della caratteristica) per ($E_p < E < E_{tr}$). È caratterizzata dalla bassissima velocità di dissoluzione del materiale metallico per la presenza del film superficiale protettivo, misurata dalla corrente di passività i_p . Questa velocità non varia o varia molto poco con il potenziale e risulta fino a 10^{-6} volte inferiore a i_{cp} . L'intervallo di passività è compreso tra E_p e un potenziale detto, a seconda dei casi, di transpassività o di sviluppo di ossigeno o di pitting;

zona di **transpassività** o di sviluppo ossigeno o di pitting. Si presenta ai potenziali più nobili allorché intervengono processi anodici concorrenti a quello di dissoluzione: è il caso del processo di sviluppo di ossigeno, della produzione di ioni solubili a più alta valenza, oppure in presenza di cloruri in condizioni sufficientemente ossidanti. Nei casi in cui il film passivo non è dotato di conducibilità elettronica ma ionica, alla sua superficie non si possono produrre processi elettrodici (cioè processi che scambiano elettroni) come ad esempio quello di sviluppo di ossigeno; di conseguenza la crescita del film può continuare fino a potenziali molto elevati (a 100 V e più) e portare il film passivo a spessori notevoli, ad esempio dell'ordine delle centinaia di nm (Fig. 4.14).

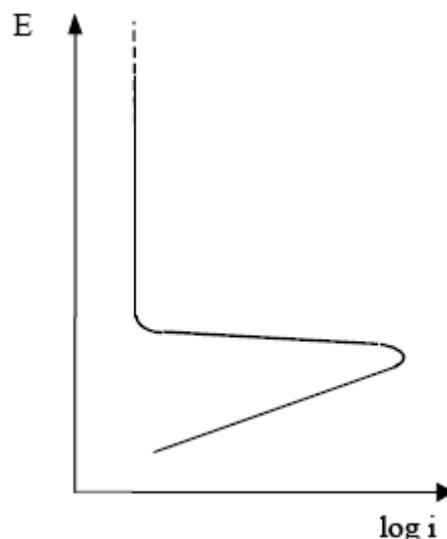


Fig. 4.14 Curva caratteristica di un metallo il cui ossido non presenta conducibilità elettronica ma solo ionica

Dalle considerazioni svolte discende che l'attitudine di un materiale metallico alla passivazione non può essere caratterizzata in modo univoco da una sola grandezza, ma dipende da una serie di parametri ricavabili dalla curva di polarizzazione anodica. Essi sono i valori delle grandezze sopra definite e cioè i_{cp} , i_p , E_{pp} , E_p , E_t (o di pitting in presenza di cloruri). Queste ultime due grandezze in

particolare definiscono l'estensione ($E_t - E_p$) dell'intervallo di passività, cioè il campo passivo. Un materiale metallico ha una tendenza alla passivazione tanto maggiore quanto minore è la densità critica di passivazione i_c e le condizioni di passività sono tanto più stabili quanto più bassa è la densità di corrente circolante nel campo di passività i_p e quanto più ampio è l'intervallo ($E_t - E_p$). Ovviamente i valori di queste grandezze dipendono oltre che dalla natura, composizione e struttura del materiale metallico anche dalle proprietà ambientali. In particolari gli aumenti di temperatura, acidità, concentrazione di cloruri tendono a spostare la curva caratteristica verso destra ed ad abbassare l'intervallo di passività.

Esecuzione di prove di polarizzazione in microcella

Al fine di valutare l'eventuale influenza delle tensioni residue riscontrate nel pezzo sul comportamento elettrochimico dello stesso, sono stati ricavati quattro provini : due dal tratto rettilineo (sottoposto solo al trattamento di rullatura a caldo) e due dal tratto curvo (sottoposto sia a rullatura che a hot stretch forming). In particolare, per ciascuna delle coppie di provini, si è scelto di renderne uno completamente privo di tensioni residue. Con tale scopo, i provini scelti per essere "stress relieved" sono stati tagliati mediante una troncatrice metallografica in modo da avere uno spessore di circa 2 cm: in tal modo si è garantito il rilassamento completo delle tensioni in tutta la sezione. Poiché si intendeva condurre un'indagine sulle caratteristiche dell'ossido superficiale, le prove sono state eseguite sulla superficie estradosso del pezzo, che risulta coperta da uno strato visibilmente spesso di ossido di titanio. Le curve di polarizzazione risultanti dall'analisi dei quattro provini coperti di ossido sono state poi confrontate con quelle di riferimento della lega Ti-6Al-4V, ricavate dall'analisi degli stessi provini lungo la sezione (cioè nella zona non coperta dall'ossido).

Una volta ottenuti i provini da analizzare, abbiamo potuto procedere con le analisi potenziodinamiche. Dati i limitati spessori dei provini "stress relieved" si è scelto di eseguire le prove mediante microcella. Il vantaggio di questo tipo di cella consiste nella possibilità di testare le diverse zone della superficie del pezzo in maniera puntuale, cosa impossibile nel caso di studio col classico approccio della cella a becher.

La microcella è infatti costituita da un capillare riempito di soluzione elettrolitica, con un diametro del tip di 1 mm poggiato sulla superficie di indagine, che rappresenta l'elettrodo di lavoro; grazie alle esigue dimensioni del tip, è stato dunque possibile eseguire le misure su un'area di appena $0,785 \text{ mm}^2$.

All'estremità del capillare, a contatto con la soluzione elettrolitica, sono allocati il contro-elettrodo (nel nostro caso costituito da platino) e l'elettrodo di riferimento (Ag/AgCl), rispetto al quale leggiamo il potenziale applicato.

Le indagini sono state condotte a temperatura ambiente in soluzione aerata di NaCl al 3,5 wt% (0,6M simulando la concentrazione salina dell'acqua di mare).

Tutte le misure di polarizzazione potenziodinamica sono state eseguite tenendo il campione a contatto con la soluzione elettrolitica per 50 minuti, in modo da stabilizzare la superficie, utilizzando come elettrodo di riferimento l'Ag/AgCl.

Per i test di polarizzazione la scansione è stata effettuata partendo da un potenziale iniziale di $-0,68\text{V}$ fino a $+1,2\text{V}$ rispetto al potenziale dell'elettrodo di riferimento, mediante una rampa lineare alla velocità di 1 mV/s con rilevamento di segnale ogni 30 secondi.

Apparecchiature utilizzate

Le prove sono state realizzate utilizzando il potenziostato BIOLOGIC.SP-150. La macchina è stata collegata all'elettrodo di riferimento ed al contro-elettrodo di platino mediante appositi morsetti, mentre per l'elettrodo di lavoro è stato necessario realizzare un collegamento elettrico. Il circuito, infine, risulta chiuso dalla soluzione elettrolitica.

Il potenziostato è stato interfacciato ad un Personal Computer per mezzo di una scheda di acquisizione dati GPIB (General Purpose Interface Bus) e pilotato mediante il software di acquisizione EC-Lab Express.

In figura 4.15 è rappresentato l'intero apparato di misura.

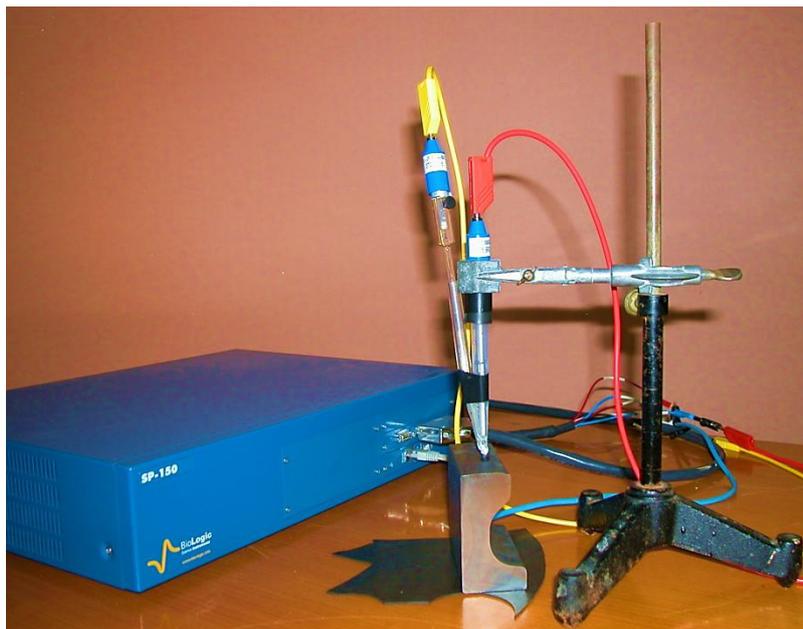


Fig. 4.15 Apparato di misura utilizzato per le prove potenziodinamiche

3.4.2 Caratterizzazione morfologica al SEM

Allo scopo di conoscere la morfologia superficiale del pezzo, si è deciso di analizzare lo strato di ossido, precedentemente caratterizzato da un punto di vista elettrochimico, mediante un microscopio elettronico a scansione. Quest'analisi ha fornito nuove e preziose informazioni, utili all'interpretazione delle prove elettrochimiche.

Il (SEM), infatti, sfrutta la generazione di un fascio elettronico (prodotto per effetto termoionico o per effetto di campo) ad alta energia nel vuoto (dell'ordine dei keV, in particolare il range varia tra 1-40 keV) per fornire informazioni di tipo morfologico-qualitativo sulla superficie del campione in esame. Il fascio viene focalizzato da un sistema di lenti e deflesso per scandire un'area del campione. Quando una superficie è "investita" da elettroni ad elevata energia sono prodotti diversi tipi di segnali: *elettroni retrodiffusi (backscattered)*, *elettroni secondari*, *elettroni auger*, *raggi X* (fig.4.16).

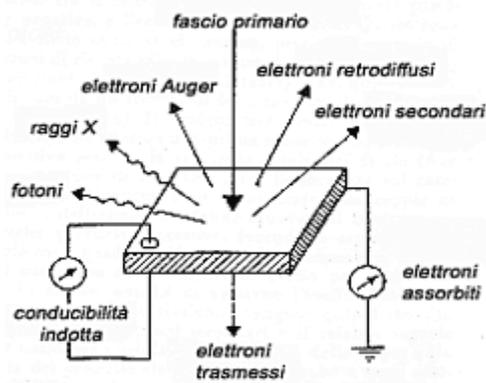


Figura 4.16. Segnali emessi da una superficie "investita" da elettroni.

Nella microscopia elettronica a scansione sono principalmente due i segnali che interessano: gli elettroni secondari e quelli retrodiffusi (backscatterati-BSE). Gli elettroni secondari, o segnale SE (*Secondary Electron*), sono appartenenti al campione e vengono espulsi in seguito all'eccitazione provocata dagli elettroni sonda. Essi provengono da una profondità di pochi nanometri. Gli SE forniscono informazioni sulla topografia delle superfici e sulla presenza e distribuzione di campi magnetici o elettrici.

Gli elettroni retrodiffusi (BSE) sono elettroni appartenenti al fascio primario che subiscono una collisione elastica all'interno del materiale e vengono "rimbalzati" all'esterno con una energia prossima a quella iniziale. Gli BSE forniscono informazioni riguardo al numero atomico medio della zona di provenienza (circa qualche μm), alla topografia e alla struttura cristallina del campione.

I vari segnali generati dall'interazione fascio-campione vengono acquisiti da opportuni *detectors* e successivamente elaborati fino a formare un'immagine tridimensionale a livelli di grigio.

È importante ricordare che per l'osservazione del campione, è necessario creare il vuoto all'interno del microscopio in modo da ridurre l'interazione tra elettroni e molecole di gas; inoltre vengono utilizzate procedure speciali nella fase di preparazione del campione. Per i campioni conduttori di elettricità (come nel caso in esame) lo studio si presenta più facile rispetto ai campioni non conduttori, poiché il flusso di elettroni a terra non è ostacolato riducendo al minimo gli inconvenienti dovuti all'accumulo di cariche. Inoltre essendo dei buoni conduttori di calore, la degradazione termica è minima. Nel caso di campioni non conduttori, per ottenere immagini SEM, bisogna rivestire la superficie del campione di un sottile film metallico prodotto per *sputtering* per evaporazione sotto vuoto.

I principali pregi del SEM sono:

- Alta risoluzione (limite 2nm)
- Alti ingrandimenti (fino a 100000x)
- Alta profondità di campo
- Facile preparazione del campione.

Contestualmente all'analisi al SEM, è stata, inoltre, eseguita una microanalisi elementare semiquantitativa della superficie mediante microsonda elettronica (EDS). La microsonda elettronica (EDS), utilizzando le proprietà dei raggi X emessi dalla superficie del campione colpita dagli elettroni, permette di eseguire analisi chimiche non distruttive per il campione, mediante le quali è possibile ottenere informazioni dettagliate sulla natura chimica delle sostanze che compongono la superficie del campione.

Esecuzione della prova e apparecchiature utilizzate

Per la caratterizzazione morfologica è stato utilizzato un SEM HITACHI TM3000 (fig 4.17) dotato di ingrandimenti fino a 10000x, corredato di una sonda EDS. La velocità di accelerazione elettronica impostata è stata di 15kV (la massima imponibile su questo tipo di SEM) e gli ingrandimenti e gli ingrandimenti utilizzati per le osservazioni sono stati di 1000x, 2000x e 6000x. Poiché si intendeva studiare la morfologia dell'ossido, i campioni non hanno subito nessun tipo di preparazione superficiale. L'unico accorgimento che è stato utilizzato è stato quello di ricavare, in corrispondenza delle zone precedentemente analizzate mediante microcella, dei campioni più sottili in modo da facilitare l'analisi al SEM. Il taglio è stato effettuato mediante troncatrice metallografica, dopodiché i campioni ottenuti sono stati ripuliti, con acetone e acqua distillata, da ogni detrito o traccia di lubrificante lasciato dalla lavorazione.



Figura 4.17. SEM HITACHI TM3000

4.4.3 Caratterizzazione microgeometrica

Per meglio comprendere l'esito delle prove di polarizzazione, si è deciso di effettuare un'analisi microgeometrica della superficie. Lo scopo di questo tipo di prove è quello di ricavare un profilo tridimensionale della superficie in esame e di valutare, in base ad essa, l'entità del discostamento tra la superficie reale e quella apparente. Come ben sappiamo, infatti, il tipo di processo che un pezzo subisce determina una serie di errori microgeometrici (ovvero una scabrosità della superficie) che differenziano il profilo reale della superficie (effettivamente ottenuto in seguito al trattamento) da quello ideale o apparente (perfettamente liscio).

Avendo effettuato misure elettrochimiche sostanzialmente puntuali, si è ritenuto di fondamentale importanza conoscere i valori di rugosità media della superficie precedentemente indagata.

Esecuzione della prova e apparecchiature utilizzate

Poiché si intendeva studiare la superficie dell'ossido precedentemente caratterizzato elettrochimicamente e morfologicamente, si sono utilizzati gli stessi campioni analizzati al SEM. Essi, pertanto, non hanno subito nessun tipo di preparazione superficiale.

E' stato utilizzato un microscopio confocale Leica DCM 3D (fig 4.18), che consente di eseguire una profilometria di immagini ottiche senza contatto (quindi la prova è non distruttiva) in 3D. Questo

tipo di microscopi consente acquisizioni molto veloci di immagini ad alta risoluzione, con ingrandimenti che spaziano tra 5x a 150x, con misurazioni che vanno da alcuni nm a diversi millimetri. Nel nostro caso sono stati utilizzati ingrandimenti di 20x con uno stitching di area 4x4 e un cut-off per vedere la rugosità a 0,8.

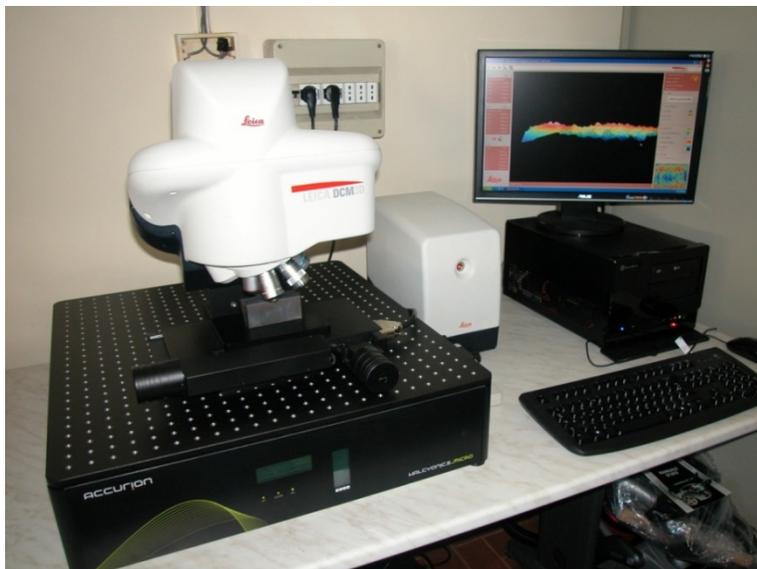


Fig 4.18 Microscopio confocale Leica DCM 3D

4.5 Analisi cristallografiche

Come ulteriore supporto alla comprensione dei risultati delle prove elettrochimiche si è deciso, infine, di eseguire un'analisi diffrattometrica a raggi X per completare la caratterizzazione dell'ossido superficiale. Questo genere di prove consente di ottenere preziosissime informazioni sulla composizione e natura cristallina dei più disparati materiali. In particolare, lo scopo principale è stato quello di conoscere la composizione chimica di un ossido di titanio accresciutosi in maniera incontrollata ad alte temperature durante il processo di formatura del componente di prova.

L'analisi si basa sul concetto di diffrazione: ogni sito del reticolo cristallino funge da centro di scattering per il fascio incidente di raggi X. La radiazione, colpendo l'ostacolo, cambia direzione di propagazione (seguendo la legge di Bragg) e quello che noi misuriamo è proprio questa deviazione (in termini di intensità e angolazione). Il risultato finale è costituito da uno spettro di diffrazione o diffrattogramma, costituito da una serie di picchi o riflessi relativi alle varie fasi mineralogiche presenti nel campione indagato, aventi diverse intensità e posizione angolare.

Grazie all'analisi XRD è possibile trarre informazioni circa:

- Tipo di fasi presenti nel campione
- Dimensione delle cristalliti
- Abbondanza delle singole fasi in un campione multifase
- Distanza tra atomi e piani di atomi (quest'ultima tecnica è quella frequentemente utilizzata nella misura delle tensioni residue).

4.6 Misura delle tensioni residue

4.6.1 Generalità sulle tensioni residue

I processi di produzione dei componenti meccanici spesso comportano l'insorgere di sforzi residui nel materiale. La causa di questi sforzi è da ricercarsi in una deformazione plastica non omogenea che può essere indotta da fenomeni meccanici, termici o chimici prodotti nel materiale durante le fasi di lavorazione sia per deformazione plastica sia per asportazione di truciolo. La geometria del componente, il rapporto di riduzione, il tipo di lubrificazione e le proprietà del materiale determinano l'entità e la distribuzione degli sforzi residui prodotti nel caso delle operazioni per deformazione plastica. Nelle lavorazioni meccaniche per asportazione di truciolo, invece, gli effetti meccanici e termici sono influenzati dai parametri di processo e dal tipo di materiale. In entrambi i casi la conoscenza dei meccanismi e delle cause che generano gli sforzi residui è importante per una buona progettazione del componente e del suo ciclo produttivo. Moltissimi componenti possono, durante l'uso, presentare instabilità statica e deformarsi in maniera indesiderata o incorrere in cedimenti prematuri: la vita di un componente dipende dall'interazione tra il materiale e gli sforzi a cui esso è sottoposto. Gli sforzi non sono solo quelli imposti durante l'utilizzo del componente ma anche quelli presenti in esso perché generati durante il processo produttivo: tali sforzi sono noti come sforzi residui. Ogni sforzo residuo nel prodotto è in genere indesiderato poiché abbassa il limite elastico e causa la tendenza del componente a deformarsi durante le seguenti lavorazioni. Non sempre gli sforzi residui, però, sono da considerarsi dannosi. In un componente sforzi residui a trazione in superficie riducono le prestazioni meccaniche del materiale e la sua resistenza a stress corrosion, favorendo nel contempo la suscettibilità a fatica e l'insorgere di fratture fragili e di fenomeni di usura; gli sforzi a compressione, invece, hanno un effetto benefico, in quanto ritardano l'insorgere e la propagazione delle cricche. In campo elastico gli sforzi residui vengono sommati agli sforzi derivanti dal carico applicato: sforzi residui di compressione, quindi, riducono il livello di tensione negli strati in cui il carico è più elevato. Spesso gli sforzi residui sono anche causa di instabilità dimensionale e di forma del pezzo e si evidenziano preferenzialmente durante le lavorazioni che comportano taglio o asportazione di materiale. In ogni caso per eseguire una buona progettazione è importante conoscere la distribuzione degli sforzi residui in un pezzo dopo le lavorazioni per deformazione plastica (quali laminazione, trafilatura, estrusione, stampaggio) e le lavorazioni per asportazione di truciolo.

Definizione ed origine

Gli sforzi residui sono sforzi di trazione o di compressione a risultante nulla senza che vi sia applicato un carico esterno (forza o gradiente termico) in un componente che risulta, quindi in equilibrio; solitamente essi sono presenti in zone ben delimitate ed hanno il loro massimo in superficie. Generalmente gli sforzi residui si generano a causa di una deformazione plastica non omogenea che può derivare, oltre che dall'applicazione di un carico, anche da una contrazione o dilatazione termica o da una trasformazione di fase avvenuta durante il processo di produzione del componente. Un classico esempio è quello di una barretta sottoposta a flessione oltre il limite di snervamento (Figura 4.19). Sul lato esterno della barretta si ha una deformazione plastica di trazione, mentre su quello interno la deformazione permanente è di compressione (b). Quando il carico applicato viene rimosso (c), il materiale sottostante, deformato elasticamente, non riesce a

rilassarsi completamente e genera un campo di sforzi di compressione sulla superficie che era deformata plasticamente a trazione e un campo di sforzi a trazione su quella compressa plasticamente (d). Il sistema di sforzi residui presenti nel pezzo garantisce comunque l'equilibrio statico del componente. Se l'equilibrio del componente viene rotto, per esempio alterandone la geometria per mezzo dell'asportazione di uno strato di materiale, il pezzo si deforma in modo da raggiungere una nuova situazione di equilibrio.

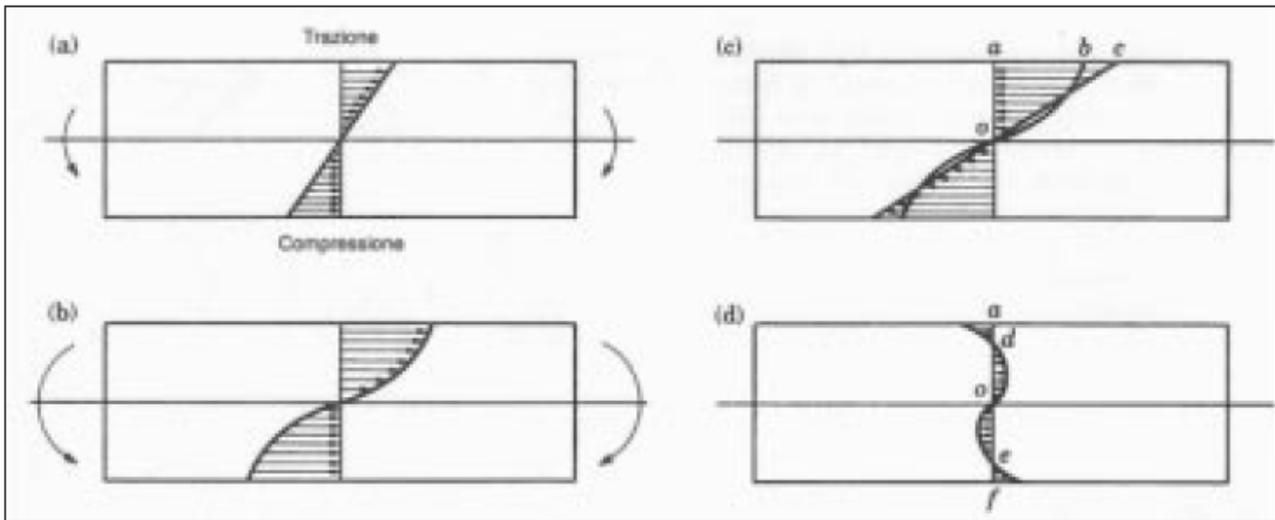


Figura 4.19 - Sforzi residui che si sviluppano in una barretta sottoposta a flessione. Lo scarico è equivalente all'applicazione di un momento uguale ed opposto

Gli sforzi residui presenti nel pezzo tendono anche a ridistribuirsi nel pezzo col passare del tempo alterando il comportamento visco-elastico del materiale. Quanto detto può essere esteso ai diversi casi pratici in cui un materiale è sottoposto a una deformazione plastica, per esempio nella laminazione a freddo, nelle lavorazioni per asportazione di truciolo, nella pallinatura o nei trattamenti termici. Come accennato le cause della presenza degli sforzi residui possono essere di carattere meccanico, termico o chimico. Gli sforzi residui generati meccanicamente derivano spesso dalle lavorazioni di deformazione plastica che producono deformazioni non uniformi nel volume del pezzo e sulla superficie esterna; quelli di origine termica dipendono da processi di riscaldamento e raffreddamento non uniformi; infine gli sforzi residui generati chimicamente sono associati a cambiamenti di volume durante reazioni chimiche come precipitazione o trasformazione di seconde fasi. I fattori che hanno un ruolo fondamentale nell'insorgere degli sforzi residui sono tempo e temperatura, sforzi e deformazioni, microstruttura. Come rappresentato in Figura 4.20, ci sono diverse interazioni tra questi parametri, controllate dalle caratteristiche fisiche-meccaniche del materiale quali conducibilità termica, coefficiente di espansione termica, capacità termica, modulo di Poisson, comportamento plastico, termodinamica e cinetica delle trasformazioni, meccanismi di trasformazione. Per esempio, gradienti di temperatura lungo una dimensione generano sforzi di natura termica non uniformi, il cui effetto può diventare molto consistente quando il materiale ha modulo di Young e carico di snervamento elevati; se la conduttività termica è elevata gli sforzi residui possono essere ridotti contenendo il gradiente di temperatura. Inoltre lo scambio di calore dipende, oltre che dall'ambiente esterno, anche dal calore generato internamente al materiale (calore latente di trasformazione). Un altro esempio è la distribuzione delle deformazioni plastiche nel componente, che dipende sia dalle proprietà del materiale che dall'effetto di compensazione dovuto

alla variazione di forma causato dalle trasformazioni di fase. Infine è importante ricordare che, normalmente, maggiore è il valore del carico di snervamento del pezzo, maggiore è la possibilità di avere sforzi residui.

Dal momento che i trattamenti termici e meccanici innalzano la resistenza del materiale, i pezzi così trattati aumentano la possibilità di avere problemi dovuti alle tensioni residue.

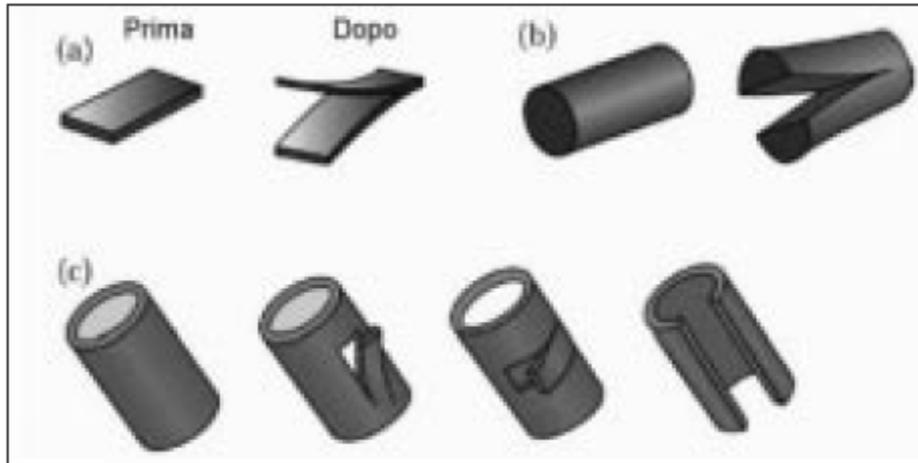


Fig. 4.20 – Distorsione di parti con sforzi residui: (a) lamiera/piatto, (b) barra cilindrica, (c) tubo cilindrico

Classificazione degli sforzi residui

Gli sforzi residui possono essere distinti in categorie secondo diversi criteri: in base alla causa che li genera, in base all'ordine di grandezza su cui si auto-equilibrano o al metodo con cui vengono misurati. A seconda dell'ordine di grandezza considerato si definiscono tre diversi tipi di sforzo:

- Primo tipo: sforzi che interessano qualche grano cristallino del materiale; sono quelli che si originano soprattutto in seguito a processi di forgiatura, laminazione, finitura e anche nella saldatura e nei trattamenti termici e superficiali. Derivano da disomogeneità tra diverse regioni con un'estensione abbastanza vasta.
- Secondo tipo: sforzi che interessano a livello microscopico un grano particolare del materiale, esistono quasi sempre nei materiali policristallini, poichè le proprietà termiche ed elastiche dei grani adiacenti sono differenti. Questi sforzi assumono valori più significativi quando la microstruttura presenta più di una fase o avviene una trasformazione di fase.
- Terzo tipo: sforzi che interessano un'area sub-microscopica, alcune distanze atomiche all'interno di un grano; tipicamente includono gli sforzi dovuti alla coerenza di interfaccia e ai campi di sforzo delle dislocazioni.

Gli sforzi di primo tipo sono anche detti macro-sforzi, quelli di secondo e terzo tipo microsforzi. I diversi tipi di sforzi descritti possono presentarsi contemporaneamente in un pezzo. Come si vede in Figura 4.21, essi si equilibrano su aree di diverse dimensioni; per un materiale bifasico lo sforzo di primo tipo (macro-sforzo) è costante attraverso le fasi mentre quelli di secondo e terzo tipo non lo sono. Quindi, anche quando l'area di analisi è più vasta di quella propria degli sforzi di secondo e terzo tipo, i loro valori medi possono essere diversi da zero; infatti essi devono equilibrarsi sulla propria breve distanza caratteristica, ma può esserci un effetto residuo su larga scala dovuto alla presenza delle diverse fasi.

Spesso nella valutazione della vita in servizio di un componente metallico gli sforzi residui di II e III tipo sono trascurabili e si pone l'attenzione solo agli sforzi di I tipo.

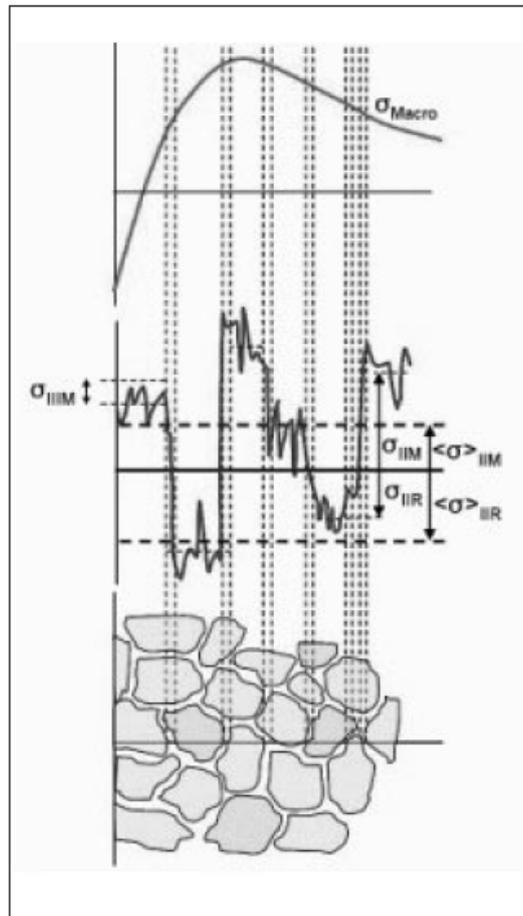


Fig. 4.21 – Diversi tipi di sforzi residui a seconda dell'ordine di grandezza caratteristico
(M = matrice, R = rinforzo)

Processi che inducono la nascita di tensioni residue

Quando un materiale viene utilizzato per realizzare un componente subisce un procedimento meccanico e tecnologico atto a conferire la forma e le dimensioni finali. Durante tale processo il materiale è sottoposto a piegatura, laminazione, rotazione, stiramento, compressione, riscaldamento, raffreddamento, forgiatura, saldatura, finitura, lucidatura, rivestimento. Tutte queste operazioni comportano lo sviluppo di uno stato di sforzi residui, soprattutto sulla superficie del materiale. Gli sforzi residui possono svilupparsi anche nel montaggio dei componenti, quando due parti non si adattano perfettamente tra loro. In questi casi gli sforzi che si generano possono essere considerati sia come sforzi dovuti a carichi esterni che come sforzi residui a seconda che si considerino le parti singolarmente o nel loro complesso.

Laminazione a freddo

Il processo di laminazione a freddo consiste nella riduzione di spessore di una lamina ottenuta attraverso il passaggio tra una coppia di rulli tenuti ad una distanza minore dello spessore del materiale. A causa della natura del processo, le tensioni residue possono essere generate dal gradiente di deformazione plastica che si genera nello spessore del laminato durante il passaggio tra i rulli. In generale si possono distinguere due casi:

a) Rulli di diametro piccolo o riduzioni basse tendono a plasticizzare il metallo solo in superficie; questo genera sforzi residui di compressione in superficie e sforzi di trazione a cuore.

b) Rulli di diametro maggiore e alte riduzioni tendono a deformare più il cuore che la superficie a causa del vincolo rappresentato dall'attrito lungo l'arco di contatto. Questa situazione genera sforzi residui opposti al caso precedente.

La situazione più comune di distribuzione degli sforzi residui nei laminati è rappresentata dal secondo caso, con un massimo di trazione su entrambe le superfici e un massimo di compressione nel piano di simmetria. Quando tale distribuzione è simmetrica rispetto alla linea centrale, gli sforzi residui sono in equilibrio e il laminato non presenta nessuna tendenza a incurvarsi (fenomeno chiamato con i termini anglosassoni "curling" o "coilset"), ma qualora questo equilibrio venga alterato, tagliando il materiale o rimuovendone uno strato, il manufatto può assumere una nuova forma per garantire il bilancio delle forze interne.

Si ha, invece, incurvamento del laminato quando gli sforzi residui sono sbilanciati per uno o più di questi motivi:

- diametri differenti dei rulli di lavoro;
- differente velocità superficiale dei rulli;
- differenti condizioni di lubrificazione lungo l'arco di contatto;
- non perpendicolarità tra il piano del laminato e il piano contenente i rulli;
- inclinazione della direzione di passaggio del laminato.

La presenza di sforzi residui può causare altri effetti di distorsione oltre quello di incurvatura ("coilset"): sforzi residui trasversali possono causare una bombatura ("crossbow"), mentre la presenza contemporanea di sforzi trasversali e longitudinali può dar luogo a una torsione del laminato ("twist").

Trafilatura

Un altro tra i processi più noti nell'industria meccanica in cui è comune riscontrare l'insorgere degli sforzi residui è la trafilatura. A causa della deformazione plastica non omogenea, una barra, un filo o un tubo trafilati a freddo contengono sforzi residui. Questi sforzi, tipicamente, sono presenti all'interno del manufatto nelle tre direzioni principali e in condizioni standard sono di trazione in superficie.

Tuttavia, per riduzioni molto piccole, gli sforzi residui in superficie sono di compressione: riduzioni basse, quindi, sono equivalenti alla pallinatura o alla skin-passatura, aumentando la vita a fatica e la resistenza alla stress corrosion. Interessante e molto studiato è il caso dei fili di acciaio trafilati (a struttura perlitica), che hanno importanti applicazioni in ambito strutturale ad esempio nei componenti di calcestruzzo precompressi, nella costruzione di ponti sospesi, nelle piattaforme offshore e nei sistemi funiviari. Durante il processo di trafilatura all'interno dei fili di acciaio si genera un profilo di sforzi residui, di tipo assialsimmetrico nel caso di tondi, a causa della deformazione plastica non omogenea del materiale all'interno della matrice. Tali sforzi residui, dovuti alla trafilatura a freddo, sono noti essere dannosi nei confronti delle caratteristiche meccaniche, in quanto:

- 1) possono alterare la forma della curva sforzi-deformazioni, in particolare favorendo l'inizio dello snervamento e abbassando il rapporto $\sigma_{0,2}/\sigma_{max}$. È possibile riportare a livelli voluti il valore di tale rapporto riducendo gli sforzi residui attraverso trattamenti termo meccanici (trattamento termico + applicazione di una tensione) o realizzando un'ulteriore leggera riduzione (1%).
- 2) influiscono sui fenomeni visco - elastici quali il rilassamento (perdita di carico in un materiale mantenuto a deformazione costante).

Estrusione a freddo

A causa della deformazione plastica non omogenea nel volume, anche al termine di questo processo è possibile rilevare in tutta la sezione la presenza di sforzi residui. E' stato dimostrato che lo stato di sforzo dipende dal grado di deformazione φ ($=\ln A_i/A$). All'aumentare di φ diminuisce il valore assoluto degli sforzi residui e quindi anche le differenze nella sezione. Il gradiente di temperatura causato dalla deformazione disomogenea può essere un'ulteriore causa, non la principale, dell'insorgere di sforzi residui di trazione in superficie.

Stampaggio

Anche nei processi di stampaggio a freddo il materiale è sottoposto a deformazioni non omogenee dovute all'attrito tra stampo e pezzo: tali fenomeni generano sforzi residui che risultano massimi all'interfaccia tra stampo e pezzo e provocano il buckling del pezzo.

Lavorazioni per asportazione di truciolo

Durante le lavorazioni per asportazione di truciolo il materiale subisce elevate deformazioni plastiche che comportano la generazione di sforzi residui in superficie. Gli sforzi residui dipendono sia dai parametri di lavorazione che dalle caratteristiche del materiale. E' interessante individuare delle relazioni tra i parametri di processo e gli sforzi residui prodotti durante le lavorazioni in modo da poter controllare lo stato tensionale del pezzo. Studi condotti in questa direzione mostrano che l'avanzamento (f) e il raggio di curvatura dell'utensile (r) influiscono molto sul valore degli sforzi residui: al loro aumentare anche gli sforzi aumentano. L'angolo di registrazione del tagliente principale (χ) li influenza in misura minore, se aumenta, gli sforzi diminuiscono, anche se di poco. L'effetto della variazione della profondità di passata (d), invece, può essere considerato trascurabile.

Anche le proprietà meccaniche del materiale influiscono sugli sforzi residui, in particolare ne modificano il valore medio; infatti se le proprietà meccaniche del materiale sono elevate, anche gli sforzi residui che si generano lo sono.

Metodi convenzionali per la misura delle tensioni residue

La valutazione delle tensioni residue è di carattere rilevante, in quanto queste, in base alla loro entità e distribuzione, possono influenzare le prestazioni in esercizio dei componenti.

Per la valutazione delle tensioni residue sono stati messi a punto differenti metodi di misura che si distinguono in due principali categorie: metodi distruttivi e non distruttivi. I primi si basano sugli stessi principi dei metodi usati per la valutazione di tensioni dovute all'azione di carichi esterni; di conseguenza la misura risulta abbastanza semplice assumendo un comportamento elastico e considerando le sole superfici del componente. La misura delle deformazioni viene fatta in riferimento all'elemento scarico, utilizzando la legge di Hooke, estensimetri elettrici a resistenza e rivestimenti superficiali fotoelastici.

Per valutare le tensioni sia dovute a carichi esterni che residue, viene scaricata una porzione del componente dalle azioni indotte dal materiale circostante o prelevandola, o praticando un'apertura in modo da liberarlo parzialmente dai vincoli e consentirgli di deformarsi. Questo può fornire indicazioni solo nel caso in cui il recupero elastico del materiale sia descrivibile analiticamente.

In generale, per ottenere risultati accurati è necessaria la costanza della temperatura, e che il materiale non superi il carico di snervamento.

Metodi di misura di stati monoassiali e biassiali di tensione per scomposizione

In alcuni casi può essere sufficiente valutare le tensioni residue assumendo che vi sia un andamento

prevalentemente monoassiale.

I metodi di misura per scomposizione sono metodi distruttivi, prevedono che il componente sia suddiviso in un adeguato numero di elementi sottili lungo la direzione principale della tensione.

Il taglio è effettuato mediante sega, la deformazione viene misurata con l'applicazione di estensimetri distaccati o estensimetri elettrici: i primi consentono una misura riferita ad un elemento di lunghezza maggiore, preferibile per la misura di tensioni poco variabili nella lunghezza di misura; i secondi invece sono più sensibili, consentono una misura riferita ad elementi di minore dimensione.

Più complessa è la misura di stati biassiali; il caso più semplice è quello di due direzioni ortogonali x e y associate alle tensioni normali σ_x e σ_y , assumendo che esse siano costanti rispetto allo spessore. Ottenute le deformazioni ϵ_x, ϵ_y , è possibile calcolare le relative tensioni, per mezzo della legge di Hooke:

$$\sigma_x = -E/(1 - \nu^2)(\epsilon_x + \nu\epsilon_y)$$

$$\sigma_y = -E/(1 - \nu^2)(\epsilon_y + \nu\epsilon_x)$$

Per determinare però completamente lo stato di tensione sono necessarie almeno tre direzioni di misura utilizzando delle rosette estensimetriche a tre elementi.

Metodo per scomposizione di stati triassiali

Aspetto comune a tutti i metodi di misura di stati triassiali è il difficile accesso alla parte centrale del componente, in relazione alla misura delle tensioni normali alla superficie dell'elemento. Tuttavia, alcuni metodi possono essere applicati assumendo note per ipotesi le direzioni delle tre tensioni principali, ad esempio corrispondenti alle tre direzioni principali del componente. Un metodo per scomposizione fu sviluppato da Rosenthal e Norton per componenti rettangolari di medio e grosso spessore, caratterizzati da una saldatura centrale. Allo scopo di conoscere la variazione delle tensioni residue longitudinali e trasversali, vengono ricavati due blocchi di materiale sottili, in direzione longitudinale e trasversale rispetto al giunto, su cui vengono posti gli estensimetri su entrambe le facce. Successivamente, sono ricavati due strati sottili al centro dello spessore dei blocchi e, via via, ulteriori strati procedendo verso le due superfici dotate di estensimetri, misurando di volta in volta le deformazioni sulle superfici stesse; viene combinato il metodo per scomposizione con quello per rimozione di strati successivi. In questo modo, può essere determinata la tensione longitudinale rispetto ai blocchi, e anche le tensioni agenti nella direzione dello spessore mediante le equazioni relative all'equilibrio del continuo.

Metodo per esecuzione dei fori

Il metodo per esecuzione di fori è un metodo distruttivo, realizzato in diversi passaggi per misurare le tensioni anche nello spessore. Usato per la misura di stati di tensione triassiali, si basa sull'esecuzione di fori passanti nello spessore e sulla misura della deformazione radiale tramite measuringballs o estensimetri elettrici, posti a cavallo dei fori. Per conoscere la deformazione radiale, è necessario innanzitutto misurare le deformazioni in direzione X e Y e tramite la legge dell'elasticità ricavare σ_x e σ_y . Infatti la deformazione radiale ϵ_r , essendo funzione delle tensioni prima ricavate, può essere ricavata dalla seguente relazione:

$$\epsilon_r = (A + B\cos 2\beta)\sigma_x + (A - B\cos 2\beta)\sigma_y$$

essendo A e B due parametri funzione delle caratteristiche elastiche:

$$A = (1 - \nu) / 2E (d_0/d)^2$$

d_0 : diametro foro

$$B = (1 + \nu) / 2E [4/(1 + \nu) (d_0/d)^2 - 3(d_0/d)^4]$$

d: base di misura

β invece è l'angolo compreso tra σ_x e la direzione principale σ_I , determinato grazie all'applicazione di rosette estensimetriche, e ricavabile analiticamente dalla relazione:

$$\tan(2\beta) = (\varepsilon_{00} - 2\varepsilon_{45} + \varepsilon_{90}) / (\varepsilon_{00} - \varepsilon_{90})$$

L'accuratezza del metodo dipende dal corretto posizionamento degli elementi di misura rispetto al foro .

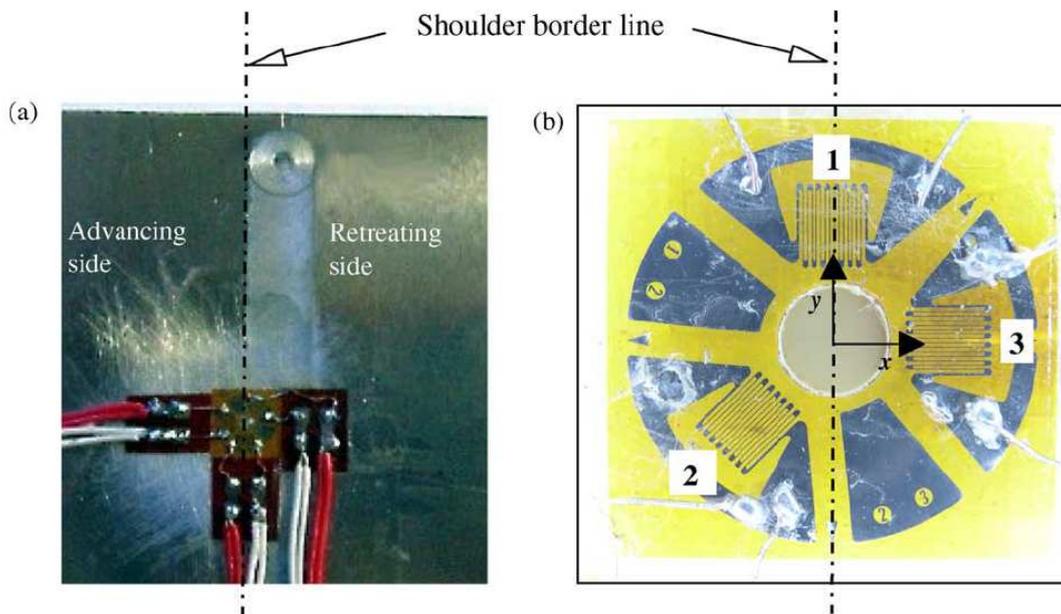


Figura 4.22(a) installazione della rosetta dell'estensimetro su un esemplare saldato (b) dettaglio della rosetta usata

Poiché il metodo è basato su modelli di tipo elastico, la presenza di stati tensionali prossimi al carico di snervamento, o la possibilità di deformazioni plastiche rendono i risultati poco attendibili.

Metodo per estrazione di inserti circolari

Il metodo per estrazione di inserti circolari consiste nella misurazione degli stati di deformazione sul componente, prelevando da esso dei blocchi di geometria cilindrica, di opportune dimensioni.

Il principio su cui si basa è quello di consentire a una superficie di potersi deformare liberamente, eliminando i vincoli dati dal materiale adiacente.

Identificata una base di misura vengono ricavate le tensioni principali σ_I e σ_{II} tramite la legge di Hooke:

$$\begin{aligned} \sigma_I + \sigma_{II} &= E/2(1\nu)(\varepsilon_{00} + \varepsilon_{45} + \varepsilon_{90} + \varepsilon_{135}) \\ \sigma_I - \sigma_{II} &= E / 2(1 + \nu) [(\varepsilon_{00} - \varepsilon_{90})^2 + (\varepsilon_{90} - \varepsilon_{135})^2]^{1/2} \end{aligned}$$

Misura per diffrazione di raggi X

Il seguente è un metodo non distruttivo, per misure solo superficiali, che nasce dall'osservazione che un fascio monocromatico di radiazioni X, incidente su una superficie, produce effetti di diffrazione rilevabili a una data distanza dall'asse del fascio incidente, con opportuni sistemi di rilevazione. La diffrazione nasce dall'interazione tra le radiazioni e i reticoli cristallini del materiale, quindi risulta essere funzione delle costanti reticolari e, in definitiva, degli stati tensionali applicati tramite confronto con lo stato non tensionato del reticolo. Sperimentalmente per ricavare lo stato tensionale di un componente si dovrà prima conoscere la sua distanza reticolare, tramite la

seguinte relazione trigonometrica:

$$2 d \sin(\theta) = n \lambda \text{ dove:}$$

- d: distanza reticolare
- θ : angolo di diffrazione
- λ : lunghezza d'onda

e considerando la distanza reticolare in assenza di stati tensionali, si ricava la deformazione:

$$\varepsilon = (d - d_0) / d_0$$

Il principale vantaggio, oltre a essere non distruttivo, è che consente una misura quasi puntuale.

Misura per differenza di neutroni

Il principio su cui si basa è lo stesso descritto per il metodo precedente: è anch'esso non distruttivo e per misure superficiali. La differenza fondamentale è la profondità di penetrazione: mentre i raggi X interagiscono a livello dei gusci elettronici esterni, i fasci di neutroni penetrano la materia a livello nucleare, con la conseguenza che possono fornire indicazioni su stati triassiali di tensione.

Nella pratica consiste in un fascio di neutroni, ottenuto con reattori nucleari o sincrotroni, collimato con opportune maschere in modo da ridurre la sezione trasversale per interessare alla misura un minor volume di materiale. Il fascio diffratto viene poi convogliato a un sistema rilevatore.

Misura con metodi acustici

Metodo non distruttivo che sfrutta la relazione esistente tra la velocità di propagazione delle onde sonore e alcune proprietà elastiche dei materiali, che sono a loro volta funzione degli stati tensionali. Infatti si può osservare che la velocità di propagazione delle onde longitudinali, trasversali e superficiali variano a causa dello stato tensionale.

Questo metodo coinvolge nella misura un notevole volume di materiale, non consentendo quindi una misura puntuale, ma riuscendo a penetrare nello spessore. La velocità di propagazione delle onde è inoltre influenzata dalla microstruttura, per cui, per evitare la presenza di effetti spuri, si rendono necessarie delle operazioni preliminari di taratura.

Misura con metodi magnetici

Metodo non distruttivo per misure superficiali che sfrutta la variazione delle proprietà magnetiche in presenza di uno stato tensionale residuo, come l'effetto Barkhausen di tipo magnetoinduttivo o magnetoacustico, l'incremento della permeabilità alle correnti indotte, la magnetostrizione. Sono necessarie però accurate operazioni di taratura preliminari, data la dipendenza di queste proprietà dalla microstruttura e dal suo orientamento.

4.6.2 Metodo di misura delle tensioni residue scelto

L'analisi sperimentale è stata condotta attraverso la misura delle tensioni residue mediante lo HoleDrillingStrain Gage Method con riferimento alla normativa americana ASTM E837 – 08e01. Al fine di risalire, attraverso un opportuno sistema di acquisizione dati, allo stato tensionale residuo è stato necessario implementare una catena di misura eseguendo un'analisi estensimetrica. Di fondamentale importanza è stata la scelta degli estensimetri utilizzati, nonché il controllo dei principali parametri di processo e di influenza (temperatura, rumore di fondo, lunghezza dei cavi) che avrebbero potuto determinare un aumento dell'incertezza nei risultati finali, potendo, nel caso peggiore, condizionarne l'esito alterando l'attendibilità degli stessi.

Estensimetri ed estensimetria

Si definisce estensimetro lo strumento atto a misurare deformazioni di elementi strutturali sottoposti ad un generico stato di sforzo, derivante da carichi di qualsiasi tipo. Tali strumenti, hanno la

capacità di rilevare le variazioni di distanza relativa fra due punti qualsiasi dell'elemento in prova lungo la loro congiungente, misurandone quindi la deformazione, pari al rapporto fra la variazione subita dai due punti considerati a causa del carico applicato e la loro distanza prima dell'applicazione del carico, definita analiticamente come $\varepsilon = \Delta l / l$, dove l è la distanza fra i due punti prima della deformazione. I più comuni sono così classificati:

- estensimetri meccanici
- estensimetri acustici
- estensimetri pneumatici
- estensimetri ottici
- estensimetri elettrici.

Le caratteristiche e proprietà che un estensimetro deve necessariamente possedere affinché possa rendersi utilizzabile sono:

- la costante di taratura dell'estensimetro deve essere stabile, non deve in altre parole essere sensibile alle variazioni di effetti termici od altri fattori ambientali;
- deve effettuare una misurazione della deformazione puntuale, locale, e non quella media, tra due punti anche se molto vicini.
- deve essere economicamente accessibile per permetterne un impiego diffuso.

Data l'entità delle grandezze in gioco, la misura non può essere diretta, infatti la deformazione è di solito molto piccola ed è quasi impossibile riuscire a quantificare la deformazione così come anticipatamente definita, tanto è vero che la sua unità di misura è $\mu\text{m} / \text{m}$.

Gli estensimetri elettrici

Gli estensimetri elettrici sono sicuramente oggi i più comuni ed i più usati. Vengono così chiamati perché effettuano la misura della deformazione indirettamente, grazie alla variazione di resistività che essi stessi subiscono. Come noto, il valore della resistenza elettrica è direttamente proporzionale alla resistività del materiale in uso e alla lunghezza del conduttore considerato, e inversamente proporzionale all'area della sezione del conduttore stesso: $R = \rho L / A$, con R valore di resistenza elettrica, ρ resistività del materiale, L lunghezza del provino e A area della sezione esaminata. Se un provino, su cui è stato opportunamente incollato un tratto di conduttore sensibile ad ogni variazione di sezione subita dal pezzo stesso, viene caricato assialmente da una forza N , esso subirà una deformazione assiale dovuta alla forza di trazione applicata. Di conseguenza anche il conduttore subirà una deformazione, che provocherà nello stesso, una variazione di sezione resistente, e quindi di resistività. Se si riesce a far sì che il pezzo e il conduttore subiscano la stessa deformazione, si dispone allora di una legge in grado di correlare la deformazione del conduttore (uguale a quella del pezzo) alla sua variazione di resistenza. I valori tipici di resistenza per un estensimetro a resistenza elettrica sono: $R = 120 \Omega$ oppure 350Ω con tolleranze dell'1%. Nel momento in cui si sceglie un estensimetro su un catalogo, la prima grandezza di interesse è la base; non va confusa con la lunghezza del supporto, che è maggiore della base: i valori tipici delle basi degli estensimetri vanno da 0.6 mm a 200 mm. Un altro parametro di fondamentale importanza nella scelta di un estensimetro, oltre al già citato valore della base, è la sensibilità espressa attraverso il fattore di taratura dell'estensimetro, più noto con il termine anglosassone di gaugefactor o ingegneristicamente, k dell'estensimetro. Tale coefficiente è, per definizione $k = \Delta R / R\varepsilon$ ossia il rapporto tra la variazione di resistenza e suo valore iniziale, rapportata alla deformazione. Valori tipici della sensibilità degli estensimetri, nel caso di estensimetri metallici, sono: $k = 2$, con

tolleranze del 1% ÷ 2%. I materiali più comuni sono la costantana (lega rame nichel), o diverse leghe nichel-cromo (nicromo V), con l'aggiunta di piccole percentuali di ferro, alluminio o molibdeno.

I circuiti dell'estensimetro

La stima della variazione di resistenza dovuta alla deformazione non avviene con misura diretta, ma occorre mediare a questa tramite l'utilizzo di alcune correlazioni matematiche: per quanto riguarda gli estensimetri elettrici si sfrutta la Legge di Ohm. Solitamente per gli estensimetri il condizionamento del segnale avviene attraverso il ponte di Wheatstone. La sequenza alla quale l'estensimetro viene sottoposto può quindi essere riassunta così: applicazione del carico, sollecitazione della sezione del pezzo, deformazione del provino, variazione di resistenza; si utilizza, infine, il ponte di Wheatstone, in grado di commutare una variazione di resistenza in una variazione di tensione. Ottenuto il segnale elettrico, la misura consiste nel procedere col passaggio inverso, ottenendo dal ΔV , la forza applicata. Il circuito a ponte è costituito da due coppie di resistenze (R_1, R_2, R_3 e R_4), disposte a quadrato, sulle cui diagonali si trova un generatore di tensione E ed un circuito di misura. Quando uno solo dei quattro lati del ponte è costituito da un estensimetro si parlerà di circuito ad un quarto di ponte, quando i lati attivi sono due (solitamente contigui) si parlerà di mezzo ponte, quando tutti e quattro i lati del ponte di Wheatstone sono costituiti da estensimetri si avrà il collegamento a ponte intero. I valori di resistenza, corrente e tensione sono ottenuti applicando le leggi di kirchoff ai nodi e alle maglie costituenti il ponte. Affinché l'estensimetro funzioni, occorre che si cominci con la misura dalla situazione di ponte bilanciato. Questa particolare situazione si ottiene quando la tensione ΔV sul tratto di misura, sia nulla e, nel caso più semplice, si ottiene non avendo passaggio di corrente. Se il ponte è bilanciato, è possibile effettuare la misura. Le misure si eseguono secondo due modalità:

- misure per azzeramento
- misure per deflessione.

Nel primo caso partendo dalla posizione di bilanciamento si applica il carico; questo provoca una deformazione ϵ , che causa a sua volta una variazione ΔR della resistenza dell'estensimetro. Di conseguenza si sbilancia il ponte. Nelle misure per azzeramento solitamente sulla diagonale di misura è posto un galvanometro, la cui impedenza in ingresso è assai bassa se confrontata con le resistenze dei lati del ponte. Se la misura è per azzeramento si agisce sulla resistenza variabile R_v , posta in parallelo ad uno dei lati del ponte per ribilanciare il ponte stesso, ossia ottenere una condizione in cui $I_5 = 0$. La posizione occupata dal cursore della resistenza variabile R_v , per ribilanciare il ponte permette, tramite taratura di risalire alla misura della deformazione che ha provocato lo squilibrio. Questo metodo garantisce le maggiori accuratezze in quanto la corrente fornita dall'alimentazione si distribuisce in uguale misura nei due rami 1 - 3 e 2 - 4, producendo uguale autoriscaldamento. Lo svantaggio palese è legato alla difficoltà nell'eseguire misure dinamiche in quanto, anche se il bilanciamento viene eseguito per via automatica, richiede tempi in ogni caso finiti e quindi limita significativamente la banda passante del sistema di misura. Le misure dinamiche si eseguono quindi per deflessione. Anche in questo caso si parte da ponte bilanciato; si legge, quindi, una grandezza elettrica che sia essa corrente o tensione sulla diagonale di misura sulla quale è presente un amplificatore od un voltmetro. Considerando le resistenze tutte equivalenti R , ipotizzando lo sbilanciamento su un solo tratto di circuito, e ancora supponendo trascurabile, come di frequente avviene, la variazione di resistenza rispetto alla resistenza stessa, si ha che $\Delta V/E = \Delta R/4R$, dalla quale è possibile esplicitare l'esito della misura.

L'influenza della temperatura

Esiste anche un legame tra variazione di temperatura e variazione di resistenza: un estensimetro potrebbe dunque essere contemporaneamente un buon trasduttore per una misura di deformazioni e un buon termometro. Gli effetti della temperatura sulle caratteristiche degli estensimetri sono:

- variazione della sensibilità, infatti $k = f(T)$
- la griglia dell'estensimetro varia la sua lunghezza in funzione della temperatura $\Delta L_{est} = \alpha_{est}\Delta T$
- la base del pozzo varia la sua lunghezza in funzione della temperatura $\Delta L_{pez} = \alpha_{pez}\Delta T$
- varia la resistività $\rho = \rho(T)$
- esiste un limite fisico oltre il quale l'estensimetro si distrugge.

L'attuale bozza di normativa in materia di estensimetria elettrica definisce un coefficiente di temperatura del fattore di taratura β : un tipico valore di β è 80 ppm/K. Per effetto della variazione di temperatura sia il pezzo sia l'estensimetro si dilatano, ma in maniera diversa, avendo coefficienti di dilatazione differenti. Si avrà allora una deformazione apparente $\varepsilon = (\alpha_{pez} - \alpha_{est})\Delta T$. Questi effetti sono raggruppati nella risposta termica dell'estensimetro. Sono possibili diverse soluzioni per ovviare ai problemi della temperatura. La prima consiste nell'impiego di estensimetri termo compensanti: la termo-compensazione del Ponte di Wheatstone di misura è ottenuta inserendo in uno dei due lati un filo estensimetrico avente le stesse caratteristiche di quello attivo di misura, ma non soggetto a deformazione. Ciò vuol dire che il filo introdotto per la termocompensazione varierà la propria resistenza solo in seguito a variazioni di temperatura, bilanciando in tal modo, gli effetti della temperatura sul filo di misura.

Problemi nel collegamento

Esistono anche problemi dovuti ai cavi di collegamento. Qualsiasi filo elettrico che collega l'estensimetro di un lato di un ponte di Wheatstone ai vertici del ponte stesso è una resistenza posta in serie all'estensimetro. E' allora possibile che questo filo sia collegato agli alti elementi del circuito mediante saldature mal fatte, che variano la loro resistenza al passaggio di corrente o ancora che questi fili non siano ben protetti sia dal punto di vista elettrico che termico, per cui risentono delle variazioni di temperatura e variano di conseguenza la loro resistenza (l'entità di queste variazioni di resistenza facilmente supera quella legata alla deformazione dell'estensimetro). Il circuito a ponte di Wheatstone non è in grado di scindere le variazioni di resistenza dell'estensimetro (sia meccaniche sia termiche) da quelle dei cavi di collegamento, e questo fatto può allargare i margini di incertezza della misura in maniera intollerabile. Ne viene che è buona norma comunque cercare di evitare cavi di collegamento lunghi. Il secondo problema riguarda il fatto che, se si hanno anche variazioni di temperatura nel corso della prova, i cavi sentono le stesse, variando la propria resistenza, che è posta in serie a quella degli estensimetri. Il primo tentativo per sorpassare questo problema è l'impiego del collegamento a tre fili, che consiste nello spostare il vertice tra i lati 2 e 4 in prossimità del punto di misura. Sfruttando le proprietà del ponte, se due lati contigui sentono la stessa variazione di temperatura, tali effetti non compariranno nella misura finale. Per quanto riguarda i circuiti per ponte intero, il tipo più diffuso è quello a quattro fili: due fili portano l'alimentazione su una diagonale del ponte e gli altri due raccolgono il segnale che solitamente viene inviato ad un amplificatore. Tale configurazione non tiene in considerazione le cadute di tensione lungo i quattro fili di collegamento, per cui si presta a misure in cui il punto di misura sia vicino alla centralina di condizionamento del segnale. Qualora tale distanza divenisse significativa, non è più possibile trascurare la lunghezza dei cavi, ed in questo caso si ricorre al

collegamento a sei fili: siccome interessa conoscere la tensione con cui effettivamente si alimenta il ponte (non ci sono problemi per la diagonale di misura la cui impedenza di ingresso è assai elevata) la soluzione consiste nell'aggiungere, in parallelo all'alimentazione, un voltmetro che, a fronte di un basso effetto di carico (ha elevata impedenza di ingresso), permette di conoscere l'effettiva tensione di alimentazione del ponte. Questo comporta l'aggiunta di altri due fili che portano a sei i fili di collegamento tra centralina di condizionamento ed estensimetri.

Le rosette estensimetriche

In presenza di un carico applicato la deformazione non avviene, escluso casi particolari, in una sola direzione. Infatti lo stato di deformazione, controllato dal tensore degli sforzi, si estende su tutte e tre le dimensioni. Finora si è parlato di estensimetro come strumento a sé stante, ma se così fosse, con un solo estensimetro si potrebbe misurare la deformazione in una sola dimensione. Per ovviare a questo problema esistono le rosette estensimetriche. Per caratterizzare lo stato di deformazione di un punto, occorre quindi disporre di tre misure di deformazione. Per questo motivo si possono avere due modalità di disposizione per le rosette:

- con griglie affiancate
- con griglie sovrapposte;

La differenza consiste nel fatto che, nel caso di griglie affiancate, la misura è relativa a tre punti che, pur se vicini, comunque non coincidono, mentre nel caso di griglie sovrapposte, la misura è relativa allo stesso punto, ma la necessità di isolare tra loro i tre estensimetri riduce le possibilità di smaltimento del calore e limita la perfetta aderenza tra ciascun estensimetro ed il pezzo di prova. Ovviamente il risultato che viene fuori dalla misura non sarà lo stato di deformazione, ciò a cui si vuole arrivare, ma saranno le misure date dalle deformazioni subite dalla rosetta estensimetrica, secondo le direzioni che assume. Si può, quindi, passare dalla deformazione secondo le direzioni della rosetta allo stato di deformazione attraverso correlazioni matematiche tipiche del legame elastico. Essendo infatti il tensore degli sforzi unico in quel punto, tramite la conoscenza delle deformazioni nelle tre direzioni si può risalire alle deformazioni subite dal pezzo nelle tre direzioni principali.

Drilling Strain Gage Method

Normativa ASTM E837 - 08e1: Standard Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method

La normativa americana cui si è fatto riferimento per la misura delle tensioni residue fornisce indicazioni sia riguardanti le modalità con le quali deve essere eseguita la prova sia correlazioni matematiche utili per il calcolo dello stato tensionale note le deformazioni derivanti dalla foratura. Questa procedura per la determinazione dei profili di tensione residua è eseguita in prossimità della superficie di un materiale isotropo a comportamento elastico lineare. Le sollecitazioni possono rimanere pressoché costanti con la profondità ("uniformi") o possono variare in modo significativo con la profondità ("non uniformi"). Il pezzo misurato può essere "sottile" con spessore molto inferiore al diametro del foro o "spesso" con spessore molto maggiore del diametro del foro. Misure di tensione uniformi sono specifiche di pezzi sottili, mentre le misure di tensione sia uniformi che non, sono specifiche per elevati spessori. Il procedimento della misurazione delle tensioni residue attraverso il metodo della rosetta forata può essere riassunto brevemente in sei steps:

1. Una speciale rosetta a tre o sei elementi è installata sul provino nel punto in cui si è deciso di determinare le tensioni residue;

2. La rete di estensimetri è cablata e connessa ad un indicatore multi – canale di deformazione statica, diverso a seconda che si tratti di estensimetri a tre o sei elementi;
3. La macchina di precisione (Model RS – 200) è attaccata alla parte e accuratamente centrata, con l’ausilio di un microscopio, sul bersaglio di foratura della rosetta ovvero nel centro della stessa;
4. Dopo aver tarato il circuito determinando la posizione dello zero, viene eseguito un foro poco profondo attraverso il centro della rosetta;
5. I valori letti corrispondono allo stress residuo iniziale;
6. Attraverso un apposito sistema di acquisizione dati ed un software di elaborazione è possibile risalire, dalle deformazioni misurate e dalla loro direzione, alle tensioni residue principali.

Il metodo descritto risulta essere molto versatile e non richiede particolari competenze da parte dell’operatore per essere eseguito; di conseguenza è possibile effettuare le prove nel rispetto dello Standard ASTM in qualsiasi laboratorio e su pezzi di qualsiasi forma e dimensione. Esso viene spesso indicato come metodo “semi – distruttivo” a patto che il foro non comprometta l’integrità strutturale del pezzo in prova (tipicamente sia il diametro che la profondità del foro vanno da $\frac{1}{32}$ a $\frac{3}{16}$ inches, vale a dire da 0.8 a 4.8 mm). In molti casi, inoltre, il foro può facilmente essere eliminato dalla superficie del pezzo in prova attraverso una semplice lucidatura a mano. Il principio alla base della misurazione delle tensioni residue con il metodo descritto consiste nel considerare che ogni direzione perpendicolare ad una superficie libera, in questo caso quella del foro, è necessariamente un asse principale su cui le tensioni normali e tangenziali sono zero. L’eliminazione di queste tensioni per effetto della presenza del foro determina un cambiamento dello stato tensionale dovuto all’insorgere localmente di uno stato di deformazione.

Criteria di selezione e scelta dell’estensimetro

Gli estensimetri possono essere usati per misurare delle grandezze fisiche a partire dalla deformazione di un elemento meccanico, in maniera diretta o indiretta. La grande precisione ottenibile dagli estensimetri consente, quando sono incollati su degli elementi meccanici sensibili, di fornire un segnale elettrico proporzionale ad una grandezza fisica quale il peso, la forza, la pressione, la coppia, l’accelerazione e di costituire così un trasduttore. I trasduttori sono oggi parte integrante dell’automazione e dei sistemi di controllo, la cui diffusione è aumentata per l’uso sempre più generalizzato dei computer. I sistemi moderni di pesatura includono trasduttori, denominati celle di carico, che, grazie a delle meccaniche di alta precisione e agli ultimi sviluppi delle prestazioni degli estensimetri, soddisfano le norme internazionali più esigenti. Sia per l’analisi sperimentale delle tensioni che per la realizzazione di trasduttori, è importante scegliere l’estensimetro appropriato in funzione dei requisiti quali la precisione, la durata di vita in fatica, il campo di temperatura e le condizioni ambientali

Tutti gli estensimetri sono costruiti con pellicole di costantana (60% rame e 40% nichel), sono auto compensati rispetto alla temperatura ed incorporano un obiettivo di centraggio per l’uso con una fresatura di precisione.

In funzione del campo di temperatura ammesso dall’estensimetro, del campo di deformazione cui esso è sensibile e del materiale, per il caso di studio in esame, si è scelto di utilizzare la rosetta estensimetrica CEA – 062UL – 120. Gli estensimetri della serie CEA sono i più usati per l’analisi sperimentale delle sollecitazioni e sono da considerarsi la prima scelta per la loro facilità d’installazione.

Questi estensimetri sono incapsulati e hanno comodi terminali in rame che consentono la saldatura diretta dei cavi che vanno alla strumentazione per l'acquisizione delle deformazioni prima che queste possano essere elaborate attraverso uno specifico software. Inoltre, essi sono forniti nella "gagelenght" ovvero lunghezza della griglia di 1/16 in (1.6 mm) con una resistenza di $120 \pm 0.4\%$ Ohm.

Applicazione dell'estensimetro

La procedura di installazione degli estensimetri rappresenta una delle operazioni più delicate e complesse. L'errato incollaggio degli estensimetri può, infatti, seriamente compromettere l'attendibilità dei risultati finali. Di seguito si riportano in maniera schematica e riassuntiva i principali steps eseguiti per il corretto montaggio degli estensimetri.

A. preparazione della superficie: gli estensimetri possono essere incollati su qualunque materiale solido, a condizione che la superficie sia adeguatamente pulita. La preparazione della superficie può essere realizzata con più metodi, di cui se ne riportano alcuni

Sgrassaggio: si effettua lo sgrassaggio per rimuovere oli, grassi, contaminanti organici e residui chimici solubili. Lo sgrassaggio deve sempre essere la prima operazione, per evitare che i residui del carteggio susseguente possano ricontaminare la superficie del materiale. Materiali porosi come il titanio, ghisa o alluminio colato devono essere scaldati per evaporare gli idrocarburi od altri liquidi di cui sono impregnati.

Carteggio: nella preparazione della superficie il carteggio è usato per togliere degli strati superficiali non graditi (ruggine, vernice, strati galvanici, ossidi, ecc.) e sviluppare una superficie ideale per l'incollaggio. Il grado ottimale di finitura per l'incollaggio dipende dalla natura e dallo scopo dell'installazione. Per analisi delle tensioni in generale una rugosità superficiale dell'ordine di 2,5 micrometri rms è sufficiente ed ha il vantaggio rispetto alle superfici più rugose di essere più facilmente pulibile.

Tracciatura per l'orientamento dell'estensimetro: La procedura normale per posizionare ed orientare un estensimetro sulla superficie da analizzare, è di tracciare un paio di linee incrociate nel punto ove la misura deve essere eseguita. Le linee sono tracciate in modo perpendicolare una all'altra, con una linea orientata nella direzione della misura. L'estensimetro è poi posizionato in modo che i triangoli di riferimento che definiscono l'asse longitudinale e l'asse trasversale della griglia dell'estensimetro siano allineati con le linee di riferimento sulla superficie.

B. Posizionamento estensimetro: Posizionare l'insieme estensimetro/nastro adesivo in modo da allineare i segni di riferimento dell'estensimetro con la linea tracciata sul provino.

C. Applicazione collante: Sollevare il nastro adesivo e, mantenendolo nella stessa posizione, applicare 1 o 2 gocce di adesivo alla giunzione fra nastro adesivo e provino.

D. Fissaggio estensimetro: Tenendo con una mano il nastro, lentamente ma con fermezza, passare sopra l'insieme nastro adesivo/estensimetro con una garza (fig.9) portando l'estensimetro esattamente sopra il segno d'allineamento sul provino. Applicare una pressione con le dita quando si passa sopra con la garza. Il migliore incollaggio si ottiene quando lo strato di adesivo è molto sottile. Subito dopo essere passati con la garza, applicare una pressione con il dito sopra l'estensimetro e la basetta (fig. 10). La pressione deve essere applicata per 1 minuto circa. In ambienti a bassa umidità (sotto il 30%) o/e a bassa temperatura (sotto i 20°C) la pressione deve essere applicata per alcuni minuti. Se fosse necessario incollare un estensimetro grande o su superfici curve, sarà bene applicare la pressione con un attrezzo preformato.

E. Rimozione nastro adesivo: Estensimetro e basetta sono ora incollati. Per togliere il nastro adesivo tirarlo indietro sopra se stesso, staccandolo lentamente e liberando la superficie. Questo permette di evitare il sollevamento della griglia e di danneggiare l'installazione. Non è necessario togliere immediatamente il nastro. Se lasciato sul posto protegge l'estensimetro.

Completano la procedura di installazione:

- F. Verifica del corretto posizionamento
- G. Saldatura dei terminali
- H. Saldatura e fissaggio dei cavi
- I. Applicazione del protettivo

Strumentazione utilizzata

Fresa di precisione RS 200

La RS 200 è l'apparecchio di precisione per il posizionamento accurato e la perforazione di un foro attraverso il centro di una speciale rosetta estensimetrica, utilizzato durante la prova. Per la corretta installazione sulla parte di lavoro e per facilitare le operazioni di foratura anche su superfici non perfettamente piane, essa è supportata da tre viti girevoli con cuscinetti di montaggio. L'allineamento della guida di fresatura rispetto alla rosetta estensimetrica avviene inserendo un microscopio speciale nella guida a scopo di centraggio, e poi posizionando la guida esattamente sul centro della rosetta mediante quattro viti di regolazione XY. L'assieme microscopio, costituito da un contenitore in acciaio lucido con oculare, reticolo, e la lente obiettivo, permette l'allineamento del centro dell'estensimetro. Il microscopio viene anche utilizzato per misurare il diametro del foro dopo che è stata eseguita la perforazione. L'assieme guida e microscopio viene riportato nella Fig. 4.23.

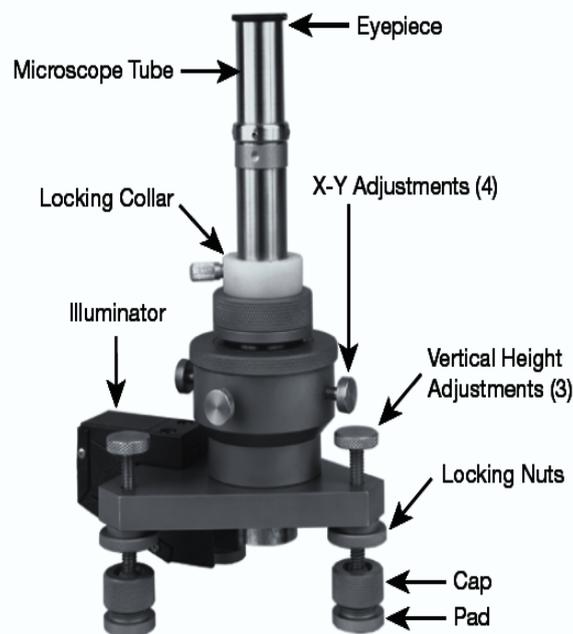


Fig. 4.23 – Assieme microscopio

In seguito all'allineamento, il microscopio viene rimosso dalla guida e sostituito da una tra le due frese standard a disposizione: da 0,062 in (1.6mm) e 0,125 in (3.2mm) di diametro. La barra di

fresatura di diametro maggiore è dotata di un giunto cardanico di collegamento flessibile per un motore a trapano. La fresa a bassa velocità può essere soddisfacente per alcuni acciai dolci e leghe di alluminio. Per acciai inossidabili, leghe a base di nichel, è generalmente più conveniente una turbina ad alta velocità alimentata ad aria compressa; Le punte di ciascuna fresa sono realizzate in carburo di tungsteno con diametro di 0.8 millimetri e 1.6 millimetri. L'azionamento della turbina ad aria avviene attraverso l'utilizzo di un comando a pedale. La profondità di discesa durante l'operazione di foratura e il posizionamento iniziale della fresa sulla superficie dell'estensimetro (posizione dello zero) sono ottenuti con l'ausilio di un micrometro, disponibile in unità inglesi o metriche. Questo dispositivo viene utilizzato per la foratura incrementale quando si desiderano informazioni sulla variazione di tensione residua con profondità. Nella figure seguenti si riportano le immagini relative all'assieme con microscopio e alle turbine di bassa velocità e alta velocità.

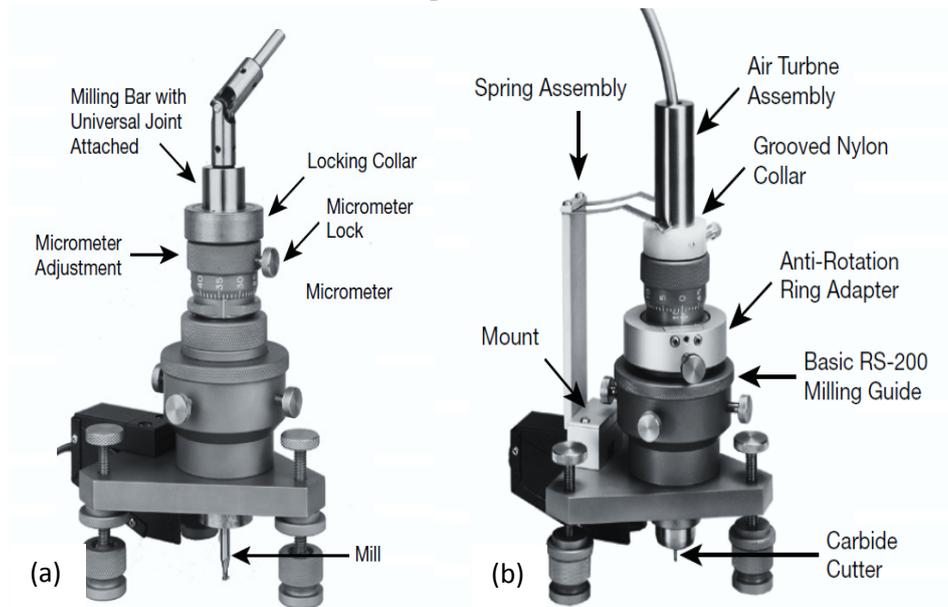


Fig. 4.24 – Fresa RS 200: turbine bassa velocità (a); turbine alta velocità (b)

Sistema di acquisizione dati

Le deformazioni indotte dall'operazione di foratura e opportunamente rilevate dagli estensimetri attraverso segnali elettrici vengono codificati da un opportuno sistema di acquisizione. Quello utilizzato durante le operazioni di misura è uno strumento multicanale che permette di ottenere, previo bilanciamento del ponte di Wheatstone, i valori delle tre deformazioni principali lette dalla rosetta estensimetrica ed espresse in $\frac{\mu m}{m}$ ovvero microstrain.



Fig. 4.25: Sistema di acquisizione dati P 3500

Software di elaborazione dati

L'analisi dei risultati, ottenuti attraverso l'implementazione della catena di misura mediante l'utilizzo del sistema di acquisizione precedentemente descritto, è stata effettuata utilizzando un software di elaborazione specifico, associato al metodo di misurazione delle tensioni residue con foro cieco secondo la normativa ASTM E837 – 89e01. H – Drill, infatti, è un programma specifico per la determinazione dello stato tensionale residuo a seguito di prove di foratura. Esso consente di ottenere oltre ai valori numerici delle tensioni residue al variare della profondità anche l'elaborazione in forma grafica dei risultati a seconda della variabile di output di cui si vuole osservare l'andamento, fissate le condizioni al contorno.

Misurazioni di tensioni uniformi

Il metodo della foratura è una procedura conveniente ed efficace per misurare tensioni residue. Il principio di base è stato introdotto da Mathar nel 1934. Da allora, molti ricercatori hanno ulteriormente sviluppato il metodo, che si conclude con l'istituzione di una procedura standardizzata ASTM E837. L'obiettivo originale e più comune è valutare nel piano se le tensioni residue possono essere assunte uniformi o con la profondità dalla superficie di un campione di spessore, o attraverso lo spessore di un campione sottile. La procedura ASTM E837 si riferisce a questi casi. Per un campione di spessore, la procedura standard ASTM E837 include un test per l'uniformità delle tensioni residue misurate

Misurazioni di tensioni non uniformi

In molti casi, le tensioni residue non sono uniformi con la profondità dalla superficie del campione. Ad esempio, un materiale che ha subito un trattamento di pallinatura presenta sollecitazioni di compressione elevate in prossimità della superficie, con tensioni di trazione molto più piccole all'interno. In tali casi, l'assunzione di stress uniforme non è ragionevole o utile. Nel corso degli anni, diversi metodi matematici sono stati sviluppati per il calcolo delle misurazioni di tensioni residue non uniformi dal foro di trivellazione in materiali spessi. Questi metodi cercano di identificare le tensioni interne residue considerando l'evoluzione degli sforzi misurati a mano a mano che la profondità del foro viene gradualmente aumentata. Poiché le misure estensimetriche sono realizzate con estensimetri attaccati alla superficie del campione, la sensibilità è maggiore per le tensioni residue misurate in prossimità della superficie. La sensibilità si riduce rapidamente con

la profondità. A profondità superiori a circa la metà del diametro medio della rosetta forata, la sensibilità verso l'interno scompare completamente. Questa variazione di sensibilità allo sforzo rende difficile valutare sollecitazioni interne in maniera affidabile. Piccoli errori nelle misurazioni sperimentali possono causare errori molto più grandi nei calcoli delle tensioni residue. Questa è una limitazione fisica fondamentale del metodo della rosetta forata. I vari metodi matematici utilizzano approcci diversi per minimizzare gli effetti negativi di errori sperimentali. Tuttavia, tutti devono affrontare la stessa difficoltà tra risoluzione spaziale e l'incertezza dello stress. Se è necessaria una buona risoluzione spaziale della variazione delle tensioni residue con la profondità, ci sarà rumore sostanziale e incertezza nei valori individuali allo stress. D'altra parte, se è necessaria una bassa sensibilità agli errori sperimentali, la risoluzione spaziale deve essere sacrificata. Come con qualsiasi altro calcolo matematico, la qualità delle tensioni residue calcolate dipende direttamente dalla qualità dei dati di ingresso. L'estrema sensibilità agli effetti di piccoli errori sperimentali nelle misure di deformazione rende particolarmente complesso il calcolo delle sollecitazioni residue particolarmente dipendenti dall' avere dati di alta qualità di misura. Così, la meticolosa tecnica sperimentale è essenziale, con particolare attenzione data per ottenere misure accurate quanto più è possibile libere da rumori estranei e da errori. I metodi di calcolo di stress residui utilizzati da H-DRILL sono progettati per essere resistenti agli effetti negativi di dati rumorosi.

Metodi di calcolo per tensioni non uniformi

I tre metodi di calcolo di stress utilizzati dal software H-DRILL nell'intervallo compreso tra bassa sensibilità agli errori sperimentali e ad alta risoluzione spaziale di calcolo tensioni residue sono:

- ✓ **Metodo di stress uniforme** : questo è il metodo indicato nella norma ASTM 837. Si presuppone che le tensioni residue sono uniformi con la profondità. Pertanto, questo metodo non ha risoluzione spaziale. Tuttavia, quando le sollecitazioni residue misurate sono in realtà uniformi, questo è il metodo di scelta perché è il meno sensibile agli effetti di errori sperimentali.
- ✓ **Metodo di serie di potenze**: questo è un metodo intermedio. Esso fornisce una quantità limitata di risoluzione spaziale assumendo che le tensioni residue varino linearmente con la profondità dalla superficie del campione. Il metodo è più sensibile agli effetti di errori sperimentali del metodo stress uniforme, ma è una buona scelta quando le sollecitazioni residue misurate variano uniformemente con la profondità.
- ✓ **Metodo integrale**: questo metodo fornisce una valutazione separata delle tensioni residue all'interno di ogni incremento di profondità utilizzato durante la prova. Pertanto, la risoluzione spaziale è la migliore dei tre metodi di calcolo. Viene scelto quando si riscontrano rapide variazioni delle tensioni residue. Tuttavia, la sensibilità delle sollecitazioni calcolate a piccoli errori sperimentali è anche la più grave. Il problema si amplifica rapidamente se viene fatto un tentativo di aumentare la risoluzione spaziale utilizzando incrementi della profondità molto piccoli. Lo schema di regolarizzazione di Tikhonov utilizzato da H-DRILL è un metodo efficace di stabilizzazione linearizzando i risultati ottenuti con il metodo integrale anche quando sono eseguiti un gran numero di incrementi di profondità. Il livellamento riduce leggermente la risoluzione spaziale, ma migliora notevolmente la stabilità e resistenza ai piccoli errori sperimentali.

Scelta del metodo di calcolo

La scelta di quale metodo di calcolo dello stress utilizzare, dipende da quale tra i tre dia l'equilibrio più soddisfacente tra un risultato realistico e una soluzione stabile. La qualità della soluzione può

essere valutata osservando che tutti i metodi di calcolo possono dare tensioni che non corrispondono esattamente ai dati. Ad esempio, il metodo delle tensioni uniformi calcola sempre tensioni che sono uniformi con la profondità. Se le effettive sollecitazioni non sono uniformi, i risultati corrispondenti alle sollecitazioni uniformi assunte non sono gli stessi degli effettivi (misurati). Allo stesso modo, il metodo integrale con regolarizzazione dà sollecitazioni linearizzate. I valori corrispondenti a tali sollecitazioni non sono gli stessi misurati e corrispondenti alla soluzione non livellata (rumorosa). La differenza tra i valori corrispondenti alla soluzione teorica e le tensioni reali misurate viene chiamato "misfit". Un modesto misfit è accettabile a condizione che sia di dimensioni simili all'incertezza (errore sperimentale) delle misure di deformazione. L'errore di calcolo è denominato "errore modello", e l'errore nella misurazione viene chiamato "errore dati". La corrispondenza dei due dà un equilibrio ottimale tra stabilità della soluzione e risoluzione spaziale. Questa corrispondenza dell'errore "modello" e "dati" è la base della scelta automatica della quantità di Tikhonov che il software H-DRILL utilizza per stabilizzare il metodo integrale. Per gli altri metodi di calcolo di stress, una dimensione simile del misfit indica l'accettabilità della soluzione. H-DRILL esegue il confronto automaticamente, e dà il suo suggerimento circa l'accettabilità del metodo di calcolo utilizzato. Quando si visualizzano i risultati dello stress, il programma include una notazione riguardante il risultato. Se il valore è pari a $\sqrt{2}$ volte l'errore stimato standard, H-DRILL indica il risultato "soddisfacente", se l'errore stimato è circa 2 volte quello standard, il programma indica "marginale", altrimenti indica "eccessivo". Bisogna tener presente che queste non sono conclusioni definitive, ma sono solo suggerimenti automatici in base a regole euristiche. Poiché la natura delle tensioni residue da misurare non è generalmente nota in anticipo, la scelta del metodo di calcolo da utilizzare è difficile da prevedere. Una buona strategia è quella di provare tutti e tre i metodi in ordine inverso (integrale, serie di potenze, e Stress uniforme). Una buona valutazione ingegneristica, combinata con una conoscenza delle sollecitazioni attese, dovrebbe essere usata per scegliere il più appropriato metodo di calcolo. Giudizio simile è anche essenziale per interpretare il significato e l'affidabilità dei risultati ottenuti.

4.6.3 Procedura di prova seguita

La procedura di prova è stata quindi condotta con riferimento a quanto precisato nella normativa ASTM E837 – 89e01 circa la misura delle tensioni residue con foro cieco. Essa può essere schematicamente riassunta in alcuni passaggi fondamentali:

- Scelta del punto in cui applicare gli estensimetri
- Applicazione degli estensimetri e cablaggio
- Posizionamento della foratrice sulla parte
- Centraggio della rosetta estensimetrica mediante il microscopio
- Posizionamento della fresa
- Foratura
- Acquisizione delle deformazioni
- Elaborazione dei dati con il software H – Drill e verifica dei risultati

Le posizioni dei fori sono state individuate tenendo conto della sperimentazione da realizzare; in particolare lo scopo della misurazione delle tensioni residue è stato mirato alla comprensione degli effetti conseguenti ai cicli di lavorazione a cui la parte era stata sottoposta ossia Rullatura a Caldo, Hot Stretch Forming e CreepForming, quest'ultimo proprio con l'intento di rilassare le tensioni

residue presenti nel pezzo. Per una migliore comprensione delle zone in cui applicare gli strainage, tenendo conto dei dati geometrici in possesso è stato realizzato un modello CAD della suddetta parte mediante un programma di modellazione grafica (Solidworks 2010).

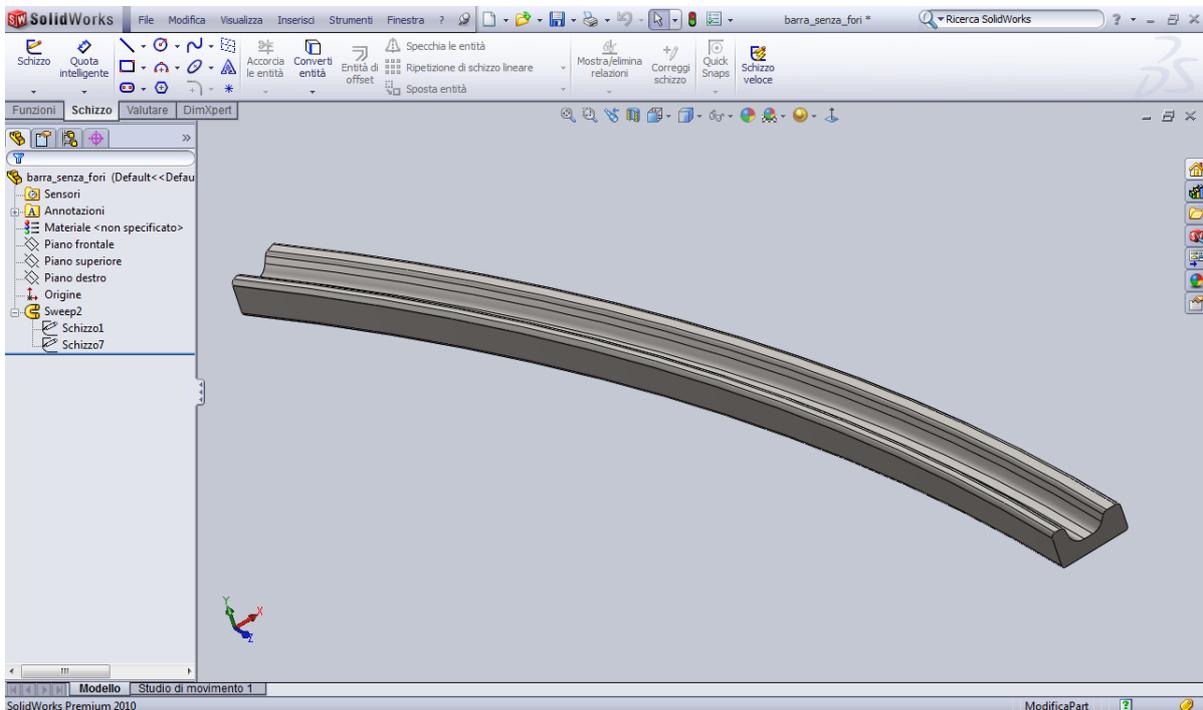


Figure 4.26 – Disegno del componente realizzato al CAD

Si sono ritenute sufficienti 3 misurazioni in corrispondenza di ognuna delle 4 sezioni (sezione a “C”) di prova individuate; così da ottenere 9 misurazione relativamente al tratto sottoposto ad Hot Stretch Forming e 3 misurazioni per il tratto iniziale della barra sottoposto a processo di rullatura a caldo (Hot Rolled).

Per una maggiore comprensione nelle Figure 4.27 e 4.28 vengono riportati i disegni tecnici della parte e le posizioni dei fori di cui sopra.

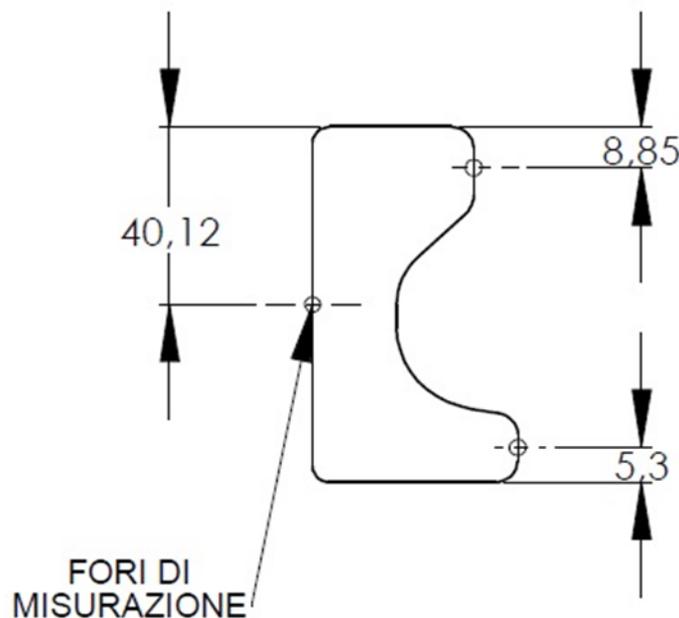


Figura 4.27 - Sezione “C” con posizione fori (misure espresse in mm)

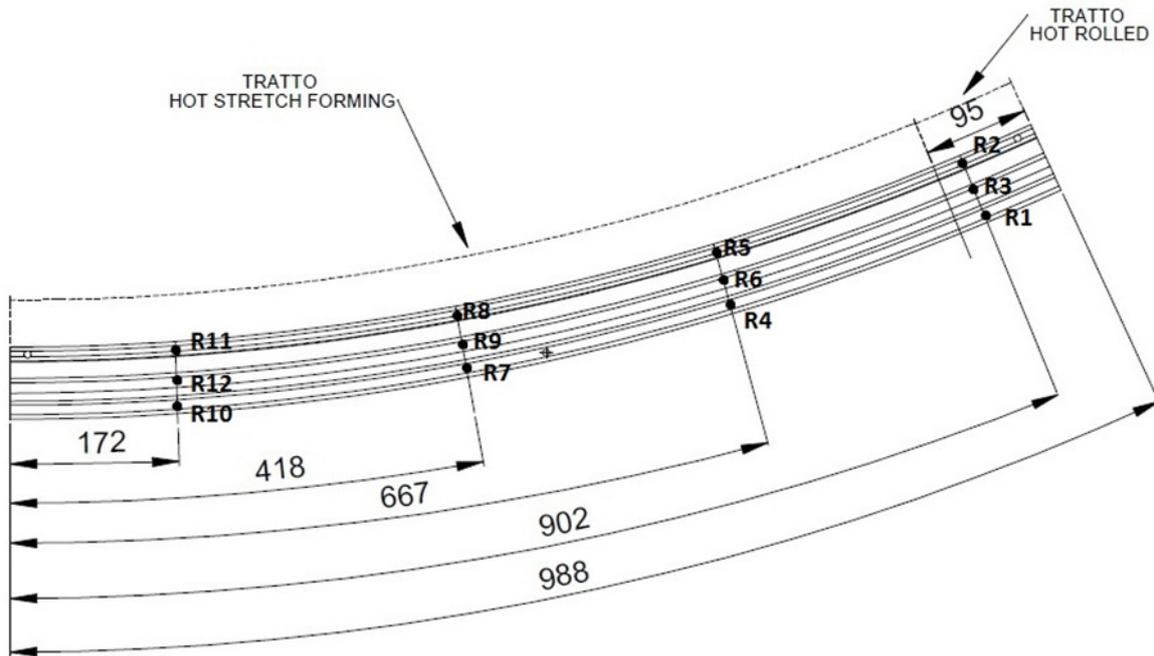


Figura 4.28 – Posizione fori lungo il componente di prova (misure espresse in mm)

La Tabella 4.1 riassume le informazioni relative ai 12 punti di misurazione.

Materiale di prova	di	Sezione	Tipo di componente	di	Riferimento punto	Dimensioni
Ti-6Al-4V		“C”	Side frame rullata e distesa a 730°C		R1	902 mm long. – 5,3 mm
Ti-6Al-4V		“C”	Side frame rullata e distesa a 730°C		R2	902 mm long. – 8,85 mm
Ti-6Al-4V		“C”	Side frame rullata e distesa a 730°C		R3	902 mm long. – 40,12 mm
Ti-6Al-4V		“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C		R4	667 mm long. – 5,3 mm
Ti-6Al-4V		“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C		R5	667 mm long. – 8,85 mm
Ti-6Al-4V		“C”	Side frame formata per HSF e distesa a		R6	667 mm long. –

		730°C		40,12 mm
Ti-6Al-4V	“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C	R7	418 mm long. – 5,3 mm
Ti-6Al-4V	“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C	R8	418 mm long. – 8,85 mm
Ti-6Al-4V	“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C	R9	418 mm long. – 40,12 mm
Ti-6Al-4V	“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C	R10	172 mm long. – 5,3 mm
Ti-6Al-4V	“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C	R11	172 mm long. – 8,85 mm
Ti-6Al-4V	“C”	Side frame formata per HSF e distesa a 730°C	R12	172 mm long. – 40,12 mm

Tabella 4.1 – Schema riassuntivo su fori di misura

Inserimento dei dati nel software H-Drill

I valori delle deformazioni espresse in microstrain per i 4 fori sono state inserite all'interno del software H – Drill per l'elaborazione dei risultati sia dal punto di vista numerico che dal punto di vista grafico. Per farlo è stato necessario preliminarmente caratterizzare sia il materiale sul quale è stata eseguita la prova, attraverso l'inserimento delle principali caratteristiche (modulo di Young, sigma di snervamento, rapporto di Poisson), sia parametri relativi al foro (diametro, errore di scostamento), sia il tipo di rosetta estensimetrica utilizzata. In particolare è stato utilizzato un valore del diametro del foro di circa 4 mm, un valore del rapporto di Poisson pari 0.34, un valore della tensione di snervamento pari a 827 MPa, un modulo di Young di 110 000 MPa.

Successivamente è stata specificata la modalità con la quale è stata eseguita la prova, vale a dire se trattasi di foro passante o foro cieco e sono stati di conseguenza inseriti i valori delle deformazioni ricavate precedentemente. Al fine di ottenere un andamento dei valori misurati confrontabile con quello teorico, definito dal programma e funzione del tipo di metodo utilizzato, è stato necessario inserire anche un errore standard pari, nel caso specifico, all'1%. È in funzione di esso, infatti, che viene definito il misfit, ovvero lo scostamento dei valori misurati da quelli teorici.

Prima di verificare i risultati con i metodi descritti nei paragrafi precedenti è stato necessario specificare le variabili di output di cui osservare i valori numerici e gli andamenti. È possibile settare le opzioni di calcolo nella relativa finestra.

L'ultimo passaggio consiste nello specificare quale dei tre metodi si vuole visualizzare l'andamento delle variabili precedentemente scelte. Nella finestra relativa al foro cieco è possibile effettuare la scelta e, nel caso, salvare i risultati.

4.7 Spettroscopia di Impedenza Elettrochimica

Tale metodo d'indagine è stato impiegato per caratterizzare e confrontare gli ossidi formati sull'area HSF e su quella HR. Inoltre, le stesse indagini sono state eseguite sull'ossido lasciato accrescere naturalmente, all'aria, su provini ricavati dal pezzo in esame.

Cenni sui fenomeni corrosivi

Il fenomeno di corrosione è un processo spontaneo di natura elettrochimica che altera la superficie di un materiale metallico a contatto con l'ambiente esterno. A causa di questo processo si ha una perdita netta di materiale graduale nel tempo il cui risultato è un degrado delle proprietà meccaniche del metallo. Il decadimento tecnologico di un metallo, prodotto da un processo corrosivo, non è soltanto connesso alla dissoluzione macroscopica del metallo, ma si riferisce anche alla riduzione dell'efficienza funzionale della struttura

Per quanto concerne il titanio, un film d'ossido stabile e sostanzialmente inerte fornisce al metallo un'eccezionale resistenza a corrosione in una vasta gamma di mezzi aggressivi. Essendo un materiale estremamente reattivo, ogni volta che esso è esposto all'atmosfera o ad un ambiente contenente ossigeno libero, il titanio si ricopre immediatamente di un film d'ossido sottile e tenace. A condizione che sia presente una sufficiente quantità d'ossigeno, il film può autorigenerarsi quasi immediatamente se danneggiato meccanicamente. Siccome la passivazione del titanio dipende dalla presenza del film d'ossido superficiale, questo metallo è sensibilmente più resistente a corrosione nelle soluzioni ossidanti che nei mezzi non ossidanti, in cui si hanno velocità d'attacco relativamente alte. Il titanio non è soggetto a rottura per stress-corrosion o per pitting in soluzioni acquose di cloruri di metalli inorganici ed ha un'eccezionale resistenza ad acqua di mare, anche in condizioni di alta velocità o in acqua inquinata.

4.7.1 Cenni sulla tecnica utilizzata

La Spettroscopia di Impedenza Elettrochimica (EIS) è ormai universalmente riconosciuta come una delle metodologie più affidabili per lo studio e la caratterizzazione dei sistemi elettrochimici. Tecnica di analisi nota in elettrochimica da almeno un secolo, l'EIS si è diffusa solo nell'ultimo decennio, grazie allo sviluppo di microprocessori ed apparecchiature elettroniche idonee. La EIS è particolarmente adatta per lo studio di superfici aventi un'elevata impedenza elettrochimica ed è quindi particolarmente adatta per la valutazione del degrado di strati di protezione dovuti ai rivestimenti organici e agli strati di pretrattamento sui metalli. Inoltre, è possibile fornire non solo la quantificazione delle capacità di protezione dei rivestimenti, ma anche informazioni sui meccanismi coinvolti in questa protezione e la loro degradazione.

Definizione di impedenza

Ogni sistema sottoposto ad una perturbazione esterna $x(t)$ reagisce con una risposta caratteristica $y(t)$, e può essere descritto da una equazione differenziale del tipo:

$$a_0x(t) + a_1 \frac{dx(t)}{dt} + a_2 \frac{d^2x(t)}{dt^2} + \dots = b_0y(t) + b_1 \frac{dy(t)}{dt} + b_2 \frac{d^2y(t)}{dt^2} + \dots \quad (4.1)$$

In linea del tutto generale $x(t)$ può essere rappresentato da un campo magnetico, da un campo di deformazione, da un campo elettrico, tutti variabili nel tempo, mentre le risposte caratteristiche $y(t)$ possono essere rispettivamente il campo di induzione che viene a crearsi nel sistema, gli stati tensionali che ivi si generano, o l'intensità di corrente che lo percorre. Nella Spettroscopia di Impedenza, in particolare, la perturbazione consiste in un piccolo segnale in tensione e la risposta analizzata è l'intensità di corrente che attraversa il sistema (metodo potenziostatico).

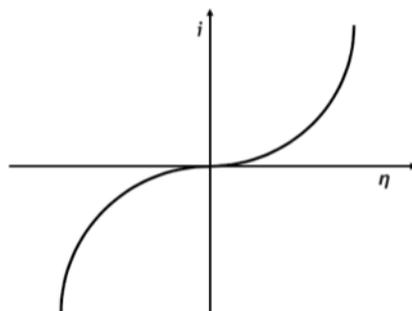


Fig. 4.29 - Relazione tra intensità di corrente e sovrapotenziale in un sistema elettrochimico

Per i sistemi lineari, ossia per quei sistemi che presentano una risposta del primo ordine alla sollecitazione applicata, l'impedenza risulta indipendente dalla perturbazione. In un sistema elettrochimico, però, la relazione tra tensione ed intensità di corrente non è di tipo lineare (figura 4.29).

Nella figura $\eta = (\Delta V - \Delta V_e)$ è il sovrapotenziale, in cui ΔV è la d.d.p. applicata al sistema e ΔV_e rappresenta il potenziale di equilibrio caratteristico del sistema, i è la densità di corrente (intensità di corrente per unità di superficie A/cm^2) che lo attraversa.

Se però la perturbazione $v(t)$ è sufficientemente piccola, la relazione stimolo risposta può essere linearizzata, come mostrato in figura 4.30.

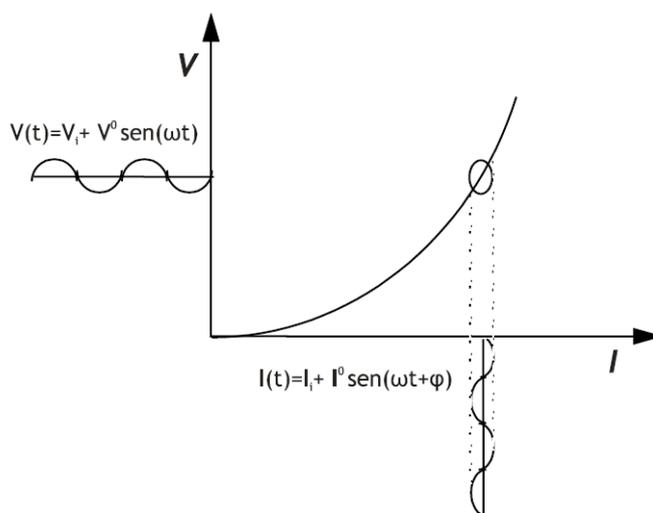


Fig. 4.30 - Approssimazione lineare per piccole perturbazioni

Di solito, la forma della sollecitazione viene scelta in modo da poter essere facilmente processabile a livello analitico, ed il più facilmente riproducibile a livello sperimentale. Normalmente $v(t)$ ha un andamento sinusoidale:

$$v(t) = V_M \sin(\omega t)$$

e, in virtù della linearizzazione, la risposta risulta essere una sinusoida con pulsazione uguale a quella della perturbazione, del tipo

$$i(t) = I_M(\omega) \sin(\omega t + \varphi)$$

dove V_M ed I_M sono rispettivamente l'ampiezza della perturbazione e della risposta, $\omega = 2\pi f$ è la pulsazione, con f frequenza espressa in Hertz. La risposta è in generale sfasata di un angolo φ rispetto ad $V(t)$, come raffigurato in figura 4.31. La sua ampiezza e lo sfasamento φ sono funzione della frequenza.

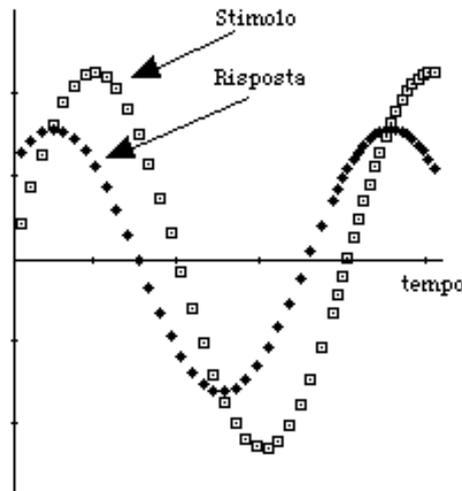


Fig. 4.31 - Rappresentazione di uno stimolo sinusoidale e della relativa risposta

È possibile, dunque, definire una funzione di trasferimento $Y(t-t')$, che mette in relazione la risposta e la perturbazione:

$$i(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} Y(t-t') v(t') dt'$$

Trasformando la precedente equazione differenziale tra grandezze reali nel dominio del tempo in un'equazione algebrica tra grandezze complesse per mezzo della trasformata di Laplace, si ottiene un'espressione del tipo:

$$\underline{I}(\omega) = \underline{Y}(\omega) \underline{V}(\omega)$$

Dall'equazione precedente si ottiene inoltre:

$$\underline{Y}(\omega) = \frac{\underline{I}(\omega)}{\underline{V}(\omega)}$$

e, quindi, misurando la risposta del sistema è possibile risalire alla sua funzione di trasferimento. Tale funzione di trasferimento $Y(\omega)$ è detta ammettenza.

Si definisce impedenza e si indica col simbolo $Z(\omega)$ l'inverso dell'ammettenza:

$$\underline{Z}(\omega) = \frac{1}{\underline{Y}(\omega)}$$

L'impedenza $Z(\omega)$ rappresenta, dunque, il rapporto tra la tensione applicata al sistema e l'intensità di corrente generata, è una funzione della frequenza, e sarà espressa, nella convenzione elettrochimica, dalla seguente relazione

$$\underline{Z}(\omega) = Z' - iZ''$$

dove: $Z' = Z_M \cos(\omega t)$ e $Z'' = -Z_M \sin(\omega t)$ (opposto della parte immaginaria)

L'impedenza $Z(\omega)$ è dunque rappresentabile come un vettore nel piano complesso, di modulo

$$|Z| = \sqrt{(Z')^2 + (Z'')^2}$$

e formante un angolo ϕ con l'asse reale pari a

$$\phi = \arctg\left(-\frac{Z''}{Z'}\right)$$

in cui Z' rappresenta la componente reale o resistiva, e Z'' rappresenta la parte immaginaria o reattiva.

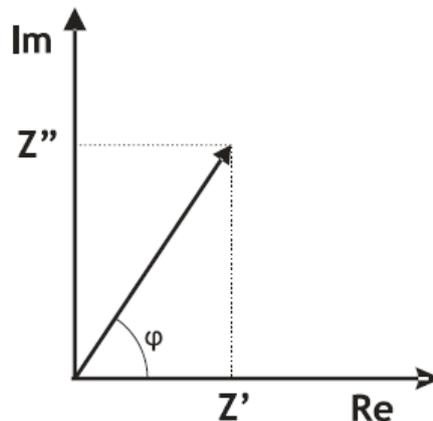


Fig. 4.32- Rappresentazione dell'impedenza vettoriale nel piano complesso

Circuiti equivalenti

Considerati due circuiti A e B composti da dipoli ideali, essi si dicono **'equivalenti'** quando hanno spettri di impedenza uguali in tutto il campo di frequenze:

Condizione di equivalenza

$$Z_A(f) = Z_B(f) \quad \forall f$$

dove con spettro si suole indicare l'andamento di una grandezza in funzione della frequenza. Si osservi che la condizione di equivalenza può anche essere limitata ad un intervallo ristretto di frequenze di interesse.

Si dice **"circuito equivalente"** ad un dato sistema fisico una rete di dipoli ideali che presenta uno spettro di impedenza uguale al sistema reale considerato. Bisogna osservare, però, che la condizione di equivalenza non è sufficiente ad identificare univocamente il sistema elettrico da accoppiare al sistema reale, in quanto circuiti diversi possono dare origine a spettri uguali. Pertanto soltanto una corretta interpretazione dei fenomeni fisici che caratterizzano il sistema analizzato può condurre ad una corretta modellazione mediante rete elettrica.

I sistemi elettrochimici sono spesso modellati con circuiti equivalenti costituiti prevalentemente da resistori e condensatori, e più raramente da induttanze o impedenze particolari quali ad esempio l'impedenza a fase costante CPE (ConstantPhaseElement) e l'impedenza di Warburg.

Le espressioni delle suddette impedenze, ed i simboli comunemente utilizzati in letteratura, sono riportate in Tabella 4.2.

Elemento	Simbolo	Impedenza
Resistore	R	R

Condensatore	C	$\frac{1}{j\omega C}$
Induttanza	L	$j\omega L$
RCPE	Q	$Y_0(j\omega)^n; -1 \leq n \leq 1$
Warburg	W	$Y_0(j\omega)^{-\frac{1}{2}}$

Tabella 4.2 - Elementi circuitali impiegati nella modellazione dei processi elettrochimici

Da notare che l'impedenza di un resistore è indipendente dalla frequenza e non ha componente immaginaria.

L'impedenza di un induttore aumenta all'aumentare della frequenza. Gli induttori possiedono solo la componente immaginaria dell'impedenza. Come risultato si ha che la corrente attraverso un induttore è sfasata di -90° rispetto al voltaggio.

Il comportamento dell'impedenza rispetto alla frequenza di un condensatore è l'opposto di quello di un induttore; con la stessa che decresce all'aumentare della frequenza. Anche i condensatori possiedono solo una componente immaginaria dell'impedenza e la corrente che vi passa attraverso è sfasata di 90° rispetto al voltaggio.

La maggior parte dei film ossidi passivi che ricoprono spontaneamente i metalli sono dei dielettrici isolanti. Tali film ossidi sono spesso rappresentati semplicemente da un circuito RC parallelo, con il resistore a rappresentare la conduttività (elettrica o ionica) del film di ossido e la capacità data dall'eq. (4.17).

Tuttavia alcuni ossidi, tra cui il **bioossido di Titanio**, possono ricadere nella categoria dei semiconduttori, piuttosto che in quella dei dielettrici, per cui la caduta di potenziale nel film ossido si ha interamente all'interno della regione di carica spaziale (Space Charge region o SC) piuttosto che lungo l'intero spessore. In questo caso, l'associazione tra i valori di capacità misurati tramite EIS e spessore dell'ossido non sarebbe più valida^[4.3].

Il contatto tra un semiconduttore e un'altra fase (ad es. liquida, gassosa o metallica), in effetti, generalmente comporta una redistribuzione di cariche elettriche e la formazione di un doppio strato elettrico, come già discusso in precedenza nel caso generico elettrodo/elettrolita. Il trasferimento di portatori di carica mobile tra il semiconduttore e la fase a contatto con esso o il loro intrappolamento negli stati di superficie all'interfaccia produce uno strato di carica spaziale. Per interazioni semiconduttore-fase liquida, un semiconduttore di tipo-n può avere stati superficiali disponibili per intrappolare elettroni. La regione superficiale diverrebbe carica negativamente. Al fine di preservare la neutralità elettrica si sviluppa uno strato di carica spaziale positiva appena all'interno del semiconduttore che causa una traslazione del potenziale elettrostatico (e una curvatura delle bande al di sopra e al di sotto della superficie). In figura sono mostrate quattro differenti possibili situazioni per un semiconduttore di tipo-n.

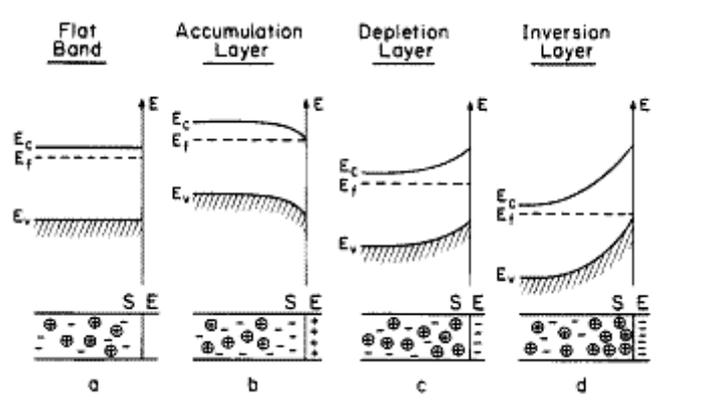


Fig. 4.33 – Interfaccia semiconduttore di tipo-n – soluzione

L'ossido di Titanio, come spesso riportato in letteratura, si comporta proprio come un semiconduttore di tipo-n. Si pensa che i donori siano ioni di Ti^{3+} intrappolati nel processo di migrazione verso l'interfaccia ossido-elettrolita, con la diminuzione del livello della densità di donori all'aumentare della velocità di formazione del film di ossido.

Nel caso in cui lo strato di SC controlli l'impedenza, la perturbazione applicata (che sia voltaggio o corrente) non si estenderà al di là della regione di carica spaziale e non sarà quindi in grado di indagare l'interfaccia ossido/metallo.

Nel caso in cui la capacità della SC sia molto piccola, il suo contributo sull'impedenza sarà molto elevato e quello di altre capacità poste in serie ad essa potranno essere considerate trascurabili.

Circuito Equivalente per il caso in esame

Nel caso in esame si è scelto di modellare con i due diversi circuiti in 4.34 i diversi ossidi analizzati, ovvero l'ossido formatosi nell'area sottoposta a Hot Stretch Forming con il circuito (a), mentre quello formatosi nell'area sottoposta al solo Hot Rolling e l'ossido che abbiamo definito "naturale" con il circuito (b).

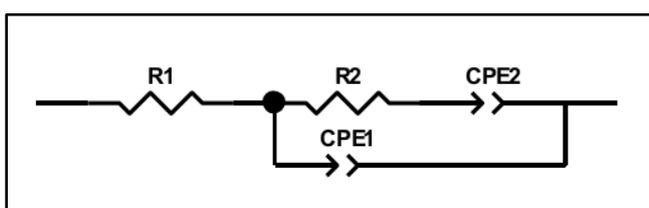


Fig.4.34 (a) – Circuito equivalente per HSF

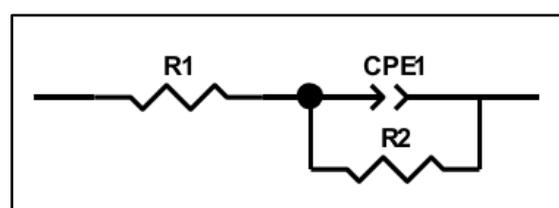


Fig. 4.34 (b) – Circuito equivalente per HR e ossido naturale

Per l'interpretazione e spiegazione del circuito equivalente e degli elementi scelti per rappresentare gli ossidi in esame si rimanda al capitolo relativo ai risultati.

4.7.2 Apparecchiature e materiali utilizzati

Le analisi di Spettroscopia di Impedenza Elettrochimica sono state condotte in una cella elettrochimica costituita da un cilindro cavo in vetro fissato sulla superficie del campione.

Eventuali perdite della soluzione dalla base della cella sono state evitate utilizzando una guarnizione in gomma dura (O-Ring).

Per la cella elettrochimica è stata utilizzata una configurazione a tre elettrodi: un elettrodo di lavoro (WE) costituito dal metallo nudo, un controelettrodo (CE) al platino (Pt) ed un elettrodo di riferimento (REF) in Ag/AgCl (v. Fig. 4.35).

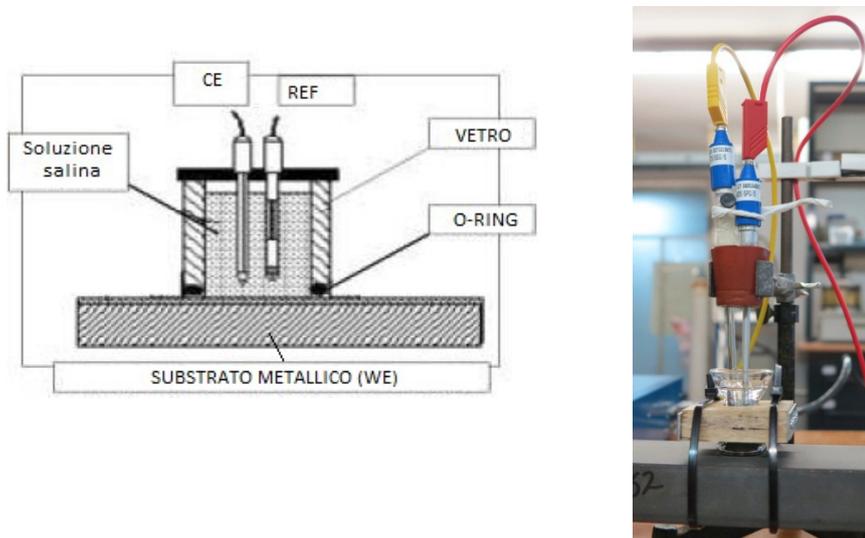


Fig. 4.35 – Schema della cella elettrochimica e foto della cella impiegata

La soluzione scelta è una soluzione acquosa al 3,5 wt% di NaCl (0,6M simulando la concentrazione salina dell'acqua di mare) aerata, molto spesso usata per caratterizzare materiali concorrenti a quello in esame in campo aeronautico (come anche in altri campi). Elettrodo di riferimento e controelettrodo sono stati immersi nella soluzione di prova dall'alto della cella, mentre l'elettrodo di lavoro costituiva la base della cella.

I tre elettrodi sono stati collegati ad un potenziostato BioLogic SP-150, il quale a sua volta è stato interfacciato ad un Personal Computer per mezzo di una scheda di acquisizione dati GPIB (General Purpose Interface Bus) e pilotato mediante il software di acquisizione EcLab v10.19. La macchina è stata collegata all'elettrodo di riferimento ed al contro-elettrodo di platino mediante appositi morsetti, mentre per l'elettrodo di lavoro è stato necessario realizzare un collegamento elettrico. Il circuito, infine, risulta chiuso dalla soluzione elettrolitica.

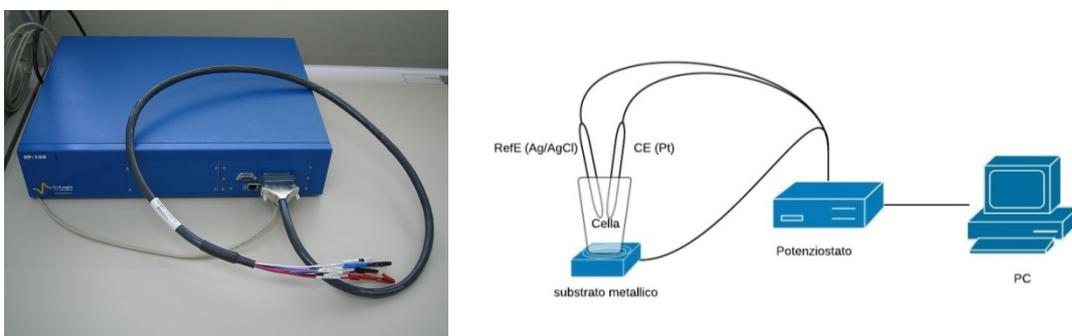


Fig. 4.36 – Il potenziostato SP-150, a destra, e lo schema di collegamento, a sinistra

4.7.3 Esecuzione delle prove

Prima dell'analisi, al fine di avere superfici il meno contaminate possibile, il *C-side frame* è stato lavato con abbondante acqua bidistillata e fatto asciugare all'aria, lavato nuovamente con acetone e

lasciato asciugare, anche stavolta, all'aria. Dovendo analizzare l'ossido non si sono rese necessarie ulteriori preparazioni.

I provini per l'analisi dell'*ossido naturale* sono stati ricavati dallo stesso C-side frame, sia dalla zona Hot Rolled sia da quella Hot Stretch Formed, ricavando prima sezioni spesse tramite sega a nastro a raffreddamento con fluido-lubrorefrigerante; in seguito, da queste, sezioni sottili mediante taglio con troncatrice a disco, utilizzando mole in carburo di silicio, raffreddato con olio emulsionato. In tal modo non si sono apportate sulle superfici del campione modifiche metallurgiche dovute al calore generatosi per l'attrito. Le sezioni così ottenute sono state inglobate in cilindretti di resina trasparente. Il materiale usato è stato la resina epossidica Becor SX 10 miscelata con il suo reticolante tipo medium nel rapporto 100:30 in volume (100:26 in peso), che polimerizza a temperatura ambiente.

A valle del processo di polimerizzazione della resina i provini inglobati sono stati lucidati trattando la superficie del provino su di un piatto rotante a 150-300 rpm con carta abrasiva a numero di grit crescente (cioè grana sempre più fine), in modo da ridurre gradualmente la rugosità superficiale, seguendo la sequenza 180, 320, 600, 1200, 2400 mesh.

Finita tale operazione i provini sono stati puliti con acqua bidistillata e, in seguito, con acetone in bagno ultrasonico per 20 minuti. Concluse tali operazioni i provini sono stati conservati per due settimane in luogo aerato al fine di permettere la formazione spontanea dell'ossido.

Le prove di EIS sono state condotte per una settimana per ogni campione seguendo, per l'avvio delle stesse lo schema, 0-6-24-48-72-96 ore, dove quello indicato è il tempo trascorso dal primo contatto tra soluzione e elettrodo di lavoro (ovvero l'area da analizzare). La soluzione è stata cambiata ogni giorno alla conclusione dell'analisi dopo averla aerata, per mantenere costante il livello di aerazione. L'aerazione si è ottenuta tramite un flusso costante di aria per 10 minuti in un becher sigillato con un parafilm, trascorsi i quali si è lasciata almeno altri 10 minuti a riposo nel becher prima di utilizzarla per riempire la cella.

Il test ha avuto inizio con l'individuazione del potenziale di corrosione spontanea (OCP), al quale si ha il raggiungimento dell'equilibrio tra le semireazioni catodiche



per una soluzione neutra o basica (A), oppure per una soluzione acida (B) e la semireazione anodica del sistema



Le misure di potenziale a circuito aperto dei campioni sono state eseguite ponendo il campione a contatto con la soluzione salina per 50 minuti, in modo da stabilizzare la superficie, monitorando nel tempo la variazione del potenziale a circuito aperto (OCP) rispetto ad un elettrodo di riferimento l'Ag/AgCl.

Una volta individuato tale potenziale, il sistema è stato disturbato con un segnale sinusoidale di ampiezza pari a 10mV, ed è stata valutata la risposta in corrente per un range di frequenze compreso tra $5 \cdot 10^5$ Hz e $2 \cdot 10^{-2}$ Hz. Questo segnale sinusoidale, infatti, permette la circolazione di densità di correnti elettriche anodiche e catodiche. Tali densità di correnti, acquisite dal BioLogic, sono state analizzate dal sistema di elaborazione dati. Il software permette la costruzione dei diagrammi di Bode, i quali riportano il modulo d'impedenza elettrochimica $|Z|$, moltiplicato per la superficie esposta ($3,14 \text{ cm}^2$), e l'angolo di fase ϕ , entrambi rispetto alla frequenza.

CAPITOLO 5 - Risultati sperimentali

In questo capitolo verranno presentati e discussi tutti i risultati ottenuti, facendo riferimento a come i suddetti risultati si ripercuotono sulle proprietà del componente finale e quindi sulla sua capacità a svolgere la funzione a cui è chiamato. In una sorta di percorso logico verranno presentati prima i risultati delle osservazioni metallografiche e poi via via tutti gli altri, questo a ribadire come la microstruttura influenzi la gran parte delle caratteristiche del componente finale.

5.1 Osservazioni metallografiche

Essendo il componente realizzato mediante un processo di formatura per stiramento è interessante osservare la microstruttura sia lungo la direzione di stiramento che in quella perpendicolare in modo da poter apprezzare l'entità di un eventuale fenomeno di stiramento dei grani dovuto appunto alla lavorazione. Prima di presentare le micrografie è bene ribadire alcuni concetti utili per l'interpretazione delle stesse. Essendo una lega alfa-beta la Ti-6Al-4V può avere differenti frazioni volumetriche delle fasi alfa e beta, in dipendenza dal trattamento termico e dagli alliganti (ricordiamo ancora che l'Alluminio stabilizza la fase alfa mentre il Vanadio quella beta). La fase beta è stabile a temperatura ambiente solo in caso di lega arricchita con vanadio oltre il 15% in peso, tale arricchimento può essere ottenuto con un lento raffreddamento da una temperatura poco oltre i 750°C. Alla fine di questo lento raffreddamento si ha una lega con una frazione di fase alfa fino al 90%. Inoltre tale lega può assumere una grande varietà di microstrutture con differenti arrangiamenti geometrici delle fasi alfa e beta in dipendenza dei diversi trattamenti termo-meccanici. Le differenti morfologie di alfa, e di conseguenza differenti microstrutture, possono essere grossolanamente classificate in tre categorie: lamellare, equiassica o bimodale. In questa fase è importante ricordare che il Ti-6Al-4V risente dell'effetto Bauschinger che provoca una riduzione del carico di snervamento di un materiale in seguito ad una deformazione plastica. Tale effetto è meglio descritto in letteratura. Un'altra considerazione preliminare molto importante è che se la deformazione plastica avviene in campo beta la microstruttura finale sarà di tipo alfa lamellare con lamelle di dimensioni abbastanza grossolane, invece deformare ad una temperatura più bassa della beta transus porta alla formazione di una microstruttura di tipo bimodale con lamelle di alfa di dimensioni minori.

Inoltre si ricorda che la microstruttura finale di un manufatto in titanio dipende principalmente dalle condizioni di raffreddamento e dalla temperatura di partenza. Per componenti raffreddati molto lentamente a partire da temperature superiori al beta transus la microstruttura finale tipica è di tipo lamellare. In particolare si osservano pacchi di lamelle con differente orientazione. Si ricorda che la transizione dalla forma cristallina cubica tipica della fase beta a quella esagonale tipica della fase alfa avviene attraverso scorrimenti dei piani cristallini. Secondo le regole di Burgess il reticolo CCC

può originare 12 differenti reticoli esagonali compatti, a cui corrispondono 12 differenti orientamenti per le risultanti lamelle di alpha. Per tale motivo nella microstruttura finale si osservano pacchi di lamelle alpha con differente orientazione ed una fase beta interlamellare. Per di più si può dire che le predette lamelle di alpha si generano a partire dai bordi dei precedenti grani beta che si avevano in campo beta.

Ritornando al componente oggetto di questa tesi ricordiamo che il precursore di partenza è un rullato a caldo probabilmente oltre la temperatura di beta transus, quindi la microstruttura finale risente ancora in massima parte del raffreddamento subito dopo il processo di rullatura. Confrontando infatti la microstruttura del componente HSF con quella di un comune rullato a caldo è possibile notare che sono molto simili, l'unica differenza apprezzabile è uno stiramento dei grani nel componente HSF dovuto appunto al processo di HSF. Si può quindi dire che è la rullatura a caldo ad influenzare maggiormente la microstruttura finale del componente, che quindi presenta una microstruttura simile a quella che si ottiene in componenti realizzati con tecnologie convenzionali. Nelle seguenti figure sono riportate le micrografie del componente HSF.

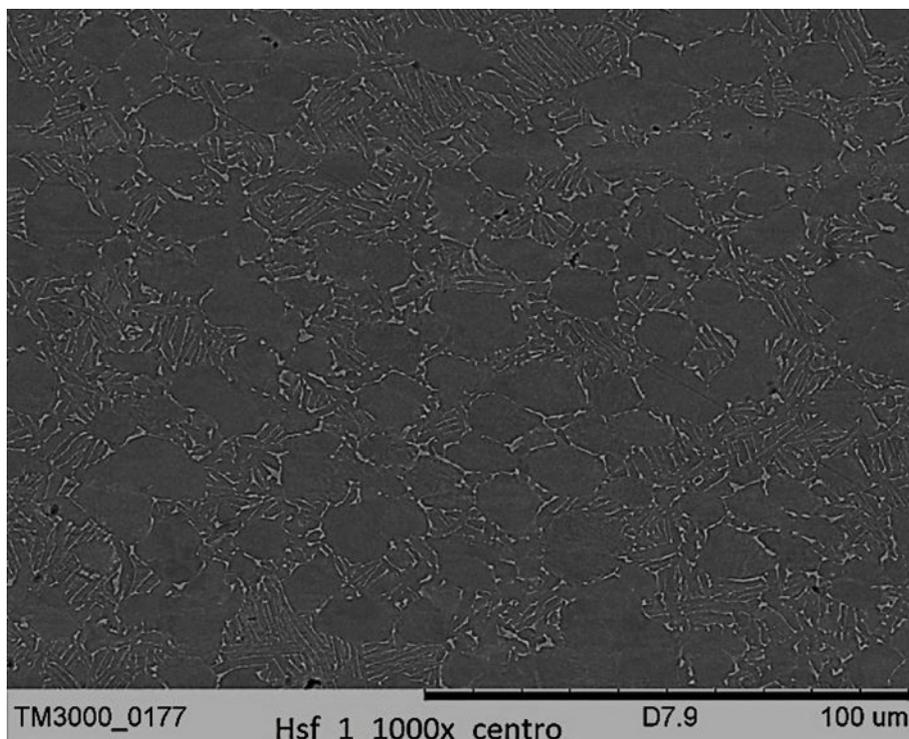


Fig. 5.1 – Microstruttura C-side frame in direzione longitudinale osservata al SEM

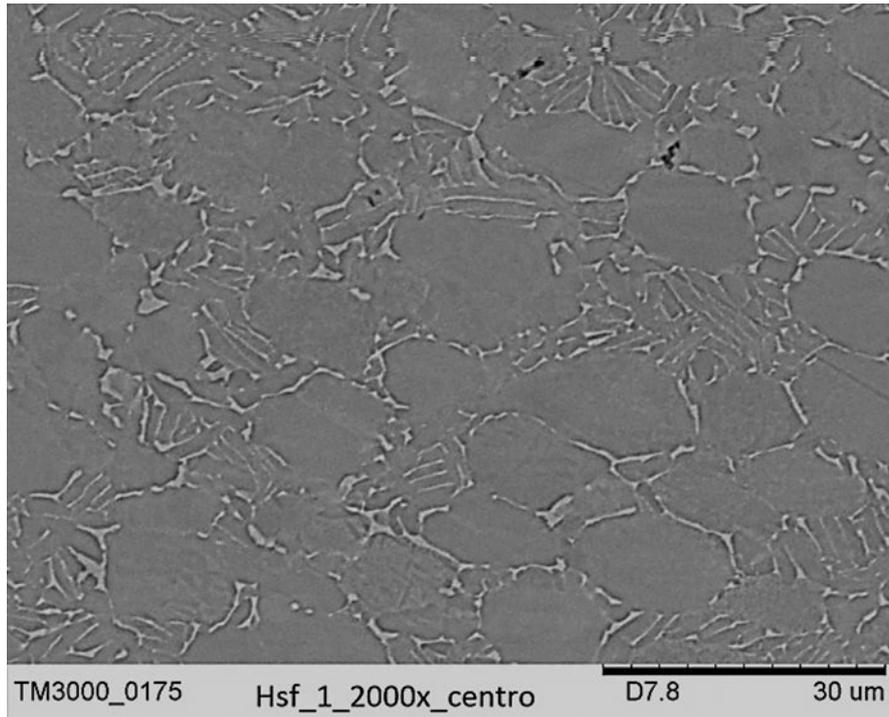


Fig. 5.2 – Microstruttura C-side frame in direzione longitudinale osservata al SEM

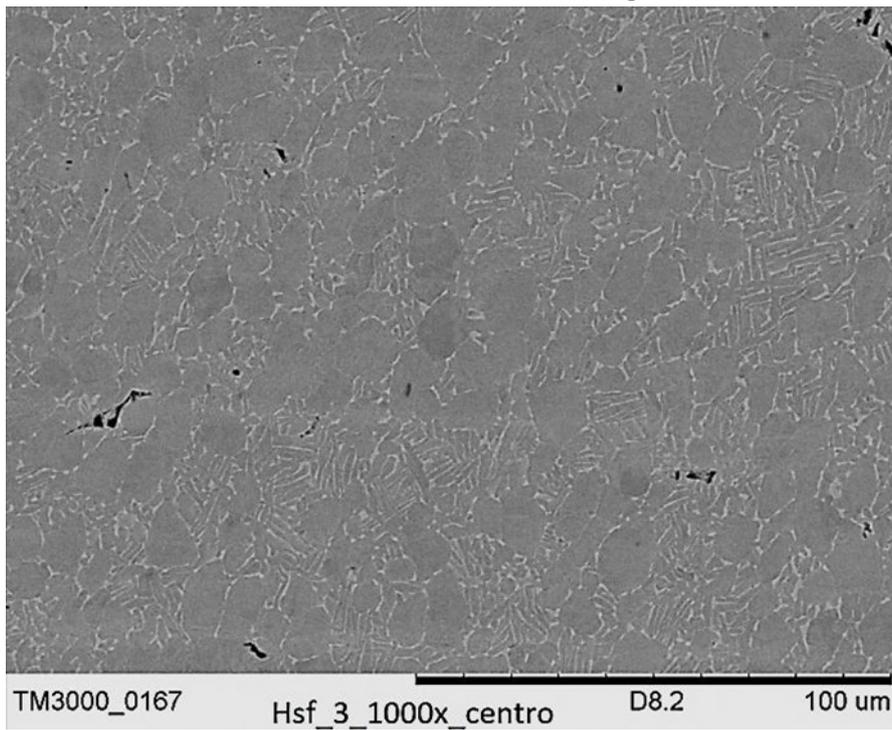


Fig. 5.3 – Microstruttura C-side frame in direzione trasversale osservata al SEM

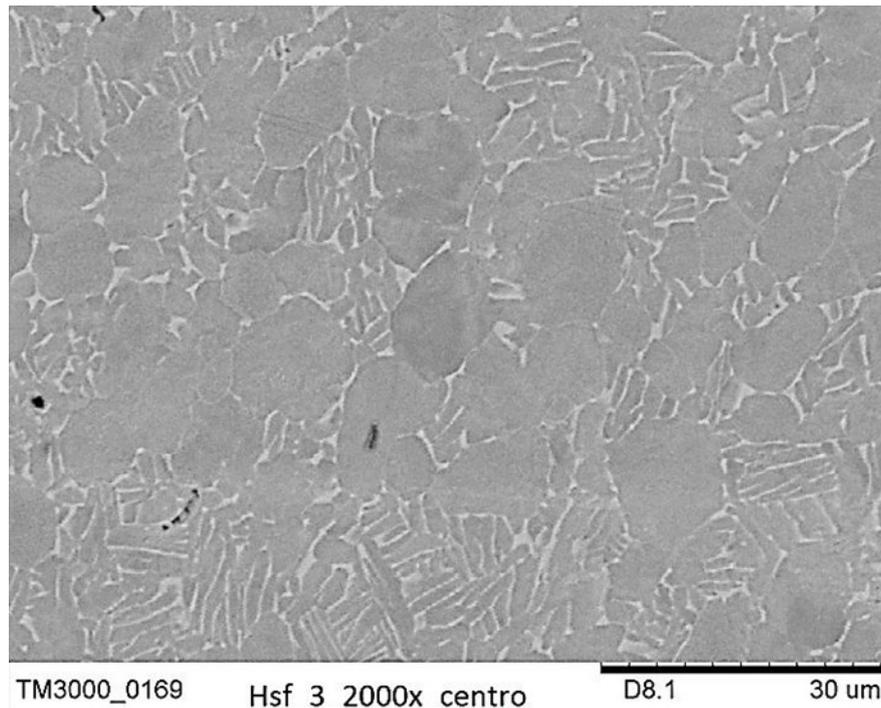


Fig. 5.4 – Microstruttura C-side frame in direzione trasversale osservata al SEM

Dall'esame delle micrografie si osserva una microstruttura costituita principalmente da una fase α primario (bianca e globulare) e da regioni composte da un'alternanza di α trasformato (struttura aciculare bianca) e da una fase beta interlamellare. Tale microstruttura è coerente con il tipo di raffreddamento e con le temperature subite dal componente durante le varie lavorazioni.

L'osservazione delle microstrutture ad un ingrandimento maggiore mostra chiaramente una maggiore anisotropia nella forma dei grani in direzione longitudinale rispetto a quella trasversale, dove si riscontra, invece, una microstruttura equiassica.

Questo stesso aspetto è messo in evidenza anche nelle tabelle 5.1 e 5.2, dove sono riportati i valori del diametro medio e del rapporto di anisotropia dei grani per ogni provino analizzato. Si è voluto, inoltre, mettere in risalto il rapporto di anisotropia, particolarmente basso, della zona superiore relativa al provino 4, evidentemente maggiormente sollecitata nelle varie fasi del processo.

Questa distribuzione della grana cristallina è indicativa dell'effetto termo-meccanico sulla microstruttura della C-side frame in direzione longitudinale ed in direzione trasversale. In particolare, l'anisotropia della grana è rappresentativa di un maggior flusso plastico in direzione longitudinale, conseguente alle maggiori sollecitazioni imposte in fase di formatura per hot rolling.

Si conclude, quindi, che la risposta microstrutturale è coerente ai profili termici ed alle deformazioni imposte in fase di processo. Quindi l'analisi metallografica rafforza le conclusioni di processo applicato in maniera corretta, già verificate con le prove di microdurezza.

DIREZIONE TRASVERSALE		
PROVINO	DIAMETRO MEDIO (μm)	RAPPORTO DI ANISOTROPIA
2	11,34	0,64
3	9,86	0,61
66	12,10	0,74

Tab 5.1 – Misure medie dei grani

DIREZIONE LONGITUDINALE		
PROVINO	DIAMETRO MEDIO (μm)	RAPPORTO DI ANISOTROPIA
5	13,00	0,64
1	15,62	0,67
4	14,06	0,61
4 (ZONA SUPERIORE)	19,29	0,28

Tab 5.2 – Misure medie dei grani

5.2 Analisi elementare con EDS

Oltre alla caratterizzazione per microscopia SEM, si è provveduto ad analizzare i campioni anche tramite uno spettrometro EDS dedicato per SEM utilizzato. Si è provveduto a eseguire un'analisi elementare puntuale e per aree dei campioni. Lo strumento è stato controllato attraverso il software SwiftED e sono state analizzate prima aree più ampie, di dimensioni superiori ai $100\mu\text{m}^2$, e in seguito aree o punti compresi all'interno delle lamelle aciculari o dei grani. I risultati, mostrati di seguito (fig. 5.5), in termini di percentuali in peso degli elementi restituiscono una buona aderenza ai valori attesi per tale lega, quelli nominali (6 wt% Al, 4wt% Va, 90 wt% Ti).

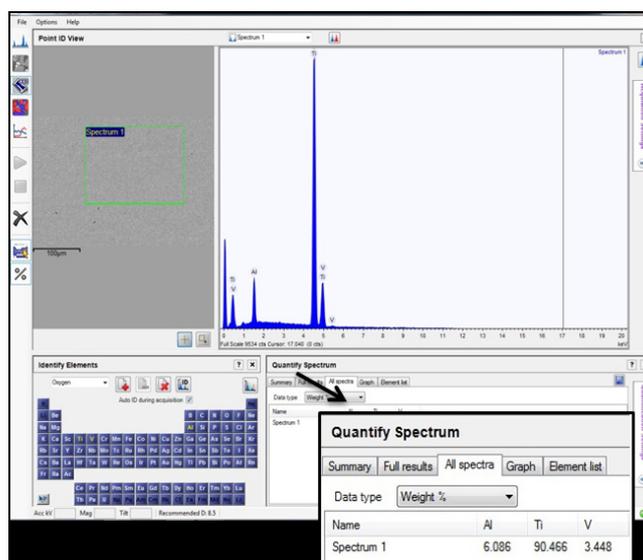


Fig. 5.5 - Analisi EDS su ampia porzione della lega

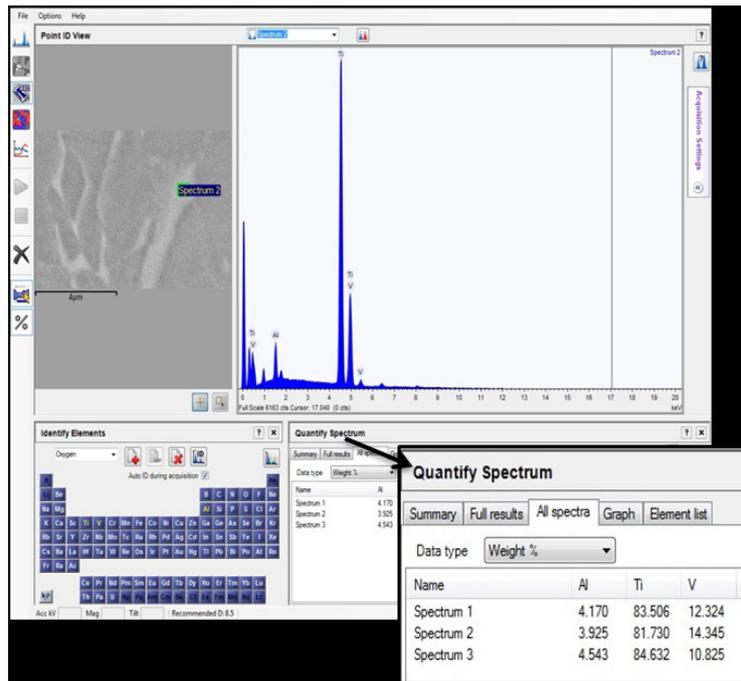


Fig. 5.6 – Analisi EDS su lamelle

Analizzando le aree o i punti all'interno delle lamelle (fig. 5.6) si può notare come i valori della percentuale in peso del Vanadio siano più bassi di quelli nominali della lega, se misurati all'interno dei grani; al contrario risultano notevolmente superiori al valore nominale del 4 wt% se misurati all'interno delle lamelle. Di contro la percentuale in peso dell'Alluminio risulta essere più elevata nei grani (fig. 5.7) che nelle lamelle. Essendo l'Al un elemento α -stabilizzante e il Va un β -stabilizzante, tutto ciò conferma quanto già affermato, ossia che le lamelle aciculari, chiaramente visibili sia nelle micrografie all'ottico che in quelle del SEM, sono costituite da fase β immersa in una matrice di fase α e i grani da fase α .

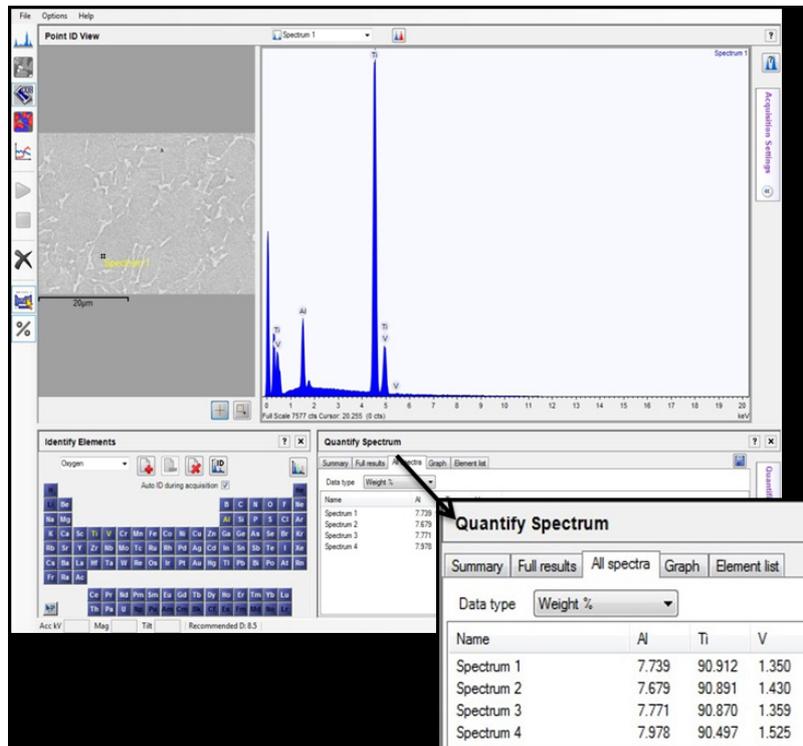


Fig. 5.7 – Analisi EDS all'interno dei grani

5.3 Prove di microdurezza Vickers

Si riportano di seguito nelle figure 5.8, 5.9, 5.10 i risultati ottenuti dalla misurazione delle impronte lasciate sulla superficie del materiale dal penetratore Vickers. I grafici dei profili di microdurezza riportano in ascissa la distanza dal bordo esterno della sezione (la cui posizione è stata indicata con il valore 0) e in ordinata la durezza Vickers (HV) per ogni posizione, dove il pedice 0,2 è indicativo del valore del carico F applicato.

Le direzioni scelte per effettuare le prove di durezza tengono conto della differenza degli spessori nella sezione e della geometria complessiva della parte a garanzia dell'efficacia della penetrazione dei trattamenti termici effettuati, cui sono direttamente collegate le proprietà finali della parte.

Dalla lettura dei valori trovati, appare che i valori di durezza in ciascuna delle direzioni scelte presentano delle differenze relative che sono contenute nell'ordine del 1-2%. Inoltre per ciascuna direzione i valori trovati costituiscono una popolazione di dati sufficientemente numerosa a caratterizzare le proprietà in esame, per le quali il coefficiente di variazione non supera il 3,6% e rientra nei valori classici ottenibili in prove meccaniche di laboratorio per questa tipologia di materiale.

Si ha dunque una buona collimazione dei dati intorno ad un valore quadratico medio che rientra nei valori attesi per le condizioni di trattamento termico cui la C-side frame è stata sottoposta. Quanto sopra costituisce quindi una prima riprova della qualità del processo HSF applicato alla parte.

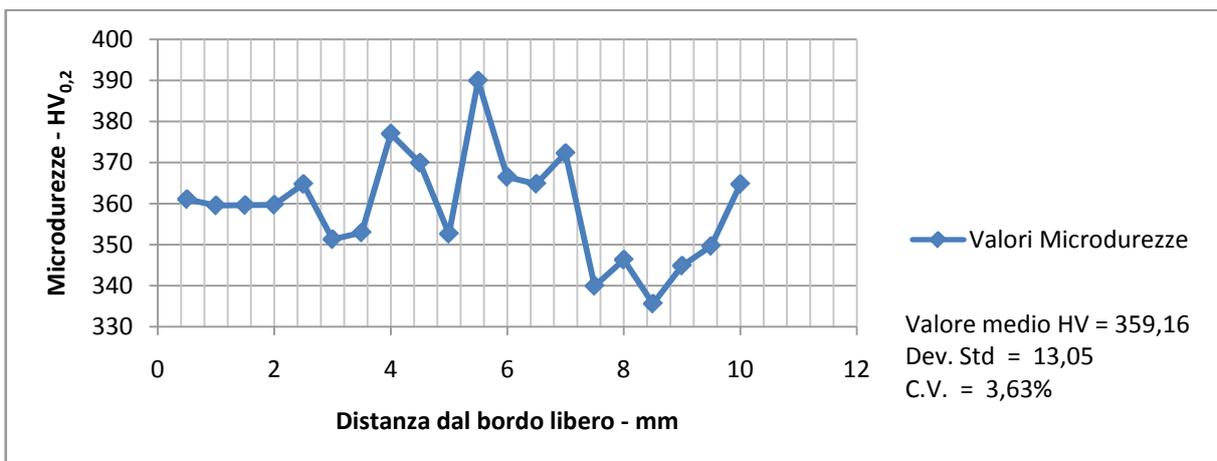


Fig. 5.8 - Profili di microdurezza direzione 1

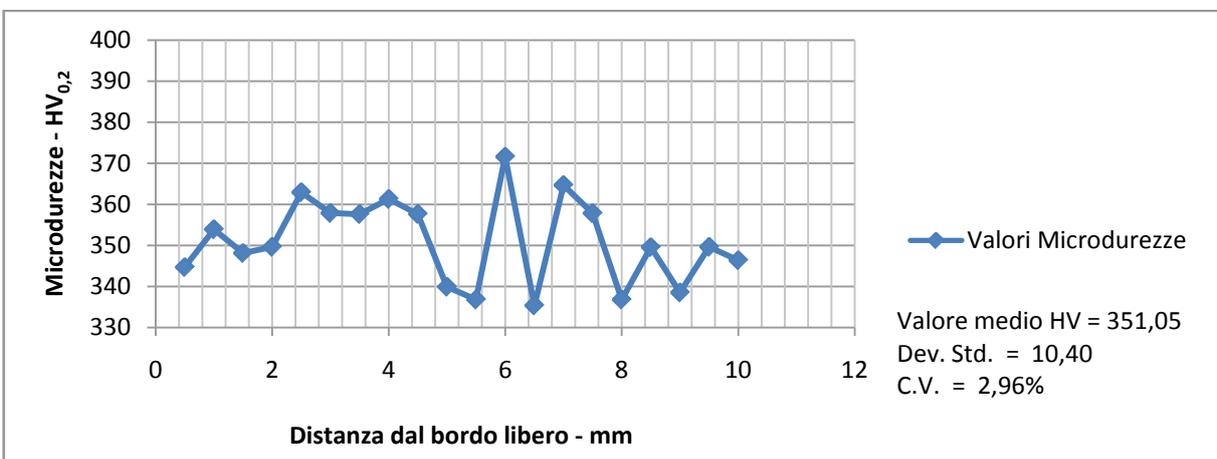


Fig. 5.9 - Profili di microdurezza direzione 2

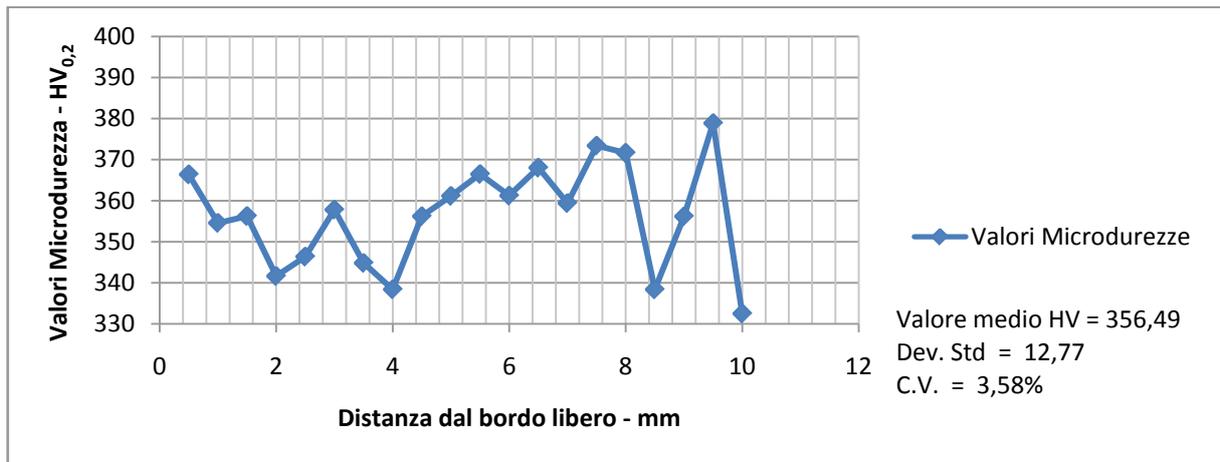


Fig. 5.10 – Profili di microdurezza direzione 3

5.4 Prove di trazione statica

Si riportano di seguito i risultati ottenuti dalle prove di trazione. In figura 5.11,5.12,5.13 troviamo una sequenza di curve sforzo-deformazione, ciascuna riferita ad una specifica tipologia di provino (1, 2 o 3) e riportante le misure effettuate, a scopo di ripetibilità, nelle zone A, B, C. Nelle tabelle 5.3-5.7, invece, si riportano i valori ricavati dalle suddette curve ingegneristiche per i parametri meccanici di interesse.

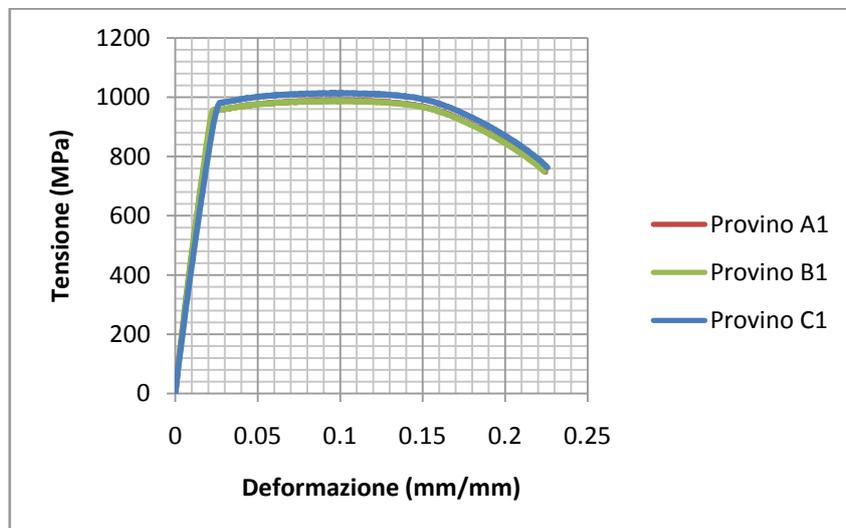


Fig. 5.11 – Curve tensione deformazione

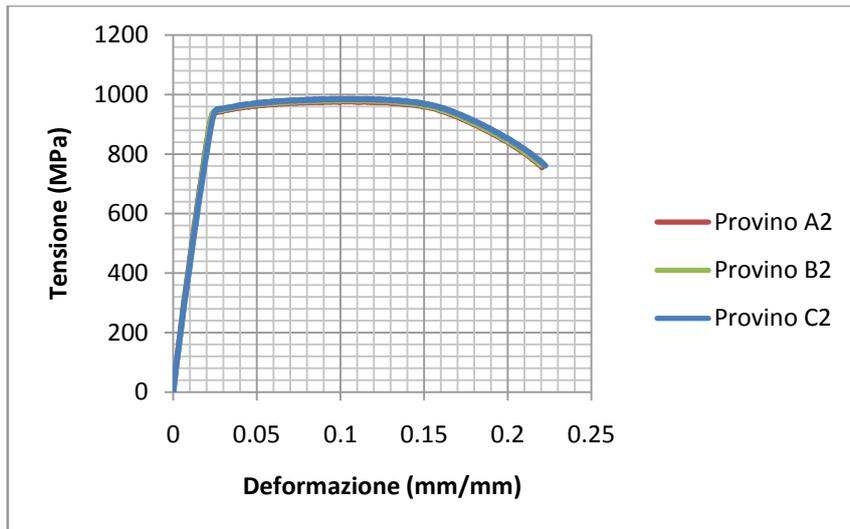


Fig. 5.12 - Curve tensione deformazione

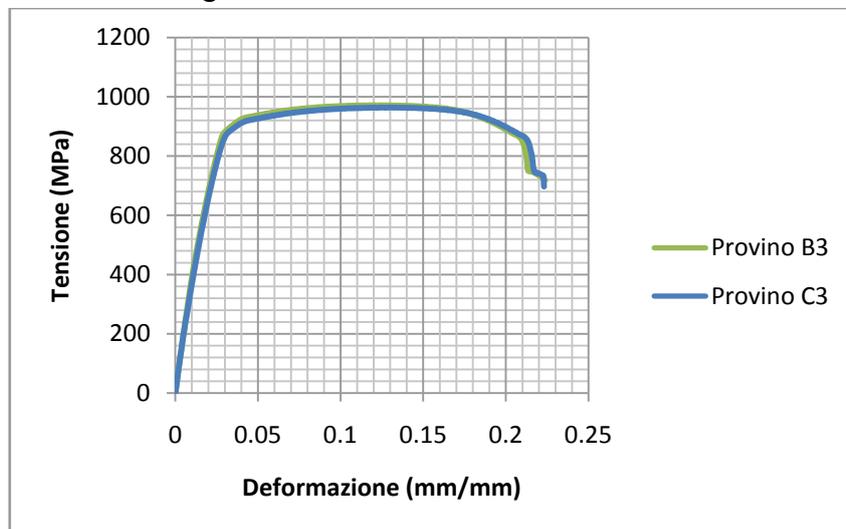


Fig. 5.13 - Curve tensione deformazione

ALLUNGAMENTO A ROTTURA [%]			
	A	B	C
1 _{4D}	20,0	19,3	20,8
2 _{4D}	19,8	20,5	19,3
3 _{4D}	19,9	19,8	19,5

Tab 5.3

MODULO DI ELASTICITA' [MPa]			
	A	B	C
1	113133	114740	114297
2	117073	117304	114710

Tab 5.4

TENSIONE DI ROTTURA [MPa]			
	A	B	C
1	990	988	1015
2	978	982	986

3	962	972	964
---	-----	-----	-----

Tab 5.5

COEFFICIENTI STRIZIONE [%]			
	A	B	C
1	24,7	24,9	25,9
2	23,1	22,4	21,6
3	26,2	23,7	23,3

Tab 5.6

TENSIONE SNERVAMENTO [MPa]			
	A	B	C
1	942	952	973
2	934	935	940
3	N D	872	861

Tab 5.7

Dai singoli diagrammi σ - ϵ si può notare una certa ripetibilità delle curve ottenute; per ogni tipologia di provino, infatti, esse appaiono quasi sovrapponibili.

Confrontando i valori dei principali parametri meccanici ottenuti con quelli che si riscontrano in letteratura per piastre e barre (rullate o ottenute da pieno) in titanio di grado 5, si può affermare che i nostri dati sono assolutamente in linea con questi ultimi.

Per quanto riguarda la modalità di rottura, per ciascun provino si è evidenziata la tipica rottura duttile con configurazione “coppa-cono” (figura 5.15).

Di seguito, fig. 5.14, si riportano le foto di uno dei provini rotti al termine della prova.



Fig. 5.14 Provino dopo la rottura



Fig. 5.15 Superfici di rottura

Come si vede, la rottura del provino avviene lungo la direzione inclinata a 45° di massimo sviluppo della sollecitazione tagliente. È inoltre possibile notare ad occhio nudo che la zona di strizione del materiale, dove avviene la rottura, è piuttosto accentuata, indice di una forte deformazione plastica.

Si deduce che il pezzo realizzato per hot stretch forming è soddisfacente dal punto di vista delle caratteristiche meccaniche, avendo comunque resistito di più a trazione statica rispetto al materiale di riferimento. Questo risultato è deducibile dai diagrammi σ - ϵ , che riportano curve piuttosto simili tra loro, e dai valori di UTS (ultimate tensile stress) anch'essi simili tra loro e compresi tra 962 e 1015 MPa e dunque maggiori del valore nominale del materiale base.

5.5 Prove di polarizzazione potenziodinamica

Si riportano, di seguito, i risultati delle prove potenziodinamiche.

In figura 5.16 si riportano tre curve di polarizzazione effettuate nella sezione trasversale della C-side frame, in cui non c'è lo spesso strato di ossido superficiale, formatosi durante il processo. Queste misure, pertanto, sono da considerarsi come il riferimento per le proprietà elettrochimiche del materiale in sé, cioè della lega Ti-6Al-4V, rispetto alle quali sono stati valutati i risultati delle altre misure.

Come atteso, dalle curve si evidenzia il tipico comportamento attivo-passivo del titanio. Al di sotto del potenziale di corrosione la curva è rappresentativa di un comportamento catodico, in particolare la corrente misurata descrive la velocità dei processi di riduzione dell'ossigeno sulla superficie del metallo. Al di sopra del potenziale di corrosione, invece, la curva è indicativa del comportamento anodico del metallo. Quella che leggiamo in ascissa, in questo caso, è una corrente anodica che rappresenta la velocità di ossidazione. Per quanto riguarda i valori ricavabili dalla figura 5.16 vediamo una densità di corrente anodica di passività intorno a $3-4 \cdot 10^{-5} \text{ A/cm}^2$ e un campo di passività che parte da 0,4 V, che corrispondono ai valori che si ritrovano comunemente in letteratura.

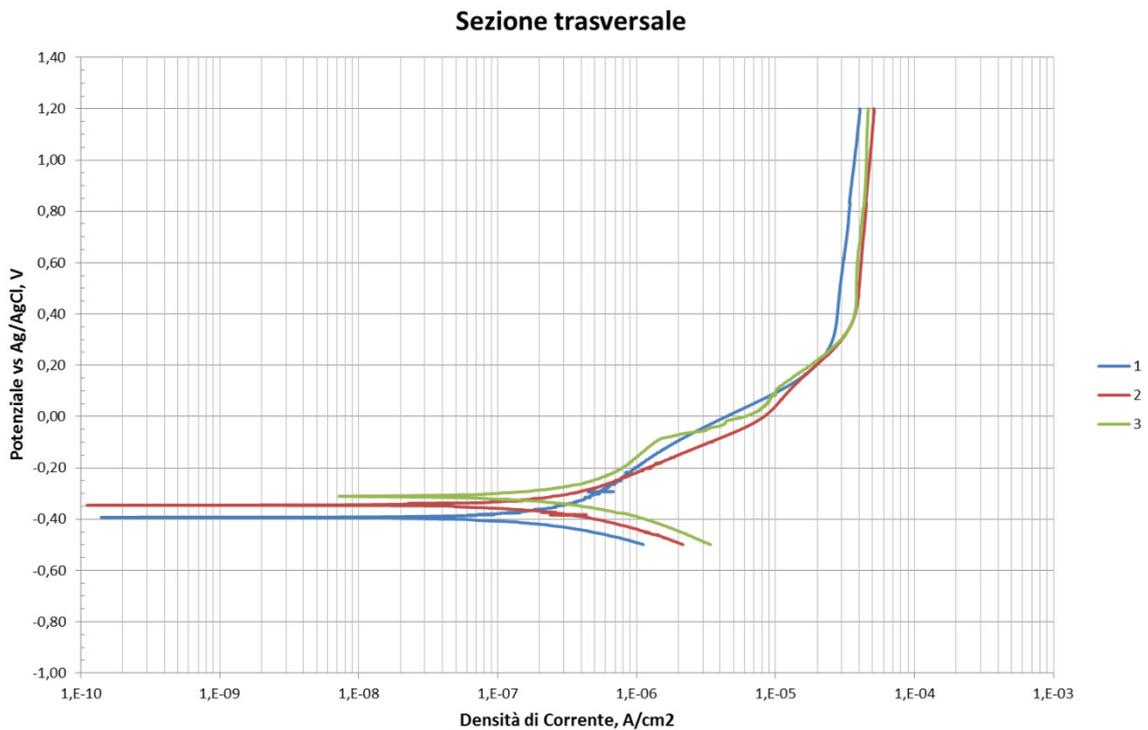


Fig. 5.16 Curve di polarizzazione per il materiale nudo

Per quanto riguarda le figure 5.17-20, come precedentemente accennato, è stato effettuato un confronto tra il comportamento dell'ossido presente sulla barra sottoposta a HSF e quello della barra sottoposta solo a hot rolling, prima e dopo il rilassamento delle tensioni residue. Per la barra sottoposta prima a hot rolling e poi a HSF (fig. 5.17-18), sia nel caso con tensioni che senza, si evidenzia un caratteristico comportamento anodico simile a quello del metallo nudo (fig 5.16). Superato il potenziale di corrosione, infatti, si nota una piccola zona di transizione (in cui il metallo si porta in zona passività) e poi un unico tratto verticale fino a 1,2V, che rappresenta il campo di passività. Quest'ultimo, quindi, è ampio e, come si vede, parte da 0 V (quindi da un potenziale più basso di quello del materiale nudo, indice di un miglior comportamento a corrosione nel caso della barra processata). Per quanto riguarda le correnti di passività, risultano anch'esse più basse rispetto a quelle della sezione trasversale e questo era atteso in quanto, mentre nella sezione trasversale avevamo una superficie particolarmente reattiva, nella barra processata il metallo è già coperto da uno strato

protettivo. Non si evidenziano, inoltre, significative differenze tra il pezzo con e senza tensioni residue.

Da un punto di vista qualitativo, dunque, possiamo dire che, dopo il processo di HSF, c'è stato un miglioramento delle proprietà elettrochimiche del metallo; per analisi di tipo quantitativo si rimanda all'analisi statistica.

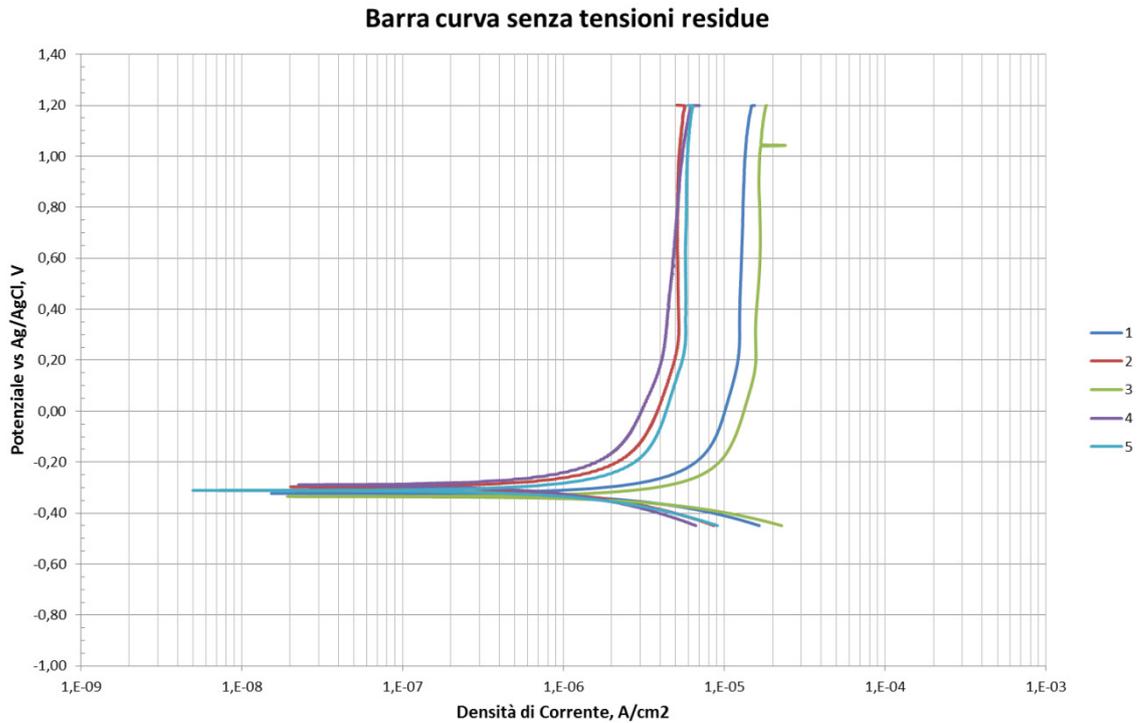


Fig. 5.17 Curve di polarizzazione

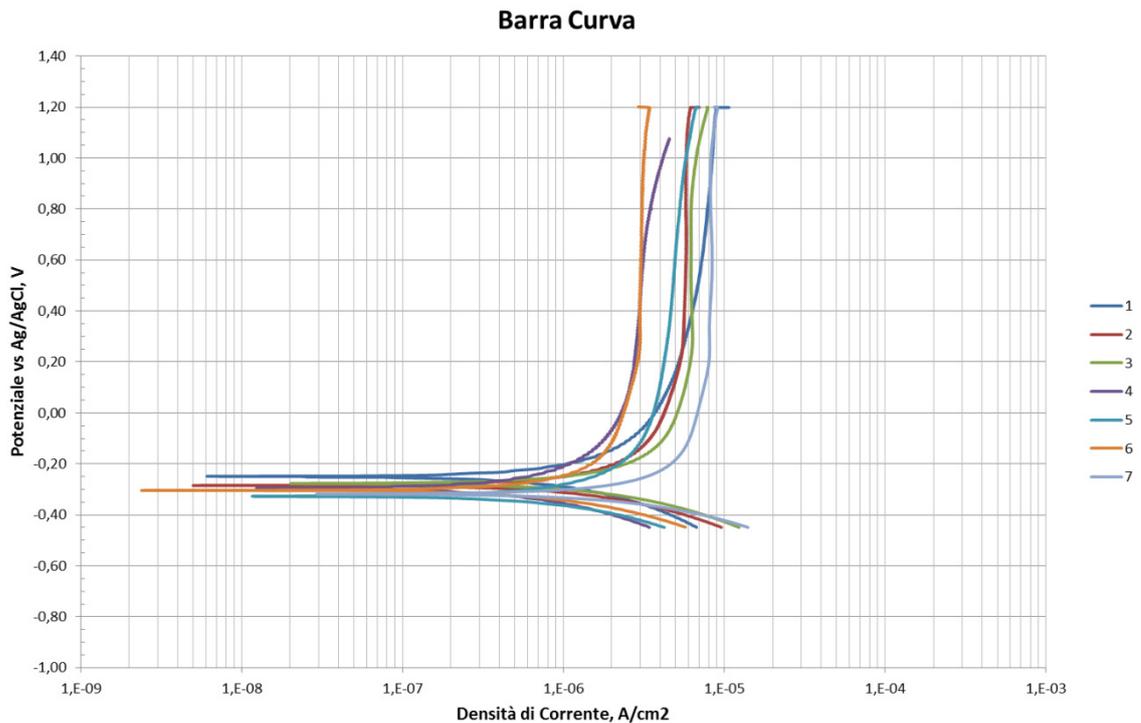


Fig. 5.18 Curve di polarizzazione

Per la barra sottoposta solo a hot rolling(fig. 5.19-20) , sia nel caso con tensioni che senza, si evidenzia un comportamento anodico diverso rispetto alle curve presentate in precedenza (fig 5.16-17-18). Superato il potenziale di corrosione, infatti, si nota una prima zona di transizione (come prima), poi un tratto verticale da circa -0,20 V a 0,40V (che rappresenta il campo di passività) ed infine un tratto a comportamento attivo (probabilmente imputabile a fenomeni di dissoluzione dell'ossido precedentemente formatosi). In questo caso, dunque, il campo di passività risulta ampiamente ridotto rispetto ai casi precedenti, indice di un peggior comportamento a corrosione. Per quanto riguarda le correnti di passività, risultano dello stesso ordine di grandezza di quelle relative al pezzo HSF e quindi minori di quelle del metallo nudo. Non si evidenziano, inoltre, significative differenze tra il pezzo con e senza tensioni residue.

Da un punto di vista qualitativo, dunque, possiamo dire che il processo di HSF ha apportato dei miglioramenti delle proprietà elettrochimiche del metallo, sia rispetto al materiale di riferimento che a quello sottoposto solo a hot rolling; per analisi di tipo quantitativo si rimanda all'analisi statistica.

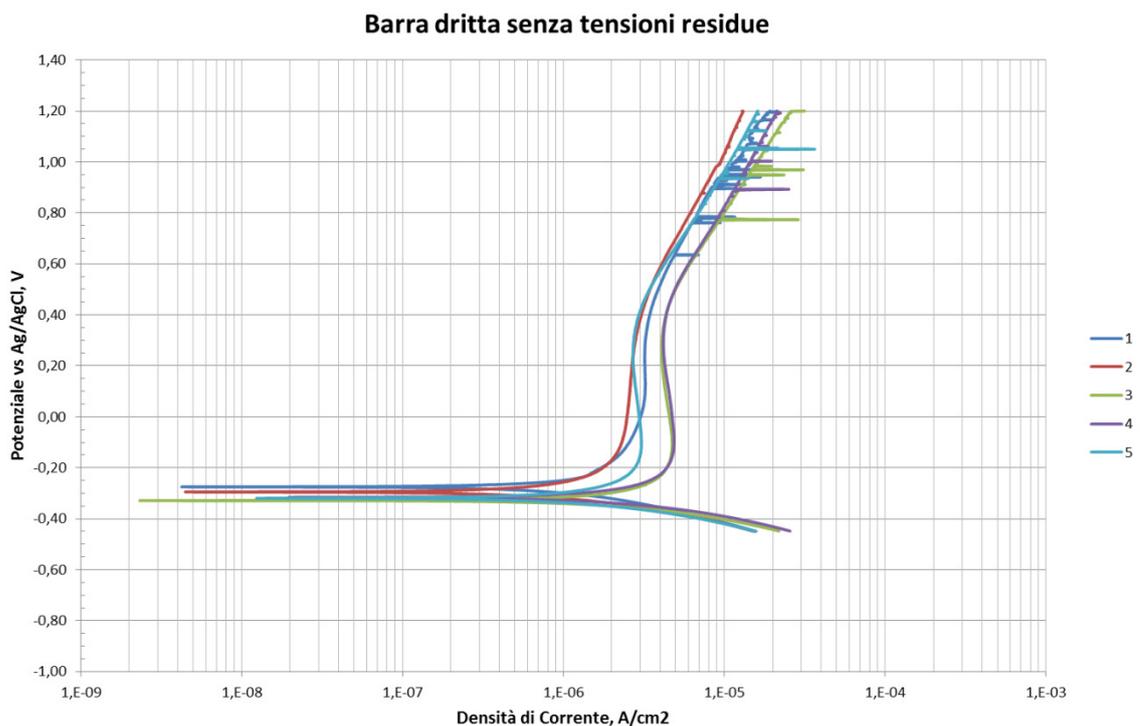


Fig. 5.19 Curve di polarizzazione

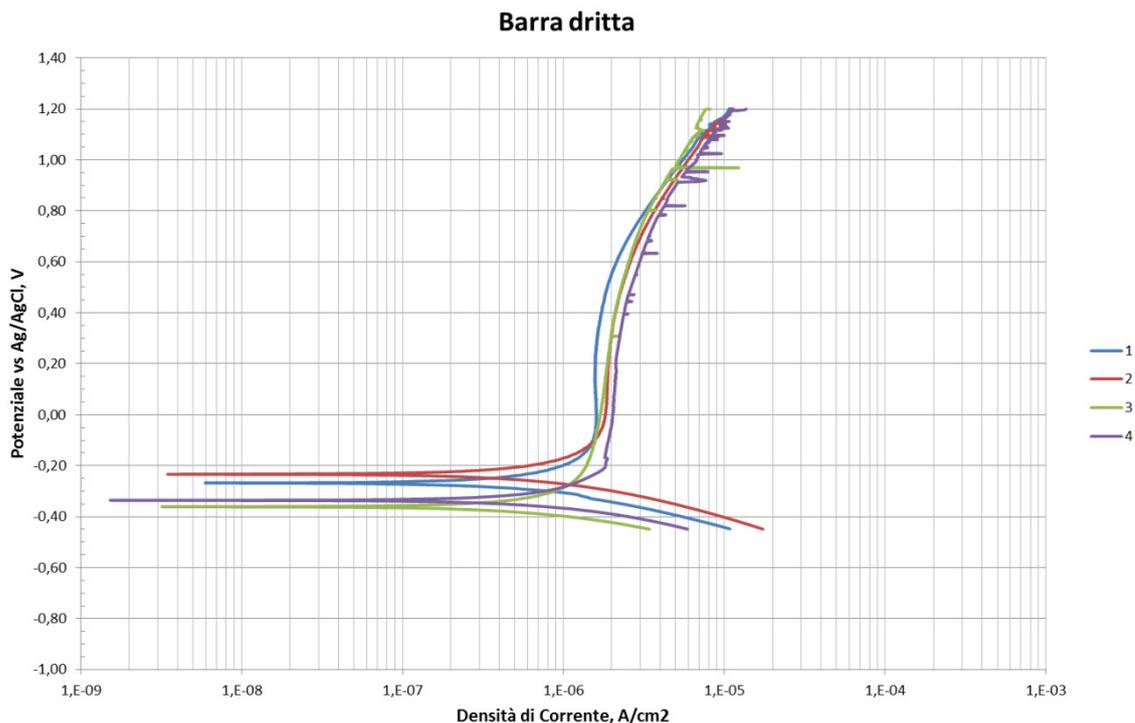


Fig. 5.20 Curve di polarizzazione

Di seguito si riporta un confronto tra le curve più significative dei vari pezzi analizzati.

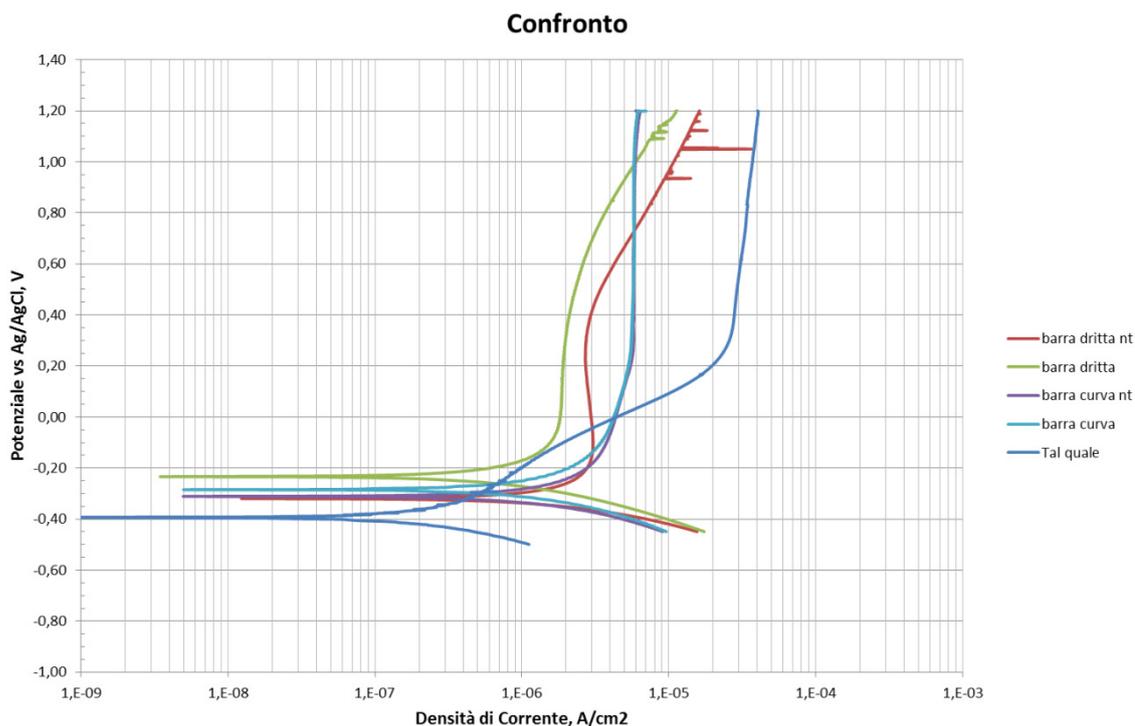


Fig. 5.21 Confronto tra le diverse curve di polarizzazione ottenute

Allo scopo di verificare quanto fossero significative le variazioni riscontrate nei vari campioni, sia nel potenziale di corrosione che nelle correnti di passivazione, è stata effettuata un'analisi statistica dei risultati. In particolare, mediante i NormalProbability plot (figure 5.22-26) abbiamo potuto verificare l'ipotesi di distribuzione normale dei dati (ovvero

distribuzione di tipo gaussiano). Una volta ottenuto tale riscontro, si è proceduto con i test di Student (tab 5.8-9), finalizzati ad evidenziare eventuali differenze significative tra le medie dei valori ottenuti dai vari campioni per il potenziale di corrosione e la corrente di passività. Dai NormalProbability plot costruiti differenziando i contributi di ciascun campione (fig 5.22-23) si evince che, essendo i punti sperimentali distribuiti in modo uniforme e compatto intorno alla retta di riferimento (rappresentativa di una distribuzione normale standard), le distribuzioni dei valori di E_{corr} e I_p risultano di tipo normale.

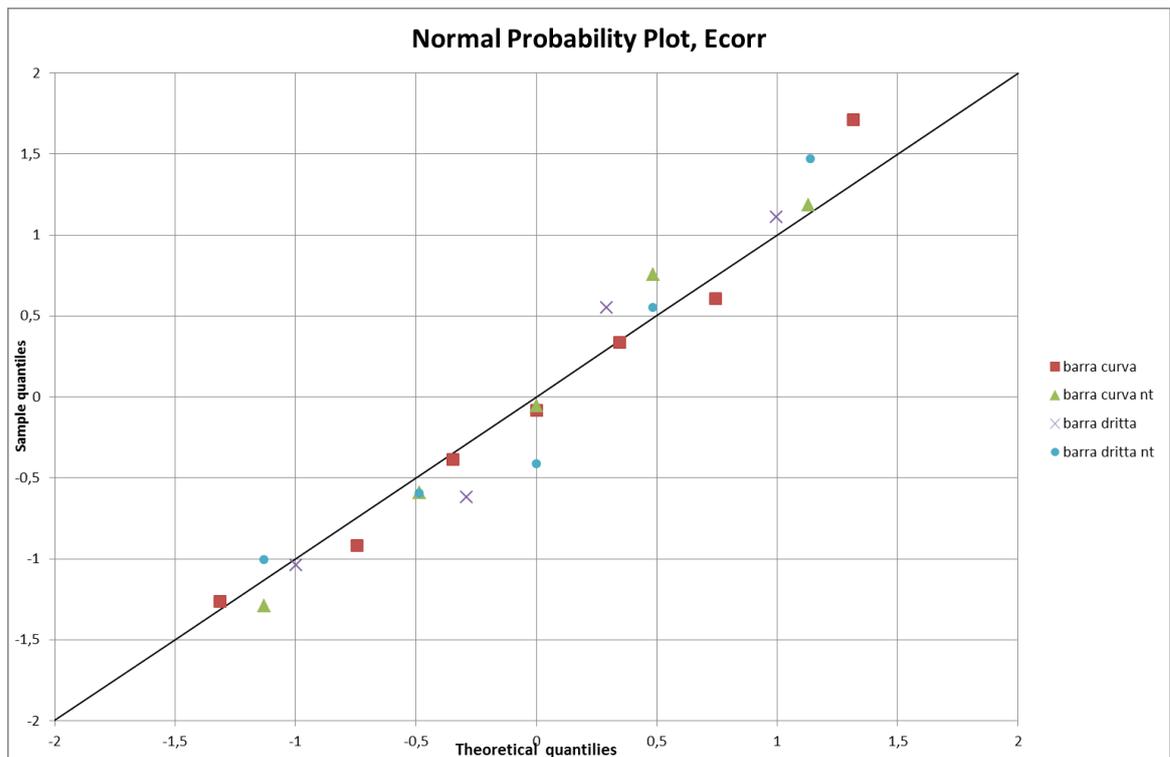


Fig. 5.22 NormalProbability Plot

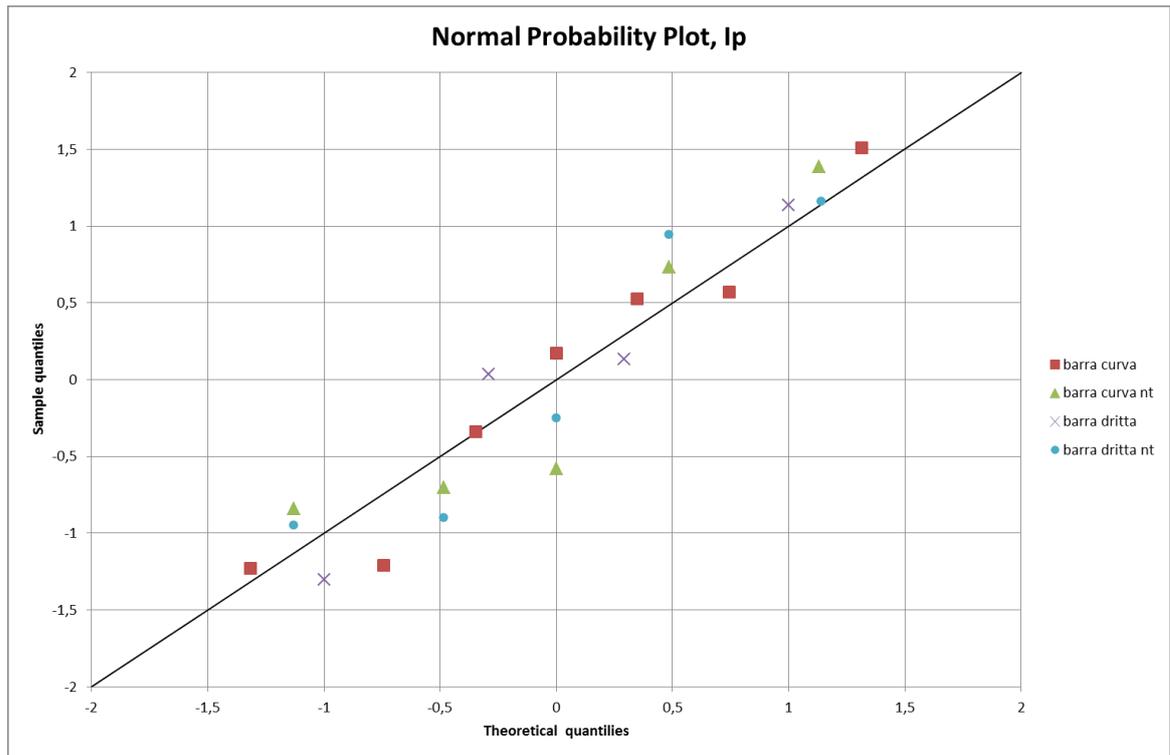


Fig. 5.23 NormalProbability Plot

Una volta appurato che le distribuzioni dei valori di E_{corr} e I_p di ciascun campione risultano di tipo normale, sono stati effettuati i test di Student a due code, ipotizzando campioni con varianze diverse. In questo tipo di test, quando $P(T \leq t)$ risulta inferiore a 0,10 si dice che il test è fallito e, nel nostro caso, ciò implica che l'ipotesi di medie non diverse non è verificata. Nelle tabelle 4.VIII-IX riportiamo i valori di media e varianza utilizzati e l'esito dei test effettuati per i valori di E_{corr} e I_p , confrontando diverse coppie di popolazioni di dati.

TEST RELATIVI A E_{CORR}	MEDIA	VARIANZA	$P(T \leq t)$
CURVA	-0,293857143	0,000688476	0,214473632
CURVA NT	-0,311	0,0003445	
DRITTA	-0,307	0,0004755	0,821257821
DRITTA NT	-0,2995	0,003487	
CURVA	-0,293857143	0,000688476	0,865042571
DRITTA	-0,2995	0,003487	
CURVA (T+NT)	-0,301	0,000579	0,860842
DRITTA (T+NT)	-0,30366667	0,001561	

Tab 5.8 Test di Student

TEST RELATIVI A I_p	MEDIA	VARIANZA	$P(T \leq t)$
CURVA	5,3E-06	3,61E-12	0,208678
CURVA NT	8,76577E-06	2,63079E-11	

DRITTA	3,4E-06	5,74E-13	0,00031
DRITTA NT	1,46576E-05	3,27389E-12	
CURVA	5,3E-06	3,61E-12	8,39E-05
DRITTA	1,46576E-05	3,27389E-12	
CURVA (T+NT)	6,74E-06	1,47E-11	0,484185
DRITTA (T+NT)	8,40215E-06	3,67323E-11	

Tab 5.9 Test di Student

Dai test di Student risulta che le medie dei valori misurati di E_{corr} non differiscono in alcun caso, quindi possiamo dedurre che, a questo livello d'indagine, il valore del potenziale di corrosione non sembra essere influenzato né dal tipo di trattamento termo-meccanico, né dalla presenza di tensioni residue.

Per quel che concerne le correnti di passività, invece, accade qualcosa di diverso. Mentre nel caso del pezzo HSF la presenza delle tensioni residue non cambia la media dei valori di I_p misurati, nel pezzo sottoposto solo a rullatura a caldo si ha una differenza nelle correnti medie di passivazione misurate sui pezzi con e senza tensioni. Confrontando i valori medi di I_p anche nel caso di barra curva e barra dritta (entrambe con tensioni), si vede che, anche in questo caso, l'ipotesi di medie non dissimili non è verificata, mentre lo è confrontando i valori globali (con e senza tensioni) di barra curva e barra dritta.

Di seguito si riportano i grafici del NormalProbability plot per le distribuzioni di E_{corr} e I_p , calcolate accorpando i valori per la barra HSF (con e senza tensioni) e quelli per la barra rullata (con e senza tensioni). Questi grafici confermano che le distribuzioni dei valori di E_{corr} per barra curva e barra dritta sono normali, mentre i dati sperimentali di I_p si scindono in due famiglie di dati che si discostano dalla distribuzione normale standard; questo aspetto è particolarmente evidente per i dati relativi alla barra rullata.

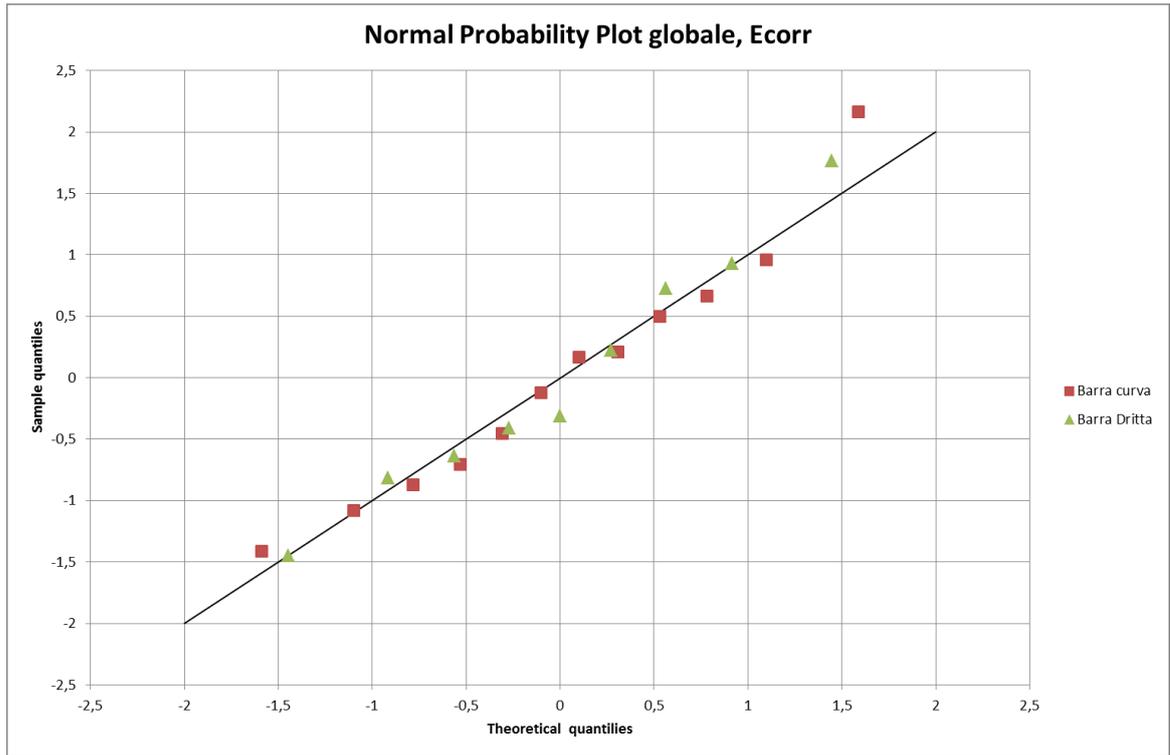


Fig. 5.24 NormalProbability Plot

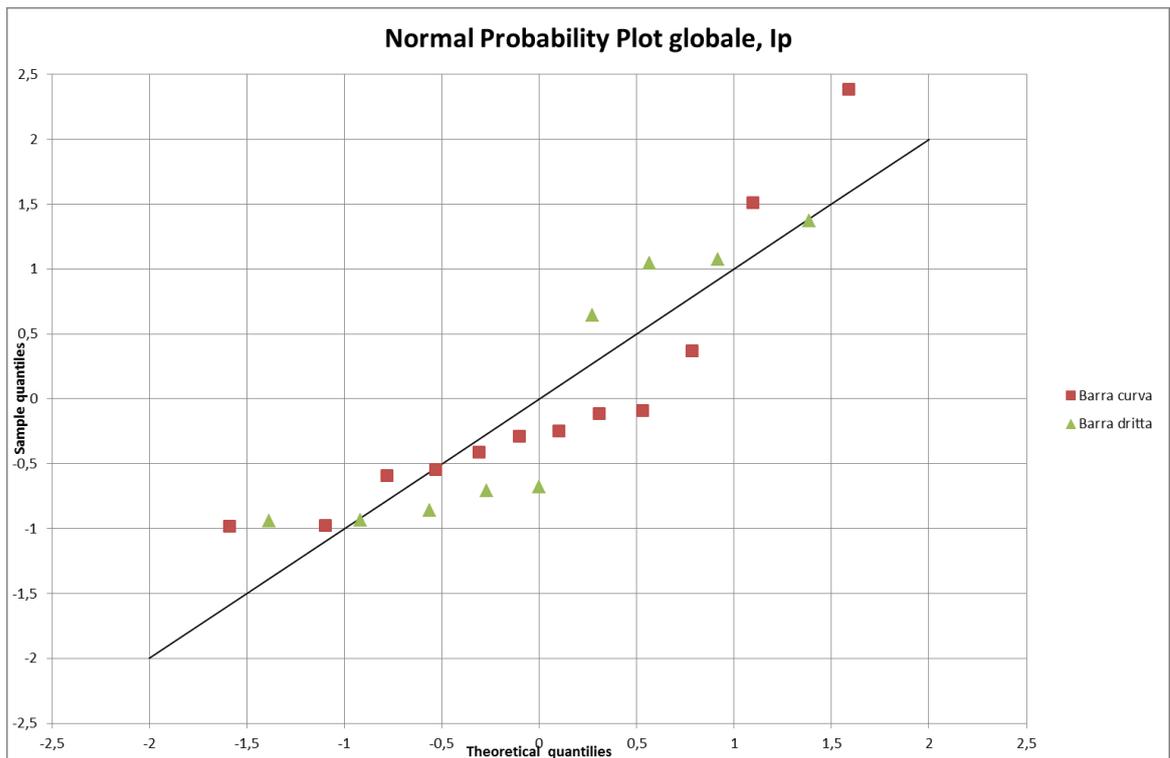


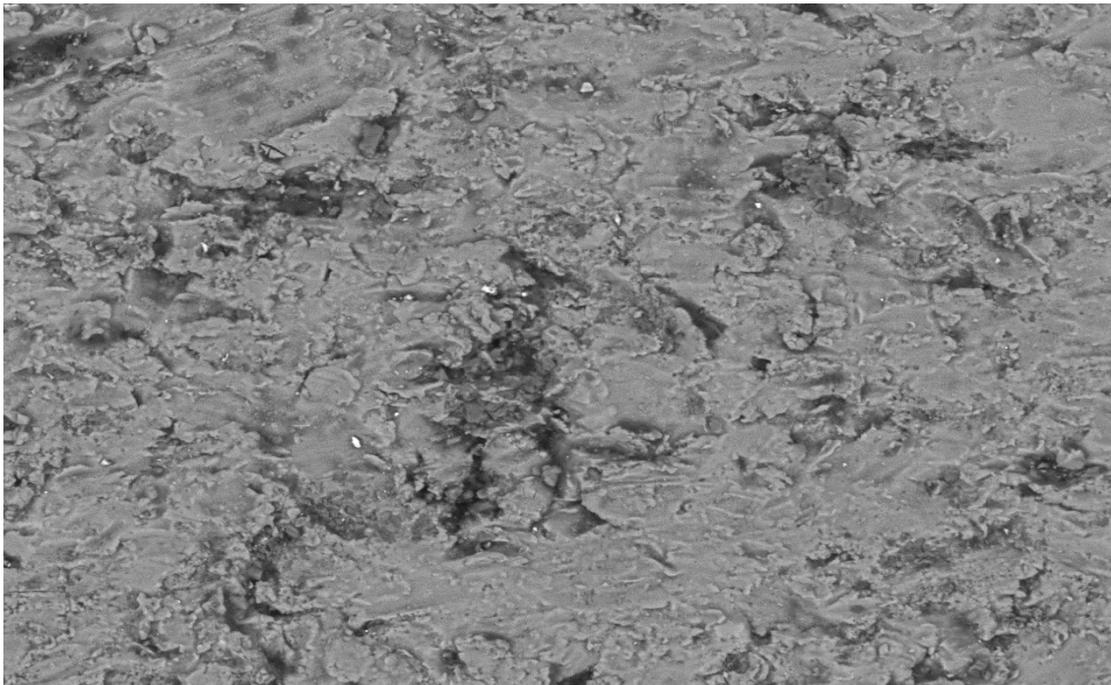
Fig. 5.25 NormalProbability Plot

5.6 Caratterizzazione morfologica al SEM

Si riportano nel seguito alcune delle immagini ricavate dall'analisi al SEM: le figure 5.26-27 raffigurano, a ingrandimenti diversi, la superficie dell'ossido presente sul pezzo sottoposto a hot stretch forming, mentre nelle figure 5.28-29 si può vedere la morfologia dell'ossido presente sul pezzo rullato.

Come atteso, in entrambi i casi, quello che si può osservare è che la superficie dell'ossido è piuttosto irregolare in conseguenza del fatto che l'ossido non si è accresciuto in modo controllato, ma durante dei trattamenti termo-meccanici fatti avvenire all'aria.

Confrontando la superficie del pezzo sottoposto a HSF con quella del pezzo sottoposto solo a rullatura, si può notare una discreta differenza nel grado di compattazione. Lo strato di ossido sul pezzo HSF, infatti, risulta visibilmente più compatto di quello presente sul pezzo rullato e questo aspetto potrebbe derivare dal doppio trattamento termo-meccanico subito dal pezzo HSF (ossia potremmo dire che tale pezzo abbia subito una "doppia ossidazione"). Una conseguenza di questa morfologia superficiale sta proprio nel comportamento elettrochimico; come avevamo detto, infatti, il comportamento a corrosione risultava migliore nel pezzo HSF rispetto a quello rullato e questo fenomeno sembrerebbe imputabile al maggior grado di compattazione superficiale.



TM3000_0005

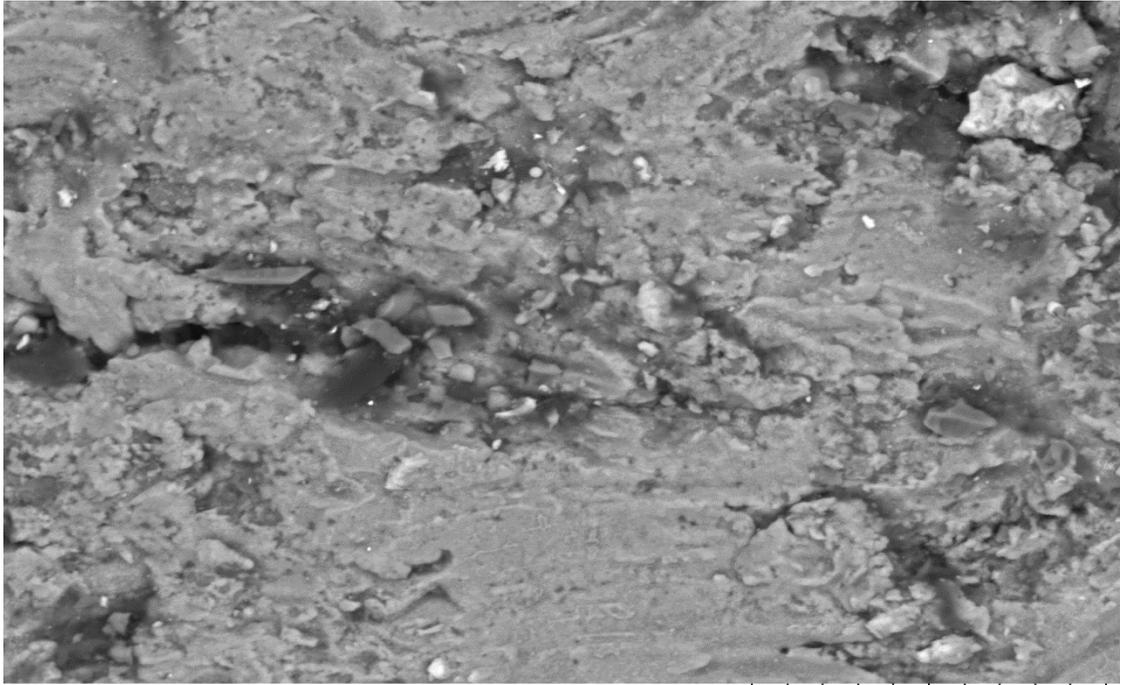
2012/07/09

11:59 H

D6.6

100 um

Fig. 5.26 Tratto curvo 1000x



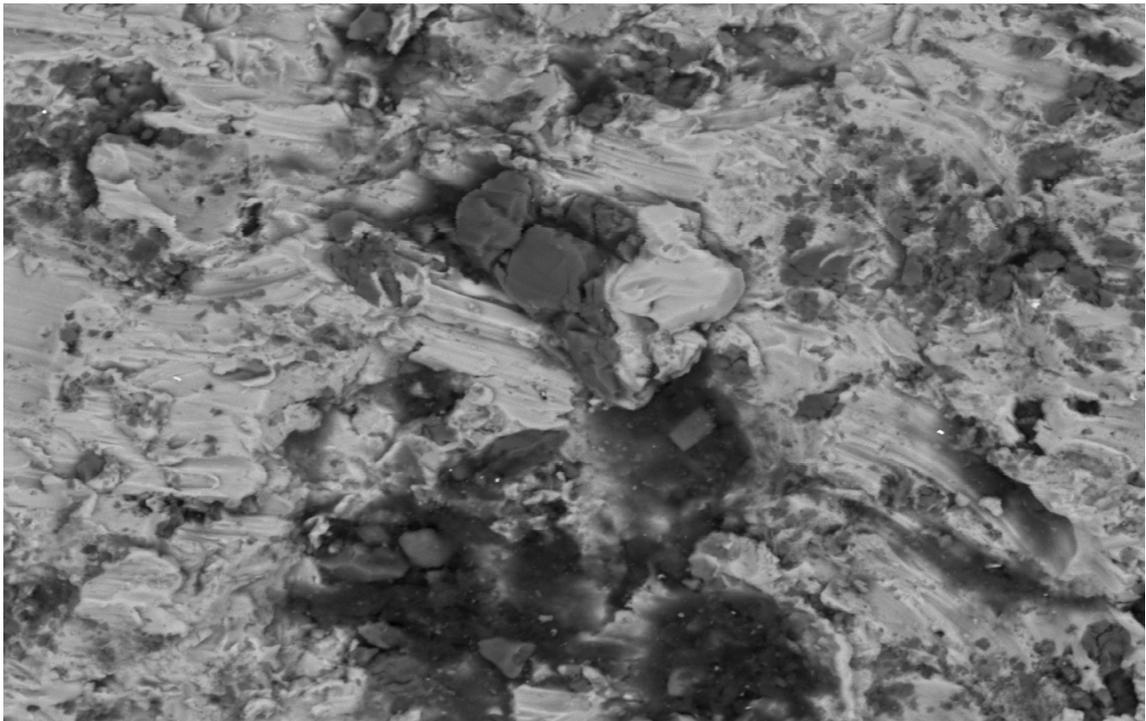
TM3000_0004

2012/07/09 11:50 H

D6.5

30 um

Fig. 5.27 Tratto curvo 2000x



TM3000_0003

2012/07/09 11:37 H

D8.2

30 um

Fig. 5.28 Tratto dritto 2000x

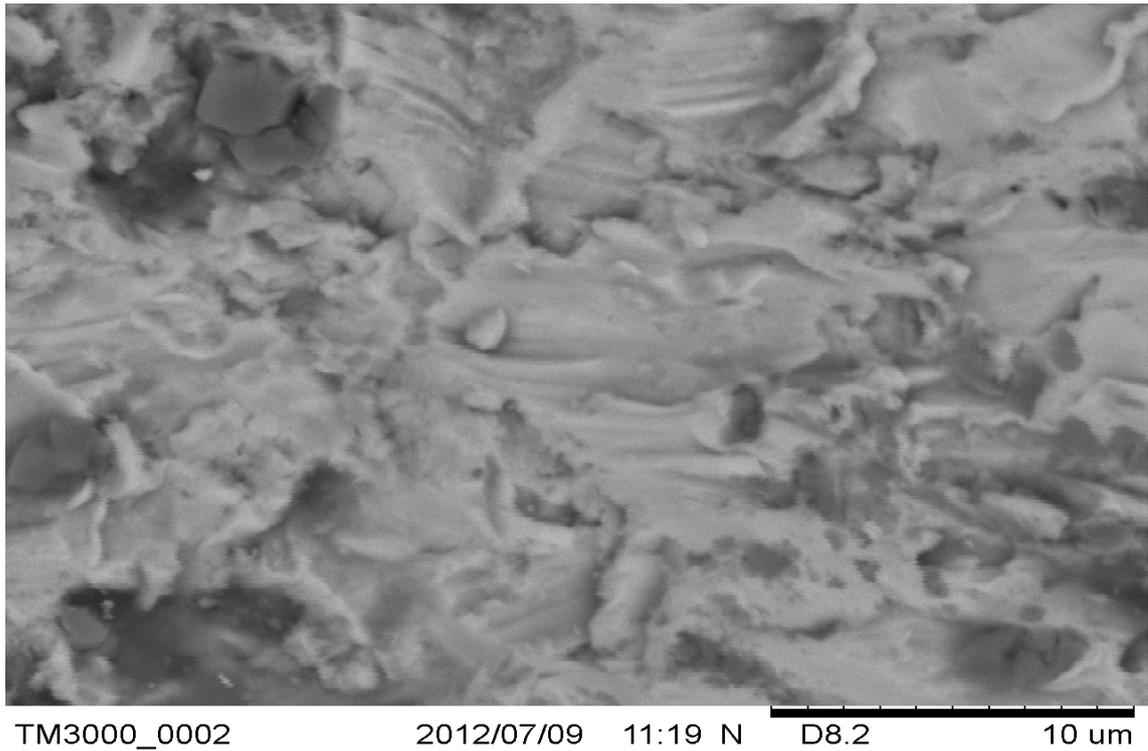


Fig. 5.28 Tratto dritto 6000x

Dalla microanalisi elementale semiquantitativa della superficie dell'ossido, eseguita mediante microsonda elettronica (EDS), abbiamo avuto conferma del fatto che gli elementi presenti in superficie sono quelli costituenti la lega, più ossigeno (derivante dall'ossidazione del titanio) e alcune impurezze di carbonio, imputabili al semplice maneggiamento del provino.

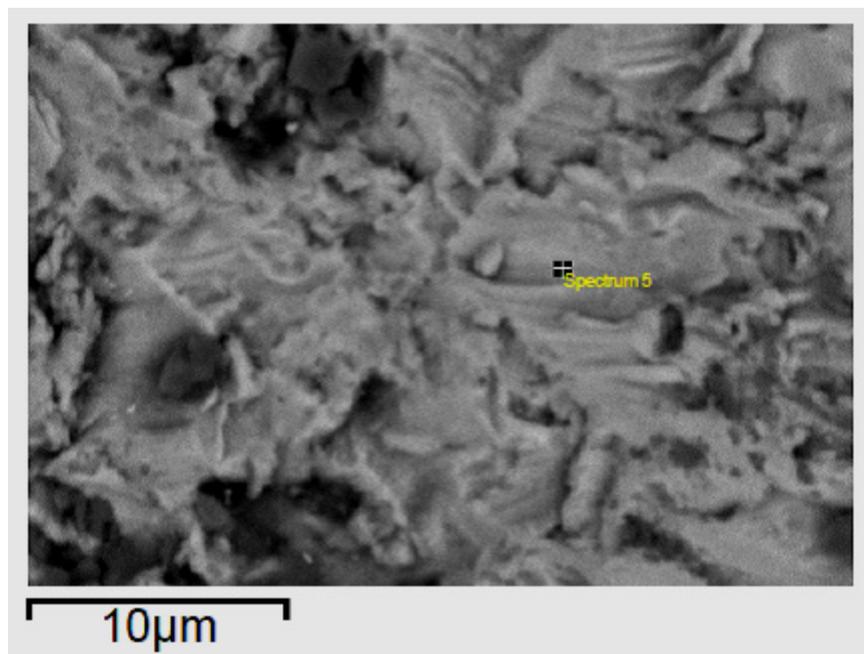


Fig. 5.29 Individuazione del punto in cui viene eseguita l'analisi con EDS

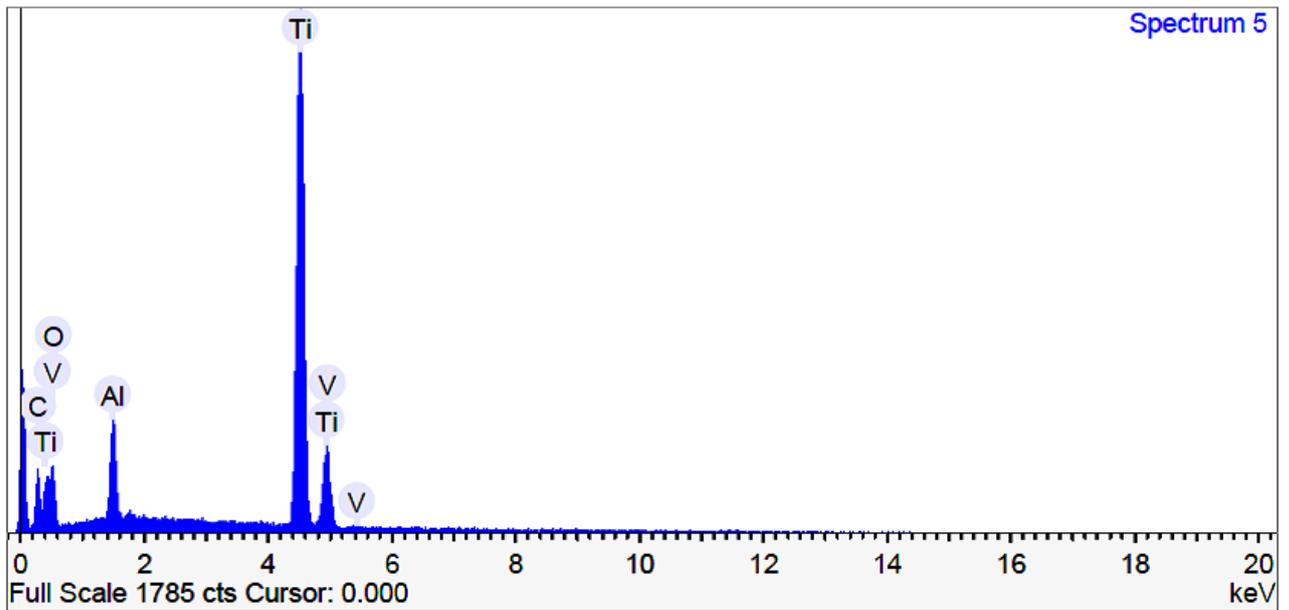


Fig. 5.30 Analisi elementare mediante EDS

Facendo riferimento ai provini usati per le prove di trazione descritte precedentemente sono state effettuate, sempre utilizzando il microscopio a scansione elettronica, delle micrografie delle superfici di frattura per poter meglio apprezzare il tipo di cedimento. Tali micrografie sono riportate nelle figure seguenti.

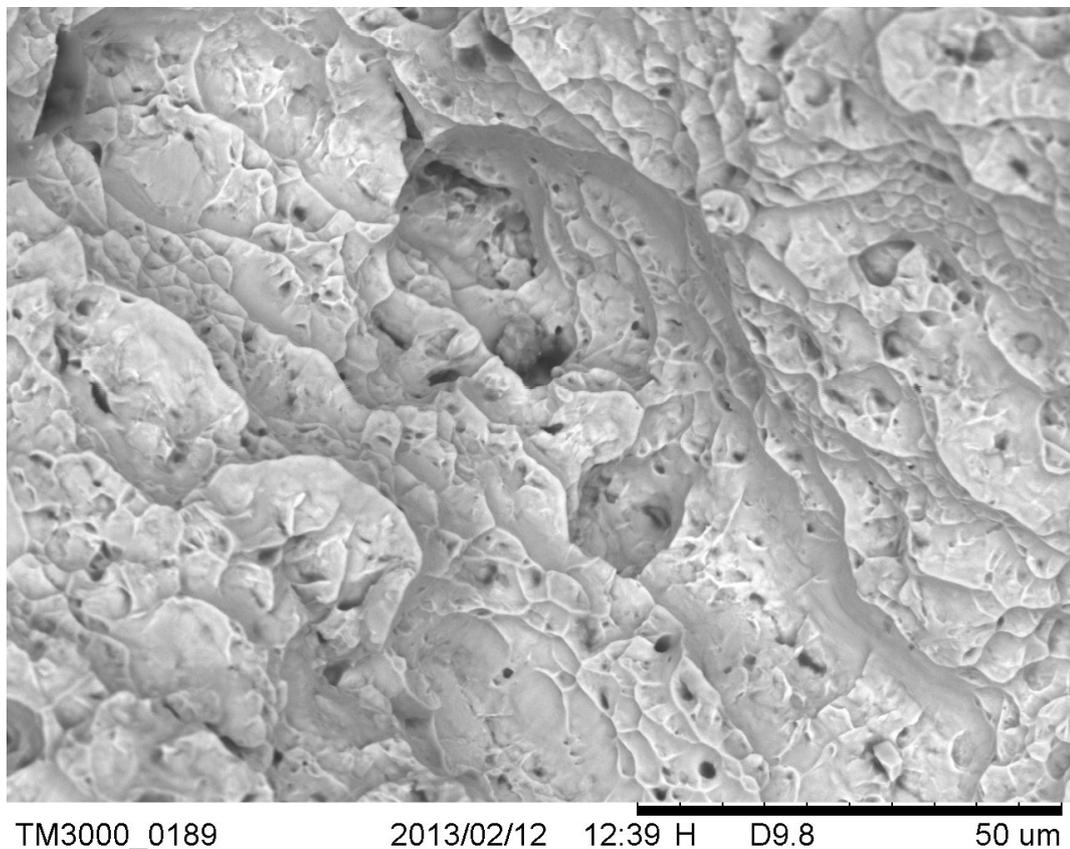
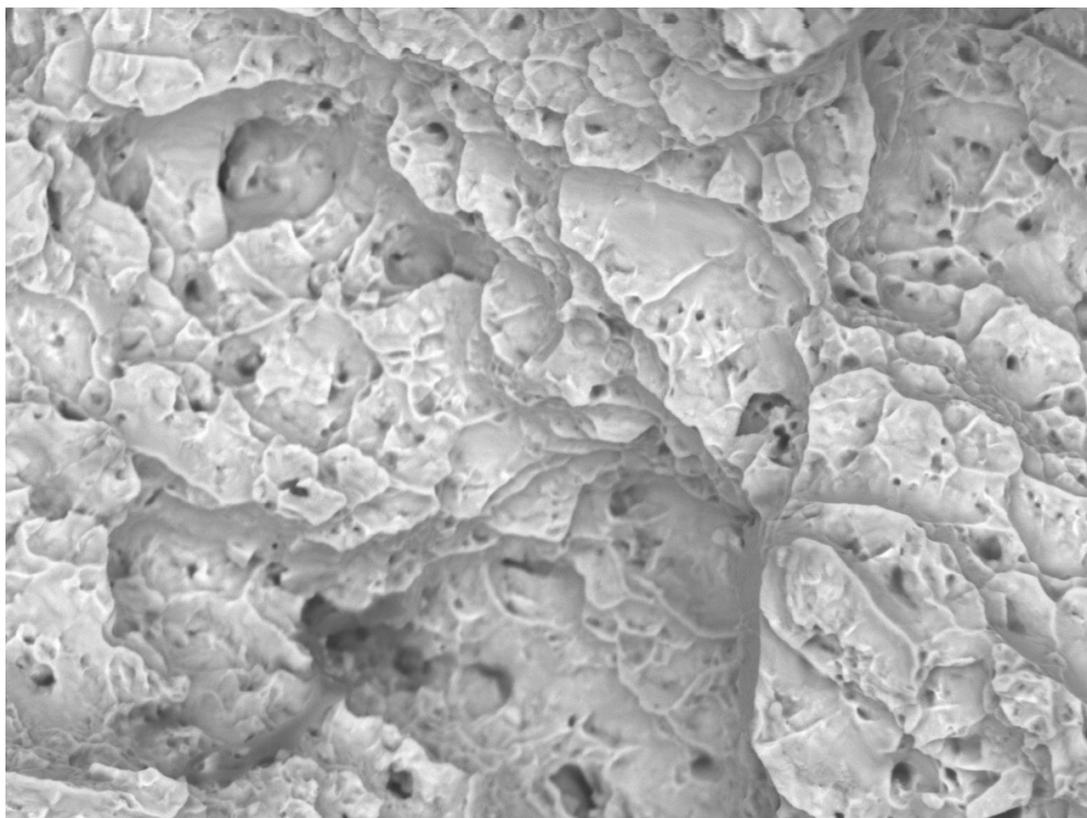


Fig. 5.31 – Micrografia al SEM di una superficie di frattura dopo la prova di trazione



TM3000_0191 2013/02/12 12:42 H D9.7 30 um
Fig. 5.32 – Micrografia al SEM di una superficie di frattura dopo la prova di trazione

Dalle micrografie è possibile osservare come i grani si siano distaccati e quindi come il cedimento sia stato transgranulare. Sembra infatti che la frattura abbia seguito i bordi dei grani provocando il distacco integrale di questi ultimi senza che ci fossero rotture all'interno dei grani stessi. Si potrebbe quasi azzardare che la rottura avviene sempre in corrispondenza della fase beta interlamellare, questo perché la fase alfa è per sua natura più duttile e quindi il cedimento avviene prima nella regione beta.

5.7 Caratterizzazione microgeometrica

Si riportano di seguito i profili di rugosità e le tabelle dei dati relativi alle analisi microgeometriche effettuate, come da norma ISO 4287. Le immagini delle superfici dei campioni ottenute mediante il microscopio confocale sono riportate nelle figure 5.33 e 5.36. Le figure 5.34-35 rappresentano i profili di rugosità relativi al pezzo sottoposto a HSF e calcolati lungo due direzioni ortogonali tra loro; le tabelle 5.10-11 riassumono i principali parametri ricavati dai suddetti profili. Le figure successive (5.36-37) e le tabelle 5.12-13 sono relative ai dati ricavati dal pezzo rullato a caldo.

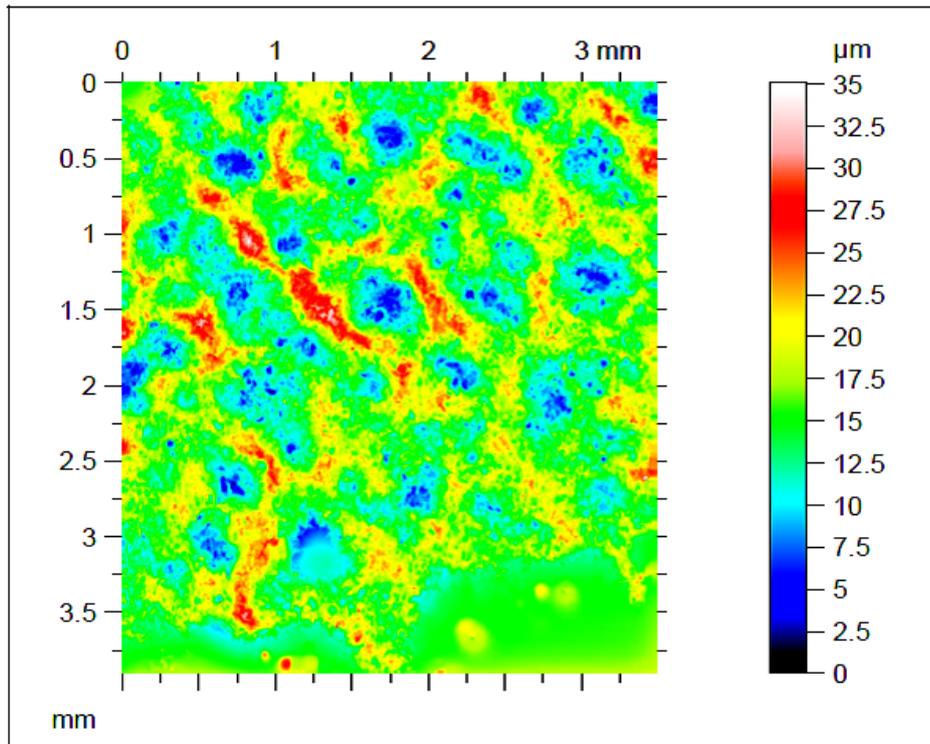


Fig. 5.33 Immagine della superficie del pezzo curvo ricavata dal microscopio confocale

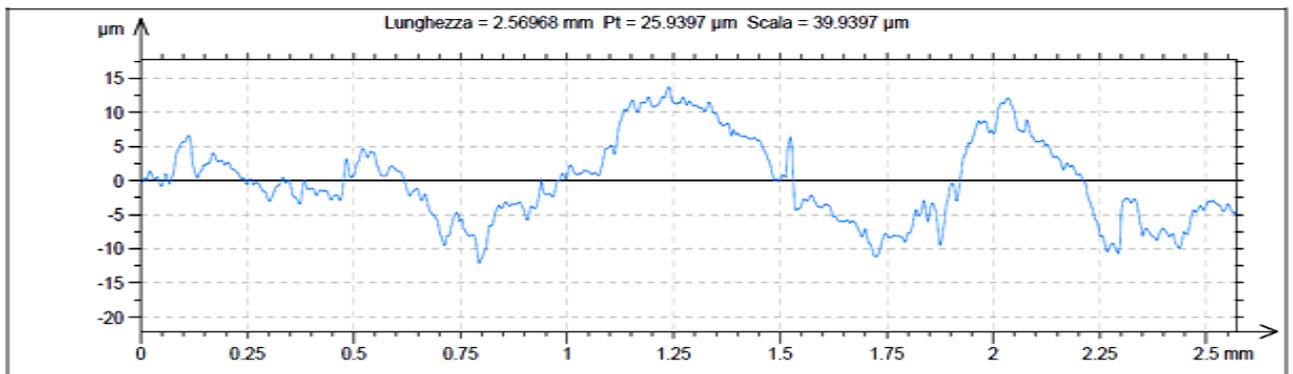


Fig. 5.34 Pezzo curvo

ISO 4287			
Parametri di ampiezza - Profilo di rugosità			
Rp	5.99981	μm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rv	8.66470	μm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rz	14.6645	μm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rc	10.1854	μm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rt	18.0649	μm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Ra	2.90603	μm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rq	3.38970	μm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rsk	-0.4245		<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rku	2.33564		<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Parametri di rapporto materiale - Profilo di rugosità			
Rmr	1.68224	%	<i>c = 1 μm sotto il picco più alto, Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rdc	6.35283	μm	<i>p = 20%, q = 80%, Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>

Tab 5.10

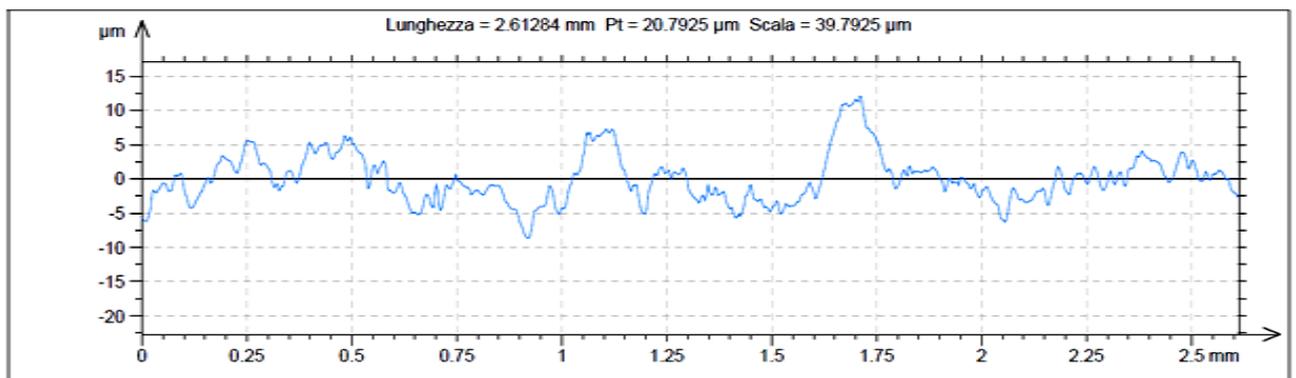


Fig. 5.35 Pezzo curvo

ISO 4287			
Parametri di ampiezza - Profilo di rugosità			
Rp	8.49831	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rv	5.92822	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rz	14.4265	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rc	8.36666	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rt	16.6754	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Ra	2.51267	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rq	3.30405	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rsk	0.941052		<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rku	3.54829		<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Parametri di rapporto materiale - Profilo di rugosità			
Rmr	2.37226	%	<i>c = 1 µm sotto il picco più alto, Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rdc	4.60409	µm	<i>p = 20%, q = 80%, Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>

Tab 5.11

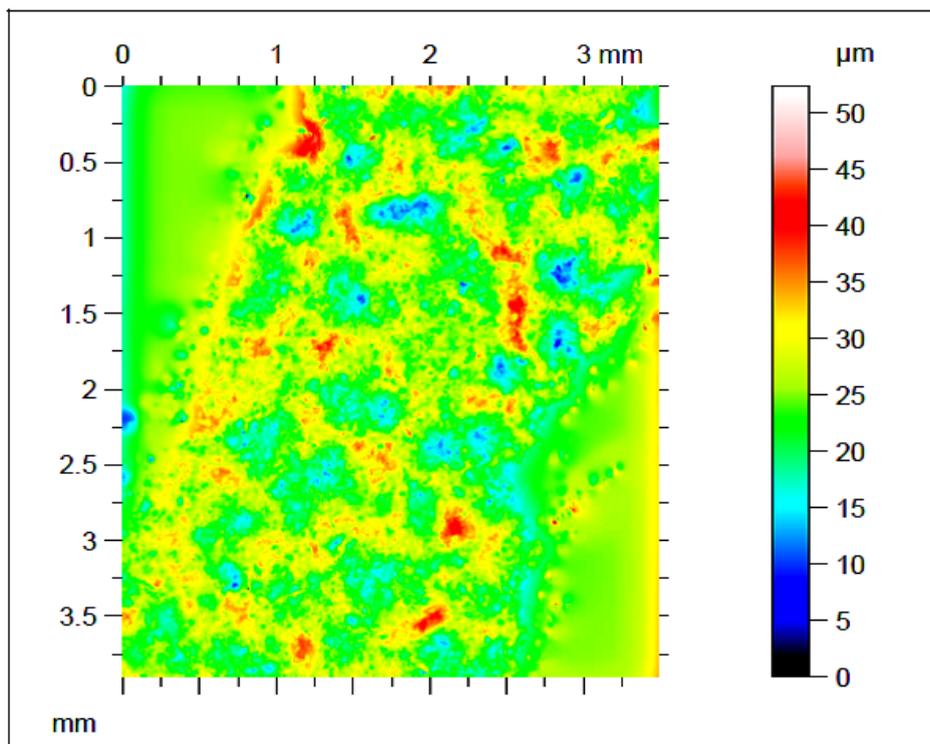


Fig. 5.36 Immagine della superficie del pezzo dritto ricavata dal microscopio confocale

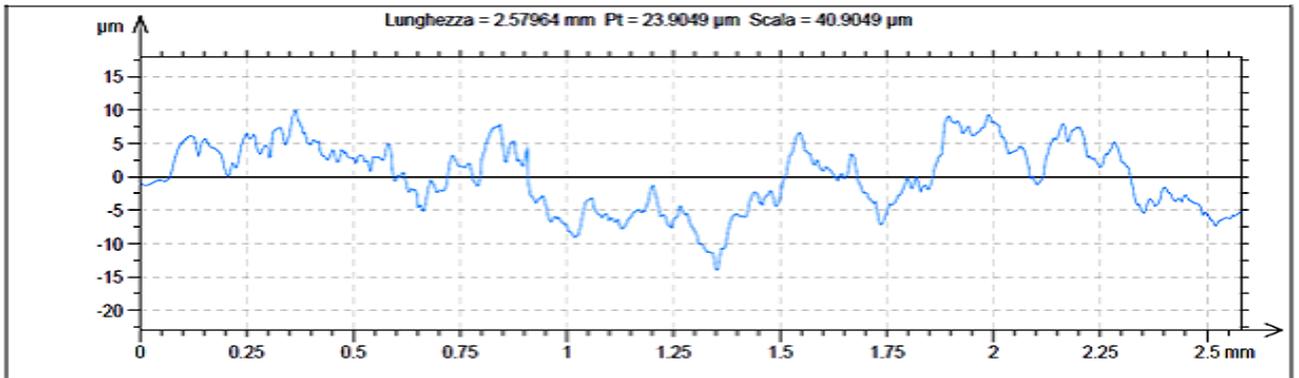


Fig. 5.37 Pezzo dritto

ISO 4287			
Parametri di ampiezza - Profilo di rugosità			
Rp	8.12675	µm	Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rv	7.44409	µm	Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rz	15.5708	µm	Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rc	6.26072	µm	Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rt	16.9836	µm	Filtro di Gauss, 0.8 mm
Ra	2.61690	µm	Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rq	3.30303	µm	Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rsk	0.237316		Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rku	2.89338		Filtro di Gauss, 0.8 mm
Parametri di rapporto materiale - Profilo di rugosità			
Rmr	2.04461	%	$c = 1 \mu\text{m}$ sotto il picco più alto, Filtro di Gauss, 0.8 mm
Rdc	5.87208	µm	$p = 20\%$, $q = 80\%$, Filtro di Gauss, 0.8 mm

Tab 5.12

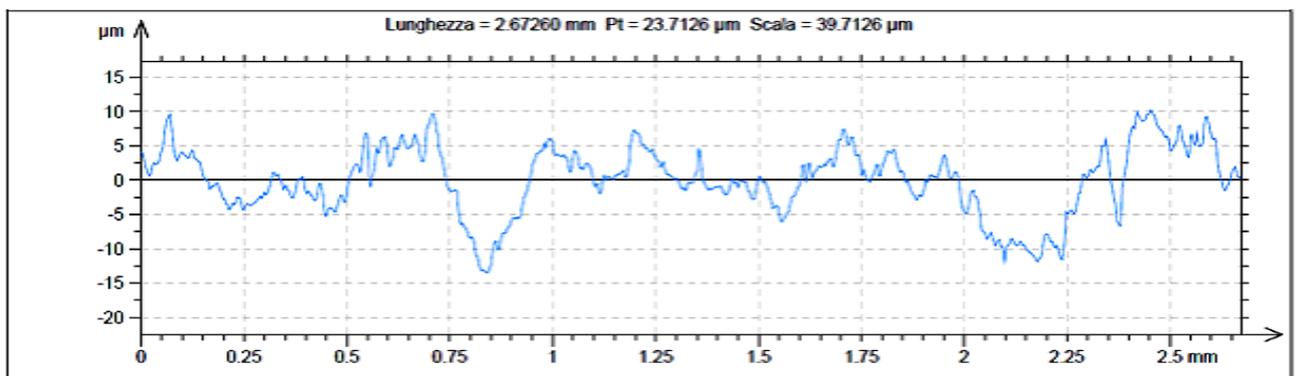


Fig. 5.38 Pezzo dritto

ISO 4287			
Parametri di ampiezza - Profilo di rugosità			
Rp	8.49847	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rv	8.56189	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rz	17.0604	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rc	8.88979	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rt	21.5753	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Ra	2.95230	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rq	3.70513	µm	<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rsk	0.353391		<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rku	2.75577		<i>Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Parametri di rapporto materiale - Profilo di rugosità			
Rmr	0.706714	%	<i>c = 1 µm sotto il picco più alto, Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>
Rdc	7.25794	µm	<i>p = 20%, q = 80%, Filtro di Gauss, 0.8 mm</i>

Tab 5.13

Dall'analisi microgeometrica si evince che i principali parametri di rugosità relativi al pezzo hot rolled hanno un valore lievemente maggiore rispetto a quelli relativi al pezzo HSF.

I parametri di riferimento sono quelli standard per la definizione della rugosità:

- **R_a**: è il parametro di rugosità internazionale più usato e universalmente riconosciuto. Esso rappresenta la media aritmetica delle deviazioni assolute del profilo di rugosità dalla linea media.
- **R_z**: è la distanza tra due linee parallele alla linea media, passanti per i cinque punti più alti e i cinque più bassi, entro i limiti della linea base e fornisce una misura dell'irregolarità massima, mediata sui picchi e le valli.

In particolare, mentre nel pezzo rullato si hanno valori di R_z pari a 14,66 e 14,43, nel pezzo HSF R_z si aggira tra 15,57 e 17,06.

Poiché indici di rugosità maggiori fanno riferimento a una superficie più corrugata, possiamo a ben ragione dire che l'area reale del pezzo rullato è maggiore di quella del campione HSF. Poiché l'area apparente investigata nelle prove potenziodinamiche era di 0,785 mm² e i dati relativi a tali misurazioni vengono riportati come densità di corrente, si è ritenuto opportuno fare un confronto tra l'area reale del campione HSF e quella del campione rullato. Avendo ottenuto in media correnti di passivazione maggiori nel caso del campione rullato, è ragionevole pensare che, tenendo conto della differenza nelle aree reali, questo "delta" di correnti (dovuto essenzialmente ai differenti processi termo-meccanici subiti) risulterebbe ancora maggiore. A valle di questa analisi microgeometrica, possiamo dunque concludere, ancora una volta, che il differente comportamento elettrochimico della barra rullata e di quella HSF è da imputare al processo.

5.8 Caratterizzazione cristallografica per diffrazione a raggi X

Si riportano di seguito gli spettri dell'analisi diffrattometrica ai raggi X, eseguita sulla superficie dell'ossido dei campioni hot rolled e HSF.

Essendo entrambi i processi condotti a temperature superiori a quella di transizione tra le due forme polimorfe dell'ossido di titanio (550°C), ci aspettiamo sicuramente di trovare del rutilo, perché è la forma stabile del TiO_2 alle alte temperatura. In effetti entrambi i campioni mostrano la presenza di rutilo, titanio e anatasio, che invece è la forma stabile del TiO_2 alle basse temperature. La presenza di questo tipo di ossido è inevitabile se si pensa che a temperatura ambiente l'ossido di titanio si forma in modo spontaneo all'aria; le tracce di anatasio, quindi, sono imputabili all'ossidazione spontanea del pezzo, avvenuta prima del trattamento di rullatura a caldo e Hot Stretch Forming.

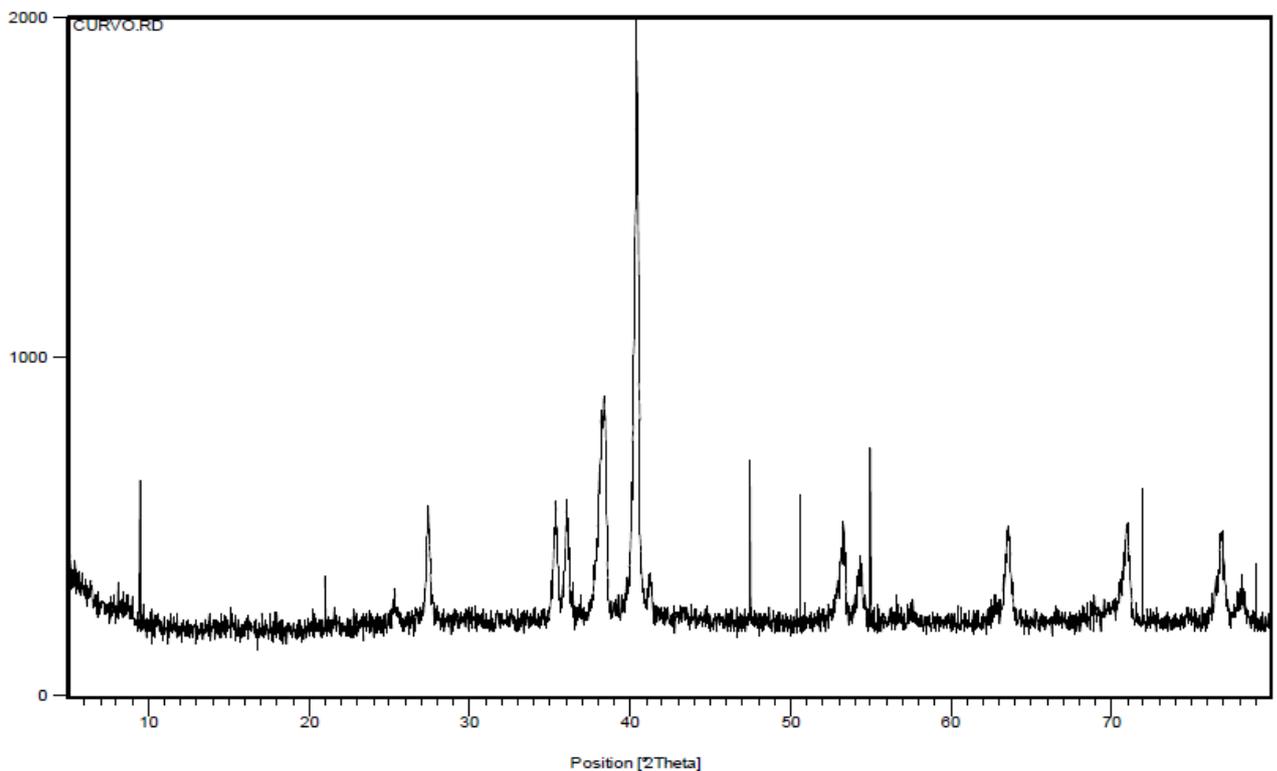


Fig. 5.39 Pezzo HSF

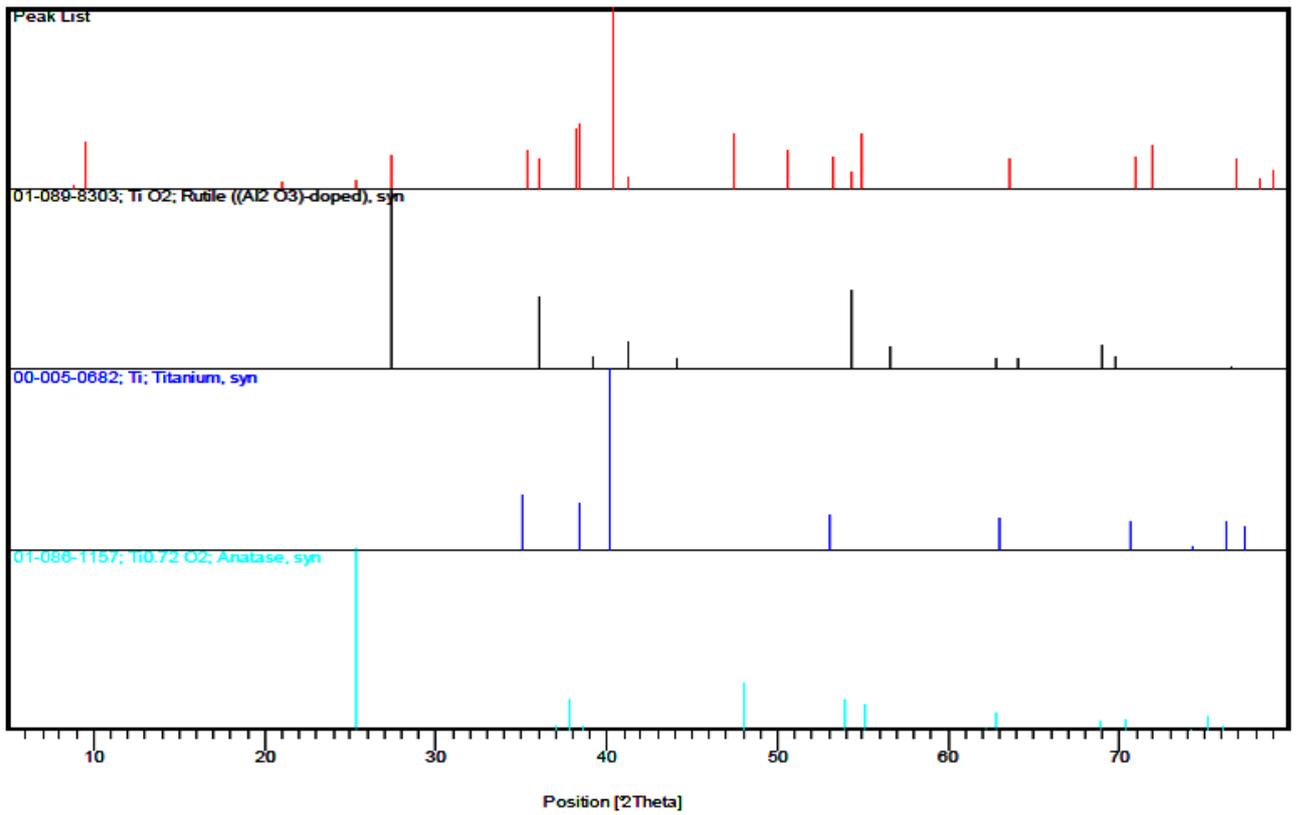


Fig. 5.40 Pezzo HSF

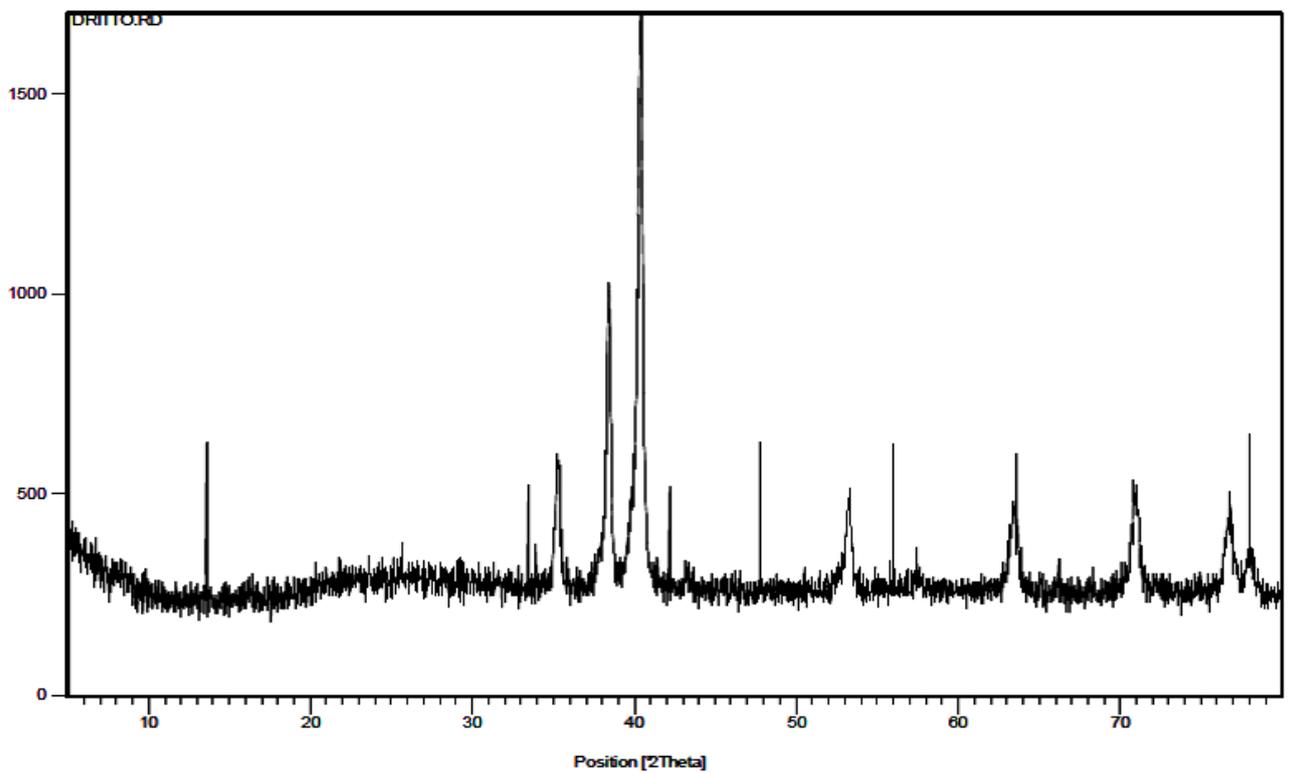


Fig. 5.41 Pezzo hot rolled

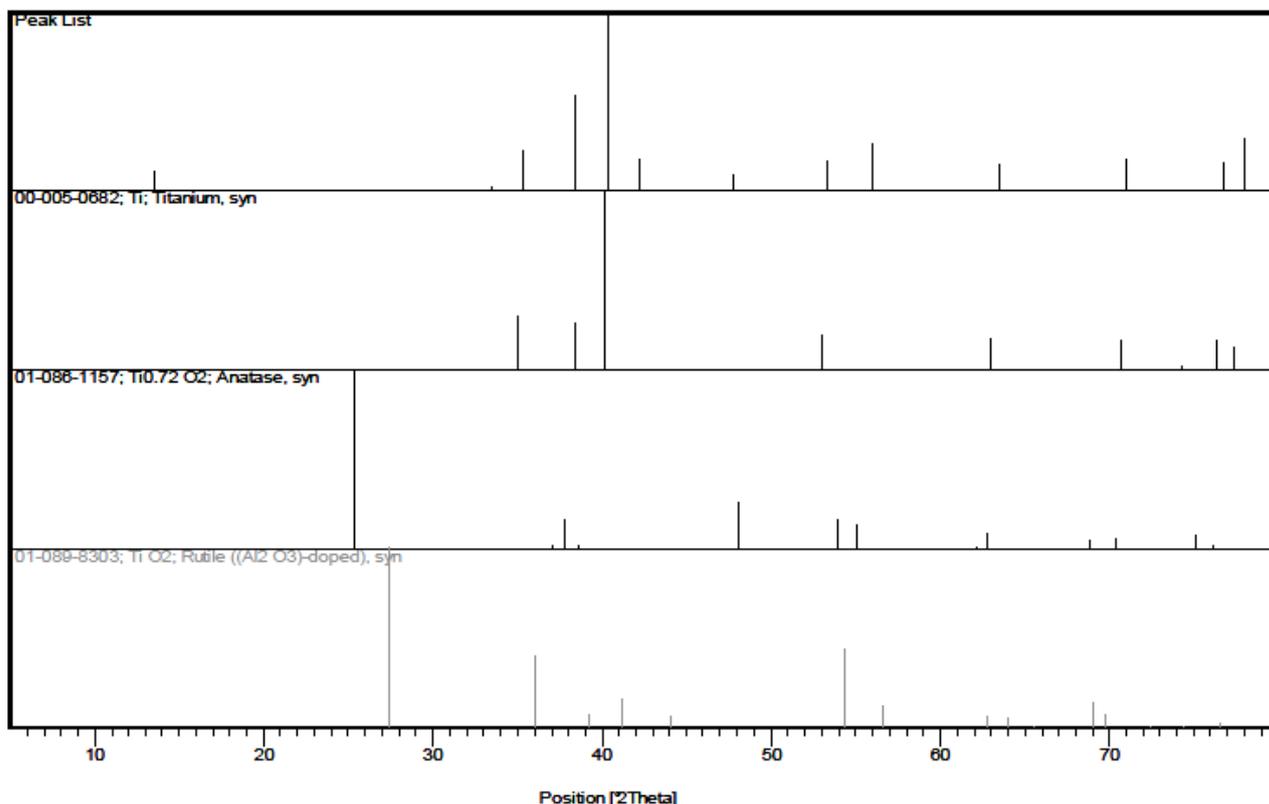


Fig. 5.42 Pezzo hot rolled

Di seguito vengono riportati i grafici con gli andamenti delle misurazioni ottenute in corrispondenza dei 12 punti. I grafici con i profili delle deformazioni riportano in ascissa la profondità di foratura realizzata (a partire dal punto zero dove è stata assunta essere zero anche la deformazione) e in ordinata le deformazioni rilevate espresse in microstrain ($\mu\epsilon$).

5.9 Calcolo delle tensioni residue

In questa sezione verranno presentati i risultati ottenuti nella misura delle tensioni residue, accennando ai modelli matematici usati per il calcolo delle stesse a partire dalle deformazioni misurate dalla rosetta estensimetrica.

Poiché le misure estensimetriche sono realizzate utilizzando estensimetri attaccati alla superficie del campione, la maggiore sensibilità si ha in riferimento alle tensioni residue vicino alla superficie. Tale sensibilità si riduce rapidamente con la profondità. A profondità superiori a circa la metà del diametro medio della rosetta forata, la sensibilità legata alle tensioni interne scompare completamente.

Questa variazione della sensibilità allo sforzo rende difficile valutare sollecitazioni interne in maniera affidabile. Piccoli errori nelle misurazioni sperimentali possono causare errori molto più grandi nei calcoli delle tensioni residue. Questa è una limitazione fisica fondamentale del presente metodo di foratura, non esiste alcun artefatto matematico per qualsiasi metodo di calcolo delle tensioni residue. I vari metodi matematici utilizzano approcci diversi per minimizzare gli effetti negativi legati agli errori sperimentali. Tuttavia, tutti devono affrontare lo stesso compromesso tra la risoluzione spaziale e l'incertezza degli stress. Se si ritiene necessaria una buona risoluzione spaziale della variazione delle tensioni residue con la

profondità, ci sarà un rumore sostanziale e un'incertezza nei valori individuali legata agli stress. D'altra parte, se si vuole una bassa sensibilità agli errori sperimentali, la risoluzione spaziale deve essere sacrificata.

La scelta di quale metodo utilizzare per il calcolo degli stress residui dipende da quale di questi fornisce un equilibrio più soddisfacente tra un risultato realistico e una soluzione stabile. La qualità della soluzione può essere valutata osservando che tutti i metodi di calcolo forniscono soluzioni delle tensioni che non corrispondono esattamente ai dati forniti in termini di deformazioni. Ad esempio, il metodo delle tensioni uniformi calcola sempre le tensioni che risultano essere uniformi con la profondità. Se le effettive sollecitazioni non sono uniformi, si verificherà che le deformazioni corrispondenti alle sollecitazioni assunte uniformi non sono le stesse delle effettive deformazioni misurate. Allo stesso modo, il metodo integrale con regolarizzazione dà sollecitazioni variabili lievemente. Le deformazioni corrispondenti a tali sollecitazioni non sono le stesse di quelle misurate e corrispondenti alla soluzione non livellata, nella quale è presente inevitabilmente un rumore.

La differenza tra le deformazioni corrispondente alla soluzione legata alle sollecitazioni e le deformazioni reali misurate viene chiamato "misfit". Un modesto misfit è accettabile a condizione che sia di dimensioni simili all'incertezza (errore sperimentale) che si ha durante la misura delle deformazioni.

Ovviamente non vi è alcun motivo di pretendere una precisione di calcolo maggiore della precisione dei dati. L'errore di calcolo è chiamato "errore modello", mentre l'errore nella misurazione viene chiamato "errore dati". Incrociando questi due valori si ottiene un equilibrio ottimale tra la stabilità della soluzione e la risoluzione spaziale. Questa corrispondenza dell'errore del modello e dei dati è la base della scelta automatica dell'effetto di regolarizzazione di Tikhonov che H-DRILL utilizza per stabilizzare il metodo integrale. Per gli altri metodi di calcolo delle tensioni, una dimensione simile del misfit medio e l'errore standard di deformazione indica l'accettabilità della soluzione delle tensioni. H-DRILL fa questo confronto automaticamente, e dà il suo suggerimento circa l'accettabilità del metodo di calcolo utilizzato. Quando si visualizzano i risultati delle tensioni, il programma include una nota riguardante il misfit delle deformazioni. Se il valore dell'rms (routemeanquare) del misfit legato alla deformazione è compreso in $\sqrt{2}$ volte l'errore di deformazione standard stimato, H-DRILL indica "soddisfacente", se entro 2 volte l'errore di deformazione standard stimato, il programma indica "marginale", altrimenti indica "eccessivo". Ad ogni modo bisogna comunque essere consapevoli del fatto che queste non sono conclusioni definitive, ma sono solo suggerimenti automatici in base a regole euristiche.

Poiché la natura delle tensioni residue da misurare non è generalmente nota in anticipo, la scelta del metodo di calcolo da utilizzare è difficile da prevedere. Una buona strategia è quella di provare tutti e tre i metodi in ordine inverso (integrale, serie di potenze, e Stress uniforme). Ancora una volta, una buona valutazione ingegneristica, combinato con una conoscenza delle sollecitazioni attese, dovrebbe essere usata per scegliere il metodo più appropriato per il calcolo delle tensioni. Considerazioni di questo tipo risultano essere essenziali per interpretare opportunamente il significato e l'affidabilità dei risultati ottenuti.

Le tensioni residue calcolate da H-DRILL riflettono la sensibilità dell'errore sperimentale legata al metodo di calcolo scelto. Sulla base degli errori standard dei dati in ingresso stimati internamente e / o forniti dall'utente, il programma può stimare un intervallo che ha una

probabilità del 90% di contenere le tensioni residue effettive. I limiti del 90% di probabilità sono sufficientemente realistici fornendo stime degli errori di misura altrettanto realistiche, nel caso in cui venga scelto un metodo di calcolo appropriato. Pertanto, se si effettua un calcolo delle tensioni uniformi, i limiti probabilità del 90% racchiuderanno circa il 90% dei valori possibili di stress uniformi che corrispondono ai dati in input, considerando le incertezze di tali dati. Tuttavia, nel caso in cui le sollecitazioni non siano uniformi, né i risultati di sollecitazione uniformi e né i limiti corrispondenti alla probabilità del 90% sono realistici. Vanno effettuate le stesse considerazioni fatte per il metodo Power Series e per il Metodo Integrale. In particolare sono stati usati i seguenti parametri:

- Nella casella “**Young’ Modulus**” è stata effettuata una media dei valori ricavati da precedenti prove meccaniche. Il valore ottenuto è **115,2 GPa**
- Nella casella “**Poisson’ Ratio**” il valore inserito è stato **0,34**
- Nella casella “**Std. ModulusError**” è stata calcolata la media dell’errore percentuale considerando il valore 115,2 e i valori del modulo di Young relativi alle suddette prove meccaniche. Il valore così ottenuto è **1,1%**
- Nella casella “**HoleDiameter**” è stata indicata la media dei diametri (dmin e dmax) di ognuno dei singoli fori misurati con l’oculare della strumentazione.

Il calcolo per ottenere la misura in mm è il seguente:

Es. misura oculare =4,5

$(4,5/1000)*16=0,072$ in

$0,072*25,4=1,83$ mm

- Nella casella “**Std. DiameterError**” per ogni foro è stato calcolato l’errore tra la media del diametro e dmax (o dmin che è la stessa cosa in valore assoluto)

I risultati ottenuti durante le prove di foratura hanno evidenziato la presenza di tensioni non uniformi con la profondità pertanto non è stato possibile utilizzare la prima opzione. Per chiarezza verranno proposti di seguito i grafici ricavati con il programma H-Drill dove appare evidente lo scostamento tra il modello matematico (parte tratteggiata) delle tensioni uniformi proposto dalla normativa ASTM E837 e l’andamento reale (parte a tratto continuo) dei dati ottenuti durante la misurazione.

L’andamento delle deformazioni reali rispetto a quelli della teoria degli stress uniformi non ha consentito l’utilizzo dei primi due metodi di calcoli sopracitati ossia l’*Uniform Stress Method* e il *Power Series Method* in quanto per entrambi il valore del ‘misfit’ risultava eccessivo comportando una notevole differenza tra le deformazioni ricavate con i precedenti metodi e le deformazioni reali misurate.

Soltanto l’utilizzo del Metodo Integrale (*Integral Method*) ha consentito di avere un valore del ‘misfit’ soddisfacente consentendo di avere delle deformazioni ricavate con il metodo di calcolo confrontabili con quelle reali ottenute con le misurazioni. Di seguito si riportano i grafici con gli andamenti delle deformazioni ottenute con il Metodo Integrale (a tratto continuo) confrontate con quelle reali (a tratto discontinuo). I grafici faranno riferimento ad una profondità massima pari a 0,8 mm in quanto si ritiene che a profondità superiori a circa la metà del diametro medio della rosetta forata la sensibilità legata alle tensioni interne scompare completamente. Per brevità non si riportano i risultati relativi a tutti i fori ma se ne riportano solo alcuni a titolo di esempio, l’andamento qualitativo è comunque lo stesso in tutti i casi.

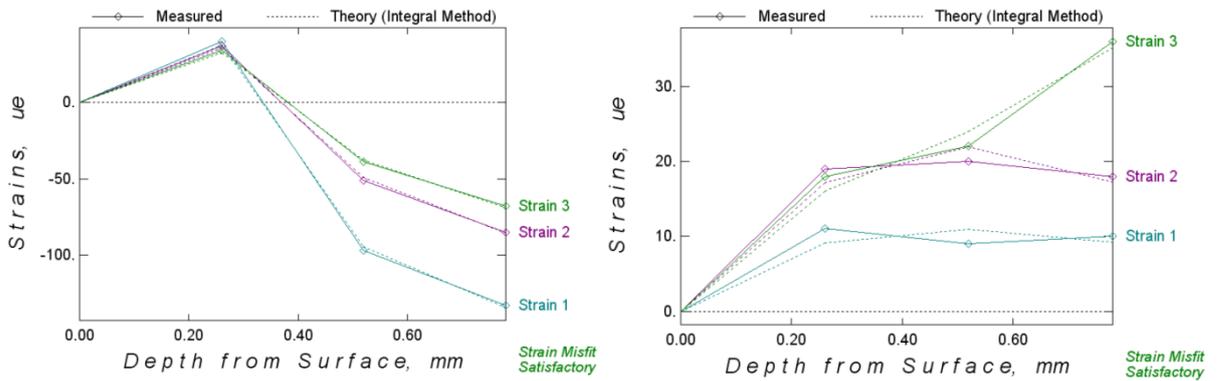


Fig. 5.43 – Confronto dati misurati vs. teoria (Integral Method) punti R1 ed R2

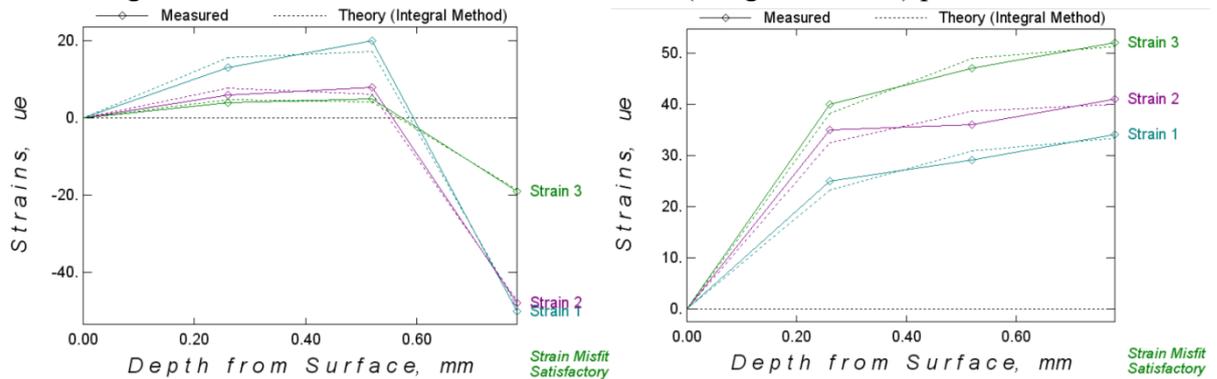


Fig. 5.44 – Confronto dati misurati vs. teoria (Integral Method) punti R3 ed R4

L'andamento dei grafici sopra riportati evidenzia una buona corrispondenza tra dati di deformazione effettivamente misurati e dati teorici ricavati con il Metodo Integrale, viene quindi confermato il basso valore di 'misfit' ottenuto con l'applicazione di tale metodo.

A questo punto è possibile procedere con il calcolo delle tensioni residue. Benché non sia possibile applicare per l'analisi dei dati la procedura standardizzata all'interno della ASTM E837, per una giusta interpretazione dei risultati ottenuti si farà riferimento ai parametri utilizzati nella suddetta normativa per la determinazione delle tensioni residue. Verranno quindi presi in considerazione per la valutazione dei risultati i parametri σ_{max} , σ_{min} e β ; per la loro individuazione si faccia riferimento alla Figura 5.45.

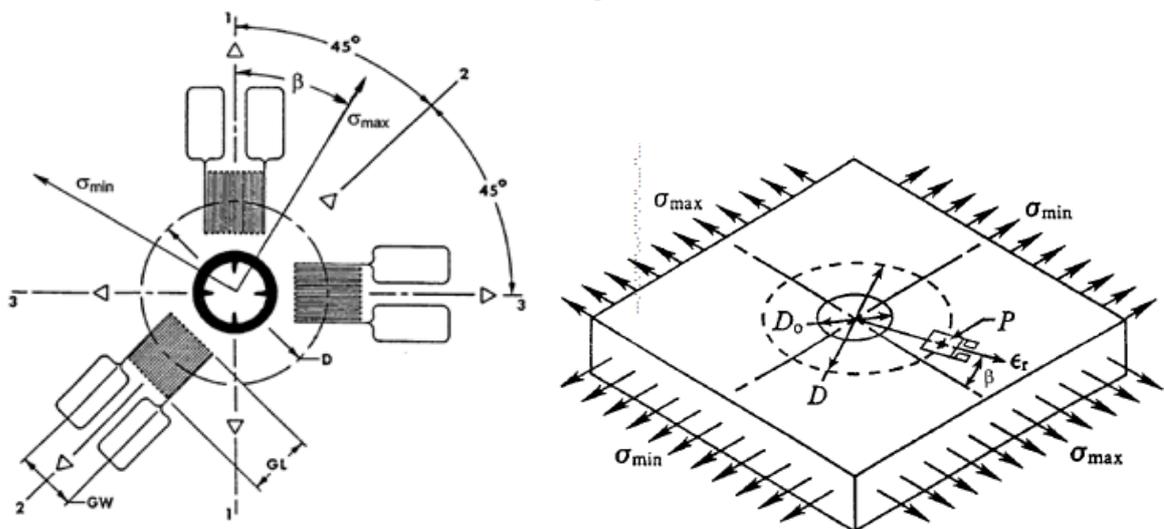


Fig. 5.45 – Definizione parametri per calcolo delle tensioni residue

Nella Tabella 5.14 sono riportati i parametri σ_{\max} , σ_{\min} e β calcolati relativamente ai 12 fori di misura realizzati ed in corrispondenza delle tre profondità (0.087 mm, 0.390 mm, 0.693 mm) individuate dal metodo di calcolo utilizzato.

	R1			R2			R3			R4		
Profondità	σ_{\max}	σ_{\min}	β									
0.087	-52	-57	-86	16	-31	-26	-11	-27	78	-48	-70	-6
0.390	266	177	-14	3	-4	20	10	5	30	10	-1	52
0.693	43	23	61	12	-30	30	212	122	10	10	6	78
	R5			R6			R7			R8		
Profondità	σ_{\max}	σ_{\min}	β									
0.087	-27	-34	-31	-27	-34	69	-44	-78	15	-45	-86	30
0.390	-3	-12	-13	-5	-12	-55	8	-7	-23	4	-6	5
0.693	2	-5	-40	16	3	-33	13	9	-81	22	12	-23
	R9			R10			R11			R12		
Profondità	σ_{\max}	σ_{\min}	β									
0.087	-44	-64	-50	-24	-60	14	9	-47	12	-21	-47	71
0.390	164	53	35	1	-5	-2	-8	-18	46	-8	-17	74
0.693	-17	-66	-59	13	-2	88	22	-3	-71	4	-8	-18

Tab. 5.14 – Parametri σ_{\max} , σ_{\min} e β in corrispondenza dei 12 fori

Di seguito vengono riportati gli andamenti delle tensioni principali residue (σ_{\max} , σ_{\min}) per i primi tre fori realizzati nonché le posizioni (β) di quest'ultime in corrispondenza delle 3 profondità di calcolo. Tali risultati sono qualitativamente rappresentativi di tutti i fori.

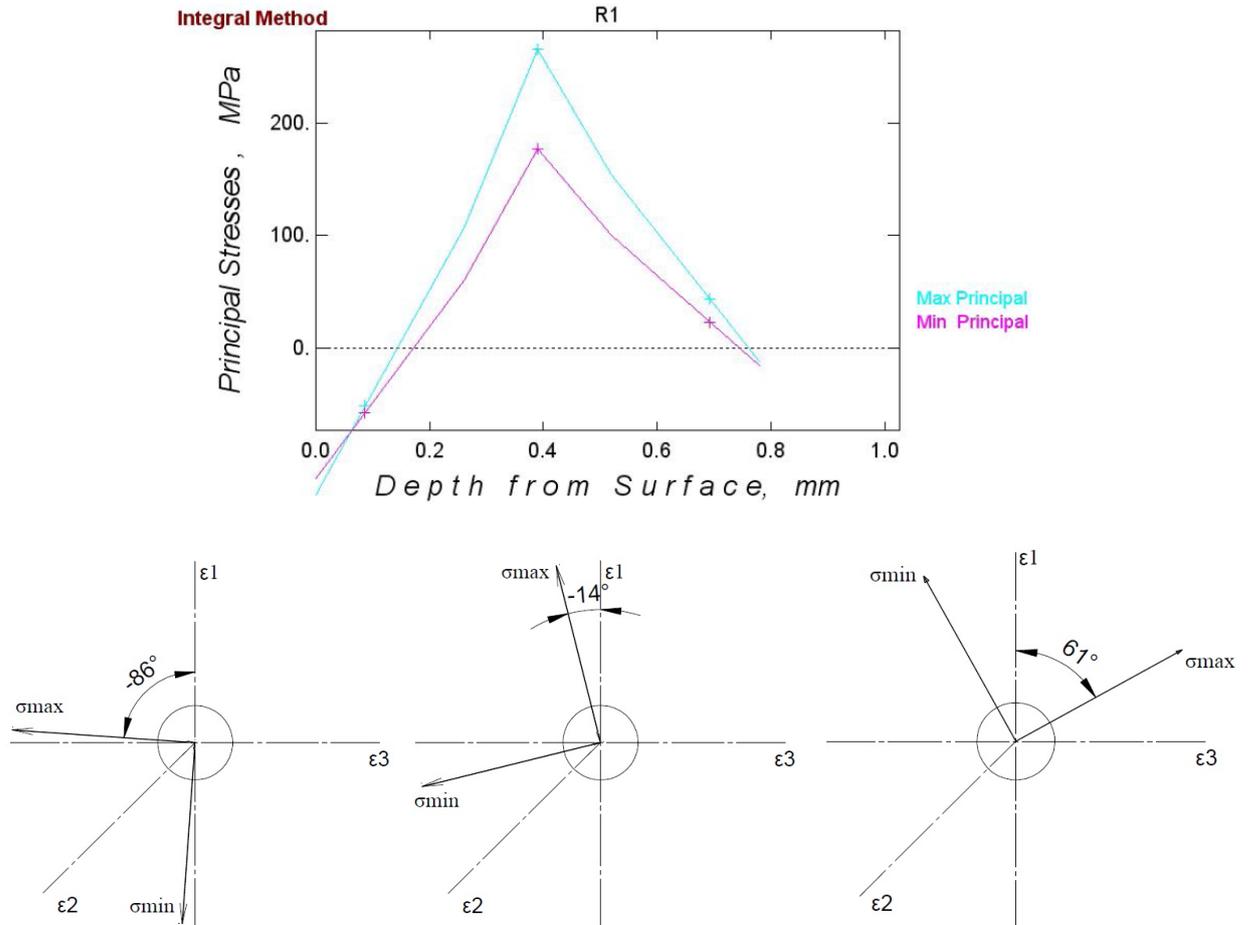


Fig. 5.46 – Andamento e posizione delle tensioni residue in corrispondenza del foro R1

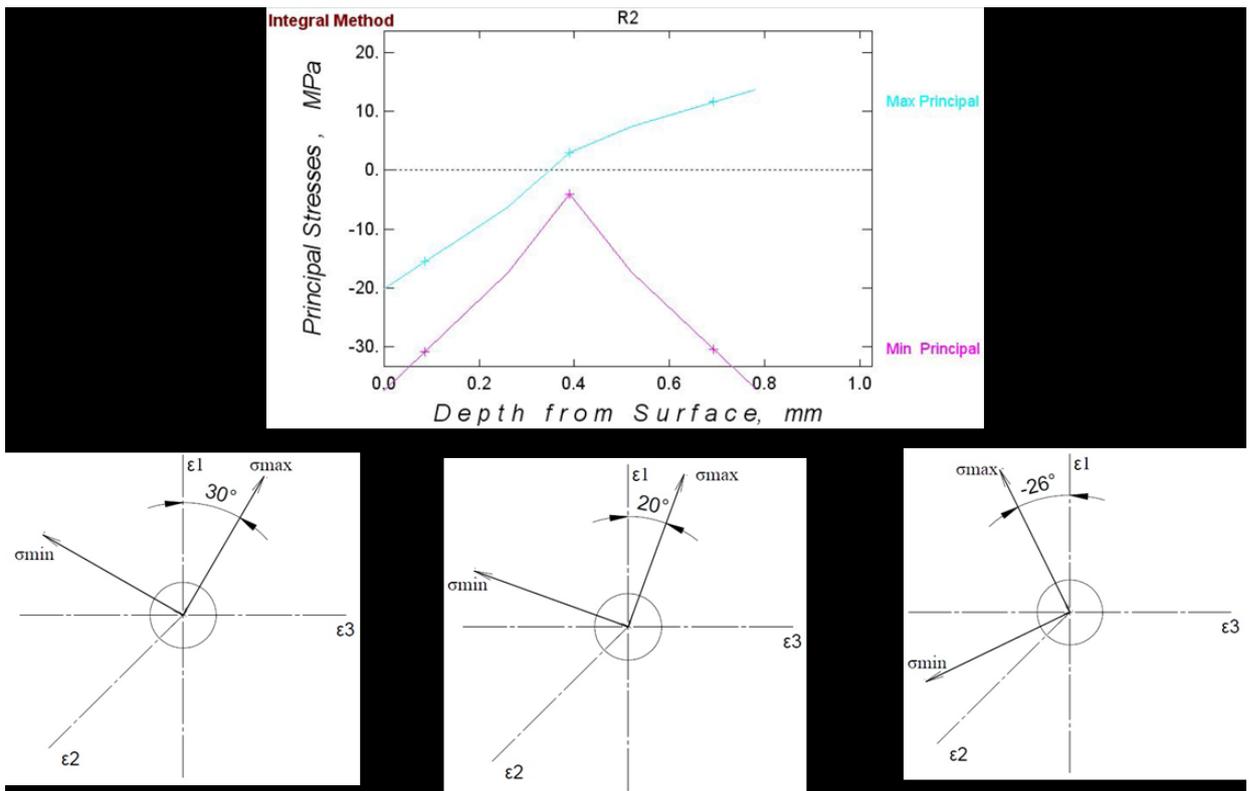


Fig. 5.47 – Andamento e posizione delle tensioni residue in corrispondenza del foro R2

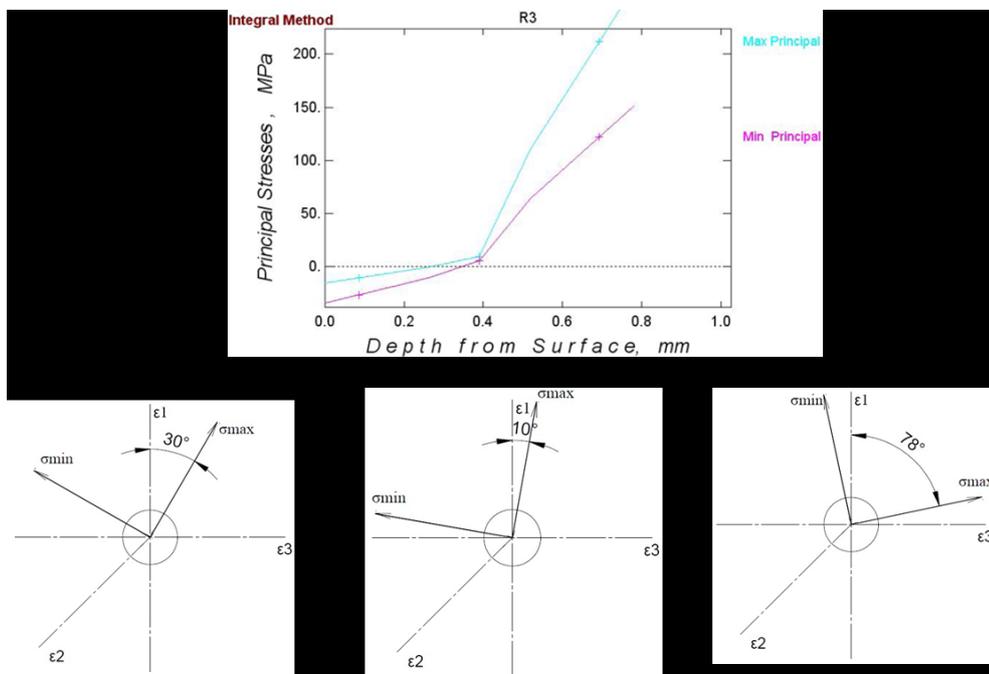


Fig. 5.48 – Andamento e posizione delle tensioni residue in corrispondenza del foro R3

È possibile affermare che complessivamente le tensioni presentano un andamento con caratteristiche simili soprattutto in riferimento alla zona sottoposta ad Hot Stretch Forming. Quasi tutti i grafici infatti mostrano uno stato di compressione nella zona sub-superficiale che gradualmente tende verso la trazione all'aumentare della profondità. Per una maggiore interpretazione dei valori calcolati per il solo tratto sottoposto ad HSF vengono illustrate di seguito delle rappresentazioni grafiche (istogrammi) contenenti ognuna i dati di σ_{max} e σ_{min} corrispondenti alle varie profondità (0.087 mm; 0.390 mm; 0.693 mm) e lungo la parte in esame (172 mm; 418 mm; 667 mm) relative ai tre punti della sezione a "C" (5,3 mm; 8,85 mm; 40,12 mm). Per l'individuazione dei dati si faccia riferimento alla Figura 5.73.

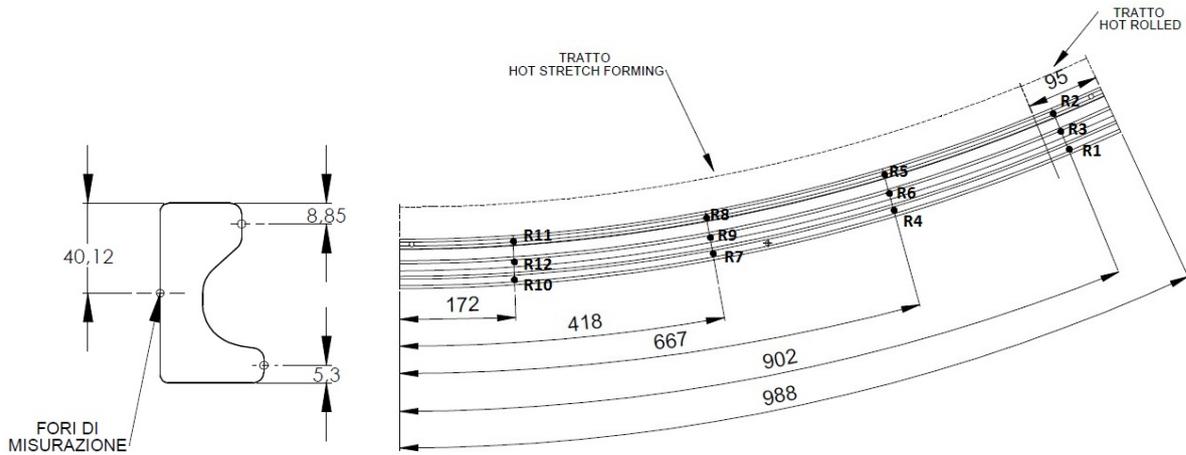


Fig. 5.49 – Posizioni fori su componente di prova

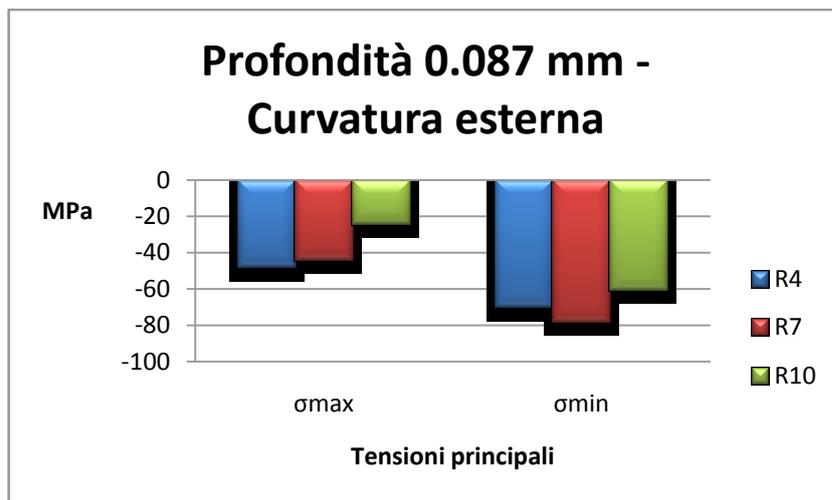


Fig. 5.50 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura esterna, profondità 0.087 mm

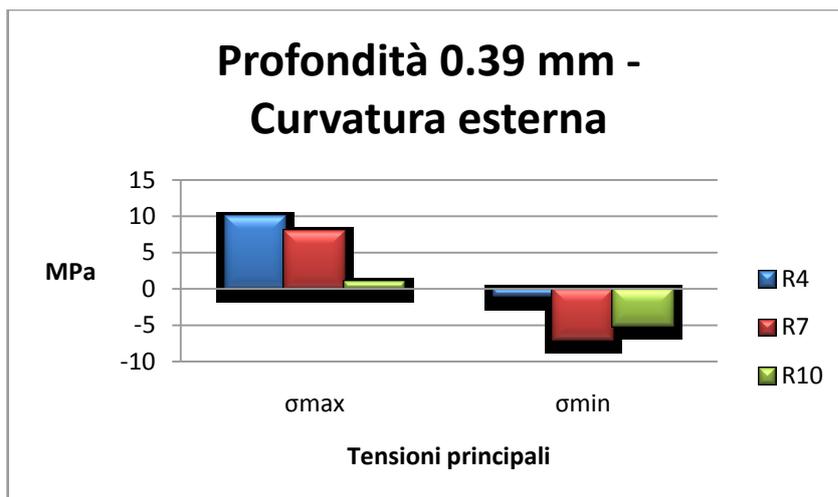


Fig. 5.51 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura esterna, profondità 0.390 mm

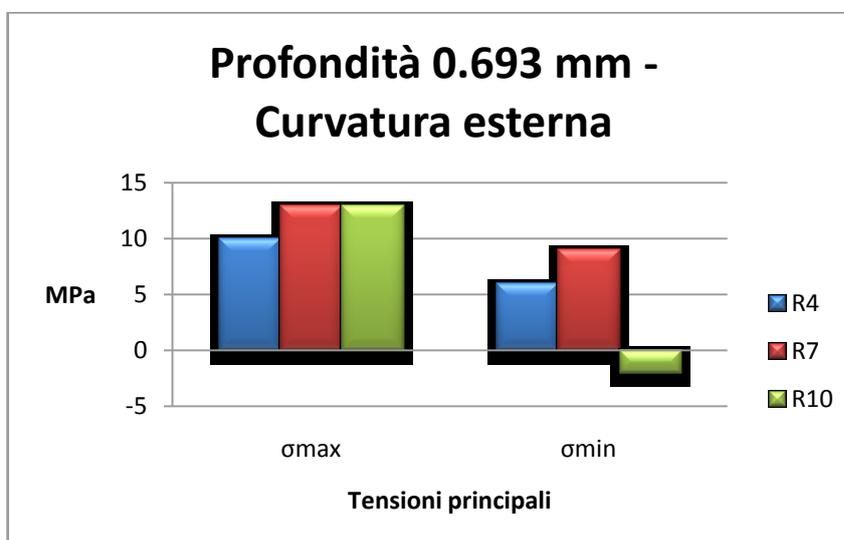


Fig. 5.52 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura esterna, profondità 0.693 mm

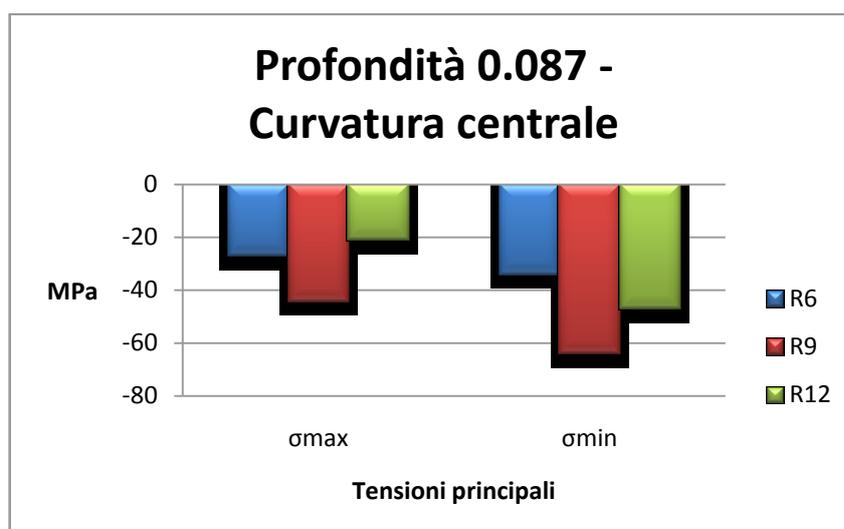


Fig. 5.53 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura centrale, profondità 0.087 mm

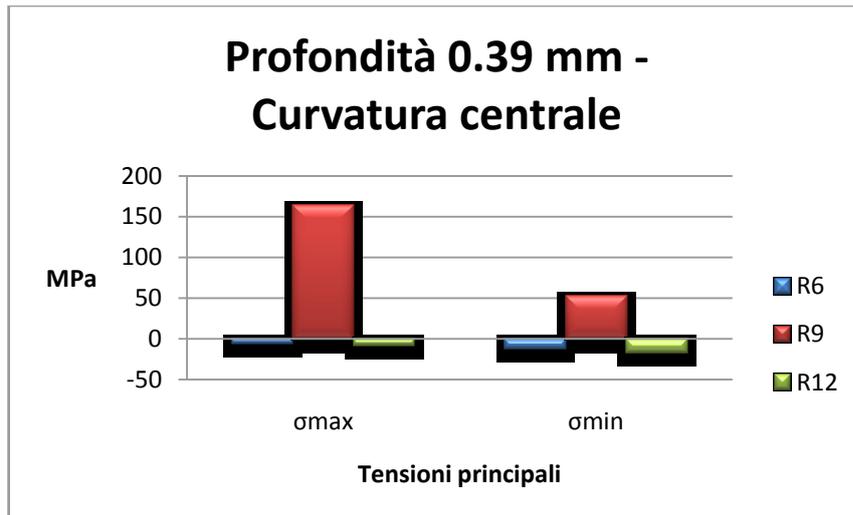


Fig. 5.54 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura centrale, profondità 0.390 mm

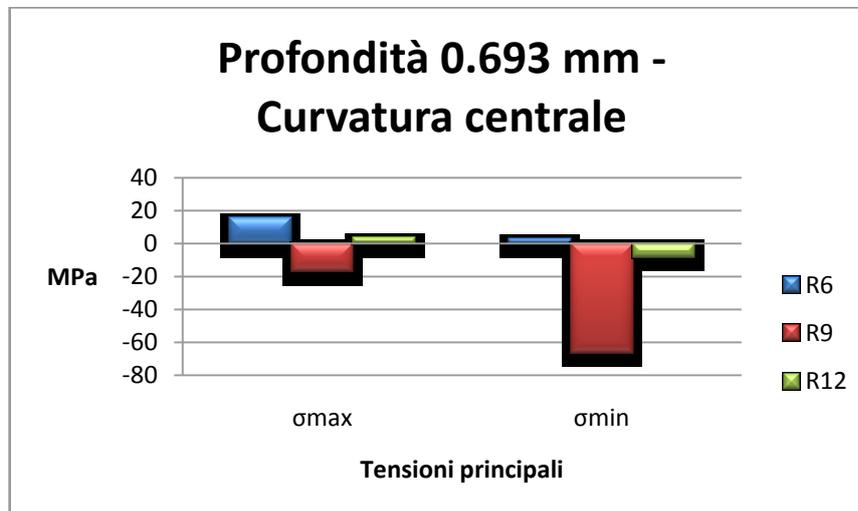


Fig. 5.55 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura centrale, profondità 0.693 mm

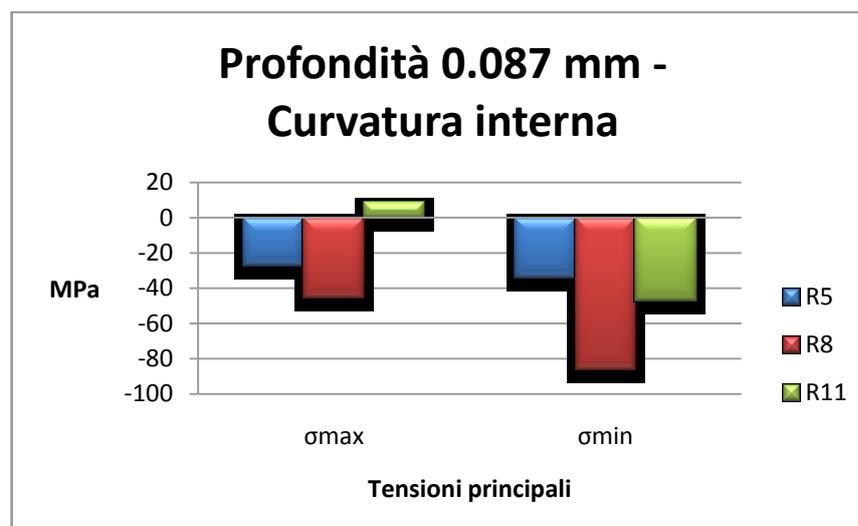


Fig. 5.56 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura interna, profondità 0.087 mm

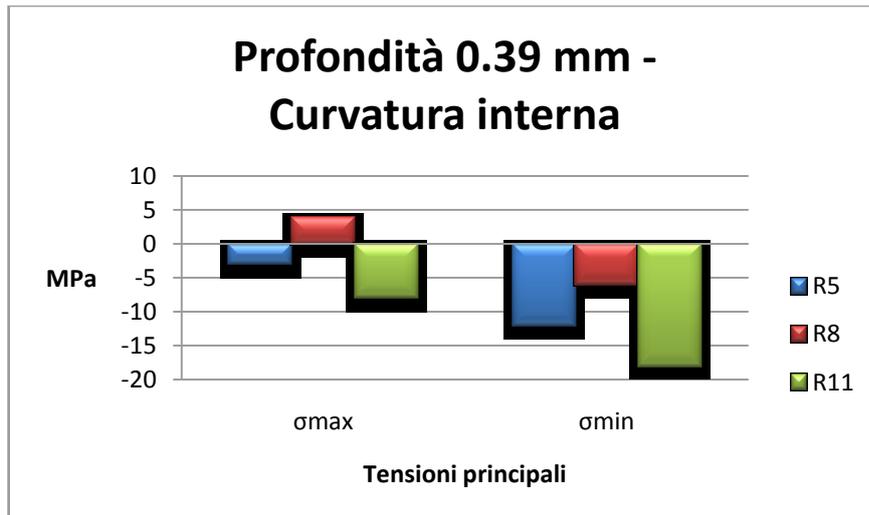


Fig. 5.75 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura interna, profondità 0.390 mm

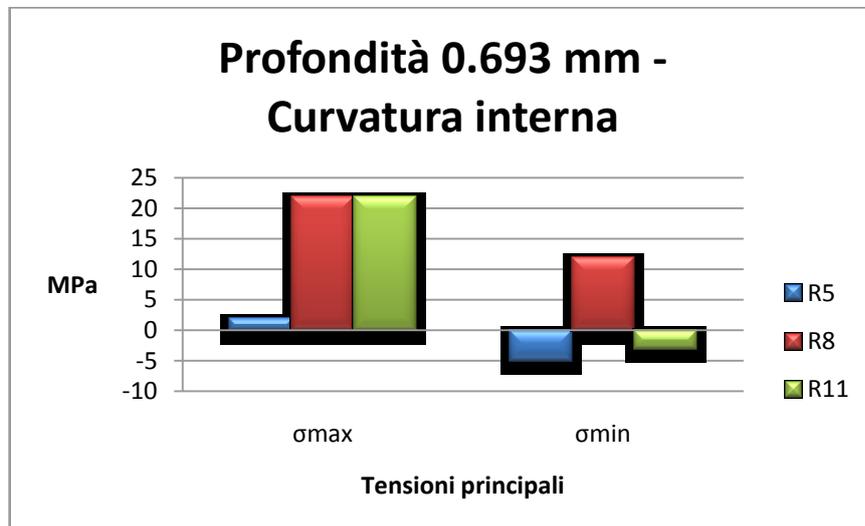


Fig. 5.58 - Andamento σ_{max} e σ_{min} su curvatura interna, profondità 0.693 mm

Dall'andamento dei grafici riportati è possibile fare una serie di considerazioni sui risultati ottenuti.

- I valori relativi al foro R9 sono con ogni probabilità da escludere in quanto ne per valore e ne per segno appaiono in linea con gli altri della medesima posizione, si potrebbe quindi ipotizzare un probabile errore nella misura.
- Le sollecitazioni massime sono quelle situate nello strato sub-superficiali e sono tutte in compressione con valori compresi tra 60 e 80 MPa. Tali valori sono minori del 10% della σ_s pertanto non destano particolari preoccupazioni.
- A profondità superiori i valori si attenuano intorno ai 20 MPa e al più si assiste ad una variazioni di segno.
- Le tensioni residue, essendo di compressione, hanno comunque un effetto benefico sulla durata a fatica del componente.
- Infine, tali tensioni residue, sono minori di quelle registrate in un componente analogo ma realizzato con tecnologie convenzionali (es asportazione di truciolo).

Probabilmente i cicli termici subiti durante il processo di hot stretch forming contribuiscono ad alleviare tali tensioni residue.

5.10 Prove di spettroscopia elettrochimica di impedenza

Di seguito vengono presentati i risultati ottenuti dall'analisi di spettroscopia di impedenza elettrochimica. In figura 5.59 sono presentati i diagrammi di Bode relativi alle prove effettuate su due diverse aree del tratto sottoposto al solo processo di HR.

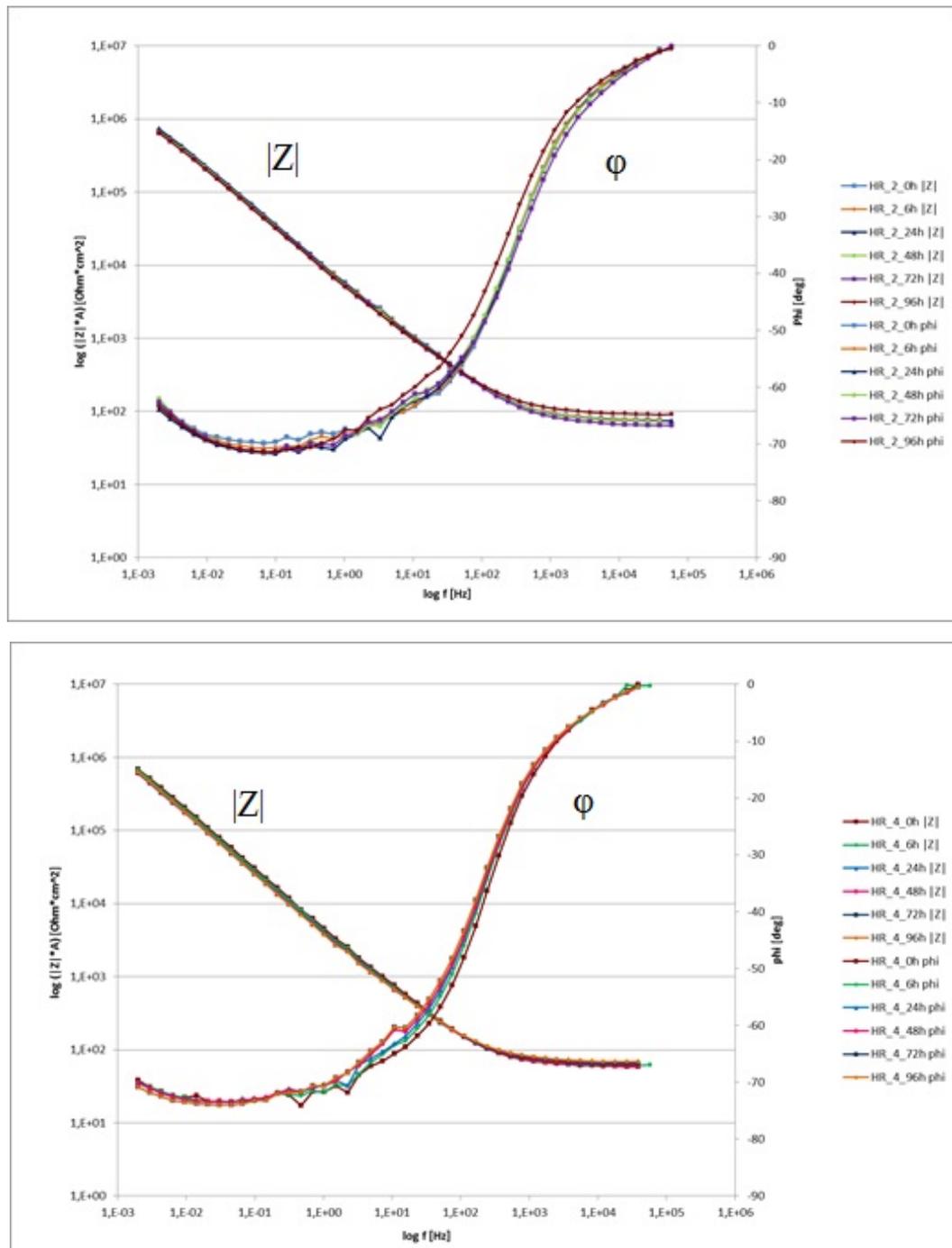


Fig. 5.59 – Diagrammi di Bode ottenuti per le aree HR

Si può notare che l'impedenza non subisce variazioni all'interno della settimana di prova per le aree HR. L'angolo di fase suggerisce l'esistenza di una sola costante di tempo.

In figura 5.60 si riportano i diagrammi di Bode ottenuti dalle analisi effettuate sugli ossidi naturali.

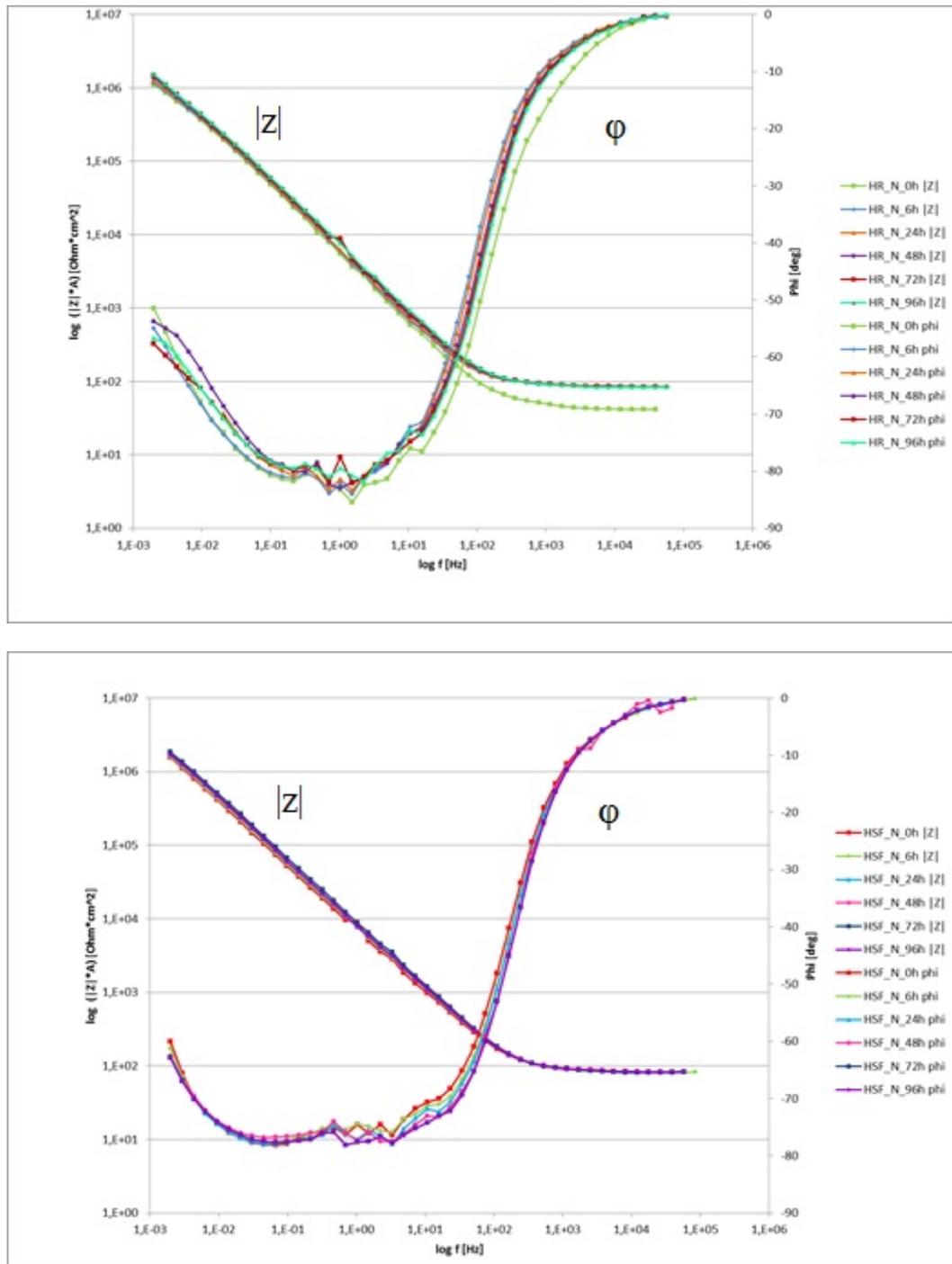


Fig. 5.60 – Diagrammi di Bode relativi all'ossido naturale

Si osserva che le curve sono del tutto simili a quelle ottenute per gli ossidi HR.

Anche qui si può notare una sostanziale stabilità dei valori dell'impedenza col passare del tempo a contatto con la soluzione. L'angolo di fase, sia nel caso HR che in quello dell'ossido

naturale, mostra ad elevate frequenze valori prossimi agli 0° . Un valore di φ di 0° è indice che ciò che si sta ottenendo in risposta alla perturbazione è un valore di resistenza. Alle alte frequenze ciò che possiamo valutare è quindi la resistenza della soluzione.

Passando via via verso frequenze più basse, si nota che l'angolo di fase vira verso valori che approssimano i -90° , senza mai raggiungerli. Un valore di φ pari a -90° è ciò che si ha in risposta da un elemento capacitivo, quindi ciò che si sta osservando è l'impedenza mostrata da un elemento capacitivo non ideale.

A tal proposito, per il fitting dei dati si è utilizzato, nel caso di HR e ossido naturale, lo stesso circuito equivalente, di seguito mostrato in fig. 5.61.

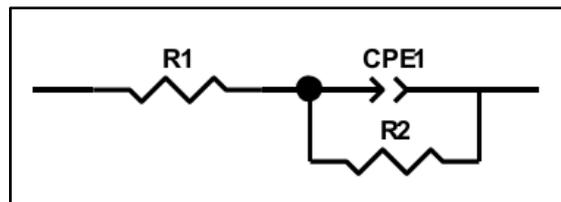


Fig. 5.61 – Circuito equivalente per HR e ossido naturale

In entrambi i casi la R_1 rappresenta la resistenza della soluzione e mostra valori assolutamente confrontabili nelle diverse analisi.

La R_2 rappresenta, invece, la resistenza nell'ossido. Per ottenere un fitting corretto per HR, si è, però, trascurata la presenza di tale resistenza nel circuito equivalente, poiché nel range di frequenze analizzato non è possibile stimarne il valore con adeguata accuratezza. Si può infatti notare dalle curve che, alle basse frequenze, l'angolo di fase nel caso dell'ossido naturale aumenta in maniera notevole, mentre lo stesso fenomeno nel caso di HR inizia a frequenze più basse, tanto da renderlo poco valutabile. Questa differenza di comportamento va cercata nella differenza di spessore tra i due ossidi. Lo spessore dell'ossido HR, molto maggiore rispetto a quello naturale, non permette di valutare la resistenza di bulk dell'ossido.

Per tener conto delle impedenze del doppio strato, della spacecharge e dell'ossido dovrebbero essere presenti tre diversi elementi capacitivi. Come già discusso nel capitolo 5, la capacità associata alla SC è, solitamente, tanto piccola da renderla predominante sulle altre. Inoltre, si è già accennato come nei casi reali possa rendersi necessario l'utilizzo del ConstantPhaseElement in luogo di elementi circuitali più semplici. Quindi, il CPE_1 è l'elemento che rappresenta l'impedenza opposta dalla SC formata appena all'interno dell'ossido. Di seguito vengono riportati i risultati ottenuti dal fitting delle curve sperimentali di una delle due aree HR (essendo l'altro fitting assolutamente analogo viene omissis per brevità) con gli errori connessi a tale operazione (tab.5.15) e i risultati del fitting delle curve di uno dei campioni con l'ossido naturale (tab 5.16).

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	24,37	0,17603	0,72232
CPE1-T	Free(+)	0,00012678	5,7696E-7	0,45509
CPE1-P	Free(+)	0,76041	0,0011372	0,14955
Chi-Squared:		0,0020464		
Weighted Sum of Squares:		0,17395		HR_2_0h
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	24,45	0,22017	0,90049
CPE1-T	Free(+)	0,00012549	7,1463E-7	0,56947
CPE1-P	Free(+)	0,76634	0,001421	0,18543
Chi-Squared:		0,0032824		
Weighted Sum of Squares:		0,279		HR_2_6h
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	23,96	0,26364	1,1003
CPE1-T	Free(+)	0,00012505	9,1706E-7	0,73335
CPE1-P	Free(+)	0,76967	0,0018055	0,23458
Chi-Squared:		0,0057598		
Weighted Sum of Squares:		0,48958		HR_2_24h
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	23,75	0,29407	1,2382
CPE1-T	Free(+)	0,00013266	1,0356E-6	0,78064
CPE1-P	Free(+)	0,76447	0,0019436	0,25424
Chi-Squared:		0,0061587		
Weighted Sum of Squares:		0,52349		HR_2_48h
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	21,17	0,26661	1,2594
CPE1-T	Free(+)	0,00013713	1,1145E-6	0,81273
CPE1-P	Free(+)	0,76096	0,001987	0,26112
Chi-Squared:		0,0068941		
Weighted Sum of Squares:		0,59979		HR_2_72h
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	29,83	0,36407	1,2205
CPE1-T	Free(+)	0,00013906	1,1957E-6	0,85984
CPE1-P	Free(+)	0,7616	0,0022013	0,28904
Chi-Squared:		0,0078358		
Weighted Sum of Squares:		0,66604		HR_2_96h

Tab. 5.15 – Dati di fitting dei risultati HR

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	14,09	0,18052	1,2812
CPE1-T	Free(+)	0,00010533	1,0187E-6	0,96715
CPE1-P	Free(+)	0,91299	0,0025671	0,28118
R2	Free(+)	5,3407E5	31454	5,8895
Chi-Squared:		0,013256		
Weighted Sum of Squares:		1,087	ossido naturale 0h	
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	28,37	0,26026	0,91738
CPE1-T	Free(+)	9,9005E-5	7,3796E-7	0,74538
CPE1-P	Free(+)	0,90892	0,0021508	0,23663
R2	Free(+)	6,0674E5	29351	4,8375
Chi-Squared:		0,0087521		
Weighted Sum of Squares:		0,71767	ossido naturale 6h	
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	28,03	0,24279	0,86618
CPE1-T	Free(+)	9,3954E-5	6,8661E-7	0,73079
CPE1-P	Free(+)	0,90773	0,0020757	0,22867
R2	Free(+)	5,1486E5	20277	3,9384
Chi-Squared:		0,0086057		
Weighted Sum of Squares:		0,72288	ossido naturale 24h	
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	27,24	0,37159	1,3641
CPE1-T	Free(+)	8,7153E-5	9,9339E-7	1,1398
CPE1-P	Free(+)	0,90117	0,0032093	0,35613
R2	Free(+)	5,5549E5	34542	6,2183
Chi-Squared:		0,019527		
Weighted Sum of Squares:		1,6403	ossido naturale 48h	
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	27,41	0,30607	1,1166
CPE1-T	Free(+)	8,3341E-5	7,3607E-7	0,8832
CPE1-P	Free(+)	0,8966	0,0024654	0,27497
R2	Free(+)	7,4581E5	45358	6,0817
Chi-Squared:		0,010879		
Weighted Sum of Squares:		0,89208	ossido naturale 72h	
<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	27,14	0,20216	0,74488
CPE1-T	Free(+)	8,0419E-5	4,8879E-7	0,6078
CPE1-P	Free(+)	0,89451	0,0016745	0,1872
R2	Free(+)	7,1238E5	28078	3,9414
Chi-Squared:		0,0053864		
Weighted Sum of Squares:		0,45246	ossido naturale 96h	

Tab. 5.16 Dati di fitting dei risultati ossido naturale

Per molti elettrodi solidi, l'angolo di fase delle "capacità" all'interfaccia non è 90° , ma è data da $(n \cdot 90^\circ)$.

L'esponente risultante dai fitting ha un valore piuttosto vicino ad 1 (ovvero quello tipico di una capacità pura) nel caso degli ossidi naturali, mentre se ne discosta di più nel caso dell'ossido HR, forse a causa della maggiore rugosità superficiale.

La scarsa, se non assente, variazione dell'impedenza al trascorrere del tempo a contatto con la soluzione salina è un indice della compattezza dello strato di ossido analizzato e della scarsa suscettibilità alla soluzione impiegata.

Si può ipotizzare che la grande somiglianza tra i risultati ottenuti con l'ossido HR e quello naturale, pur formatisi in condizioni estremamente differenti, sia attribuibile proprio alla peculiarità della spacecharge. La presenza della spacecharge implica che due ossidi di spessori molto differenti, ma entrambi di spessore superiore alla dimensione caratteristica della SC, possono mostrare caratteristiche simili nell'analisi EIS. Si è stimato lo spessore dell'ossido nella zona HR, con uno spessimetro a correnti parassite, il quale, seppur non in grado di fornirci informazioni accurate per il materiale in esame, ci fornisce un range attendibile che è compreso tra i 3 e i 6 μm . L'ossido nativo, per quanto riportato in letteratura, risulta avere spessori compresi tra 2 e 5 nm. ^[6.10-3].

Per validare tale ipotesi andrebbe valutata la capacità connessa alla SC e stimata la sua lunghezza caratteristica. Ciò andrebbe fatto eseguendo l'analisi nota come Mott-Shottky. Tali analisi sono in corso al momento della stesura di tale tesi e i primi risultati sembrano confermare le ipotesi fatte sin qui di una SC dominante sull'impedenza.

Al contrario, per le aree del pezzo sottoposti al processo di HSF si ottengono risultati differenti, come mostrato di seguito (fig. 5.62).

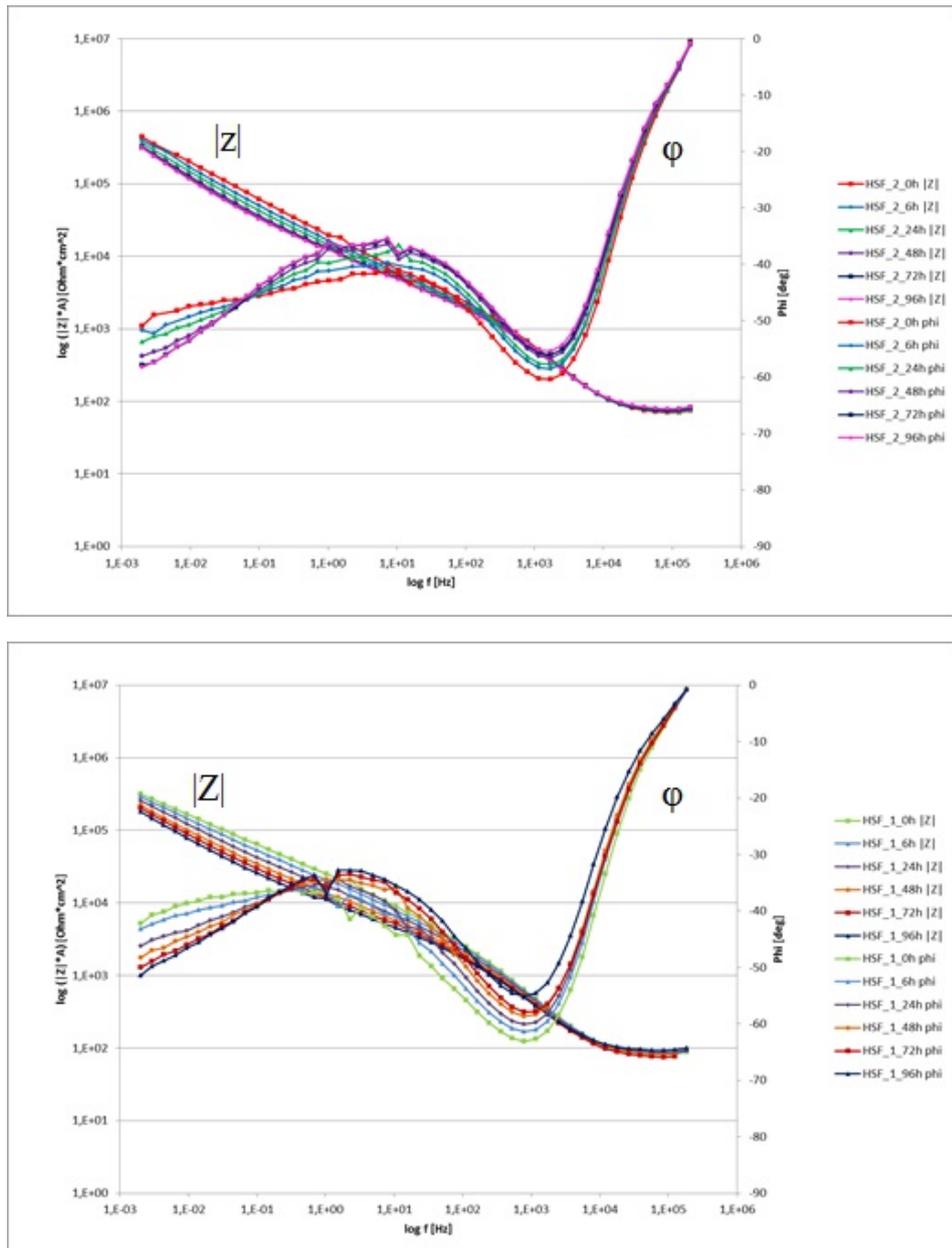


Fig. 5.62 – Diagrammi di Bode per HSF

I risultati ottenuti nell'area HSF si discostano da quelli precedentemente discussi. In questo caso, l'impedenza diminuisce col passare del tempo e l'angolo di fase mostra un andamento differente rispetto agli altri casi visti. Per il fitting, stavolta, si è tenuto conto della presenza di R_2 e sono presenti due ConstantPhaseElement. Il circuito equivalente utilizzato è mostrato in

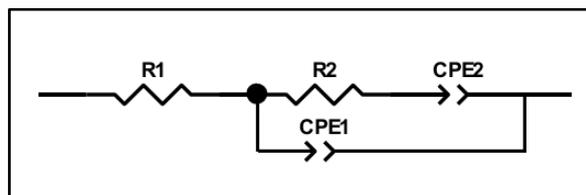


figura 5.63

Fig. 5.63 – Circuito equivalente per HSF

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	24,43	0,23486	0,96136
R2	Free(+)	794,1	103,76	13,066
CPE2-T	Free(+)	5,8973E-5	3,4995E-7	0,59341
CPE2-P	Free(+)	0,40583	0,0021306	0,525
CPE1-T	Free(+)	3,0607E-6	2,1659E-7	7,0765
CPE1-P	Free(+)	0,86413	0,0069883	0,80871
Chi-Squared:		0,00066894		
Weighted Sum of Squares:		0,054853		HSF_1_0h

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	25,78	0,27718	1,0752
R2	Free(+)	1155	85,958	7,4423
CPE2-T	Free(+)	7,2296E-5	5,3295E-7	0,73718
CPE2-P	Free(+)	0,42793	0,0026549	0,62041
CPE1-T	Free(+)	4,0775E-6	2,3763E-7	5,8278
CPE1-P	Free(+)	0,8396	0,0061023	0,72681
Chi-Squared:		0,00093733		
Weighted Sum of Squares:		0,076861		HSF_1_6h

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	24,65	0,36714	1,4894
R2	Free(+)	1452	93,54	6,4421
CPE2-T	Free(+)	9,2707E-5	1,0134E-6	1,0931
CPE2-P	Free(+)	0,456	0,0039273	0,86125
CPE1-T	Free(+)	5,7282E-6	3,6385E-7	6,3519
CPE1-P	Free(+)	0,81196	0,006935	0,85411
Chi-Squared:		0,0018236		
Weighted Sum of Squares:		0,14954		HSF_1_24h

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	23,63	0,38317	1,6215
R2	Free(+)	1423	79,805	5,6082
CPE2-T	Free(+)	0,00011669	1,4159E-6	1,2134
CPE2-P	Free(+)	0,4726	0,0043576	0,92205
CPE1-T	Free(+)	7,2357E-6	4,6081E-7	6,3686
CPE1-P	Free(+)	0,79437	0,0070653	0,88942
Chi-Squared:		0,0021233		
Weighted Sum of Squares:		0,17411		HSF_1_48h

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	21,47	0,39277	1,8294
R2	Free(+)	1385	71,713	5,1778
CPE2-T	Free(+)	0,00013824	1,8912E-6	1,3681
CPE2-P	Free(+)	0,48847	0,0048828	0,99961
CPE1-T	Free(+)	8,7503E-6	5,7172E-7	6,5337
CPE1-P	Free(+)	0,77923	0,0073052	0,93749
Chi-Squared:		0,0025274		
Weighted Sum of Squares:		0,20725		HSF_1_72h

<u>Element</u>	<u>Freedom</u>	<u>Value</u>	<u>Error</u>	<u>Error %</u>
R1	Free(+)	26,47	0,47721	1,8028
R2	Free(+)	1330	67,185	5,0515
CPE2-T	Free(+)	0,00016084	2,3176E-6	1,4409
CPE2-P	Free(+)	0,49756	0,005148	1,0346
CPE1-T	Free(+)	1,0524E-5	7,3284E-7	6,9635
CPE1-P	Free(+)	0,76262	0,007941	1,0413
Chi-Squared:		0,002722		
Weighted Sum of Squares:		0,2232		HSF_1_96H

Tab. 5.17 – Dati di fitting dei risultati HSF

Come si evince dalla tabella 5.17, CPE1 mostra un valore di n compreso tra 0,4 e 0,5, mentre il CPE2 mostra un valore compreso tra 0,76 e 0,86, molto vicino a quello visto per gli altri ossidi e rappresenta anche in questo caso la capacità di SC.

Sono ipotizzabili diversi fenomeni responsabili della variazione dell'impedenza nel tempo e della forma della curva " φ vs $\log f$ ".

Una possibile interpretazione dei risultati potrebbe essere fornita dalla presenza di piccole porosità distribuite su tutta la superficie dell'ossido. La presenza di tali porosità, seppur non dimostrata mediante analisi di microscopia, risulta probabile in conseguenza delle lavorazioni termomeccaniche subite dal pezzo nell'area in questione. Si ricorda, infatti, che il processo di Hot Stretch Forming consiste in uno stiramento a caldo del pezzo, effettuato contro uno stampo curvo. Tale operazione è in grado di provocare la rottura dell'ossido formatosi in precedenza, poiché esso è più fragile del substrato metallico che, nel mentre, si sta deformando. La presenza di tali porosità darebbe luogo a fenomeni diffusivi della soluzione in queste cavità capillari. Ciò favorirebbe una più veloce diffusione dell'acqua rispetto a quella degli ioni, che con il passare del tempo saturerebbero la soluzione all'interno delle porosità, modificandone le proprietà conduttive e quindi l'impedenza. Tali porosità non vanno però necessariamente pensate come porosità aperte che lasciano il metallo scoperto. Al contrario, l'idea più probabile è che tali porosità si estendano all'interno dello strato di ossido solo in parte, lasciando uno spessore di ricoprimento compatto al di sotto favorito nella crescita dai trattamenti termici operati.

Un valore di $n=0,5$, molto vicino a quello ottenuto per CPE2, corrisponde proprio all'esponente per il quale il CPE rappresenta un Warburg, elemento caratteristico utilizzato dei fenomeni diffusivi.

Esiste anche una interpretazione geometrica, infatti come già detto, una spiegazione fisica proposta per il comportamento del CPE è la "rugosità" dell'elettrodo. Per una superficie ruvida, frattale, la dimensione frattale (D) è compresa tra 2 e 3. In termini più semplici, ciò significa che la superficie copre tra le 2 dimensioni (cioè è assolutamente piana) e le 3 dimensioni (cioè la superficie copre le tre dimensioni, ramificando in ogni direzione spaziale formando, in tal modo, un cubo poroso). È stato dimostrato ^[6.14] che per questi elettrodi, l'impedenza all'interfaccia (trasferimento di elettroni o la capacità di doppio strato) è modificata da un esponente, $n=1/(D-1)$. Per una superficie liscia la dimensione frattale è 2 e quindi $n=1$, mentre per una superficie altamente contorta $D=3$ e $n=0,5$.

Altra possibilità, è quella di un fenomeno di dissoluzione all'interno delle porosità. Poiché in letteratura si trovano molti riscontri che la dissoluzione dell'ossido di titanio, nella soluzione scelta, avviene difficilmente, tale dissoluzione andrebbe imputata agli altri ossidi presenti su tale lega (ossido di alluminio o ossido di vanadio, quest'ultimo presente solitamente in piccole quantità ^[6.15]) o a possibili modificazioni della struttura dell'ossido. L'alluminio potrebbe soffrire l'attacco dei cloruri della soluzione, formando così cloruri di alluminio. Questi ultimi possono a loro volta reagire con l'acqua aumentando la concentrazione degli ioni H^+ , modificando ulteriormente la soluzione rendendola più acida.

C'è da dire, che i risultati ottenuti per l'area HSF non implicano che il rivestimento ossido formatosi in tale zona mostri una resistenza a corrosione inferiore rispetto a quello in HR o a quello lasciato accrescere spontaneamente a temperatura ambiente. Difatti, nel caso esaminato, va messa in dubbio l'accuratezza di ogni velocità di corrosione determinata da una

resistenza di polarizzazione derivata da EIS, a causa della prevalenza della Space Charge sui valori di impedenza,

Come già riportato nei capitoli introduttivi, le analisi di polarizzazione lineare condotte precedentemente sullo stesso pezzo nei lavori precedenti a questo, mostravano delle ottime proprietà di resistenza a corrosione per l'area HSF, migliori di quelle dell'area HR.

Le differenze riscontrate a valle dei diversi processi subiti, vanno così ricercate e studiate ulteriormente principalmente nella morfologia degli ossidi, nella composizione e nel loro spessore.

CONCLUSIONI

La necessità di ottimizzare il rapporto buy-to-fly per componenti in titanio ad alto rapporto di snellezza ha portato allo sviluppo di un processo innovativo di formatura che unisce la tecnologia dello stiramento di profilati rullati a quella della formatura a caldo degli stessi.

L'obiettivo di questo lavoro di tesi è stato quello di caratterizzare un profilato in lega di titanio Ti6Al4V, prodotto per hot rolling e formato mediante il processo di Hot Stretch Forming, al fine di valutarne i vantaggi applicativi rispetto alle tecniche tradizionali di produzione, utilizzate per generare le medesime geometrie.

Si riassumono brevemente di seguito i principali risultati derivanti dalla caratterizzazione effettuata sul componente di prova.

Osservazioni metallografiche

Da un punto di vista metallografico, in tutta l'area osservata la microstruttura risulta essere uniforme e costituita principalmente da una fase α primario e da regioni composte da un'alternanza di α trasformato e β . L'osservazione delle microstrutture in zone diverse del campione mostra una maggiore anisotropia nella forma dei grani in direzione longitudinale rispetto a quella trasversale, dove si riscontra, invece, una microstruttura equiassica. Questa distribuzione della grana cristallina è indicativa di un maggior flusso plastico in direzione longitudinale, conseguente alle maggiori sollecitazioni imposte in fase di formatura per hot rolling. Si conclude, quindi, che la risposta microstrutturale è coerente ai profili termici ed alle deformazioni imposte in fase di processo. Inoltre la microstruttura è simile a quella riscontrabile in un componente rullato a caldo e poi portato alla geometria finale mediante asportazione di truciolo. Si osserva come il fattore determinante nell'ottenimento di una determinata microstruttura sia, come descritto in letteratura, il tipo di raffreddamento e la temperatura di inizio raffreddamento.

Prove di microdurezza

Dalle prove di micro durezza Vickers si evince che, in ciascuna delle direzioni in cui sono state effettuate le misure, i valori riscontrati variano tra 351 e 359 punti Vickers, presentando delle differenze relative che sono contenute nell'ordine del 1-2%. Questi risultati indicano che le caratteristiche del componente sono uniformi in tutta la sezione, il che è in accordo con i risultati delle prove metallografiche. Questo aspetto costituisce un grosso vantaggio rispetto alle tecnologie di produzione per estrusione o per asportazione di truciolo, in cui la presenza di una cortecchia di estrusione o di zone incrudite per lavorazione meccanica crea regioni caratterizzate da differenti valori di durezza. Inoltre, facendo un confronto con i dati presenti in letteratura relativi allo stesso materiale formato con le tecnologie tradizionali, si riscontra

un aumento della durezza in tutta la sezione, paragonabile a quello che si potrebbe avere in seguito a un processo di Solution Treatment Ageing. Quanto sopra costituisce quindi una riprova dei benefici ottenuti dal processo HSF.

Prove di trazione

Da un punto di vista meccanico, le prove di trazione statica ci dicono che, rispetto a una barra prodotta con le tecnologie “concorrenti”, il componente di prova (prodotto con HSF) presenta proprietà assolutamente confrontabili. Si deduce che il pezzo realizzato per hot stretch forming è soddisfacente dal punto di vista delle caratteristiche meccaniche, e si candida a sostituire le tecnologie classiche di produzione.

Polarizzazioni potenziodinamiche

Per quanto concerne le caratteristiche elettrochimiche, è stato effettuato un confronto tra l'ossido superficiale presente in zone diverse dello stesso componente di prova, una sottoposta solo al processo di rullatura a caldo e l'altra rullata a caldo e poi formata per HSF, al fine di valutare le possibili alterazioni indotte dal processo, oggetto del presente studio. Le zone analizzate sono state, inoltre, differenziate per la presenza (o meno) delle tensioni residue. Dalle analisi potenziodinamiche si evince che il processo di HSF comporta un miglioramento delle proprietà elettrochimiche del pezzo rispetto al componente sottoposto solo a rullatura; quello che si osserva, infatti, è un campo di passività più ampio e delle correnti di passività minori. Le medie dei valori misurati di E_{corr} non differiscono in alcun caso, quindi possiamo dedurre che, a questo livello d'indagine, il valore del potenziale di corrosione non sembra essere influenzato né dal tipo di trattamento termo-meccanico, né dalla presenza di tensioni residue. Per quel che concerne le correnti di passività, invece, accade qualcosa di diverso. Mentre nel caso del pezzo HSF la presenza delle tensioni residue non cambia la media dei valori di I_p misurati, nel pezzo sottoposto solo a rullatura a caldo si ha una differenza nelle correnti medie di passivazione misurate sui pezzi con e senza tensioni. Quindi possiamo concludere che, a differenza del potenziale di corrosione, le correnti di passivazione sembrano essere influenzate dalla presenza delle tensioni residue, ma solo nel pezzo rullato, conferendogli le caratteristiche peggiori. Questo conferma che il processo HSF ha comportato un miglioramento delle caratteristiche del componente di prova.

Analisi dell'ossido superficiale

Le analisi condotte al SEM sull'ossido superficiale presente in zone diverse dello stesso componente di prova, una sottoposta solo al processo di rullatura a caldo e l'altra rullata a caldo e poi formata per HSF, mostrano che in entrambi i casi la morfologia superficiale è molto irregolare in conseguenza del fatto che l'ossido non si è accresciuto in modo controllato, ma durante dei trattamenti termo-meccanici fatti avvenire in aria. Confrontando la superficie del pezzo sottoposto a HSF con quella del pezzo sottoposto solo a rullatura, si può notare una discreta differenza nel grado di compattazione. Lo strato di ossido sul pezzo HSF, infatti, risulta visibilmente più compatto di quello presente sul pezzo rullato e questo aspetto potrebbe derivare dal doppio trattamento termo-meccanico subito dal pezzo HSF (ossia potremmo dire che tale pezzo abbia subito una “doppia ossidazione”). Una conseguenza del differente grado di compattazione superficiale sta proprio nel comportamento elettrochimico,

che, come avevamo detto, risulta migliore nel pezzo HSF rispetto a quello rullato; un ossido più compatto, infatti, protegge meglio la superficie.

Caratterizzazione microgeometrica

Dall'analisi microgeometrica si evince che i principali parametri di rugosità relativi al pezzo hot rolled hanno un valore lievemente maggiore rispetto a quelli relativi al pezzo HSF. Poiché indici di rugosità maggiori fanno riferimento a una superficie più corrugata, possiamo a ben ragione dire che l'area reale del pezzo rullato è maggiore di quella del campione HSF. Poiché l'area apparente investigata nelle prove potenziodinamiche era di $0,785 \text{ mm}^2$ e i dati relativi a tali misurazioni vengono riportati come densità di corrente, si è ritenuto opportuno fare un confronto tra l'area reale del campione HSF e quella del campione rullato. Avendo ottenuto in media correnti di passivazione maggiori nel caso del campione rullato, è ragionevole pensare che, tenendo conto della differenza nelle aree reali, questo "delta" di correnti (dovuto essenzialmente ai differenti processi termo-meccanici subiti) risulterebbe ancora maggiore. A valle di questa analisi microgeometrica, possiamo dunque concludere, ancora una volta, che il differente comportamento elettrochimico della barra rullata e di quella HSF è da imputare al processo.

Diffrazione ai raggi X

Dall'analisi diffrattometrica ai raggi x effettuata sull'ossido superficiale presente sui campioni rullati e su quelli HSF, si evince, in entrambi i casi, la presenza di biossido di titanio in forma di rutilo e anatasio. Essendo entrambi i processi condotti a temperature superiori a quella di transizione tra le due forme polimorfe dell'ossido di titanio (550°C), la presenza di rutilo era attesa, perché è la forma stabile del TiO_2 alle alte temperatura. La presenza di anatasio, invece, è inevitabile se si pensa che a temperatura ambiente l'ossido di titanio si forma in modo spontaneo all'aria; le tracce di anatasio, quindi, sono imputabili all'ossidazione spontanea del pezzo, avvenuta prima del trattamento di rullatura a caldo e Hot Stretch Forming. Tutto ciò, inoltre, ci consente di escludere la presenza di eventuali "residui" legati alle lavorazioni subite e, quindi, una volta di più, di imputare le proprietà riscontrate agli ossidi superficiali.

Tensioni residue

Una prima analisi dei dati ottenuti dalle prove evidenzia un aspetto peculiare della tecnica di misura realizzata e cioè che le deformazioni e le tensioni residue tendono complessivamente a stabilizzarsi intorno al millimetro di profondità, ciò è coerente con il fatto che il componente in esame è dotato di uno spessore considerevole rispetto alle dimensioni dei fori (profondità max $2,08 \text{ mm}$).

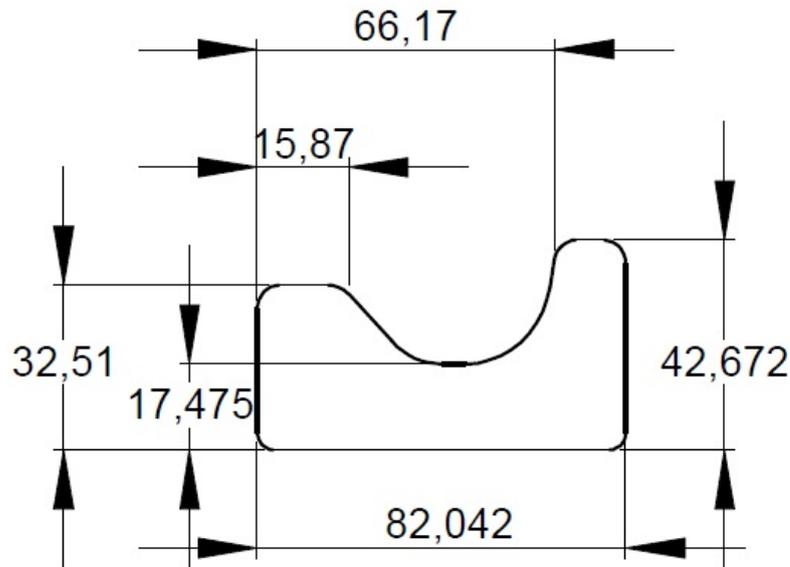


Figura C.1 - Dimensioni sezione componente di prova

In pratica più si aumenta la profondità più ci si allontana dalla rosetta incollata in superficie, che pertanto risentirà sempre meno degli effetti dovuti alla foratura.

Il programma di calcolo infatti, fornisce valori delle tensioni residue fino ad un massimo di 0,8 mm (circa la metà del diametro medio della rosetta estensimetrica) ritenendo quindi lo strato superficiale e sub-superficiale entro cui è possibile stimare le tensioni residue, quello contenuto in 1 mm circa di spessore.

Un'eventuale "ripulita" dovuta alla presenza dello *straingage+adesivo* nel primo step di misurazione può essere evitata in quanto il primo foro viene realizzato ad una profondità di 0,26 mm superando abbondantemente lo strato *straingage+adesivo*.

La presenza di truciolo sulla rosetta estensimetrica ci conferma che la foratura ha interessato sicuramente anche la parte sottostante l'incollaggio.

In particolare una stima di 30 μm per lo spessore *straingage+adesivo* è da ritenersi sufficiente in quanto la tecnica di incollaggio adoperata (sacco a vuoto) utilizzata per ridurre gli effetti delle tensioni di installazione, riduce notevolmente anche lo strato di spessore dovuto all'incollaggio.

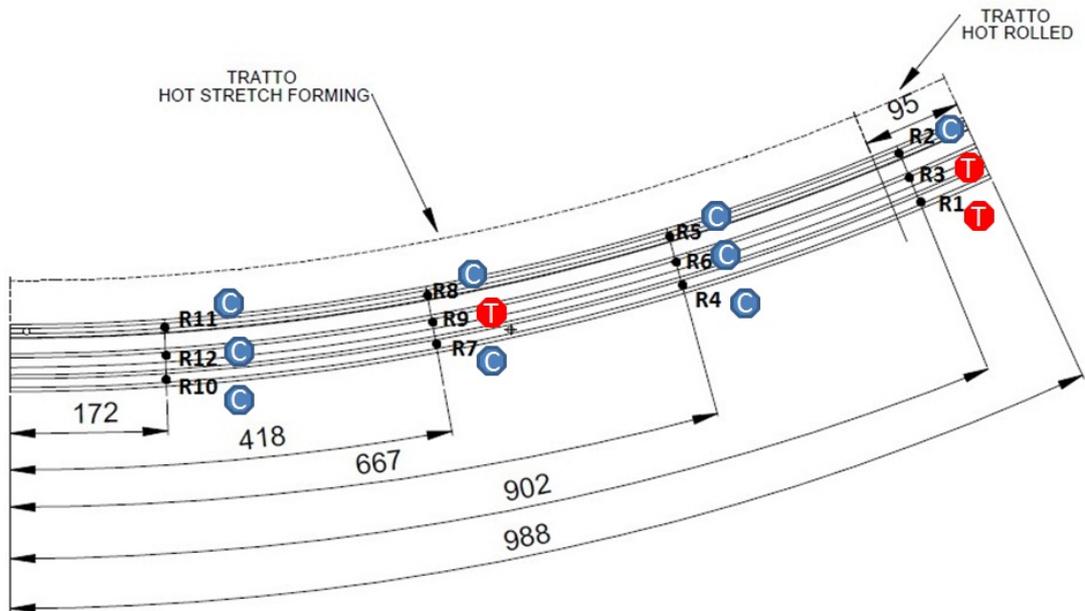


Figura C.2 - Tensioni residue corrispondenti ai punti di foratura

I punti in cui risultano installati le rosette R1;R2;R3 ricadono esclusivamente nella zona sottoposta al solo processo di rullatura a caldo (Hot Rolling).

Dai valori delle deformazioni e conseguentemente delle tensioni residue ricavate, si evince che gli stress residui non sono imputabili all'Hot Stretch Forming, o meglio il processo di CreepForming ha effettivamente attenuato le tensioni residue che si sono generate durante la stiratura a caldo.

D'altra parte l'effetto della sola stiratura a caldo avrebbe evidenziato la presenza di uno stato tensionale di compressione in corrispondenza della curvatura interna e di trazione per quella esterna, mentre relativamente alla parte centrale del componente non si sarebbero avute tensioni residue poiché in prossimità di un ideale asse neutro (si veda la Figura C.3).

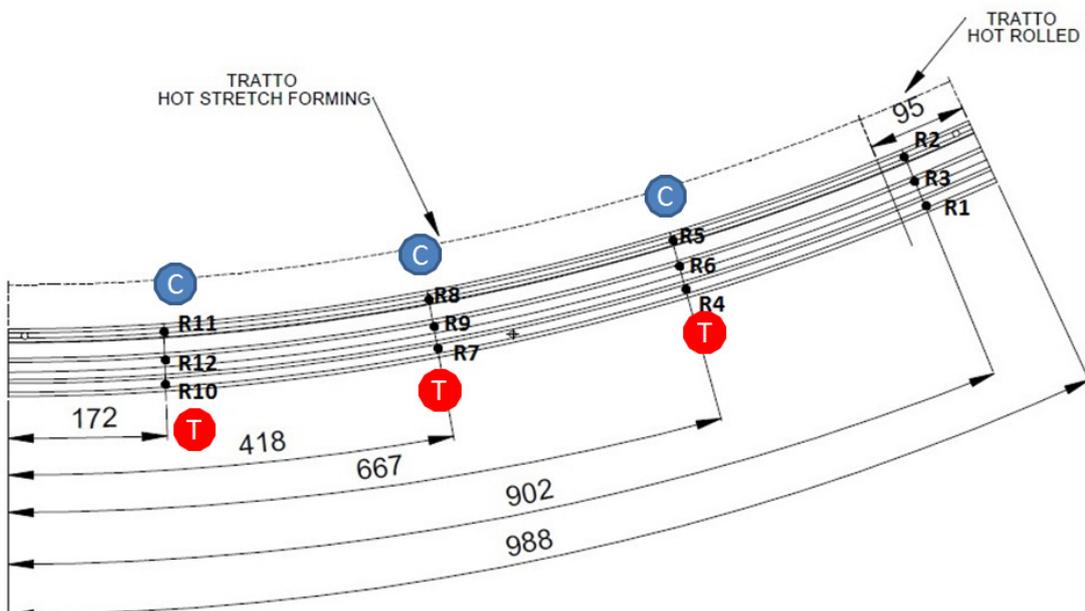


Figura C.3 - Andamento delle tensioni ipotizzato in seguito a stiratura a caldo

Per quanto concerne il caso in esame, le tensioni di trazione insistenti in corrispondenza di alcuni fori, a profondità differenti, potrebbero essere dipese dallo svergolamento del componente di prova (motivo per cui si è avuta non poca difficoltà nel posizionare la parte perfettamente in piano), tale caratteristica è da imputarsi probabilmente ai processi di lavorazione iniziali ai quali è stata sottoposta la barra prima dell'HSF (generalmente lo svergolamento si verifica in seguito a trattamenti termici). Pertanto, la trazione misurata in alcuni casi, potrebbe dipendere dallo svergolamento dovuto alla rullatura a caldo e non alla particolare forma del componente dati i notevoli spessori, come evidenziato in Figura C.1.

Gli effetti della rullatura a caldo quindi, sono visibili a livello macroscopico attraverso lo svergolamento, mentre a livello microscopico hanno determinato nel componente un regime globale di compressione. In particolar modo la compressione è presente in corrispondenza degli strati superficiali mentre negli strati sub-superficiali solo per alcuni casi si evidenzia trazione; per la parte non sottoposta ad HSF risulta prevalente la trazione già in superficie (per il foro R1 si è avuta una forte plasticizzazione dovuta all'eccessiva velocità di foratura con presenza di scintille questo dovrebbe farci escludere a priori i dati relativi a questa misurazione).

Le sollecitazioni massime sono quelle situate nello strato sub-superficiali e sono tutte in compressione con valori compresi tra 60 e 80 MPa. Tali valori sono minori del 10% della σ_s . A profondità superiori i valori si attenuano intorno ai 20 MPa e al più si assiste ad una variazioni di segno.

Concludendo, si ricorda che la presenza di sollecitazioni di compressione risulta benefica poiché in contrasto con fenomeni di innesco cricca. Pertanto, eventuali lavorazioni di asportazione di materiale devono essere effettuate attentamente, così da evitare distorsioni inaccettabili del componente finito dopo le lavorazioni.

Spettroscopia di impedenza elettrochimica

Gli ossidi nell'area HR, al passare del tempo a contatto con la soluzione salina, mostrano una scarsa, se non assente, variazione dell'impedenza e ciò risulta essere un indice della compattezza dello strato di ossido analizzato e della sua scarsa suscettibilità alla soluzione impiegata.

I dati raccolti nel caso dell'ossido lasciato accrescere spontaneamente all'aria su un provino della stessa lega, mostrano una grande somiglianza ai risultati ottenuti per l'ossido HR, seppur i due ossidi si sono formati in condizioni estremamente differenti. Quanto detto suggerisce l'esistenza di una Space Charge che domina i valori d'impedenza.

L'impedenza, nel caso HSF, diminuisce col passare del tempo e l'angolo di fase mostra un andamento differente rispetto agli altri casi visti. I valori misurati dal fitting con circuiti equivalenti, suggeriscono la presenza di piccole porosità distribuite su tutta la superficie dell'ossido. La presenza di tali porosità darebbe luogo a fenomeni diffusivi della soluzione in queste cavità capillari, le quali non vanno però necessariamente pensate come porosità aperte che lasciano il metallo scoperto. Al contrario, l'idea più probabile è che tali porosità si estendano all'interno dello strato di ossido solo in parte, lasciando al di sotto uno spessore di ricoprimento compatto, favorito nella crescita dai trattamenti termici operati.

C'è da dire, che i risultati ottenuti per l'area HSF non implicano che il rivestimento ossido formatosi in tale zona mostri una resistenza a corrosione inferiore rispetto a quello in HR o a quello lasciato accrescere spontaneamente a temperatura ambiente. Difatti, nel caso esaminato, va messa in dubbio l'accuratezza di ogni velocità di corrosione determinata da una resistenza di polarizzazione derivata da EIS; ciò a causa della prevalenza del fenomeno della Space Charge sui valori di impedenza. Tale ipotesi è corroborata da numerosi studi scientifici operati nel campo dell' EIS. Quanto detto trova riscontro nelle analisi di polarizzazione lineare condotte precedentemente sullo stesso pezzo, nei lavori antecedenti questo, che mostravano delle ottime proprietà di resistenza a corrosione per l'area HSF, in certi casi migliori di quelle dell'area HR.

Riassumendo, la caratterizzazione dello strato superficiale, da un punto di vista meccanico, microstrutturale ed elettrochimico, ci restituisce risultati assolutamente confortanti per gli elementi ottenuti con la tecnologia in esame. Infatti tali oggetti, se paragonati agli analoghi ricavati con le tecnologie tradizionali, nonostante le grandi differenze che si riscontrano con questi ultimi, non fanno emergere particolari criticità.

Sulla base di quanto discusso nei precedenti capitoli e sopra sintetizzato è possibile affermare che i componenti prodotti mediante processo HSF mostrano caratteristiche analoghe, se non superiori, a componenti realizzati mediante tecnologie tradizionali. Per questo motivo, ricordando anche la riduzione del rapporto buy-to-fly connessa a questa tecnologia, è possibile affermare che il processo HSF si pone come tecnologia di assoluto interesse per la realizzazione di componenti aeronautici.

Bibliografia

Boyer R. R., Welsch G., Collings E. W. - *Materials Properties Handbook – Titanium Alloys* – ASM International, 2007

Lütjering G., Williams J. C. – *Titanium* - Springer, 2007

Donachie M. J. jr. – *Titanium: A Technical Guide* – ASM International, 2000

Peters M., Leyens C. – *Titanium and Titanium Alloys – Fundamentals and Applications* – Ed. Wiley-VCH, Weinheim (Germany), 2003

Peters M., Leyens C. – *Aerospace and Space Materials* - Materials Science and Engineering, Vol. III, 2003

Joshi V. A. - *Titanium alloys – an atlas of structures and fracture features* – CRC Press, Taylor & Francis Group, 2006

Moiseyev V. N. – *Titanium Alloys – Russian Aircraft and Aerospace Applications (Advances in Metallic Alloys, Vol. 5)* - CRC Press, July 2005

Froes F. H. et al. – *Titanium and titanium alloys* – Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, March 2010

Boyer R. R. – *An overview on the use of titanium in the aerospace industry* – Materials Science and Engineering, Vol. 213, Issues 1-2, pp. 103-114, August 1996

Boyer R. R. – *Attributes, characteristics and applications of titanium and its alloys* – Journal of Minerals, Vol. 62, N°5, pp. 35-43, May 2010

Chater J. - *Titanium and Aerospace: two interdependent industries* – Stainless Steel World, November 2009

Hale J. – *Boeing 787 – from the ground up* – Boeing Aero Journal, 4 Tri. 2006

Beal J. D., Boyer R. R., Sanders D. – *Forming of titanium and titanium alloys* – ASM Handbook, Volume 14B – Metalworking: Sheet Forming, ASM International, 2006

Polen L. A. et al. – *Titanium Stretch Forming – apparatus and method* – Cyril Bath Co. Patent, October 2011

Swallow C. – *Producing parts from Ti-6Al-4V using Hot Roll Forming and Hot Stretch Forming* – Boeing Co. Presentation, AeroMat Conference, May 2006

-
- Moffat M. – *Innovative metal forming* - Cyril Bath Co. Presentation, AeroMat Conference, June 2008
- Mazzoleni F. – *La materia – Introduzione alle tecnologie dei materiali* – Hoepli, Milano, 1965
- Crivelli Visconti I. – *Appunti dal corso di scienza dei metalli* – Liguori Editore, Napoli, 1970
- Caiazza F., Sergi V. – *Tecnologie generali dei materiali* – Utet Libreria, Torino, 2002
- Chandler H. - *Heat treater's guide – practices and procedures for nonferrous alloys* – ASM International, 1996
- Dieter G. E. – *Handbook of workability and process design* – ASM International, 2003
- Shackelford J. – *Introduction to materials science for engineers (7th edition)* – Pearson Education, 2009
- Semiatin S. L. et al. – *The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys* – Journal of Minerals, Vol. 49, N°6, pp. 33-39, June 1997
- Lütjering G. et al. – *Microstructure and mechanical properties of titanium alloys (chap. 1)* – Springer, 2007
- Seshacharyulu T. et al. – *Hot deformation and microstructural damage mechanisms in extralow interstitial (ELI) grade Ti-6Al-4V* – Materials Science and Engineering, Vol. 279, pp. 289-299, 2000
- Luo J. et al. - *Effect of the strain on the deformation behavior of isothermally compressed Ti-6Al-4V alloy* - Materials Science and Engineering, Vol. 505, pp. 88-95, 2009
- Bruschi S., Poggio S. et al. - *Workability of Ti-6Al-4V at high temperatures and strain rates* – Materials Letters, Vol. 58, Issues 27-28, pp. 3622-3629, November 2004
- Kar S. K. – *Modeling of mechanical properties in alpha/beta titanium* - PhD Dissertation, The Ohio State University, 2005
- Morri A. – *Trattamenti termici delle leghe di titanio $\alpha+\beta$, correlazioni fra microstruttura e comportamento meccanico* – La Metallurgia Italiana, 2008
- Prasad Y. V. R. K. et al. – *A study of beta processing of Ti-6Al-4V: is it trivial?* – Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 213, pp. 355-360, July 2011

-
- Ivasishin O. M. et al. – *Grain growth and texture evolution in Ti-6Al-4V during betaannealing under continuous heating conditions* – Materials Science and Engineering, Vol.337, Issues 1-2, pp. 88-96, November 2002
- Ahmed T., Rack H. J. - *Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys* – Materials Science and Engineering, Vol. 243, pp. 206-211, 1998
- Whitakker M. T. et al. – *The effect of microstructure and texture on mechanical properties ofTi6-4* - International Journal of Fatigue, Vol. 31, pp. 2022-2030, 2009
- Boyer R. R., Furrer D. U. - *The potential advantages of microstructure modeling of titanium to the aerospace industry* – AIP Conference Proceedings, Vol. 712, pp. 1694-1699, June 2004
- Picu R. C. et al. - *Mechanical behavior of Ti-6Al-4V at high and moderate temperatures – Part II: constitutive modeling* - Materials Science and Engineering, Vol. 326, pp. 306-316,2002
- Pederson R. - *Microstructure and phase transformation of Ti-6Al-4V* – Licentiate Thesis, Department of Applied Physics and mechanical engineering, Division of Engineering Materials, Luleå University of Technology, May 2002
- Motyka M., Sieniawski J. - *The influence of initial plastic deformation on microstructure and hot plasticity of $\alpha+\beta$ titanium alloys* – Materials Science and Engineering, Vol. 41, Issue 2, pp. 95-103, February 2010
- Lecomte-Beckers J., Carton M. - *Tailoring microstructures to improve thermomechanical behavior of metallic alloys: Ti alloys for aerospace applications* – International Workshop 2007: Advancements in Design Optimization of Materials, Structures and Mechanical Systems, Xi'an (China), December 2007
- Various authors - *Titanium and its alloys*– Suranaree University of Technology, 2007 Testani C. – *Tenacità e comportamento a fatica delle leghe di titanio alto-resistenziali* – Centro Sviluppo Materiali Technical Report, Roma
- Lee C.S. et al. – *Dynamic and static globularization behavior of two-phase Ti alloys* – Thermec Conference, August 2011
- Kimura K., Ishii M., Yoshimura H. - *Analysis of deformation, temperature and microstructure of titanium alloys during hot extrusion* – Nippon Steel Technical Report, N°62, July 1994
- Mironov S. et al. – *Microstructure evolution during warm working of Ti-6Al-4V with a colony of alpha microstructure* – Air Force Research Laboratory, September 2008

Semiatin S. L. et al. - *Defect occurrence and modeling for the thermomechanical processing of aerospace alloys* – Air Force Research Laboratory, July 2007

Semiatin S. L. et al. - *Plastic flow, microstructure evolution, and defect formation during primary hot working of titanium and titanium aluminide alloys with lamellar colony microstructures* – Phil. Trans. R. Soc. Lond., Vol. 357, pp. 1487-1512, 1999

Spigarelli S. – *Deformazione plastica a caldo e mappe di processo* – La Metallurgia Italiana, 2006

Prasad Y. V. R. K., Sasidhara S. – *Hot working guide: a compendium of processing maps* – ASM International, May 1997

Seshacharyulu T. et al. – *Microstructural mechanisms during hot working of commercial grade Ti-6Al-4V with lamellar starting structure* – Materials Science and Engineering, Vol. 235, pp. 112-125, 2002

Luo J. et al. - *Effect of the strain on processing maps of titanium alloys in isothermal compression* – Materials Science and Engineering, Vol. 504, pp. 90-98, 2009

Prasad Y. V. R. K. – *Processing maps for hot working of titanium alloys* – Materials Science and Engineering, Vol. 243, pp. 82-88, 1998

Sonnek P., Petruzělka J. - *The use of processing maps for prediction of metal flow stability in hot forming* – Metal Conference, Ostrava (Czech Republic), May 2001

Perryman C. – *Trends in titanium airframe applications* – ATI Aerospace Technical Report, April 2008

Bihlman B. – *Aerospace titanium demand outlook* – Aerostrategy Technical Report – Titanium 2010 Conference, Orlando (Florida, USA), October 2010

Seong S. et al. - *Titanium – industrial base, price trends and technology initiatives* – Rand Project Air Force Technical Report – Rand Corporation, 2009

Mathar, J. - *Determination of Initial Stresses by Measuring the Deformation Around Drilled Holes* Trans., ASME 56, No.4: 249-254, 1934

Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method, ASTM Standard E837.

Rendler, N.J. and I. Vigness - *Hole-Drilling Strain-Gage Method of Measuring Residual Stresses*, Experimental Mechanics, Vol. 6, No. 12, pp. 577-586, 1966.

-
- Kelsey, R.A. - *Measuring Non-uniform Residual Stresses by the Hole-drilling Method*, Proc. SESA XIV, No. 1: 181-194, 1956
- Schajer, G.S., *Application of Finite Element Calculations to Residual Stress Measurements*. Journal of Engineering Materials and Technology 103: 157-163, 1981
- Sandifer, J.P. and G.E. Bowie - *Residual Stress by Blind-hole Method with Off-Center Hole*, Experimental Mechanics 18: 173-179, May 1978
- Procter, E. and E.M. Beaney - *Recent Developments in Centre-hole Technique for Residual Stress Measurement*, Experimental Techniques 6: 10-15, December 1982
- Wang, H.C., *The Alignment Error of the Hole-Drilling Method*, Experimental Mechanics 17: 23-27, 1979
- Bush, A.J. and E.J. Kromer, *Simplification of the Hole-drilling Method of Residual Stress Measurements*, Trans., ISA 112, No. 3: 249-260, 1973
- Delameter, W.R. and T.C. Mamaros, *Measurement of Residual Stresses by the Hole-drilling Method*, Sandia National Laboratories Report SAND-77-8006, 1977, 27 pp. (NTIS).
- Nickola, W.E., *Post-Yield Effects on Center Hole Residual Stress Measurements*, Proc., 5th International Congress on Experimental Mechanics, 126-136. Brookfield Center, Connecticut: Society for Experimental Mechanics, 1984.
- Flaman, M.T. and B.H. Manning, *Determination of Residual Stress Variation with Depth by the Hole-Drilling Method*, Experimental Mechanics 25: 205-207, 1985
- Niku-Lari, A.J. Lu and J.F. Flavenot, *Measurement of Residual Stress Distribution by the Incremental Hole-Drilling Method*, Experimental Mechanics 25: 175-185, 1985
- Flaman, M.T., B.E. Mills, and J.M. Boag, *Analysis of Stress-Variation-With-Depth Measurement Procedures for the Centre Hole Method of Residual Stress Measurements*, Experimental Techniques 11: 35-37 (June 1987).
- Schajer, G.S., *Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole Drilling Method*, Journal of Engineering Materials and Technology, 110, No. 4:Part 1, 338-343; Part 11, 344-349, 1988
- Beaney, E.M., *Accurate Measurements of Residual Stress on Any Steel Using the Center Hole Method*, Strain, Journal BSSM, Vol. 12, No. 3, 1976, pp. 99-106.
- Flaman, M.T., and Herring, J.A., *Comparison of Four Hole-Producing Techniques for the Center-Hole Residual-Stress Measurement Method*, Experimental Techniques, Vol. 9, No. 8,

1985, pp. 30-32.

Flaman, M.T., *Investigation of Ultra-High Speed Drilling for Residual Stress Measurements by the Center Hole Method*, *Experimental Mechanics*, Vol. 22, No. 1, 1982, pp. 26-30.
Measurement of Residual Stresses by the Hole Drilling Strain Gage Method, Tech Note TN-503-3, Measurements Group, Raleigh, NC.

Soete, W., and Vancrombrugge, R., *An Industrial Method for the Determination of Residual Stresses*, *Proceedings SESA*, Vol. 8, No. 1, 1950, pp. 17-28.

Kelsey, R.A., *Measuring Non-Uniform Residual Stresses by the Hole-drilling Method*, *Proceedings SESA*, Vol. 14, No. 1, 1956, pp. 181-194.

Bijak-Zochowski, M., *A Semidestructive Method of Measuring Residual Stresses*, *VDIBerichte*, Vol. 313, 1978, pp.469-476.

Schajer, G.S., *Application of Finite Element Calculations to Residual Stress Measurements*, *ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 103, No.2,1981, pp. 157-163.

Niku-Lari, A., Lu, J., and Flavenot, J.F., *Measurement of Residual Stress Distribution by the Incremental Hole-Drilling Method*, *Experimental Mechanics*, Vol. 25, No. 6, 1985, pp. 175-185.

Nickola, W. E., *Practical Subsurface Residual Stress Evaluation by the Hole-Drilling Method*, *Proceedings of the Spring Conference on Experimental Mechanics*, New Orleans, June 3-13, 1986, pp. 47-58. Society for Experimental Mechanics.

Flaman, M.T. and B.H. Manning, *Determination of Residual Stress Variation with Depth by the Hole-Drilling Method*, *Experimental Mechanics*, Vol. 25, No. 9,1985, pp. 205-207.

Schajer, G. S., *Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole-Drilling Method. Part I – Stress Calculation Procedures*, *ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 110, 1988, pp. 338-343.

Schajer, G. S., *Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole-Drilling Method. Part II – Stress Calculation Procedures*, *ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 110, 1988, pp. 344-349.

Beaney, E.M., *Accurate Measurements of Residual Stress on Any Steel Using the Center Hole Method*, *Strain*, Journal BSSM, Vol. 12, No. 3, 1976, pp. 99-106.

Beghini, M. and Bertini, L., *Analytical expressions of the Influence Functions for Accuracy and Versatility Improvement in the Hole-Drilling Method*, *Journal of Strain Analysis*, Vol. 35, No. 2, 2000, pp. 125-135.

Beghini, M. and Bertini, L., *Analytical Influence Functions for the Hole-Drilling Method, Proceedings of the Fourth European Conference on Residual Stress*, Cluny, France, 1996, Vol. 1, pp. 275-281.

Beghini, M. and Bertini, L., *Recent Advances in the Hole-Drilling Method for Residual Stress Measurement, J. Mater. Engng. Performance*, 1998, Vol. 7, No. 2, pp. 163-172.

Timoshenko, S. and Goodier, J.M., *Theory of Elasticity*, New York, McGraw-Hill, 1970.
Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method, ASTM Standard E837-01

R. Boyer – *An overview of some critical technological issues relevant to the manufacturing of titanium alloys components*, Università di Napoli Federico II Dipartimento di Ingegneria dei materiali e della produzione, 2012

M. Boniardi, C. Tagliabue, R. Venturini - *Origine delle tensioni residue: deformazioni plastiche e lavorazioni meccaniche*, La metallurgia italiana, 2006

G. Malaspina – *Appunti di Meccanica Sperimentale, Estensimetri elettrici*
Milling Guide for Residual Stress Measurements RS-200, Micro measurement Vishay Precision Group, 2011

G. Bruno, B. D. Dunn – *Surface and bulk residual stress in Ti-6Al-4V Welded Aerospace Tanks*, ASME 2004

A. Ajovalasit – *Introduzione all'analisi sperimentale delle tensioni*, Dipartimento di Meccanica dell'Università di Palermo, I edizione, 2009

Boyer R. R., Welsch G., Collings E. W. - *Materials Properties Handbook–Titanium Alloys* – ASM International, 2007

Lütjering G., Williams J. C. – *Titanium* - Springer, 2007

Donachie M. J. jr. – *Titanium: A Technical Guide* – ASM International, 2000

Peters M., Leyens C. – *Titanium and Titanium Alloys–Fundamentals and Applications* – Ed. Wiley-VCH, Weinheim (Germany), 2003

Peters M., Leyens C. – *Aerospace and Space Materials* - Materials Science and Engineering, Vol. III, 2003

Joshi V. A. - *Titanium alloys–an atlas of structures and fracture features* – CRC Press, Taylor & Francis Group, 2006

Moiseyev V. N. – *Titanium Alloys–Russian Aircraft and Aerospace Applications (Advances in Metallic Alloys, Vol. 5)* - CRC Press, July 2005

Froes F. H. et al. – *Titanium and titanium alloys* – Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, March 2010

Boyer R. R. – *An overview on the use of titanium in the aerospace industry* – Materials Science and Engineering, Vol. 213, Issues 1-2, pp. 103-114, August 1996

Boyer R. R. – *Attributes, characteristics and applications of titanium and its alloys* – Journal of Minerals, Vol. 62, N°5, pp. 35-43, May 2010

Chater J. - *Titanium and Aerospace: two interdependent industries* – Stainless Steel World, November 2009

Hale J. – *Boeing 787—from the ground up* – Boeing Aero Journal, 4 Tri. 2006

Beal J. D., Boyer R. R., Sanders D. – *Forming of titanium and titanium alloys* – ASM Handbook, Volume 14B – Metalworking: Sheet Forming, ASM International, 2006

Polen L. A. et al. – *Titanium Stretch Forming—apparatus and method* – Cyril Bath Co. Patent, October 2011

Swallow C. – *Producing parts from Ti-6Al-4V using Hot Roll Forming and Hot StretchForming* – Boeing Co. Presentation, AeroMat Conference, May 2006

Moffat M. – *Innovative metal forming* - Cyril Bath Co. Presentation, AeroMat Conference, June 2008

Mazzoleni F. – *La materia—Introduzione alle tecnologie dei materiali* – Hoepli, Milano, 1965
Crivelli Visconti I. – *Appunti dal corso di scienza dei metalli* – Liguori Editore, Napoli, 1970
Caiazza F., Sergi V. – *Tecnologie generali dei materiali* – Utet Libreria, Torino, 2002

Chandler H. - *Heat treater's guide –practices and procedures for nonferrous alloys* – ASM International, 1996

Dieter G. E. – *Handbook of workability and process design* – ASM International, 2003
Shackelford J. – *Introduction to materials science for engineers (7th edition)* – Pearson Education, 2009

Semiatin S. L. et al. – *The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys* – Journal of Minerals, Vol. 49, N°6, pp. 33-39, June 1997

Lütjering G. et al. – *Microstructure and mechanical properties of titanium alloys*

(chap. 1) – Springer, 2007

Seshacharyulu T. et al. – *Hot deformation and microstructural damage mechanisms in extra-low interstitial (ELI) grade Ti-6Al-4V* –Materials Science and Engineering, Vol. 279, pp. 289-299, 2000

Luo J. et al. - *Effect of the strain on the deformation behavior of isothermally compressed Ti-6Al-4V alloy* - Materials Science and Engineering, Vol. 505, pp. 88-95, 2009

Bruschi S., Poggio S. et al. - *Workability of Ti-6Al-4V at high temperatures and strain rates* – Materials Letters, Vol. 58, Issues 27-28, pp. 3622-3629, November 2004

Kar S. K. – *Modeling of mechanical properties in alpha/beta titanium* - PhD Dissertation, The Ohio State University, 2005

Morri A. – *Trattamenti termici delle leghe di titanio $\alpha+\beta$, correlazioni fra microstruttura e comportamento meccanico* –La Metallurgia Italiana, 2008

Prasad Y. V. R. K. et al. – *A study of beta processing of Ti-6Al-4V: is it trivial?* – Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 213, pp. 355-360, July 2011

Ivasishin O. M. et al. – *Grain growth and texture evolution in Ti-6Al-4V during betaannealing under continuous heating conditions* –Materials Science and Engineering, Vol.337, Issues 1-2, pp. 88-96, November 2002

Ahmed T., Rack H. J. - *Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys* – Materials Science and Engineering, Vol. 243, pp. 206-211, 1998

Whitakker M. T. et al. – *The effect of microstructure and texture on mechanical properties of Ti6-4* - International Journal of Fatigue, Vol. 31, pp. 2022-2030, 2009

Boyer R. R., Furrer D. U. - *The potential advantages of microstructure modeling of titanium to the aerospace industry* –AIP Conference Proceedings, Vol. 712, pp. 1694-1699, June 2004

Part I: experimental results - Materials Science and Engineering, Vol. 326, pp. 297-305, 2002
Picu R. C. et al. - *Mechanical behavior of Ti-6Al-4V at high and moderate temperatures*–*Part II: constitutive modeling* - Materials Science and Engineering, Vol. 326, pp. 306-316, 2002

Pederson R. - *Microstructure and phase transformation of Ti-6Al-4V* – Licentiate Thesis, Department of Applied Physics and mechanical engineering, Division of Engineering Materials, Luleå University of Technology, May 2002

Motyka M., Sieniawski J. - *The influence of initial plastic deformation on microstructure*

and hot plasticity of $\alpha+\beta$ titanium alloys –Materials Science and Engineering, Vol. 41, Issue 2, pp. 95-103, February 2010

Lecomte-Beckers J., Carton M. - *Tailoring microstructures to improve thermomechanical behavior of metallic alloys: Ti alloys for aerospace applications* – International Workshop 2007: Advancements in Design Optimization of Materials, Structures and Mechanical Systems, Xi'an (China), December 2007

Various authors - *Titanium and its alloys* – Suranaree University of Technology, 2007

Testani C. – *Tenacità e comportamento a fatica delle leghe di titanio alto-resistenziali* – Centro Sviluppo Materiali Technical Report, Roma

Lee C.S. et al. – *Dynamic and static globularization behavior of two-phase Ti alloys* – Thermec Conference, August 2011

Kimura K., Ishii M., Yoshimura H. - *Analysis of deformation, temperature and microstructure of titanium alloys during hot extrusion* –Nippon Steel Technical Report, N°62, July 1994

Mironov S. et al. – *Microstructure evolution during warm working of Ti-6Al-4V with a colony of alpha microstructure* –Air Force Research Laboratory, September 2008

Semiatin S. L. et al. - *Defect occurrence and modeling for the thermomechanical processing of aerospace alloys* –Air Force Research Laboratory, July 2007

Semiatin S. L. et al. - *Plastic flow, microstructure evolution, and defect formation during primary hot working of titanium and titanium aluminide alloys with lamellar colony microstructures* –Phil. Trans. R. Soc. Lond., Vol. 357, pp. 1487-1512, 1999

Spigarelli S. – *Deformazione plastica a caldo e mappe di processo* – La Metallurgia Italiana, 2006

Prasad Y. V. R. K., Sasidhara S. – *Hot working guide: a compendium of processing maps* – ASM International, May 1997

Seshacharyulu T. et al. – *Microstructural mechanisms during hot working of commercial grade Ti-6Al-4V with lamellar starting structure* –Materials Science and Engineering, Vol.235, pp. 112-125, 2002

Luo J. et al. - *Effect of the strain on processing maps of titanium alloys in isothermal compression* –Materials Science and Engineering, Vol. 504, pp. 90-98, 2009

Prasad Y. V. R. K. – *Processing maps for hot working of titanium alloys* – Materials Science

and Engineering, Vol. 243, pp. 82-88, 1998

Sonnek P., Petruzělka J. - *The use of processing maps for prediction of metal flow stability in hot forming* –Metal Conference, Ostrava (Czech Republic), May 2001

Perryman C. – *Trends in titanium airframe applications* – ATI Aerospace Technical Report, April 2008

Bihlman B. – *Aerospace titanium demand outlook* – Aerostrategy Technical Report – Titanium 2010 Conference, Orlando (Florida, USA), October 2010

Seong S. et al. - *Titanium–industrial base, price trends and technology initiatives* – Rand Project Air Force Technical Report – Rand Corporation, 2009

Mathar, J. - *Determination of Initial Stresses by Measuring the Deformation Around Drilled Holes* Trans., ASME 56, No.4: 249-254, 1934

Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method, ASTM Standard E837.

Rendler, N.J. and I. Vigness - *Hole-Drilling Strain-Gage Method of Measuring Residual Stresses*, Experimental Mechanics, Vol. 6, No. 12, pp. 577-586, 1966.

Kelsey, R.A. - *Measuring Non-uniform Residual Stresses by the Hole-drilling Method*, Proc. SESA XIV, No. 1: 181-194, 1956

Schajer, G.S., *Application of Finite Element Calculations to Residual Stress Measurements*. Journal of Engineering Materials and Technology 103: 157-163, 1981

Sandifer, J.P. and G.E. Bowie - *Residual Stress by Blind-hole Method with Off-Center Hole*, Experimental Mechanics 18: 173-179, May 1978

Procter, E. and E.M. Beaney - *Recent Developments in Centre-hole Technique for Residual-stress Measurement*, Experimental Techniques 6: 10-15, December 1982

Wang, H.C., *The Alignment Error of the Hole-Drilling Method*, Experimental Mechanics 17: 23-27, 1979

Bush, A.J. and E.J. Kromer, *Simplification of the Hole-drilling Method of Residual Stress Measurements*, Trans., ISA 112, No. 3: 249-260, 1973

Delameter, W.R. and T.C. Mamaros, *Measurement of Residual Stresses by the Hole-drilling Method*, Sandia National Laboratories Report SAND-77-8006, 1977, 27 pp. (NTIS).

Nickola, W.E., *Post-Yield Effects on Center Hole Residual Stress Measurements*, Proc., 5th International Congress on Experimental Mechanics, 126-136. Brookfield Center, Connecticut: Society for Experimental Mechanics, 1984.

Flaman, M.T. and B.H. Manning, *Determination of Residual Stress Variation with Depth by the Hole-Drilling Method*, *Experimental Mechanics* 25: 205-207, 1985

Niku-Lari, A.J. Lu and J.F. Flavenot, *Measurement of Residual Stress Distribution by the Incremental Hole-Drilling Method*, *Experimental Mechanics* 25: 175-185, 1985

Flaman, M.T., B.E. Mills, and J.M. Boag, *Analysis of Stress-Variation-With-Depth Measurement Procedures for the Centre Hole Method of Residual Stress Measurements*, *Experimental Techniques* 11: 35-37 (June 1987).

Schajer, G.S., *Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole Drilling Method*, *Journal of Engineering Materials and Technology*, 110, No. 4:Part 1, 338-343; Part 11, 344-349, 1988

Beaney, E.M., *Accurate Measurements of Residual Stress on Any Steel Using the Center Hole Method*, *Strain, Journal BSSM*, Vol. 12, No. 3, 1976, pp. 99-106.

Flaman, M.T., and Herring, J.A., *Comparison of Four Hole-Producing Techniques for the Center-Hole Residual-Stress Measurement Method*, *Experimental Techniques*, Vol. 9, No. 8, 1985, pp. 30-32.

Flaman, M.T., *Investigation of Ultra-High Speed Drilling for Residual Stress Measurements by the Center Hole Method*, *Experimental Mechanics*, Vol. 22, No. 1, 1982, pp. 26-30.
Measurement of Residual Stresses by the Hole Drilling Strain Gage Method, Tech Note TN-503-3, Measurements Group, Raleigh, NC.

Soete, W., and Vancrombrugge, R., *An Industrial Method for the Determination of Residual Stresses*, *Proceedings SESA*, Vol. 8, No. 1, 1950, pp. 17-28.

Kelsey, R.A., *Measuring Non-Uniform Residual Stresses by the Hole-drilling Method*, *Proceedings SESA*, Vol. 14, No. 1, 1956, pp. 181-194.

Bijak-Zochowski, M., *A Semidestructive Method of Measuring Residual Stresses*, *VDI-Berichte*, Vol. 313, 1978, pp.469-476.

Schajer, G.S., *Application of Finite Element Calculations to Residual Stress Measurements*, *ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 103, No.2,1981, pp. 157-163.

Niku-Lari, A., Lu, J., and Flavenot, J.F., *Measurement of Residual Stress Distribution by the Incremental Hole-Drilling Method*, *Experimental Mechanics*, Vol. 25, No. 6, 1985, pp. 175-185.

Measurement of Residual Stresses by the Hole Drilling Strain Gage Method, Tech Note TN-503-5, Measurements Group, Inc., Raleigh, NC., 1993.

Nickola, W. E., *Practical Subsurface Residual Stress Evaluation by the Hole-Drilling Method*, *Proceedings of the Spring Conference on Experimental Mechanics*, New Orleans, June 3-13, 1986, pp. 47-58. Society for Experimental Mechanics.

Flaman, M.T. and B.H. Manning, *Determination of Residual Stress Variation with Depth by the Hole-Drilling Method*, *Experimental Mechanics*, Vol. 25, No. 9, 1985, pp. 205-207.

Schajer, G. S., *Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole-Drilling Method. Part I – Stress Calculation Procedures*, *ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 110, 1988, pp. 338-343.

Schajer, G. S., *Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole-Drilling Method. Part II – Stress Calculation Procedures*, *ASME Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 110, 1988, pp. 344-349.

Beaney, E.M., *Accurate Measurements of Residual Stress on Any Steel Using the Center Hole Method*, *Strain*, Journal BSSM, Vol. 12, No. 3, 1976, pp. 99-106.

Beghini, M. and Bertini, L., *Analytical expressions of the Influence Functions for Accuracy and Versatility Improvement in the Hole-Drilling Method*, *Journal of Strain Analysis*, Vol. 35, No. 2, 2000, pp. 125-135.

Beghini, M. and Bertini, L., *Analytical Influence Functions for the Hole-Drilling Method*, *Proceedings of the Fourth European Conference on Residual Stress*, Cluny, France, 1996, Vol. 1, pp. 275-281.

Beghini, M. and Bertini, L., *Recent Advances in the Hole-Drilling Method for Residual Stress Measurement*, *J. Mater. Engng. Performance*, 1998, Vol. 7, No. 2, pp. 163-172.

Timoshenko, S. and Goodier, J.M., *Theory of Elasticity*, New York, McGraw-Hill, 1970.
Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method, ASTM Standard E8

