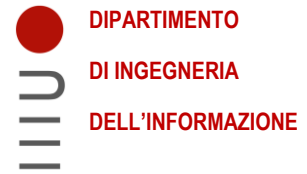




**UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA**



**DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA DELL'INFORMAZIONE
CORSO DI LAUREA IN BIOINGEGNERIA**

**“STUDIO DELL'EFFETTO DI CICLI TERMICI CON
RISCALDAMENTO SOPRA AL BETA TRANSUS NELLO
STAMPAGGIO A CALDO DI LAMIERE IN Ti6Al4V”**

Relatore: Prof. Bruschi Stefania

Correlatore: Ing. Simonetto Enrico

Laureando: Pampagnin Davide

Matricola: 2053220

ANNO ACCADEMICO 2023/2024

Data di Laurea: 07/03/2024

RINGRAZIAMENTI

Ai miei genitori Simonetta e Loris,

a mia sorella Claudia,

a Michele ed ai miei parenti,

ad Artur, Luigi, Mattia, Federico e Marco,

e ad Anna,

Grazie di tutto il supporto che mi avete dato.

Senza di voi non ce l'avrei fatta.

SOMMARIO

Il Ti6Al4V è una lega di titanio ampiamente utilizzata in numerose applicazioni industriali grazie alle sue eccellenti proprietà meccaniche e alla sua resistenza alla corrosione. Composta principalmente da titanio (circa il 90%), alluminio (circa il 6%) e vanadio (circa il 4%), questa lega offre una combinazione unica di leggerezza, resistenza meccanica e resistenza alla corrosione, che la rende preziosa in settori come l'aeronautica, l'industria biomedica, e l'industria meccanica.

Il Ti6Al4V è una lega $\alpha+\beta$ e la temperatura di β -Transus ne determina il cambiamento di fase. Inoltre, la microstruttura e le caratteristiche meccaniche sono fortemente dipendenti dalla storia termomeccanica subita dal materiale.

Lo studio del comportamento meccanico quando in un ciclo termico viene superata la temperatura di β -Transus è stato finora poco indagato, soprattutto sulle lamiere di questo materiale.

La presente ricerca si propone di esaminare l'effetto dei cicli termici con riscaldamento sopra al β -Transus durante lo stampaggio a caldo di lamiere in lega Ti6Al4V.

Sono state effettuate l'analisi microstrutturale per valutare la microstruttura, prove di microdurezza e prove di trazione per valutare il comportamento meccanico.

I risultati indicano che la microstruttura derivante dal superamento del Beta Transus prevale nelle lamiere lavorate. Inoltre, è emerso che il tempo di permanenza e la velocità di raffreddamento giocano un ruolo significativo nella formazione della microstruttura e nel comportamento meccanico a caldo del Ti6Al4V.

Si è inoltre identificata una combinazione di trattamenti termici che potrebbe portare a sviluppi innovativi nel processo di stampaggio a caldo di questa lega, aprendo prospettive interessanti per future applicazioni industriali.

Parole chiave: Ti6Al4V, Stampaggio a caldo, Lamiera, Cicli termici

ABSTRACT

Ti6Al4V is a titanium alloy widely used in numerous industrial applications due to its excellent mechanical properties and corrosion resistance. Composed primarily of titanium (approximately 90%), aluminum (approximately 6%) and vanadium (approximately 4%), this alloy offers a unique combination of light weight, strength, and corrosion resistance, making it valuable in industries such as aeronautics, the biomedical industry, and the mechanical industry.

Ti6Al4V is an $\alpha+\beta$ alloy and the β -Transus temperature determines its phase change.

Furthermore, the microstructure and mechanical characteristics are strongly dependent on the thermomechanical history undergone by the material.

The study of the mechanical behavior when the β -Transus temperature is exceeded in a thermal cycle has so far been little investigated, especially on sheets of this material.

The present research aims to examine the effect of thermal cycles with heating above the β -Transus during hot stamping of Ti6Al4V alloy sheets.

Analysis using micrographs to evaluate the microstructure, microhardness tests and tensile tests to evaluate the mechanical behavior were carried out.

The results indicate that the microstructure resulting from exceeding the Beta Transus prevails in the processed sheets. Furthermore, it was found that the residence time and cooling rate play a significant role in the microstructure formation and hot mechanical behavior of Ti6Al4V.

Furthermore, a combination of heat treatments has been identified that could lead to innovative developments in the hot molding process of this alloy, opening interesting prospects for future industrial applications.

Keywords: Ti6Al4V, Hot stamping, Metal Sheets, Thermal cycles

INDICE

1. INTRODUZIONE	1
1.1 <i>OBBIETTIVO DELLA RICERCA</i>	1
2. REVIEW DELLA LETTERATURA	3
2.1 <i>INTRODUZIONE</i>	3
2.2 <i>TITANIO E LEGHE DEL TITANIO</i>	6
2.3 <i>LA LEGA TI-6AL-4V</i>	11
2.3.1 <i>ALPHA CASE</i>	13
2.3.2 <i>COMPORAMENTO ANISOTROPICO DELLA LEGA TI-6AL-4V</i>	14
2.4 <i>STAMPAGGIO A CALDO</i>	18
2.4.1 <i>STAMPAGGIO A CALDO DEL TITANIO</i>	20
2.5 <i>TRATTAMENTI TERMICI SUL TITANIO</i>	22
2.5.1 <i>STRESS RELIEVING</i>	23
2.5.2 <i>ANNEALING</i>	24
2.5.3 <i>SOLUTION TREATMENT AND AGING</i>	26
2.6 <i>TRATTAMENTI TERMICI SULLA LEGA TI-6AL-4V</i>	28
2.6.1 <i>CICLI TERMICI</i>	29
2.6.2 <i>CARATTERISTICHE DEI TRATTAMENTI</i>	30
2.7 <i>PROVE DI TRAZIONE</i>	32
2.7.1 <i>CURVA INGEGNERISTICA E CURVA REALE</i>	32
2.7.2 <i>TEMPERATURA OMOLOGA</i>	35
2.7.3 <i>MODELLO DI HOLLOMON</i>	36
3. MATERIALI E METODI	38
3.1 <i>MATERIALE: TI-6AL-4V</i>	38
3.2 <i>TRATTAMENTI TERMICI</i>	38
3.2.1 <i>PRIMO GRUPPO DI TRATTAMENTI</i>	39
3.2.2 <i>SECONDO GRUPPO DI TRATTAMENTI</i>	40
3.2.3 <i>TERZO GRUPPO DI TRATTAMENTI</i>	41
3.2.4 <i>QUARTO GRUPPO DI TRATTAMENTI</i>	42
3.2.5 <i>QUINTO GRUPPO DI TRATTAMENTI</i>	43
3.2.6 <i>STRUMENTAZIONE UTILIZZATA</i>	44
3.3 <i>ANALISI MICROSTRUTTURALE E PROVE DI MICRODUREZZA</i>	46
3.3.1 <i>PRIMO GRUPPO DI PROVE DI MICRODUREZZA: CENTRO E BORDO</i>	49
3.3.2 <i>SECONDO GRUPPO DI PROVE DI MICRODUREZZA</i>	50
3.4 <i>PROVE DI TRAZIONE A CALDO</i>	51
3.4.1 <i>PROCEDURA</i>	52
3.4.2 <i>PARAMETRI</i>	57
4. RISULTATI.....	58
4.1 <i>ANALISI MICROSTRUTTURALE</i>	59
4.1.1 <i>CENTRO E BORDO DEL CAMPIONE</i>	59
4.1.2 <i>ZONA DI FRATTURA</i>	66
4.1.3 <i>SPESSORE ALPHA-CASE</i>	70
4.2 <i>MICRODUREZZE</i>	72

4.2.1	MICRODUREZZE SUI TRATTAMENTI TERMICI	72
4.2.2	MICRODUREZZE SULLA ZONA DI FRATTURA	75
4.2.3	PROFILO DI MICRODUREZZA	77
4.3	<i>PROVE DI TRAZIONE</i>	78
4.3.1	CURVE FORZA-CORSA.....	78
4.3.2	ANALISI ARAMIS	80
4.3.3	CURVE INGEGNERISTICHE	82
4.3.4	CURVE REALI.....	85
5.	DISCUSSIONE DEI RISULTATI	88
5.1	<i>MICROSTRUTTURE E MICRODUREZZE</i>	88
5.1.1	ANALISI DEL CENTRO E BORDO DEI CAMPIONI.....	88
5.1.2	ANALISI SULLA ZONA DI FRATTURA.....	92
5.2	<i>PROVE DI TRAZIONE</i>	94
6.	CONCLUSIONI	95
7.	BIBLIOGRAFIA	97

1. INTRODUZIONE

Il titanio e le sue leghe si sono affermati come materiali di prim'ordine nelle applicazioni industriali e tecnologiche grazie alle loro eccezionali proprietà meccaniche, fisiche e chimiche.

Nell'ambito biomedicale queste leghe sono largamente usate per la loro biocompatibilità.

Tra queste leghe, il Ti6Al4V spicca per la sua combinazione unica di resistenza, leggerezza e resistenza alla corrosione, che lo rende un materiale altamente desiderabile in settori quali l'aerospaziale, l'industria medica, automobilistica e molti altri.

Lo stampaggio a caldo delle lamiere rappresenta una delle principali tecniche di lavorazione per la produzione di componenti in leghe di titanio, consentendo la realizzazione di parti complesse con elevata precisione dimensionale e proprietà meccaniche ottimizzate.

Questo processo offre vantaggi significativi rispetto ad altre tecniche di formatura, come la possibilità di ottenere geometrie complesse con una maggiore efficienza dei materiali e costi di produzione ridotti.

Tuttavia, la piena realizzazione del potenziale dello stampaggio a caldo delle lamiere in leghe di titanio richiede una comprensione dettagliata del comportamento del materiale durante la deformazione a temperature elevate, in particolare al di sopra della temperatura di transizione tra fase alfa e fase beta (β -Transus), che rappresenta il punto critico in cui la lega attraversa una trasformazione di fase.

1.1 OBIETTIVO DELLA RICERCA

Ad oggi la maggior parte degli studi sulle leghe di titanio si sono concentrati sul comprendere il comportamento e l'evoluzione microstrutturale della lega solo al di sotto della temperatura di cambio di fase.

Il Ti-6Al-4V è fortemente dipendente dalla storia termomeccanica e la sua evoluzione microstrutturale non è direttamente correlata alla temperatura a cui viene effettuato l'ultimo trattamento termico.

Per prevedere inoltre il comportamento del materiale in fase di progettazione sono stati creati dei modelli da usare su software FEM, ma anch'essi tengono conto solo dell'ultimo trattamento termico eseguito sul materiale, non prendendo in considerazione le precedenti interazioni.

Il presente lavoro si propone quindi di indagare il comportamento della lega Ti6Al4V durante lo stampaggio a caldo delle lamiere sopra il punto di β -Transus, con l'obiettivo di valutare gli effetti che comporta l'attraversamento di questa temperatura.

La ricerca si concentrerà sulla caratterizzazione delle proprietà meccaniche, termiche e microstrutturali del materiale durante la deformazione a temperature elevate.

Per ottenere una comprensione più completa del comportamento della lega Ti6Al4V saranno condotte una serie di prove sperimentali. Tra queste, le prove di microdurezza saranno utilizzate per valutare le variazioni nella durezza del materiale in relazione alla sua microstruttura, consentendo di identificare eventuali cambiamenti nelle proprietà meccaniche durante il processo di deformazione a temperature elevate. Parallelamente, l'analisi delle micrografie ottenute tramite microscopia ottica consentirà di esaminare le modifiche nella struttura e morfologia del materiale a livello microscopico.

Inoltre, saranno condotte prove di trazione a caldo per determinare le proprietà meccaniche del materiale in condizioni di deformazione simili a quelle riscontrate durante lo stampaggio a caldo delle lamiere.

2. REVIEW DELLA LETTERATURA

In questa sezione sarà presentata una panoramica di argomenti che costituiscono il background nello stampaggio a caldo della lega di titanio Ti-6Al-4V.

Al momento della stesura non esiste un articolo/paper che va a prendere in esame il caso descritto in questa tesi ed è quindi stato necessario effettuare ricerche su articoli sia recenti, per comprenderne gli ultimi sviluppi, sia datati, che offrono la base da cui partire.

2.1 INTRODUZIONE

Un biomateriale è una sostanza che entra in contatto con i tessuti o fluidi biologici. Costituiscono un gruppo eterogeneo di composti organici o inorganici, naturali o artificiali e sono inseriti un corpo con lo scopo di migliorare o rimpiazzare un organo o tessuto malato o danneggiati [1].

Un biomateriale deve soddisfare i seguenti requisiti:

- Resistenza alla corrosione;
- Biocompatibilità;
- Osteointegrazione e Bioadesione;
- Avere proprietà meccaniche favorevoli (es: modulo di Young simile a quello dell'osso, resistenza a fatica compatibile con l'applicazione);
- Essere lavorabile con i processi di lavorazione attuali;
- Buona disponibilità e prezzi bassi.

A causa di questi fattori il numero di materiali metallici che possono essere considerati è limitato.

Tra questi il titanio e le sue leghe rappresentano uno dei gruppi maggiormente usati nelle applicazioni biomedicali [2] (Figura 2.1).

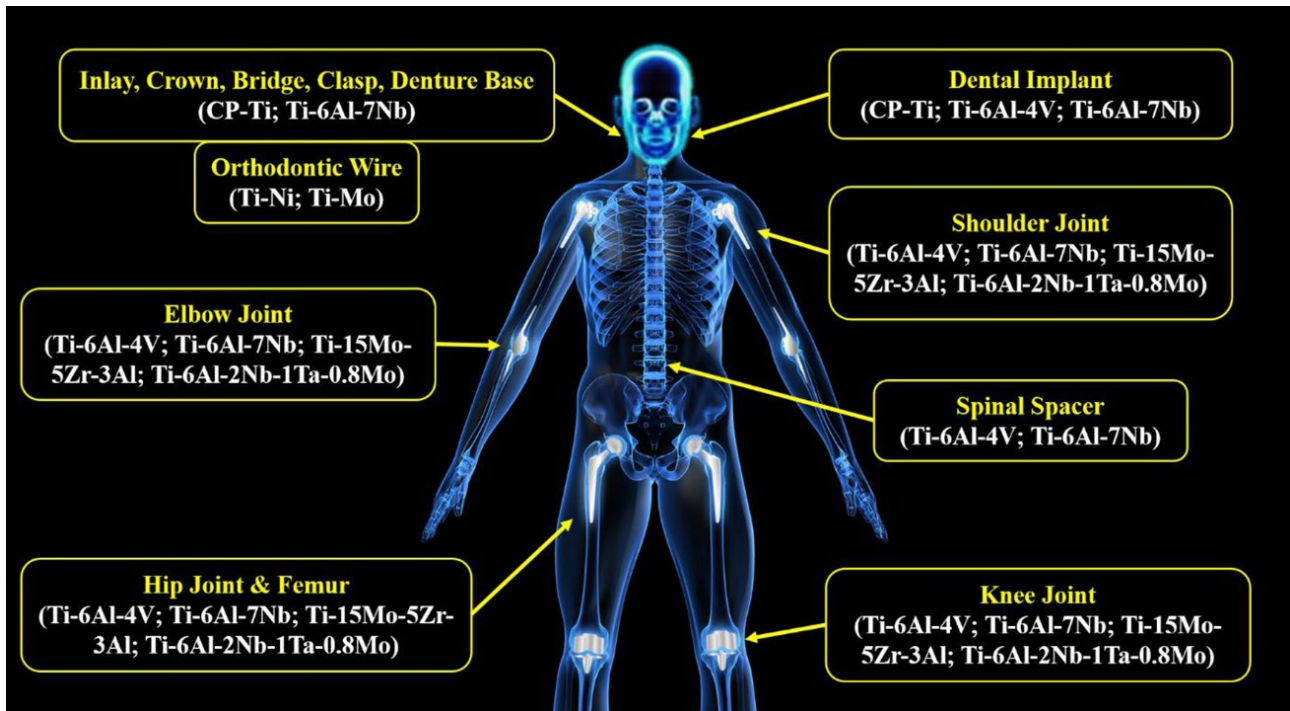


Figura 2.1: Esempi di impianti di leghe di titanio in tutto il corpo umano [3].

Un altro campo applicativo significativo per il titanio è il settore aerospaziale. Le proprietà delle leghe di titanio comprendono un'elevata resistenza specifica e un'eccellente resistenza alla corrosione.

Per questo le leghe di titanio si trovano in applicazioni aerospaziali (Figura 2.2) dove la combinazione di peso, robustezza, resistenza alla corrosione e/o stabilità alle alte temperature delle leghe di alluminio, degli acciai ad alta resistenza o delle superleghe a base di nichel sono insufficienti.

I principali fattori che determinano l'utilizzo del titanio nelle applicazioni aerospaziali sono:

- riduzione del peso (sostituito degli acciai e delle superleghe a base di Ni);
- temperatura di applicazione (sostituito delle leghe di Al, superleghe a base di Ni e acciai);
- resistenza alla corrosione (sostituito delle leghe di Al e acciai basso legati);
- compatibilità galvanica con compositi a matrice polimerica (sostituito delle leghe di Al);
- limitazione di spazio (sostituito delle leghe di Al e acciai) [4].



Figura 2.2: Ventole frontali di un motore commerciale Trent Rolls-Royce in Ti6Al4V [4].

Tuttavia, le leghe di titanio pur dimostrando eccellenti proprietà meccaniche, chimiche e fisiche, presentano uno svantaggio non indifferente: hanno una bassa formabilità a freddo.

Per questo vengono usati processi di lavorazione a caldo come lo stampaggio a caldo e lo SPF (Super Plastic Forming) [5].

2.2 TITANIO E LEGHE DEL TITANIO

Il titanio è l'elemento chimico di numero atomico 22 e ha come simbolo Ti. Appartiene al gruppo dei metalli di transizione.

Il titanio presenta due forme allotropiche:

- Fase α : fase HCP (esagonale corpo compatto) presente a basse temperature, più dura;
- Fase β : fase BCC (cubica corpo centrato) presente ad alte temperature, più duttile.

La temperatura di transizione da una fase $\alpha+\beta$ a una fase 100% β avviene alla temperatura β_t di Beta Transus (Figura 2.3).

La temperatura di Beta Transus è in funzione degli elementi in lega e corrisponde a 882 ± 2 °C per il Ti non legato [6], [7].

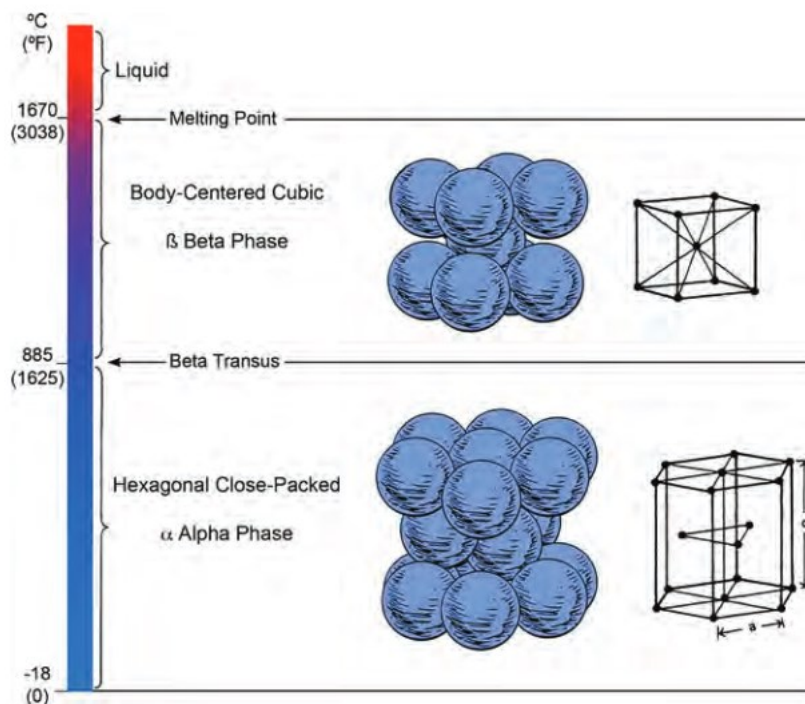


Figura 2.3: Forme allotropiche del titanio in funzione della temperatura [8].

Il titanio può essere legato a tre diverse tipologie di elementi che modificano le caratteristiche della lega:

- Stabilizzanti α : stabilizzano la fase α a temperature maggiori e aumentano la temperatura β_t , solitamente sono O_2 , N_2 , C, Al;
- Stabilizzanti β : stabilizzano la fase β a temperature minori, solitamente sono Mo, V, Fe, Cr, H_2 ;
- Aggiunte Neutre: diminuiscono la temperatura β_t .

La percentuale di ogni elemento presente nella lega ne determina la classe di appartenenza (Figura 2.4).

Esistono tre categorie di leghe di titanio:

- Leghe α : a temperatura ambiente contengono principalmente fase α ma è presente lo stesso fase β , anche se di qualche punto percentuale;
- Leghe β : contengono oltre il 10-12% di stabilizzanti β che permettono eseguire un trattamento di soluzione, andare oltre il β_t , essere raffreddate a temperatura ambiente e mantenere il 100% di fase β .
- Leghe $\alpha+\beta$: sono la regione racchiusa dai confini delle leghe α e delle leghe metastabili- β . Se portate alla temperatura di esistenza della fase β e poi temprate si forma una struttura martensitica. Tuttavia, non mantengono il 100% della fase β se riportate a temperatura ambiente. Sono le leghe più usate e diffuse.

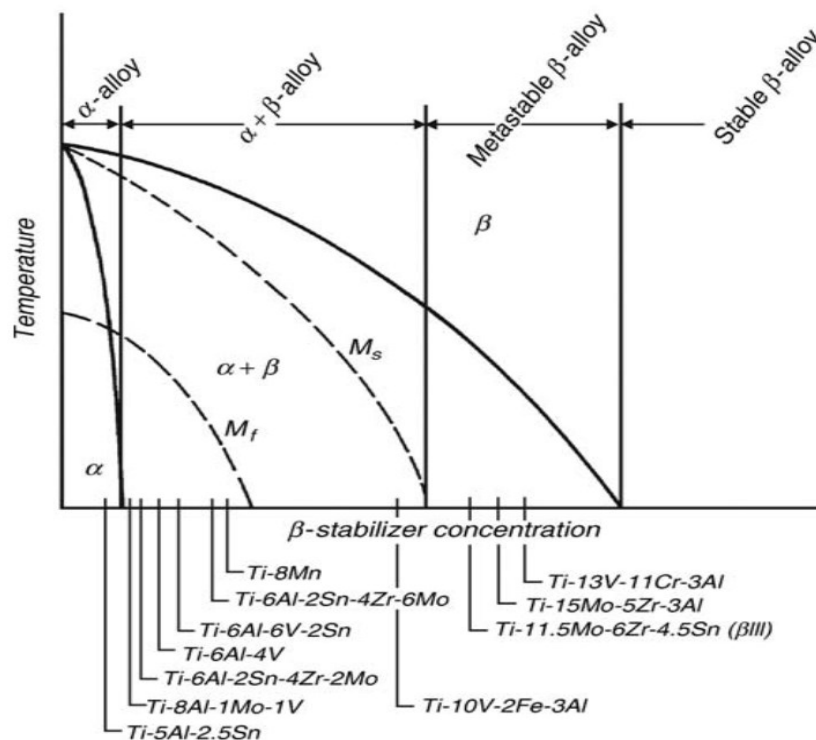


Figura 2.4: Diagramma di fase β -isomorfo-pseudo-binario [6].

Ogni classe ha caratteristiche diverse che sono comuni nella stessa classe ma variano di lega in lega, come riportato nella Figura 2.5.

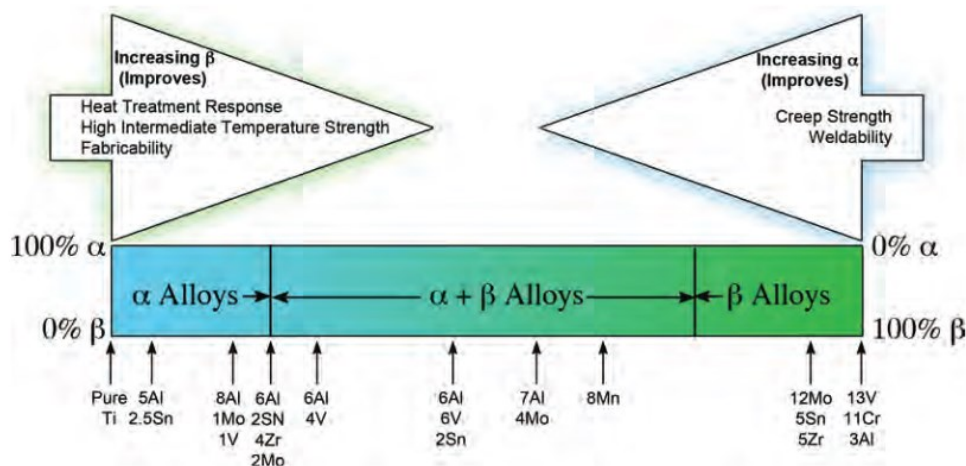


Figura 2.5: Variazione generale delle caratteristiche in funzione degli elementi leganti [8].

Le lega di titanio maggiormente usata (circa 90% delle applicazioni aerospaziali e nella maggior parte delle applicazioni mediche) è il Ti6Al4V [6], [9].

Le proprietà di una lega però dipendono anche dalla loro microstruttura. Le fasi che compongono una lega variano in funzione della storia dei trattamenti termici a cui la lega viene sottoposta.

La microstruttura è descritta tramite la dimensione e la disposizione delle due fasi α e β .

I due casi estremi di microstruttura sono la microstruttura equiassica, che è il risultato di un processo di ricristallizzazione, e la microstruttura lamellare che viene generata da un raffreddando da oltre Beta Transus (Figura 2.6). Entrambe le microstrutture possono arrangiare le loro fasi in modo fine o grezzo [7].

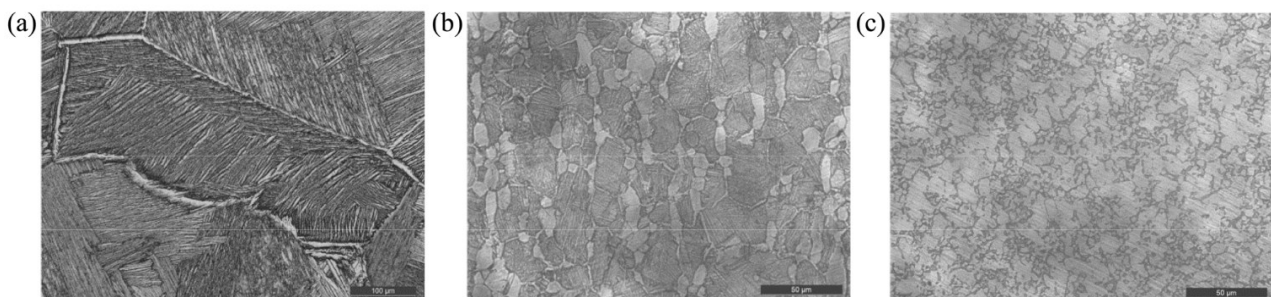


Figura 2.6: Microstrutture del Titanio: a) lamellare, b) bi-modale, c) equiassica [10].

Anche la velocità di raffreddamento (cooling rate) è determinante per la microstruttura.

Se la velocità di raffreddamento è bassa avviene la nucleazione di piastre α nei contorni dei grani β o tra l'interfaccia α/β producendo la microstruttura lamellare [9] (Figura 2.7).

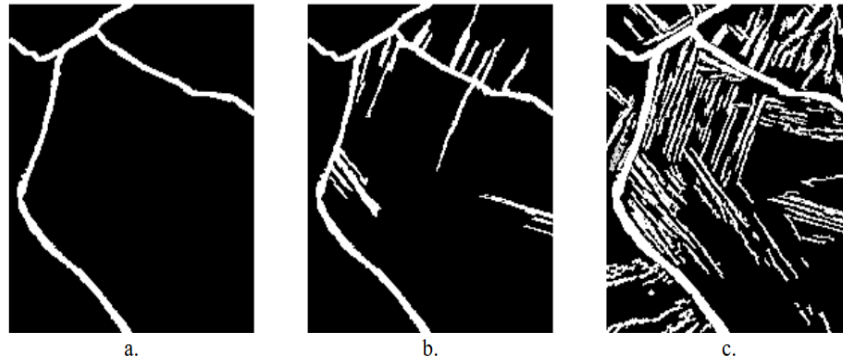


Figura 2.7: formazione della struttura lamellare [9].

Se la velocità di raffreddamento è alta la nucleazione delle piastre α non può espandersi a tutto il grano β e nuove piastre α si formano sui confini di altre colonie α , creando la microstruttura Widmanstätten [9] (Figura 2.8).

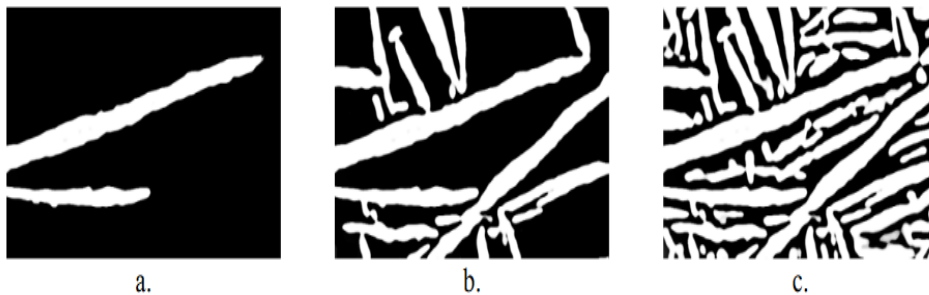


Figura 2.8: formazione della struttura Widmanstätten [9].

Può esistere anche la microstruttura aciculare (Figura 2.9). La microstruttura aciculare può essere intercambiata con la microstruttura Widmanstätten in quanto derivano entrambe da raffreddamenti rapidi [8]. Tuttavia, la microstruttura aciculare possiede una forma più aghiforme.



Figura 2.9: microstruttura di tipo aciculare [8].

Nelle leghe di titanio inoltre può formarsi una struttura martensitica dopo essere state sottoposte ad un rapido raffreddamento. Può essere di due morfologie diverse: α' (alpha prime) e α'' (alpha double prime).

Esistono poi anche altri tipi di fasi ma che sono presenti solo in leghe specifiche o in determinate condizioni.

Nella Tabella 1 vengono riportate le possibili fasi e delle leghe di titanio.

Fasi nelle Leghe di Titanio	
Fase/Simbolo	Descrizione
Alpha (α)	Forma allotropica del titanio a bassa temperatura con struttura HCP.
Beta (β)	Forma allotropica del titanio ad alta temperatura, metastabile o stabile in titanio alto-legato con struttura BCC.
Alpha ₂ (α_2)	Un composto, Ti ₃ Al, che appare in un'ampia gamma di contenuti di Al.
Beta ₂ (β_2)	Fase BCC Ti ₂ AlNb ad alte temperature con struttura CsCl.
Gamma (γ)	TiAl che si estende su un'ampia gamma di contenuti di Al e strutture CuAu.
Alpha Prime (α')	Struttura HCP, una fase metastabile nelle trasformazioni martensitiche.
Alpha Double Prime (α'')	Martensite ortorombica.
Beta Prime (β')	Risultante della separazione di fase nelle leghe β . È una fase β con composizione diversa rispetto alla matrice.

Tabella 1: Fasi nelle leghe del Titanio [9].

2.3 LA LEGA TI-6AL-4V

Le leghe di titanio stanno ricevendo sempre più applicazioni, ma la lega più usata nelle industrie aerospaziale, chimica e biomedica è la lega Ti6Al4V. Anche chiamata Titanio Grado 5 o Ti64, questa lega è utilizzata per il suo insieme di proprietà unico:

1. Alta resistenza alla corrosione;
2. Basso tasso di distorsione durante la saldatura;
3. Alto rapporto forza-peso;
4. Buona stabilità termica [11].

Nella Tabella 2 viene riportata una comparazione di alcune proprietà tra il titanio puro, la lega Ti6Al4v e un acciaio inox:

Proprietà	Titanio	Ti6Al4V	S21904 (Acciaio Inox)
Densità [g/cm ³]	4,5	4,4	7,8
Modulo di elasticità [GPa]	105	114	200
Tensione di snervamento [MPa]	170	880	1162
UTS [MPa]	240	950	1407
Deformazione a rottura	24%	14%	6%
Temperatura di fusione [°C]	1670	1604	1540

Tabella 2: Confronto delle proprietà tra Titanio, Ti6Al4V, e un Acciaio Inox [12].

La lega Ti6Al4V è uno tra i migliori esempi di biomateriali, considerati biocompatibili per il loro vantaggio di non essere tossici e non essere rigettati dal corpo umano.

Può rimanere per più di 20 anni nel corpo del paziente, e possiede il potenziale per l'osteointegrazione [13].

Il trasferimento delle sollecitazioni tra una protesi e un osso non è omogeneo quando i moduli di Young sono diversi. Questo fenomeno è definito “Stress Shielding”. In tali condizioni il carico non si distribuisce efficacemente all’interfaccia protesi/osso. L’osso quindi si adatta ad una sollecitazione minore atrofizzandosi causando l’allentamento dell’impianto e alla rifrattura dell’osso [14].

Il Ti64 possiede un basso modulo elastico, che in ambito biomedicale quindi è un vantaggio. Si adatta strettamente all'osso e, grazie a questa caratteristica, è possibile distribuire equamente il carico riducendo la velocità di deterioramento dell’osso e la possibilità di frattura.

Tuttavia il Ti6Al4V ha una durezza superiore al doppio della durezza dell'osso e quindi può causare deterioramento dell'osso a causa della diminuzione del carico sull’osso stesso [13].

Il Ti6Al4V è una lega multifase ($\alpha + \beta$). Gli elementi in lega principali sono l’Alluminio (Al) al 6% e il Vanadio (V) al 4%. L’alluminio è un α -stabilizzante, il vanadio è un β -stabilizzante. La lega può contenere anche materiali (impurità) ma devono rimanere entro una certa percentuale (Tabella 3).

Elemento	Titanio	Alluminio	Vanadio	Carbonio	Azoto	Ossigeno	Idrogeno	Ferro
Percentuale (%)	Differenza	6	4	0,08 max	0,05 max	0,20 max	0,025 max	0,25 max

Tabella 3: Composizione del Ti6Al4V [15].

Per le applicazioni biomedicali esiste anche una variante del titanio grado 5: Ti6Al4V ELI. Questa lega, chiamata anche titanio grado 23, fa riferimento ad una lega Ti6Al4V dove le impurità interstiziali sono ridotte al minimo (Extra Low Interstitials). In Particolare, l’ossigeno è ridotto ad un massimo del 0.013%. Questo permette alla lega di avere una resistenza alla frattura maggiore a discapito di una minore resistenza all’usura superficiale [16].

La temperatura di Beta-Transus β_t nel Ti6Al4V è di 995 °C [17].

La lega presenta un complesso processo di trasformazione di fase durante il trattamento termico, che dipende dai parametri di temperatura e ne determina la microstruttura.

Solitamente la lavorazione a caldo e il trattamento termico vengono utilizzati per ottimizzare le proprietà meccaniche delle leghe di titanio bifase.

Nei trattamenti termici si verificano principalmente la crescita dei grani e la trasformazione di fase, che a loro volta influenzano la proporzione delle fasi, la dimensione dei grani, la distribuzione della microstruttura, ecc.

Diversi parametri del trattamento termico (temperatura, tempo di mantenimento e velocità di raffreddamento, ecc.) hanno effetti diversi [17].

2.3.1 ALPHA CASE

Le proprietà meccaniche del Ti6Al4V sono significativamente dipendenti dalla morfologia delle microstrutture che a loro volta variano a dalla storia termomeccanica del materiale.

La storia termomeccanica è costituita dalla deformazione a caldo e dai trattamenti termici.

Ad alte temperature l'ossigeno e l'azoto si diffondono nella lega creando uno strato superficiale chiamato α -case [18].

L' α -case solitamente è più duro rispetto al nucleo della lega e riduce il modulo di Young, che potrebbe essere un vantaggio per i dispositivi biomedicali [19], ma non lo è per le applicazioni aerospaziali.

Questo strato superficiale può svilupparsi anche a seguito a processi di laminazione e forgiatura, o durante lavorazioni primarie o secondarie [20].

In generale la diffusione di ossigeno/azoto migliora la resistenza ma diminuisce la duttilità della lega.

Una quantità controllata di ossigeno che penetra nella lega ne migliora anche la resistenza al creep. Tuttavia, l' α -case fa diminuire la resistenza a fatica.

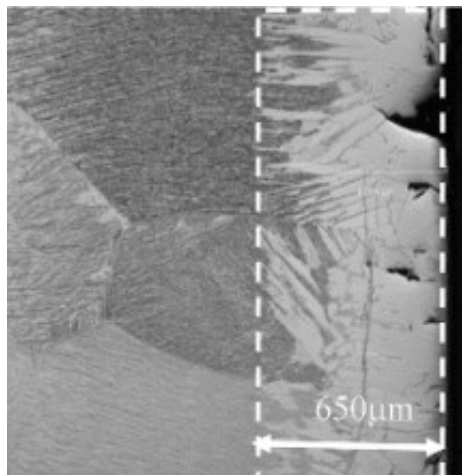


Figura 2.10: Micrografia di una zona di Alpha-Case [21].

L'assorbimento dei gas stabilizza e indurisce fortemente la fase α -Ti tramite un meccanismo di rafforzamento per soluzione solida. Inoltre, l'ossigeno influenza anche il rapporto di fase α/β aumentando la quantità di α -Ti (fase α) nella lega.

In uno studio dove a un campione è stato applicato un trattamento termico isothermico per 500 ore a 700°C, si è creato uno strato di α -case spesso 200 μm ed è stato riportato che la durezza media dei grani.

Per i grani di α -Ti del campione iniziale la durezza riportata è di $6,7 \pm 0,7$ GPa, mentre nell' α -case è di $9,4 \pm 1,4$ GPa

La durezza dello strato è inversamente proporzionale alla distanza del bordo del campione [20]. In ogni caso il comportamento meccanico dell' α -case rimane ancora complesso e deve essere ulteriormente ricercato [21].

2.3.2 COMPORTAMENTO ANISOTROPICO DELLA LEGA TI-6AL-4V

Il comportamento di questo materiale non è ancora stato studiato interamente per quanto riguarda lo sviluppo delle caratteristiche meccaniche lungo diversi assi.

La fase α della lega è di tipo HCP (esagonale corpo compatto), mentre la fase β è di tipo BCC (cubico corpo centrato).

Le fasi all'interno della microstruttura sono disposte casualmente, ma la mancanza di sistemi di slittamento indipendenti per la deformazione plastica della fase α causa una differenza di comportamento lungo diverse direzioni di carico [22].

Per questo esiste una forte correlazione tra l'anisotropia delle caratteristiche meccaniche e la struttura cristallografica della fase α .

Tuttavia, nella microstruttura della lega sono presenti anche grani di fase β e solitamente sono inseriti tra i più fragili grani di fase α .

Per questo anche la fase β è responsabile del comportamento anisotropo del materiale.

In generale la fase α è responsabile della variazione della tensione di snervamento e della duttilità, mentre la fase β influenza la tensione di flusso della lega [23].

In generale la direzione di riferimento per quanto riguarda la descrizione dell'anisotropia del comportamento del materiale coincide con la direzione di laminazione. Questo vale sia per i componenti bulk, ma sia e soprattutto per le lamine di Ti64.

La disposizione della microstruttura e la direzione di laminazione non sono gli unici parametri da valutare, in quanto anche la temperatura è fondamentale per caratterizzare il comportamento anisotropico.

In uno studio condotto da Meng et al. [24] sono state condotte delle prove a temperatura ambiente su un provino ad osso di cane.

Il provino è stato ricavato da una lamina di Ti64 lungo 3 direzioni:

- RD (Rolling direction, direzione di laminazione);
- TD (Transverse direction, direzione trasversale);
- DD (Diagonal direction, direzione ad una diagonale di 45°).

Il materiale ha dimostrato una grande anisotropia per quanto riguarda la tensione di snervamento, la tensione di flusso e il tasso di incrudimento (Figura 2.11).

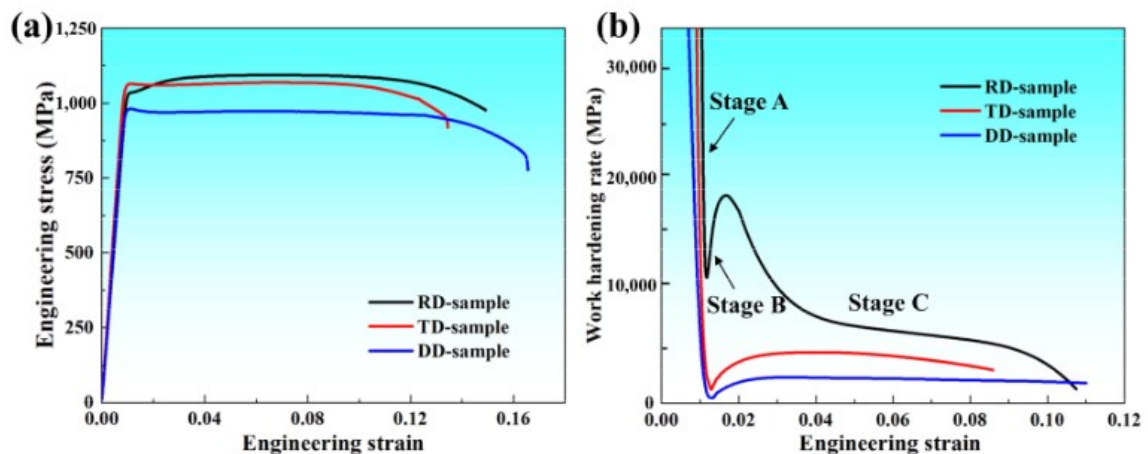


Figura 2.11: a) Curve di Sforzo-Deformazione; b) Curva del tasso di incrudimento. Eseguite lungo tre direzioni [24].

Per quanto riguarda la direzione di laminazione e la direzione trasversale, le curva di sforzo-deformazione è molto simile (lungo la direzione di laminazione il materiale presenta una tensione di snervamento leggermente minore ma una tensione di rottura leggermente maggiore), ma allo stesso tempo sono molto maggiori rispetto alla direzione diagonale.

Per il tasso di incrudimento invece la direzione di laminazione presenta un comportamento molto diverso rispetto alle altre due, con un picco centrale.

In un altro studio (Wahed et al, [25]) sono state condotte delle prove di trazione a caldo (hot-conditions) su provini ad osso di cane. Anche in questo caso le prove sono state condotte lungo

la direzione di laminazione (R_0), lungo la direzione trasversale (R_{90}) e lungo la direzione diagonale (R_{45}).

Le prove sono state condotte a diverse temperature (700 °C, 750 °C, 800 °C, 850 °C, 900 °C) per valutare le caratteristiche del materiale anche dopo la variazione di questo parametro (Figura 2.12).

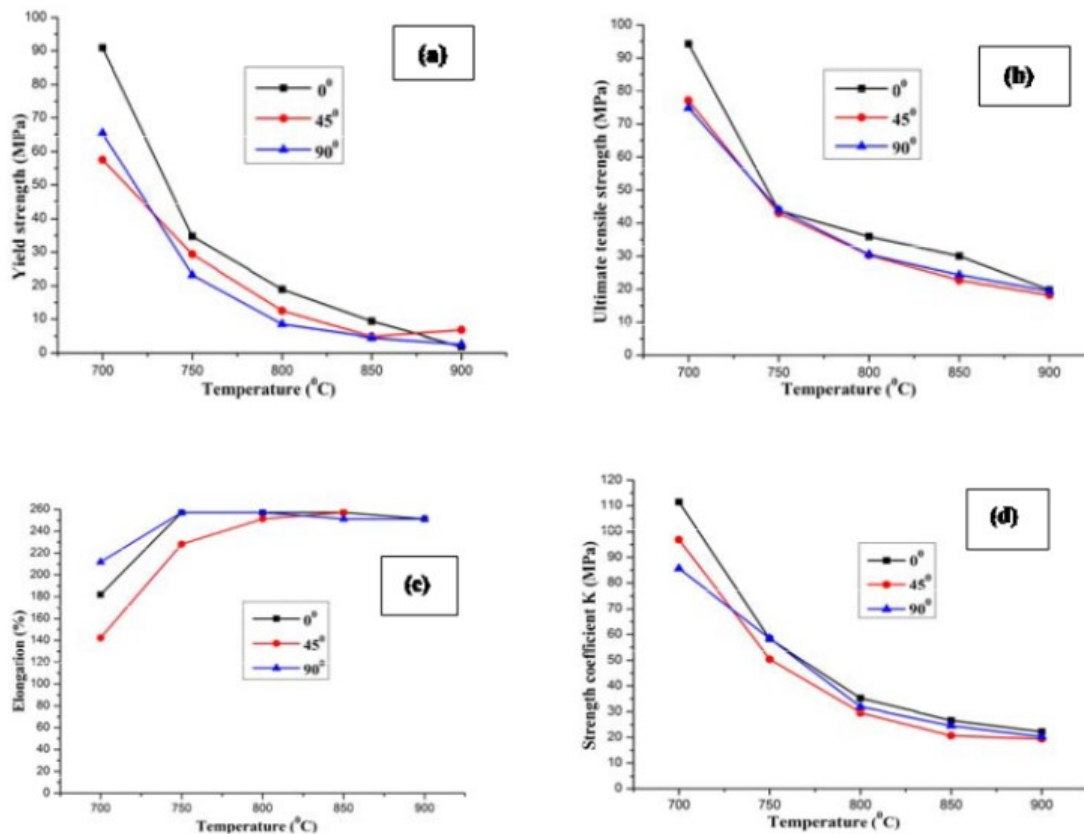


Figura 2.12: Variazione di differenti proprietà meccaniche: a) Tensione di Snervamento, b) Tensione di rottura, c) Allungamento d) Coefficiente di forza [25].

Si può notare che:

- Tensione di Snervamento: in generale la direzione di laminazione mostra una tensione di snervamento maggiore rispetto alle altre due direzioni, che sono simili per quasi tutto il range di temperatura. Dopo gli 875 °C la direzione diagonale diventa migliore.
- Tensione di Rottura: anche in questo caso la direzione di laminazione presenta una tensione di rottura migliore, mentre le rimanenti sono molto simili.
- Allungamento: in questo caso la direzione trasversale presenta un allungamento maggiore fino agli 800 °C, per poi ritornare ad assomigliarsi.

In generale quindi la direzione di laminazione ottiene quasi sempre le proprietà meccaniche migliori, mentre la direzione trasversale e la direzione diagonale hanno un comportamento variabile a seconda della temperatura.

2.4 STAMPAGGIO A CALDO

Lo stampaggio a caldo è un processo ibrido che combina lo stampaggio di lamiera e un trattamento termico (Figura 2.13). L'obiettivo è quello di ottenere proprietà meccaniche comparabili tra il pezzo formato e il pezzo iniziale [26].

I vantaggi principali di questo processo sono:

- ottenere la microstruttura desiderata;
- riduzione dell'effetto del ritorno elastico;
- buona formabilità ad alte temperature [27].

Grazie a questi vantaggi è possibile ottenere lamiere di spessore ridotto ma con geometrie complesse con un alto rapporto forza-massa e un'alta precisione geometrica.

Controllando i parametri di processo e cambiando le sequenze termo-meccaniche delle operazioni durante il processo di formatura è possibile ottenere componenti con diverse proprietà meccaniche [28].

Lo stampaggio a caldo per il titanio può essere classificato in [29]:

- stampaggio a caldo isothermico;
- stampaggio a caldo a matrice fredda;
- stampaggio con creep;
- stampaggio superplastico.

Lo stampaggio a caldo isothermico è quello più usato perché riesce ad ottenere una buona formabilità dei pezzi, una buona accuratezza nella formatura e un basso stress residuo.

Considerando le leghe ferrose il processo ha due varianti (Figura 2.14):

- stampaggio a caldo diretto;
- stampaggio a caldo indiretto.

Nella prima variante il materiale è scaldato e poi trasferito alla pressa. Viene pressato e formato a temperature superiori alla temperatura di austenizzazione. Viene infine temprato raffreddandolo a temperatura controllata nelle matrici dove è stato pressato.

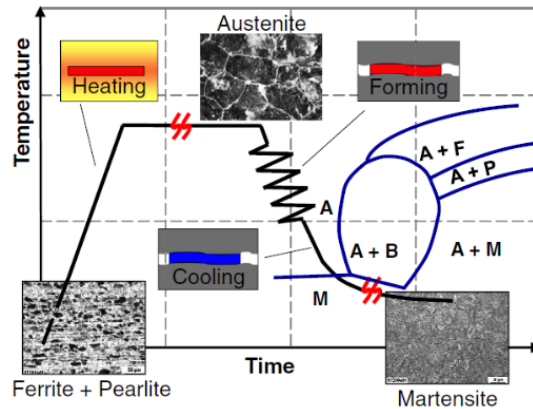


Figura 2.13: Diagramma Temperatura-Tempo del processo di stampaggio a caldo [30].

Nel processo indiretto il pezzo viene preformato a temperatura ambiente e successivamente scaldato e temperatura di austenizzazione. Viene poi trasferito nella pressa dove viene temprato nella matrice ed espulso. Successivamente viene ritagliato per ottenere il pezzo finale.

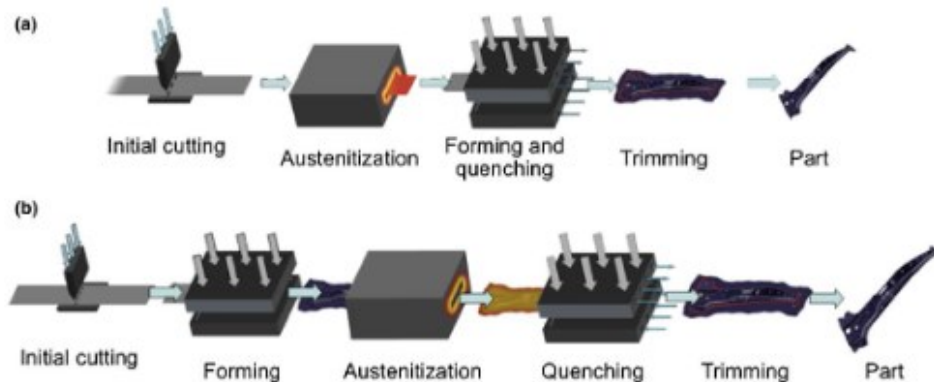


Figura 2.14: Varianti dello stampaggio a caldo: a) diretto, b) indiretto [30].

Per ottenere successo nello stampaggio a caldo di componenti in titanio è essenziale tenere in considerazione vari parametri: la sensibilità all'intaglio (con possibili rischi di fessurazioni e lacerazioni), il grippaggio, la limitata capacità di restringimento, l'infragilimento causato da surriscaldamento e assorbimento di gas, la lavorabilità limitata e l'effetto del ritorno elastico. Esistono anche altre tecniche di stampaggio che permettono di ottenere geometrie complesse.

2.4.1 STAMPAGGIO A CALDO DEL TITANIO

Sono già stati effettuati studi di fattibilità sullo stampaggio a caldo della lega di titanio. I risultati indicano che le finestre di lavorazione per il materiale durante lo stampaggio a caldo sono notevolmente ristrette, e un pezzo privo di cricche superficiali può essere ottenuto solo in un intervallo termico compreso tra 700°C e 850°C.

Nel corso del processo di stampaggio a caldo, la lamiera viene inizialmente riscaldata nel forno alla temperatura desiderata e successivamente ammollato per circa due minuti per migliorarne la duttilità. Segue un rapido trasferimento agli stampi di formatura a freddo e alla formatura. Durante queste fasi, la temperatura diminuisce rapidamente [31], [32].

La microstruttura delle leghe di titanio è nota per essere sensibile alle condizioni termomeccaniche di lavorazione. Durante il riscaldamento e l'ammollo, si verifica una trasformazione di fase da α a β , mentre la trasformazione inversa da β a α avviene durante i successivi processi di formatura e tempra a freddo. La temperatura di riscaldamento e il tempo di immersione influenzano la frazione volumetrica della fase β a una specifica temperatura di riscaldamento, mentre il percorso di raffreddamento determina la frazione volumetrica e la morfologia delle diverse fasi dopo l'estinzione. Di conseguenza, la formabilità e le proprietà post-forma delle leghe di titanio dipendono principalmente dalla storia di riscaldamento e raffreddamento del materiale [27].

Quando la temperatura di riscaldamento è inferiore a 750°C, le leghe di titanio mostrano un allungamento limitato durante lo stampaggio a caldo, risultando in rotture per fessurazione e ritorno elastico significativo. A differenza degli acciai, in cui il materiale viene riscaldato nella zona monofase, trasformando tutte le altre fasi in austenite, la formatura di leghe di titanio riscaldate nella zona monofase a una temperatura inferiore è infruttuosa a causa della scarsa duttilità causata dalla martensite, una caratteristica diversa dall'acciaio [30].

Non è possibile ottenere una parte di qualità se la microstruttura del pezzo grezzo è prevalentemente nella fase β . Ma, aumentare la temperatura di formatura rappresenta uno dei modi più efficaci per ridurre il ritorno elastico [33]. Tuttavia, per le leghe di titanio, tale approccio presenta un dilemma poiché la velocità di trasformazione della fase β , l'ingrossamento del grano e l'ossidazione, aumentano con la temperatura, specialmente quando questa si avvicina alla temperatura di β -Transus.

Pertanto, si pone una sfida nel bilanciare la riduzione del ritorno elastico con il miglioramento della formabilità. A causa di queste limitazioni, formare componenti dalla forma complessa mediante tecnologie di stampaggio a caldo risulta non avere una finestra precisa di lavorazione.

2.5 TRATTAMENTI TERMICI SUL TITANIO

Le proprietà delle leghe del titanio sono regolate dalla chimica e dalla microstruttura e dalla macrostruttura. Queste caratteristiche sono correlate tra loro.

La lavorazione termomeccanica svolge un ruolo fondamentale nella definizione della microstruttura e della macrostruttura di una determinata lega e la struttura può variare drasticamente con il trattamento termico.

In generale, il trattamento termico delle leghe di titanio è analogo a quello di altri sistemi di indurimento per precipitazione [8].

Un esempio di sequenza di trattamenti termici per aumentare la resistenza della lega consiste in:

1. Riscaldamento (Trattamento in soluzione): La lega di titanio viene riscaldata a una temperatura elevata per dissolvere gran parte o l'intera fase precipitata (α) nella matrice β .
Questo stadio è conosciuto come trattamento in soluzione e mira a creare una soluzione metastabile, mantenendo la fase α in soluzione durante il successivo processo di raffreddamento.
2. Raffreddamento (Tempra): Dopo il trattamento in soluzione, il materiale viene raffreddato rapidamente (quenched/temprato) a una velocità sufficiente per mantenere gran parte o tutta la fase α in soluzione metastabile.
Questo processo mira a evitare che la fase α precipiti in modo incontrollato, mantenendola in una fase metastabile.
3. Riscaldamento (Invecchiamento): Il materiale viene quindi riscaldato nuovamente, ma questa volta a una temperatura inferiore.
Questa fase è nota come invecchiamento e ha lo scopo di far precipitare la fase di rafforzamento (α) dalla matrice beta.
Una temperatura di invecchiamento più bassa porta a una maggiore quantità di precipitati e a precipitati più fini, aumentando così la resistenza del materiale.

I trattamenti termici sono applicati nei metalli anche per ottenere un rilassamento del materiale. Questo può portare una lavorabilità migliorata, una maggiore stabilità strutturale, una migliore resistenza alla frattura e una migliore risposta al creep [11].

Nella Figura 2.15 vengono riportati alcuni esempi di cicli termici che possono essere eseguiti su una lega di titanio.

Solitamente si manipolano le proprietà meccaniche di un materiale riscaldando il metallo portandolo ad una temperatura di transizione di fase. Un altro parametro importante per la microstruttura è la velocità con cui si raffredda il materiale [34].

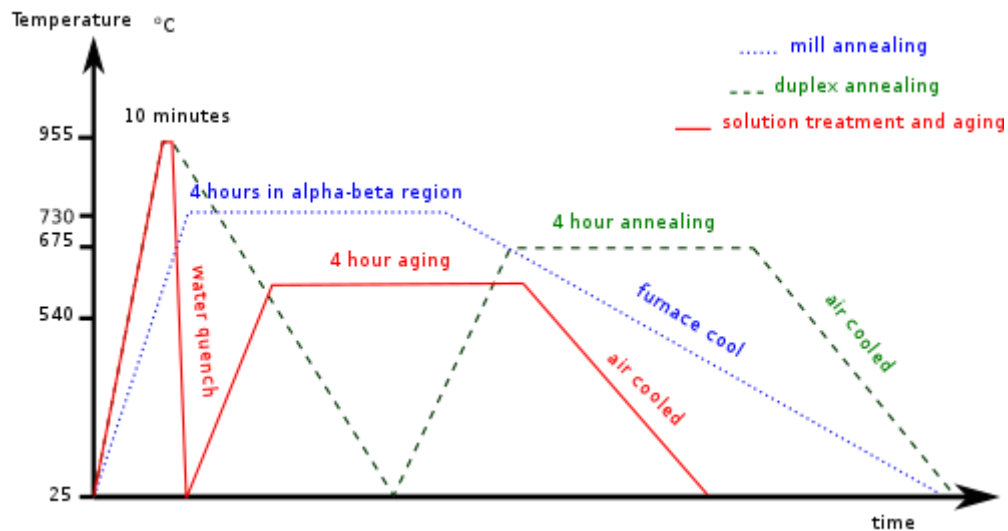


Figura 2.15: Alcuni trattamenti termici che possono essere eseguiti sul Ti6Al4V. Le temperature e la durata possono variare da produttore a produttore [18].

In base alla modalità e all'effetto ottenuto esistono diversi macrogruppi di trattamenti termici da eseguire sul titanio.

I trattamenti termici si classificano in:

- Stress Relieving (Rilassamento delle tensioni);
- Annealing (Ricottura);
- Solution Treating and Aging (Trattamento di soluzione e Invecchiamento).

Il primo gruppo ha lo scopo di alleviare le sollecitazioni residue generate dalla produzione.

Il secondo mira ad ottenere una combinazione ideale di duttilità, lavorabilità e stabilità strutturale/dimensionale.

Il terzo viene applicato per aumentare la resistenza del materiale [35].

2.5.1 STRESS RELIEVING

Il titanio e le leghe di titanio possono essere sottoposti a questo tipo di trattamento termico e riescono a mantenere un buon livello di resistenza o duttilità.

Esistono vari metodi per effettuare uno stress relieving ma quello termico è quello migliore dal punto di vista dei costi, dell'efficacia nel rimuovere le sollecitazioni residue e della semplicità di operazione [36].

Il trattamento di stress relieving diminuisce le tensioni residue indesiderate che possono essere presenti a seguito di lavorazioni da:

- stampaggio a caldo non omogeneo o deformazione da formatura a freddo e raddrizzatura;
- lavorazione asimmetrica di piastre o pezzi fucinati;
- saldatura e raffreddamento.

La rimozione di tali sollecitazioni permette alla microstruttura di essere più stabile ed elimina le condizioni sfavorevoli come la perdita di resistenza allo snervamento a compressione [37].

Un ciclo di rilassamento delle tensioni può essere omesso quando la sequenza di produzione comprende cicli di ricottura o indurimento come processo di distensione. Ad esempio, le sollecitazioni di forgiatura possono essere alleviate mediante ricottura prima della lavorazione [35].

Un tipico ciclo di Stress Relieving comprende il riscaldamento del pezzo alla temperatura di invecchiamento, mantenimento della temperatura per un periodo di tempo e infine un raffreddamento lento.

2.5.2 ANNEALING

La ricottura del titanio e delle leghe di titanio serve principalmente ad aumentare la tenacità alla frattura, la stabilità dimensionale e termica, la duttilità a temperatura ambiente e la resistenza al creep.

I principali trattamenti di annealing sono:

- Duplex Annealing;
- Annealing di ricristallizzazione;
- Beta Annealing;
- Annealing di laminazione.

Il ciclo termico deve essere scelto in base alla caratteristica del materiale che si vuole ottenere in quanto il miglioramento di una proprietà generalmente ha l'effetto contrario su un'altra.

Nella Figura 2.16 e nella Figura 2.17 vengono riportati graficamente rispettivamente i cicli di annealing e di beta annealing.

L'annealing duplex modifica le forme, le dimensioni e la distribuzione delle fasi al fine di migliorare la resistenza al creep o la tenacità alla frattura.

Nella lega Ti64 si possono eseguire due annealing consecutivi per migliorarne ulteriormente le caratteristiche: il primo trattamento termico è condotto vicino alla temperatura di β -transus al fine di globularizzare l' α deformato e ridurre la frazione volumetrica. Il secondo trattamento termico viene eseguito a temperatura più bassa al fine di promuovere la formazione di nuove lamelle (acicole) α tra le particelle globulari α . La formazione di α acicolare è correlata con un aumento della resistenza al creep e della tenacità alla frattura.

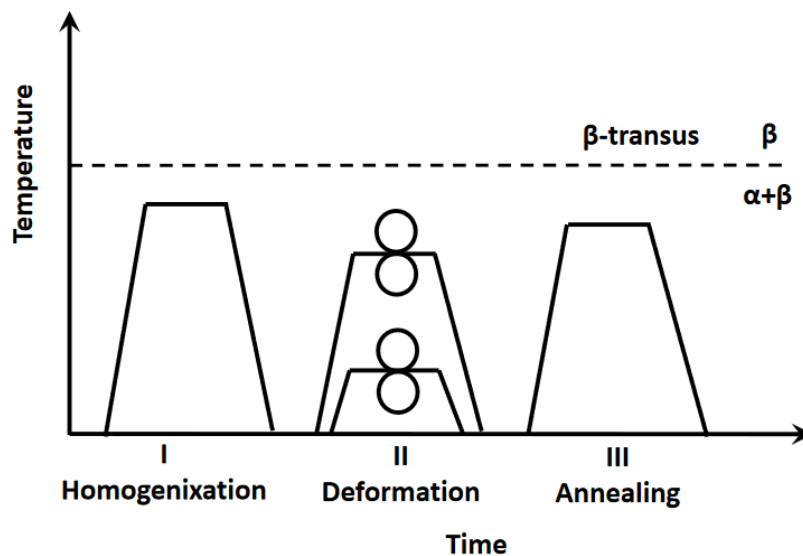


Figura 2.16: Processo di Annealing.

L'annealing di ricristallizzazione e l'annealing beta vengono impiegati per migliorare la resistenza alla frattura. Durante il processo di ricristallizzazione mediante annealing, la lega viene portata nella parte superiore dell'intervallo α - β , mantenuta a questa temperatura per un certo periodo e poi raffreddata molto lentamente. Negli ultimi anni l'annealing di ricristallizzazione ha preso il posto dell'annealing beta per i componenti critici coinvolti nella rottura delle strutture alari di veicoli aerospaziali.

Come nell'annealing di ricristallizzazione, anche il Beta Annealing contribuisce a migliorare la tenacità alla frattura. La differenza principale è che il trattamento termico viene eseguito a temperature superiori alla temperatura di β -Transus della lega che viene ricotta. Affinché il grano non cresca eccessivamente, la temperatura per l'annealing beta dovrebbe essere appena sopra la β -Transus. Il tempo di annealing dipende dallo spessore della sezione e deve essere abbastanza lungo per permettere una trasformazione completa, dalla superficie al cuore del

componente. Dopo la trasformazione, è consigliabile mantenere la temperatura il più bassa possibile per controllare la crescita del grano β . Per evitare la formazione di una fase ai bordi dei grani β , le sezioni più grandi devono essere temprate in acqua raffreddate a ventaglio.

Nella Figura 2.16 e nella Figura 2.17 vengono riportati graficamente rispettivamente i cicli di annealing e di beta annealing.

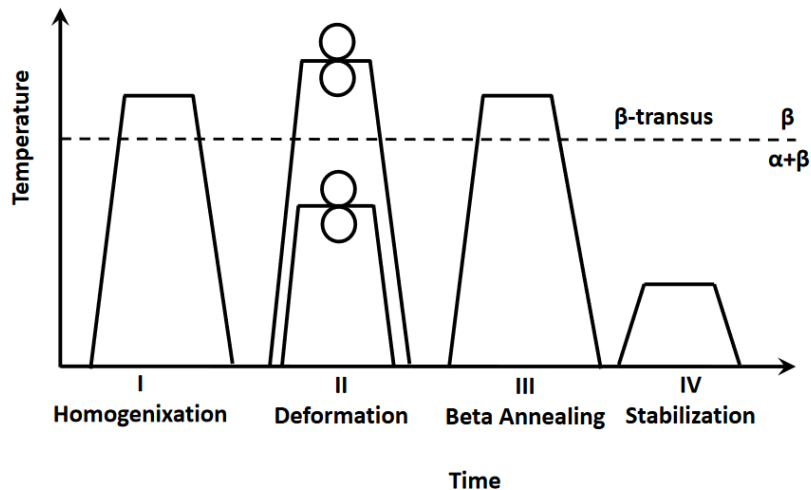


Figura 2.17: Processo di Beta Annealing.

L'annealing di laminazione è un trattamento generico dato a tutti i prodotti di laminazione. Non è un annealing completo e può lasciare tracce di lavorazione a freddo o caldo nelle microstrutture dei prodotti pesantemente lavorati, in particolare la lamiera.

Molte leghe di titanio vengono sottoposte a questo trattamento e commercialmente vengono vendute o usate nello stato annealed/ricotto [35].

2.5.3 SOLUTION TREATMENT AND AGING

Un'ampia gamma di livelli di resistenza può essere ottenuta in leghe α - β o β attraverso il trattamento termico di soluzione e invecchiamento. Tranne che per qualche lega d'eccezione, l'origine delle risposte al trattamento termico delle leghe di titanio risiede nell'instabilità della fase β a temperature più basse.

Il riscaldamento di una lega α - β alla temperatura di trattamento di soluzione produce un rapporto più alto di fase β . Questa suddivisione delle fasi viene mantenuta dalla tempra e durante l'invecchiamento successivo avviene la decomposizione della fase β instabile, fornendo alta resistenza.

Le leghe β commerciali sono generalmente fornite nello stato trattato in soluzione e hanno solo bisogno di essere invecchiate. Componenti spessi e sottili della stessa lega possono essere trattati insieme in soluzione, ma il tempo a temperatura è determinato dalla sezione più spessa. Il trattamento in soluzione delle leghe di titanio generalmente comporta il riscaldamento a temperature leggermente superiori o leggermente inferiori alla temperatura di β -Transus.

La temperatura di trattamento in soluzione selezionata quindi dipende dal tipo di lega, ma anche da altri fattori.

Se è necessario un ri-riscaldamento, i tempi di permanenza dovrebbero essere solo il tempo necessario per ottenere una soluzione completa. Le temperature di trattamento in soluzione per le leghe β sono al di sopra della temperatura di β -Transus in quanto non essendo presente una seconda fase, la crescita del grano può procedere rapidamente.

Per le leghe α - β la selezione della temperatura di trattamento in soluzione si basa sulla combinazione delle proprietà meccaniche desiderate dopo l'invecchiamento. Una variazione della temperatura di trattamento in soluzione delle leghe α - β altera le quantità di fase β e cambia di conseguenza la risposta all'invecchiamento.

Per ottenere alta resistenza con adeguata duttilità, è necessario trattare in soluzione a una temperatura elevata nel campo α - β , poco al di sotto della temperatura di β -Transus della lega. Se è richiesta alta tenacità alla frattura o migliorata resistenza alla corrosione da stress, può essere auspicabile il β -Annealing o il trattamento in soluzione β . Tuttavia, il trattamento termico delle leghe α - β comporta una significativa perdita di duttilità [35].

Nella Figura 2.18 viene riportato un esempio di ciclo di Solution Treating and Aging.

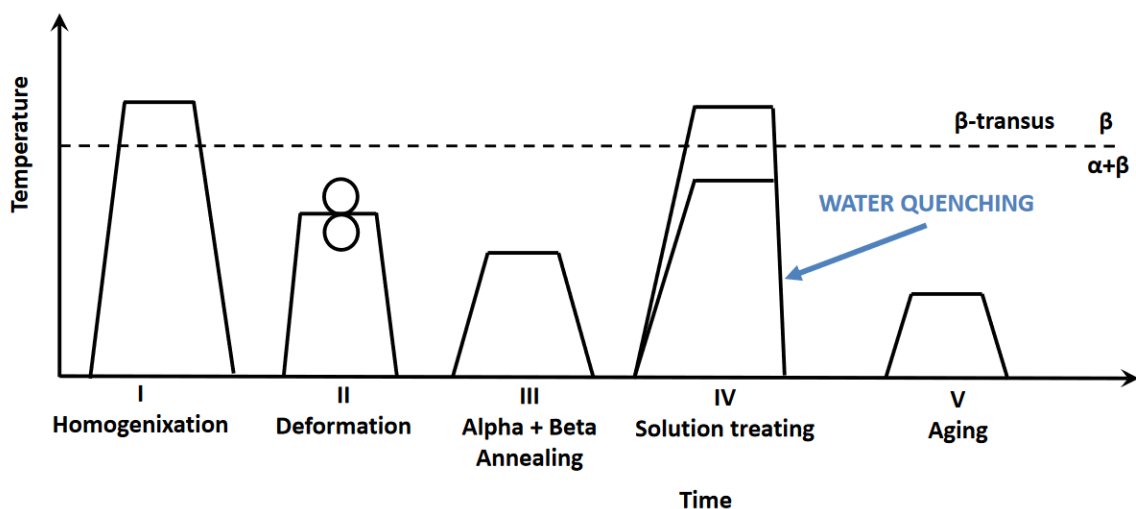


Figura 2.18: Processo di Solution Treating and Aging.

2.6 TRATTAMENTI TERMICI SULLA LEGA TI-6AL-4V

Le proprietà di una lega dipendono dalla sua configurazione microstrutturale.

La microstruttura di una lega può assumere numerose configurazioni e queste dipendono da molti fattori:

- Configurazione e composizione della microstruttura nel materiale as-delivered;
- Dimensioni del pezzo da lavorare;
- Storia delle deformazioni subite;
- Storia dei trattamenti termici subiti;
- Storia dei raffreddamenti subiti.

Nel Ti-6Al-4V la composizione chimica è fissata e deve contenere una certa percentuale di elementi leganti e una percentuale massima di altri elementi interstiziali.

Tuttavia, microscopicamente possono variare le dimensioni dei grani e la disposizione di essi. Macroscopicamente è necessario conoscere la direzione di laminazione e i trattamenti termici subiti dal materiale as-delivered.

Per ottenere una microstruttura omogenea tra la superficie di un pezzo di dimensioni maggiori ed il suo cuore è necessario sottoporlo ad un trattamento termico per un tempo maggiore rispetto ad un pezzo di sezione minore, come nel caso di una lamiera.

Se viene applicata una deformazione in una zona precisa, o lungo una direzione che coincide o diverge dalla direzione di laminazione, può provocare una variazione locale di microstruttura, e per la natura anisotropa del materiale è fondamentale conoscere l'intensità e la direzione della sollecitazione applicata. Anche la velocità di deformazione $\dot{\epsilon}$ con cui viene deformato il materiale è un parametro fondamentale da tenere in considerazione.

La tipologia di trattamento termico viene scelta in base alle proprietà che si vogliono dare alla lega. La velocità con cui viene riscaldato un materiale ed il tempo al quale viene mantenuta una determinata temperatura sono i parametri fondamentali per definire un ciclo termico. Se la lega viene riscaldata sopra la temperatura di β -Transus si avrà un aumento di fase β e di conseguenza un aumento di duttilità.

La velocità e quindi il mezzo con cui viene raffreddato un materiale sono altri parametri fondamentali.

Un componente può essere raffreddato in aria, in acqua (tempra) o in modo controllato (con un forno). Una tempra, e quindi una velocità di raffreddamento maggiore, tenderà a creare strutture martensitiche, aumentando la durezza ma diminuendo la duttilità del materiale.

2.6.1 CICLI TERMICI

Il trattamento termico da utilizzare quindi va valutato caso per caso e la microstruttura che ne deriva è molto dipendente dalla microstruttura di partenza.

Tuttavia, si possono stabilire una serie di trattamenti per il Ti-6Al-4V in base alla temperatura di β -Transus della lega.

Di seguito vengono riportati i trattamenti più usati nella lavorazione di lamiere di titanio di grado 5.

Gruppo Annealing:

- Stress Relief Annealing: dalle 2 alle 4 ore a 595 °C -> raffreddamento in aria.
- Mill Annealing: 2 ore a 735 \pm 15 °C -> raffreddamento in aria.
- Annealing for Continuously Rolled Sheet: 5 min a 870 °C -> rapido raffreddamento in forno -> 5 min a 595 °C -> raffreddamento in aria.
- Recrystallization Annealing: 4 o più ore a 925 °C -> raffreddamento in forno fino a 760 °C a 55 °C/h (o meno) -> raffreddamento fino a 480 °C a 370 °C/h -> raffreddamento in aria.
- Duplex Annealing: 10 min a 940 °C -> raffreddamento in aria -> 4 ore a 675 °C -> raffreddamento in aria.

Gruppo Solution Treatment:

- Solution Treatment: 10 min a 940 °C -> raffreddamento in acqua.
- Solution Treatment and Aging: 10 min a 940°C -> raffreddamento in acqua -> riscaldamento per 4 ore tra i 510 e i 540 °C -> raffreddamento in aria.
- Solution Treatment and Overaging 10 min a 940°C -> raffreddamento in acqua -> riscaldamento per 4 ore a 675 °C -> raffreddamento in aria.

Gruppo Beta:

- Beta Annealing: 30 min a 1035 °C -> raffreddamento in aria -> successivo riscaldamento per 2 ore a 730 °C -> raffreddamento in aria.

- Beta STA (Solution Treat and Aging): 30 min a 1035 °C -> raffreddamento in acqua -> riscaldamento per 4 ore tra i 510 e i 675°C.
- Beta STOA (Solution Treat and Overaging): 30 min a 1035 °C, raffreddamento in acqua -> successivo riscaldamento dalle 2 alle 4 ore tra i 675 e i 730 °C.

Il gruppo dei trattamenti “Beta” hanno in comune nella prima parte del trattamento la caratteristica di superare la temperatura di β -Transus (995 °C).

I trattamenti di soluzione non superano la temperatura di β -Transus ma ne stanno di poco al di sotto (940 °C).

2.6.2 CARATTERISTICHE DEI TRATTAMENTI

Nella Tabella 4 vengono riportate le caratteristiche meccaniche e il tipo di microstruttura teorica derivanti da questi trattamenti.

Trattamento Termico	σ_y [MPa]	σ_r [MPa]	Allungamento Percentuale	Microstruttura
Stress Relief Annealing	774	853	11.2	Grani di α primaria + fase β , struttura equiassica.
Mill Annealing	869	930	15	Grani di α primaria + fase β , struttura equiassica.
Annealing for Continuously Rolled Sheet	852	993	21	Grani di α primaria + fase β , struttura equiassica.
Recrystallization Annealing	860	930	10	Grani di α equiassici di grosse dimensioni + fase β .
Duplex Annealing	814	892	12	Microstruttura duplex: grani equiassici di α primaria + strutture lamellare di α secondaria + fase β
Solution Heat Treatment	951	1117	17	Struttura lamellare di α + fase β .

Solution Treatment and Aging	1181	1270	16	Struttura lamellare di α + fase β .
Solution Treatment and Overaging	1069	1186	16	Struttura lamellare di α + fase β .
Beta Annealing	913	982	12	α' Widmanstätten + fase β .
Beta STA	1069	1172	8	α' martensitica aciculare + fase β .
Beta STOA	860	938	11	α' martensitica aciculare + fase β .

Tabella 4: Trattamenti Termici sul Ti64 e loro caratteristiche.

I trattamenti che in generale permettono di raggiungere le caratteristiche meccaniche migliori sono i trattamenti di soluzione. In generale si osserva che le caratteristiche meccaniche e la microstruttura sono diverse tra i gruppi ma simili tra cicli dello stesso gruppo.

2.7 PROVE DI TRAZIONE

La prova di trazione è uno dei test meccanici più comuni utilizzati per determinare le proprietà meccaniche dei materiali, come la resistenza, l'allungamento e la rigidità. Questa prova viene eseguita solitamente su un campione di forma cilindrica o prismatica, che viene sottoposto a uno sforzo di trazione applicato gradualmente fino alla rottura del materiale.

Dalla curva della prova di trazione è possibile estrarre diverse proprietà meccaniche del materiale, tra cui:

- La resistenza massima allo sforzo: Indica la massima resistenza che il materiale può sopportare prima di raggiungere il punto di rottura.
- Il modulo di elasticità: Indica la rigidità del materiale, cioè la sua capacità di resistere alla deformazione elastica.
- L'allungamento a rottura: Indica la quantità di deformazione che il materiale subisce prima di rompersi.
- La resilienza: Indica l'energia assorbita dal materiale prima della rottura.

2.7.1 CURVA INGEGNERISTICA E CURVA REALE

Dalla prova di trazione è possibile tracciare due tipologie di curve di sforzo-deformazione: la curva ingegneristica e la curva reale.

Entrambe forniscono informazioni importanti sul comportamento del materiale sotto carico di trazione, ma utilizzano approcci leggermente diversi per interpretare i dati.

Curva Ingegneristica:

La curva ingegneristica mostra la relazione tra lo sforzo applicato (stress) e la deformazione del materiale (strain), dove lo sforzo è calcolato dividendo la forza applicata sulla sezione trasversale originale del campione. Quindi, lo sforzo ingegneristico (σ) è calcolato come:

$$\sigma = \frac{F}{A_0}$$

dove F è la forza applicata e A_0 è l'area trasversale originale del campione.

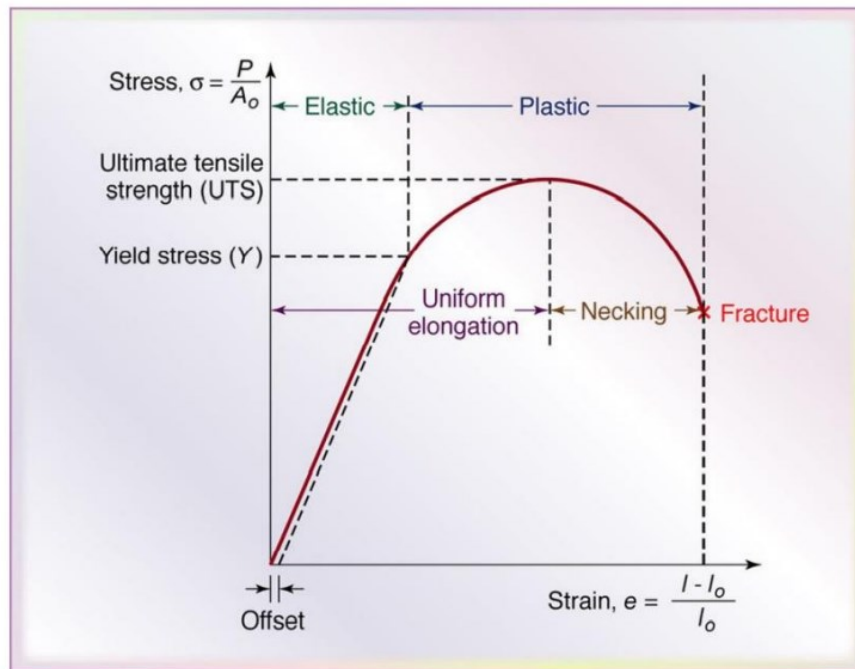


Figura 2.19: Curva Ingegneristica [38].

Nella curva ingegneristica, la deformazione viene misurata in termini di allungamento relativo rispetto alla lunghezza originale del campione.

Questa curva è caratterizzata da un andamento crescente dello sforzo fino a raggiungere la massima resistenza allo sforzo (UTS), dopo di che il materiale subisce una deformazione significativa e infine è portato a rottura (Figura 2.19).

Curva Reale (o True Stress-Strain Curve):

La curva reale, o curva True Stress-Strain, prende in considerazione la variazione dell'area trasversale del campione durante la prova di trazione.

Lo sforzo reale σ_r è calcolato dividendo la forza applicata sull'area trasversale istantanea del campione, quindi:

$$\sigma_r = \frac{F}{A}$$

dove A è l'area trasversale istantanea del campione.

La deformazione è calcolata in modo simile alla curva ingegneristica, come l'allungamento relativo rispetto alla lunghezza originale del campione.

Nella curva reale, la resistenza allo sforzo e l'allungamento a rottura possono essere diversi rispetto alla curva ingegneristica poiché tengono conto della riduzione dell'area trasversale del campione durante il test (Figura 2.20).

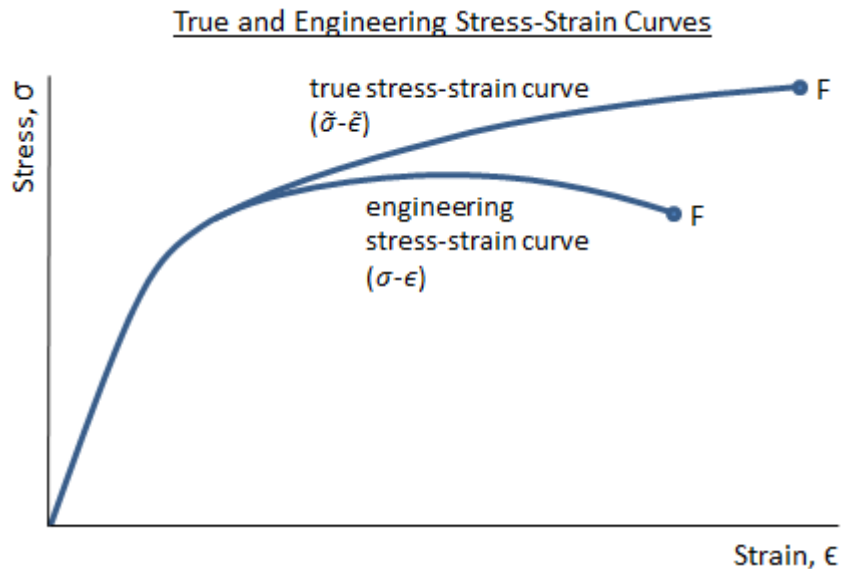


Figura 2.20: Confronto tra curva reale e curva ingegneristica.

La curva reale mostra un comportamento più conservativo del materiale rispetto alla curva ingegneristica, in quanto tiene conto della diminuzione dell'area trasversale durante la prova di trazione.

In sintesi, le curve forniscono informazioni importanti sul comportamento del materiale durante una prova di trazione, la curva ingegneristica è più comune e più facile da interpretare, mentre la curva reale fornisce una rappresentazione più accurata del comportamento del materiale considerando la variazione dell'area trasversale durante la deformazione.

La curva di trazione inoltre è suscettibile alla temperatura, come mostrato in Figura 2.21.

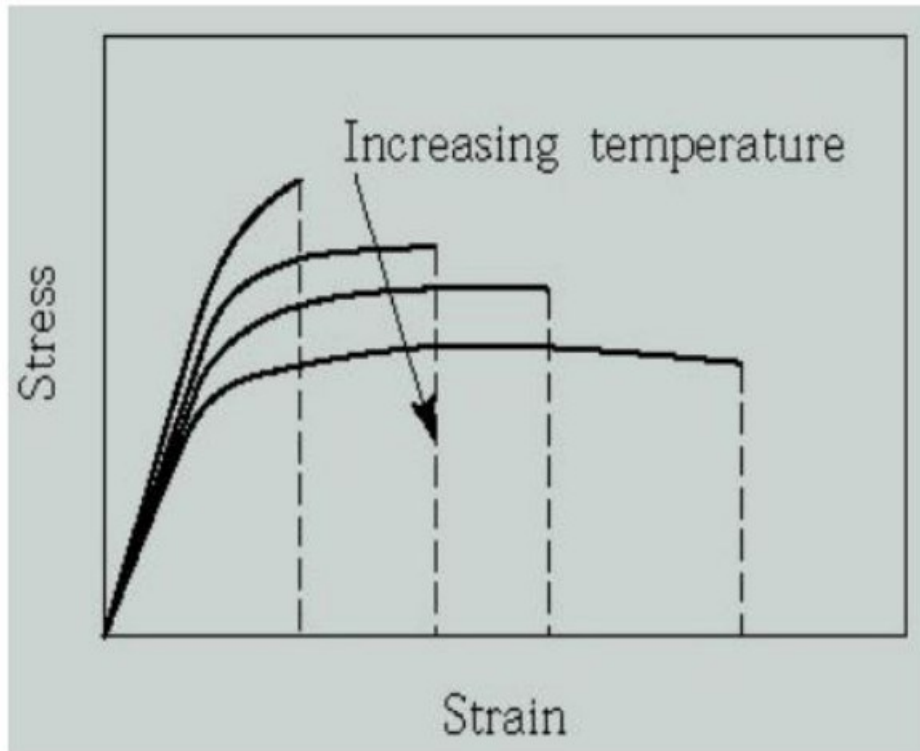


Figura 2.21: Effetto della temperatura sulla curva di una prova di trazione [38].

L'incremento di temperatura determina una diminuzione del modulo elastico, del valore della tensione di snervamento e del valore di tensione ultima, mentre determina un incremento di duttilità e di tenacità.

2.7.2 TEMPERATURA OMOLOGA

Il concetto di temperatura omologa è utilizzato per valutare e comparare il comportamento di materiali a diverse temperature. Si basa sul principio che, per molti materiali, il loro comportamento a temperature diverse può essere descritto in modo simile se viene considerata la temperatura in rapporto a una temperatura di riferimento chiamata appunto temperatura omologa.

La temperatura omologa T_H è definita come:

$$T_H = \frac{T}{T_m}$$

Dove:

- T è la temperatura attuale.
- T_m è la temperatura di fusione del materiale/di ricristallizzazione.

Quando la temperatura omologa è uguale a 1 ($TH=1$), significa che il materiale è alla sua temperatura di fusione. Quando la temperatura omologa è inferiore a 1 ($TH<1$), il materiale è a temperature inferiori alla sua temperatura di fusione, mentre se è superiore a 1 ($TH>1$), il materiale è a temperature superiori alla sua temperatura di fusione.

Nel caso delle lavorazioni si usa la temperatura omologa per definire le condizioni in cui il materiale sta venendo lavorato [38]:

- Cold working: $TH < 0,3$
- Warm working: $0,3 < TH < 0,5$
- Hot working: $0,6 < TH$

Nel caso della Lega Ti-6Al-4V, considerando la temperatura di fusione di 1670 °C, si possono definire in questo modo le diverse condizioni:

Cold working: $T < 500^\circ\text{C}$

Warm working: $500^\circ\text{C} < T < 835^\circ\text{C}$

Hot working: $1000^\circ\text{C} > T$

2.7.3 MODELLO DI HOLLOMON

Il modello di Hollomon caratterizza il comportamento plastico del materiale [38] ed è costituito dalla seguente equazione:

$$\sigma = K\varepsilon^n$$

Dove:

σ è la tensione reale [MPa] (con $\sigma \geq \sigma_{snervamento}$);

ε è la deformazione reale;

K è una costante del materiale che dipende dalla temperatura. Coincide con σ quando $\varepsilon=1$;

n è il fattore di incrudimento del materiale;

Un materiale con un fattore di incrudimento n maggiore ha una risposta alla deformazione più sensibile alla variazione della deformazione stessa e indica che piccole variazioni nella deformazione comportano variazioni proporzionalmente maggiori dello sforzo richiesto per la deformazione stessa.

Un n maggiore significa che il materiale tende a diventare più rigido durante la deformazione, poiché lo sforzo necessario per deformare il materiale aumenta più rapidamente con l'aumentare della deformazione.

Quindi rende il comportamento del materiale durante la deformazione plastica maggiormente non lineare, poiché la relazione tra sforzo e deformazione dipende maggiormente dalla deformazione stessa.

In sostanza, un n maggiore indica una maggiore sensibilità del materiale alla deformazione, con un comportamento più rigido e una risposta non lineare più pronunciata durante la deformazione plastica.

3. MATERIALI E METODI

In questa sezione saranno presentati i metodi con cui sono state eseguite le prove sperimentali.

3.1 MATERIALE: TI-6AL-4V

Si è scelto di effettuare le prove sperimentali su una lamiera di Ti-6Al-4V di spessore di 1mm. La microstruttura di partenza è una struttura equiassica a grani fini di fase α + fase β (Figura 3.1).

I provini ad osso di cane sono stati ricavati lungo la direzione di laminazione tramite taglio laser.

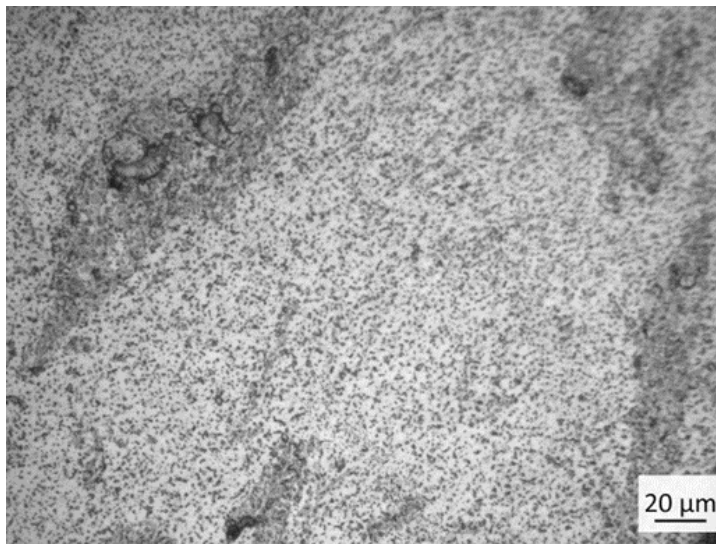


Figura 3.1: Microstruttura del materiale as-delivered.

3.2 TRATTAMENTI TERMICI

Dalla lista dei trattamenti trattati nella Tabella 4 sono stati selezionati e aggiunti alcuni trattamenti termici da effettuare sulla lamiera in nostro possesso per valutarne gli effetti sulla microstruttura:

- 1035 °C 5 min.
- 1035 °C 15 min.
- 1035 °C 30 min.
- Beta Annealing.

- Beta STA.
- Beta STOA.
- Beta Annealing 1 min.
- Beta Annealing 3 min.
- 700°C 1 min. AC.
- 700°C 1 min. WC.
- 1035 °C 1 min. -> 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 600°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 800°C 1 min.

Questi trattamenti sono stati divisi in gruppi in base al criterio per cui sono stati eseguiti.

3.2.1 PRIMO GRUPPO DI TRATTAMENTI

- Beta Annealing.
- Beta STA.
- Beta STOA.

Questo gruppo (Figura 3.2) racchiude i trattamenti che prevedono un riscaldamento del materiale sopra la temperatura di β -Transus. In particolare, nel nostro caso, la temperatura a cui sono stati riscaldati i campioni è stata di 1035 °C.

I trattamenti sono stati eseguiti seguendo le procedure descritte nel paragrafo precedente:

- Beta Annealing: riscaldamento fino a 1035 °C -> 30 min. a 1035 °C -> raffreddamento in aria -> riscaldamento fino a 700°C -> 2 ore a 700 °C -> raffreddamento in aria.
- Beta STA: riscaldamento fino a 1035 °C -> 30 min. a 1035 °C -> raffreddamento in acqua -> riscaldamento fino a 600°C -> 4 ore a 600 °C -> raffreddamento in acqua.
- Beta STOA: riscaldamento fino a 1035 °C -> 30 min. a 1035 °C -> raffreddamento in acqua -> riscaldamento fino a 700°C -> 2 ore a 700 °C -> raffreddamento in acqua.

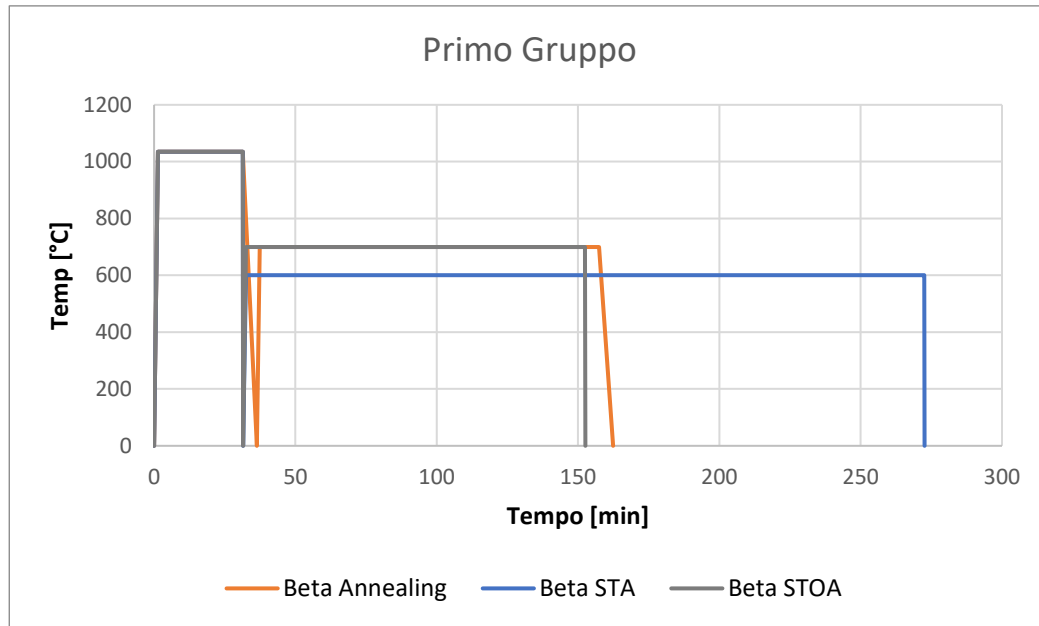


Figura 3.2: Primo gruppo di Trattamenti.

3.2.2 SECONDO GRUPPO DI TRATTAMENTI

- 1035 °C 5 min.
- 1035 °C 15 min.
- 1035 °C 30 min.

Il secondo gruppo (Figura 3.3) di trattamenti è stato scelto per valutare l'influenza del tempo di permanenza ad una temperatura superiore al β -Transus sulla lega.

I trattamenti sono stati eseguiti secondo queste procedure:

- Riscaldamento fino a 1035 °C -> 1035 °C 5 min. -> raffreddamento in acqua.
- Riscaldamento fino a 1035 °C -> 1035 °C 15 min. -> raffreddamento in acqua.
- Riscaldamento fino a 1035 °C -> 1035 °C 30 min. -> raffreddamento in acqua.

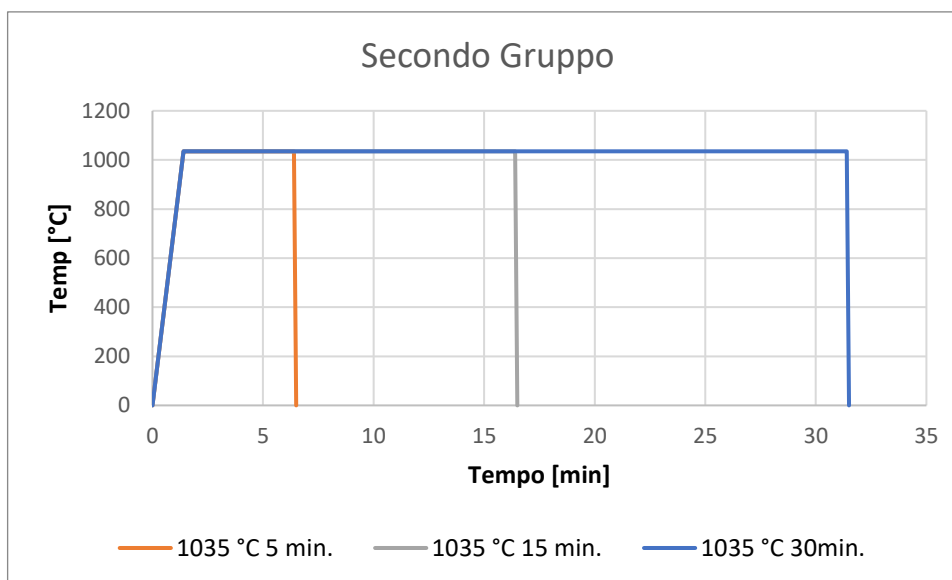


Figura 3.3: Secondo gruppo di Trattamenti.

3.2.3 TERZO GRUPPO DI TRATTAMENTI

- 700°C 2 ore. AC.
- 700°C 2 ore. WC.

Questo gruppo (Figura 3.4) è stato scelto per valutare gli effetti che ha la modalità di raffreddamento sulla microstruttura del materiale. È stata scelta questa temperatura in quanto i trattamenti solitamente terminano con una fase di ricottura effettuata a una temperatura inferiore al β -Transus.

I trattamenti sono stati eseguiti secondo queste procedure:

- 700°C 1 min. AC: Riscaldamento fino a 700 °C -> 700 °C 2 ore. -> raffreddamento in aria (AC, Air Cooled).
- 700°C 1 min. WC: Riscaldamento fino a 700 °C -> 700 °C 2 ore. -> raffreddamento in acqua (WC, Water Cooled).

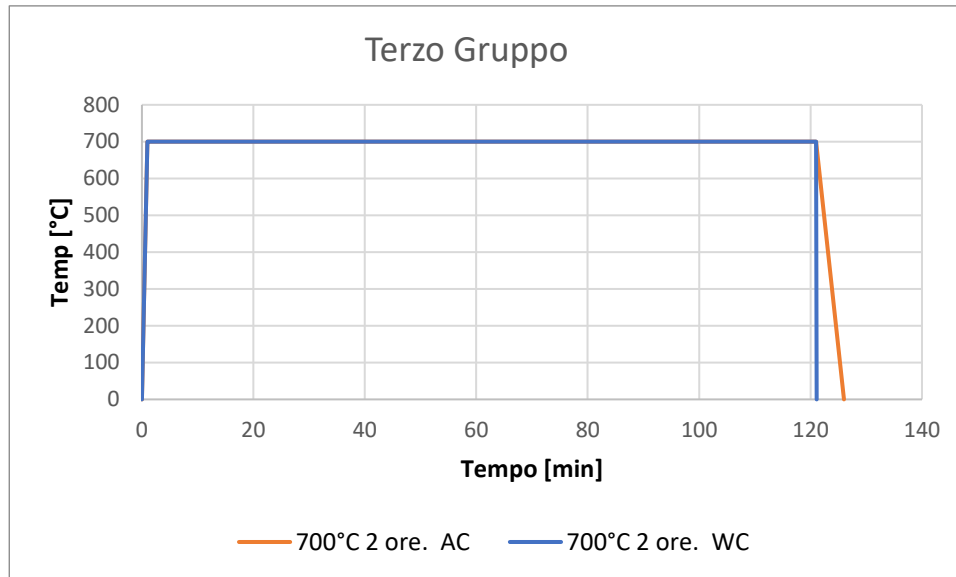


Figura 3.4: Terzo gruppo di Trattamenti.

3.2.4 QUARTO GRUPPO DI TRATTAMENTI

- Beta Annealing 1 min.
- Beta Annealing 3 min.

Questi trattamenti (Figura 3.5) sono stati eseguiti per valutare l'influenza del tempo di permanenza ad una temperatura superiore al β -Transus in un ciclo di Beta Annealing.

Sono stati aggiunti questi trattamenti in quanto riscaldare e mantenere a temperatura superiore al β -Transus il materiale e l'equipaggiamento per effettuare lo stampaggio a caldo è la parte del processo che comporta più costi e più usura.

Quindi si è scelto di modificare la componente a 1035°C del ciclo di Beta Annealing, riducendone il tempo:

- Beta Annealing: riscaldamento fino a 1035 °C -> 1 min. a 1035 °C -> raffreddamento in aria -> riscaldamento fino a 700°C -> 2 ore a 700 °C -> raffreddamento in aria.
- Beta Annealing: riscaldamento fino a 1035 °C -> 3 min. a 1035 °C -> raffreddamento in aria -> riscaldamento fino a 700°C -> 2 ore a 700 °C -> raffreddamento in aria.

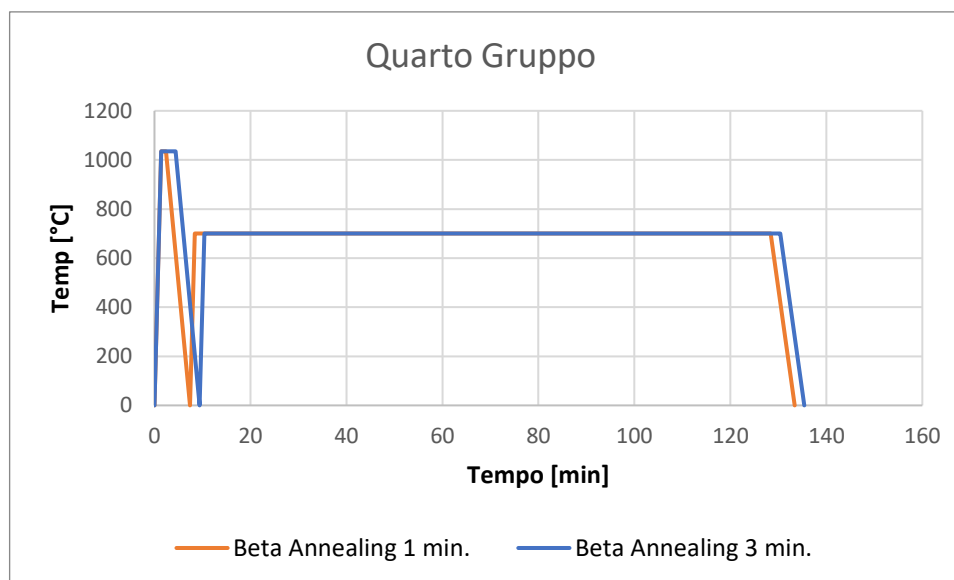


Figura 3.5: Quarto gruppo di Trattamenti.

3.2.5 QUINTO GRUPPO DI TRATTAMENTI

- 1035 °C 1 min. -> 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 600°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 800°C 1 min.

Questo gruppo di trattamenti (Figura 3.6) è stato eseguito modificando un ciclo di Beta Annealing.

L'obiettivo di questo gruppo è quello di determinare i cambiamenti determinati dalla minimizzazione di tutti i tempi di permanenza alle temperature del ciclo di Beta Annealing e valutare diverse temperature della parte del ciclo associata dalla ricottura e come queste influenzano le caratteristiche finali della lega.

I cicli termici sono stati eseguiti con queste modalità:

- 1035 °C 1 min. -> 700°C 1 min.: riscaldamento fino a 1035 °C -> 1 min. a 1035 °C -> raffreddamento in aria -> riscaldamento fino a 700°C -> 1 min a 700 °C -> raffreddamento in aria.
- 1035 °C 1 min. -> 600°C 1 min.: riscaldamento fino a 1035 °C -> 1 min. a 1035 °C -> raffreddamento fino a 600°C -> 1 min a 600 °C -> raffreddamento in aria.
- 1035 °C 1 min. -> 800°C 1 min.: riscaldamento fino a 1035 °C -> 1 min. a 1035 °C -> raffreddamento fino a 800°C -> 1 min a 800 °C -> raffreddamento in aria.

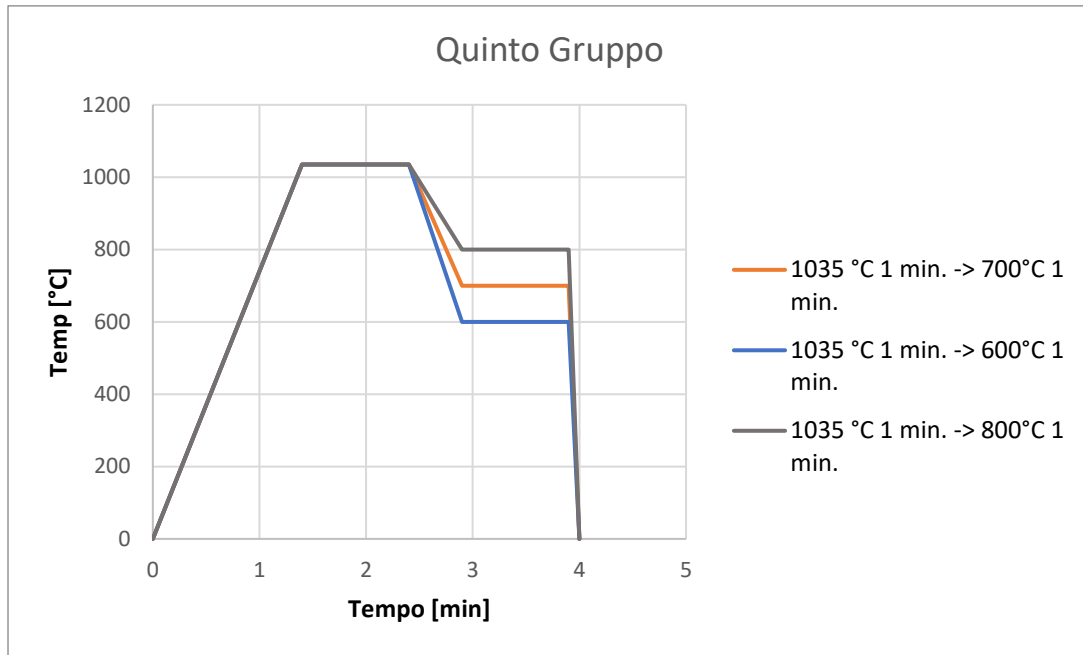


Figura 3.6: Quinto gruppo di Trattamenti.

3.2.6 STRUMENTAZIONE UTILIZZATA



Figura 3.7: Forno tubolare utilizzato per applicare i trattamenti.

I provini dei primi 4 gruppi sono stati trattati termicamente usando un forno tubolare Carbolite® Gero TS1-1200 (Figura 3.7) per ottenere un trattamento omogeneo lungo tutta la sezione del campione.

Durante la fase di riscaldamento è stata impostata una velocità di riscaldamento di 10°C/s per evitare shock termici. La temperatura effettiva all'interno della camera del forno è stata impostata tramite il sistema di controllo del forno. Durante il trattamento è stata misurata tramite termocoppia collegata ad un lettore di termocoppie e infine regolata per evitare una differenza elevata tra temperatura impostata dal sistema di controllo e temperatura voluta del trattamento.

I provini del quinto gruppo, per simulare un vero ciclo di stampaggio e per la caratteristica di questo gruppo di avere tempi-ciclo ridotti, sono stati trattati termicamente direttamente nella macchina utilizzata per le prove di trazione a caldo.

3.3 ANALISI MICROSTRUTTURALE E PROVE DI MICRODUREZZA

Sono state condotte delle prove di microdurezza sui provini per valutare come questa caratteristica varia in base al trattamento termico selezionato.

Le prove di microdurezza sono state eseguite sulla sezione trasversale della zona centrale (Figura 3.8) del provino. Questa zona è quella di maggiore interesse in quanto è la zona dove avverranno le fratture nelle successive prove di trazione. È fondamentale eseguirle in questa sezione in quanto in questo modo si potranno equiparare i risultati delle prove eseguite nei provini pre-deformazione e post-deformazione.

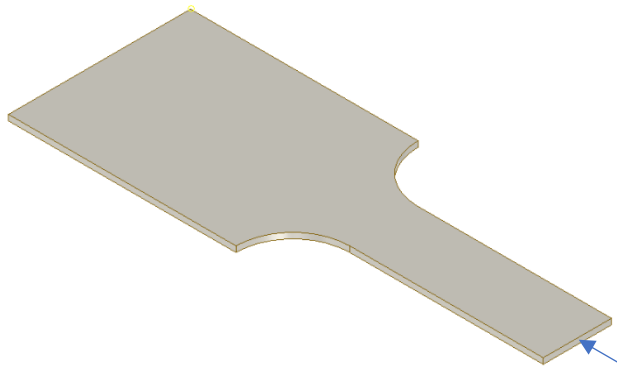


Figura 3.8: Sezione trasversale su cui sono state eseguite le prove di microdurezza.

Sono state eseguite delle prove di microdurezza anche lungo la sezione longitudinale (Figura 3.9) per valutare la variazione di microdurezza dalla zona di frattura verso una zona dove non sono state subite variazioni e quindi ottenere un profilo di microdurezza.

La sezione vista in Figura 3.8 è identificata con sezione A, la sezione della Figura 3.9 con sezione B.

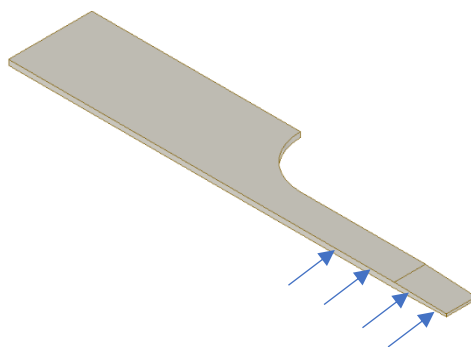


Figura 3.9: Sezione longitudinale su cui sono state eseguite le prove di microdurezza

Per realizzare i campioni, ai provini vengono applicate le seguenti procedure:

1. Taglio della sezione;
2. Inglobatura;
3. Lucidatura;
4. Attacco chimico.

Taglio della sezione: Il provino viene fissato e viene tagliato a metà attraverso l'uso di una troncatrice. Successivamente si esegue un altro taglio ad una distanza di circa 5mm dal taglio iniziale per avere un campione di dimensioni adatte all'inglobatura.

Inglobatura: Il campione viene inserito all'interno della macchina insieme a del polimero per produrre un campione più semplice da maneggiare.

Lucidatura: I campioni vengono lucidati attraverso diversi step con carta abrasiva a finezza crescente tramite una lucidatrice automatica. Le carte abrasive utilizzate sono: P180, P320, P500, P800, P1200, P2400, P4000. Ad ogni step il campione viene lucidato per 1 minuto e mezzo.

Dopo la lucidatura con carta abrasiva ogni campione è stato lucidato ulteriormente tramite una lucidatrice a panno e una sospensione alcalina di silice a $0,2 \mu\text{m}$ per 2 minuti per ottenere una superficie a specchio.

Attacco chimico: per rivelarne la microstruttura, ogni campione è stato attaccato chimicamente per 20 secondi tramite attacco Kroll.

Il campione inglobato è illustrato nella Figura 3.10.



Figura 3.10: Sezione del provino dopo essere stata inglobata, lucidata e attaccata chimicamente.

Dopo essere stati attaccati chimicamente, i campioni sono stati analizzati tramite microscopio ottico.

Successivamente sono state eseguite le prove di Microdurezza Vickers tramite un microdurometro (Figura 3.11) utilizzando un peso di 500g.



Figura 3.11: Microdurometro.

Il durometro fa scendere il punzone con il peso caricato e lo mantiene sul campione per 15 secondi.

La prova imprime sul campione un'impronta piramidale (Figura 3.12). Di questa impronta si misurano le diagonali d1 e d2 e ad una maggiore estensione dell'impronta corrisponde una minore durezza del materiale.

Per ottenere il valore esatto di durezza si usano dei valori tabulati che relazionano la lunghezza delle diagonali al valore di durezza.

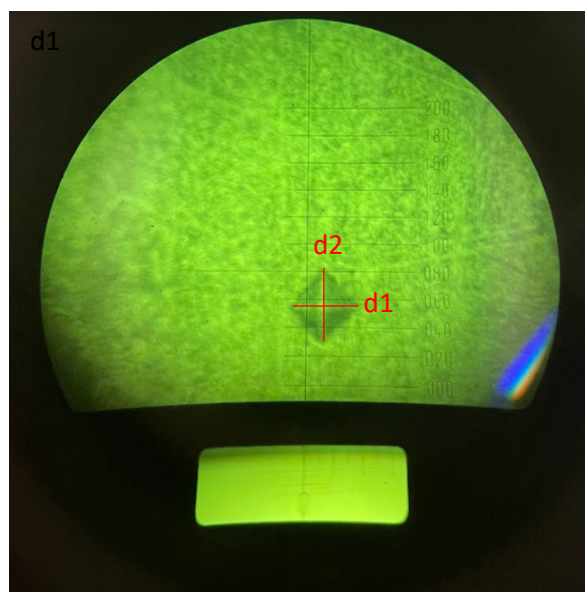


Figura 3.12: Impronta di una prova di microdurezza Vickers.

Per ogni zona da analizzare del campione sono state ripetute cinque prove.

Le prove inoltre sono state divise in due gruppi:

3.3.1 PRIMO GRUPPO DI PROVE DI MICRODUREZZA: CENTRO E BORDO

- 1035 °C 5 min.
- 1035 °C 15 min.
- 1035 °C 30 min.
- Beta Annealing.
- Beta STA.

- Beta STOA.
- Beta Annealing 1 min.
- Beta Annealing 3 min.
- 700°C 1 min. AC.
- 700°C 1 min. WC.
- 1035 °C 1 min. -> 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 600°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 800°C 1 min.

In questo gruppo sono state eseguite le prove di microdurezza nella sezione A.

Le prove sono state eseguite sia al centro della sezione che nel bordo per valutare l'impatto dell' α -case sulla durezza del materiale.

Queste prove sono servite a determinare la durezza derivante dai vari trattamenti termici e a selezionare i trattamenti su cui eseguire le prove di trazione a caldo.

3.3.2 SECONDO GRUPPO DI PROVE DI MICRODUREZZA

- 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min -> 700°C 2 ore.
- 1035 °C 1 min -> 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min.
- 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min.

In questo gruppo le prove di microdurezza sono state eseguite sia nella sezione A che nella sezione B.

In questo gruppo, nella sezione A, sono state eseguite prove ai campioni nelle condizioni di pre-deformazione e post-deformazione in seguito ad una prova di trazione a caldo per valutarne la differenza in termini di microdurezza.

Lungo la sezione B, solamente nei campioni deformati, sono state eseguite le prove di microdurezza per tracciarne un profilo di durezza dalla zona di rottura.

3.4 PROVE DI TRAZIONE A CALDO

Le prove di trazione a caldo hanno lo scopo di ricavare le curve di sforzo-deformazione ingegneristiche e reali del materiale preso in esame e quindi permettono di valutare le caratteristiche meccaniche del materiale.

I trattamenti su cui sono state eseguite le prove di trazione sono stati selezionati dai risultati delle prove di microdurezza.

Le prove sono state condotte su dei provini che hanno subito i seguenti trattamenti termici:

- 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min.
- 1035 °C 1 min -> 700°C 2 ore.
- 1035 °C 1 min -> 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min.
- 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min.

I provini vengono trattati termicamente direttamente in macchina e la prova viene eseguita alla temperatura dell'ultimo step del ciclo.

Per condurre le prove sono stati utilizzati dei provini di Ti64 tagliati a laser lungo la direzione di laminazione della lamiera. I provini hanno dimensioni di 156x32x1mm.

Le quote del provino sono indicate nella Figura 3.13.

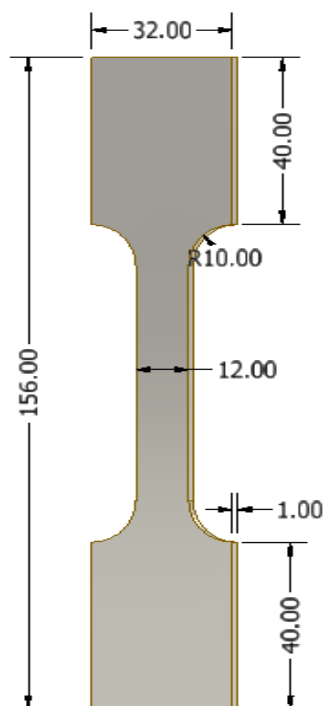


Figura 3.13: Dimensioni del provino [mm].

3.4.1 PROCEDURA

Per eseguire le prove di trazione è stata usata una macchina MTS, ovvero una macchina universale per prove di trazione.

La macchina è stata equipaggiata con l'occorrente per eseguire le prove di trazione a caldo, e il materiale durante la prova viene riscaldato tramite effetto Joule.

Il provino è stretto tra due morse elettro-conduttive ed entrambe le morse sono collegate ai capi di un generatore di corrente. Si forma quindi un circuito dove la corrente circola attraverso le morse e il provino si comporterà come resistenza.

Al passaggio di corrente il provino aumenterà di temperatura.

Per controllare la temperatura effettiva del provino durante la prova viene usato un pirometro Optris® modello G5H-CF2 collegato ad un software. Questo modello può misurare la temperatura in un range compreso tra i 250 °C e i 1650°C.

Sul computer viene utilizzato un programma custom sul software LabVIEW® versione 15.0f2 per gestire il controllore PID del generatore e leggere la temperatura del pirometro. Il software darà il valore in tempo reale di corrente [A] e potenziale [V] da erogare al generatore per

mantenere la temperatura del provino più vicino possibile alla temperatura target del ciclo termico inserito in LabVIEW.

Il pirometro prima della prova deve essere tarato e per minimizzare l'errore la superficie del provino dove il pirometro è puntato è stata verniciata di nero.

Lo schema del sistema di riscaldamento del provino è illustrato in Figura 3.14.

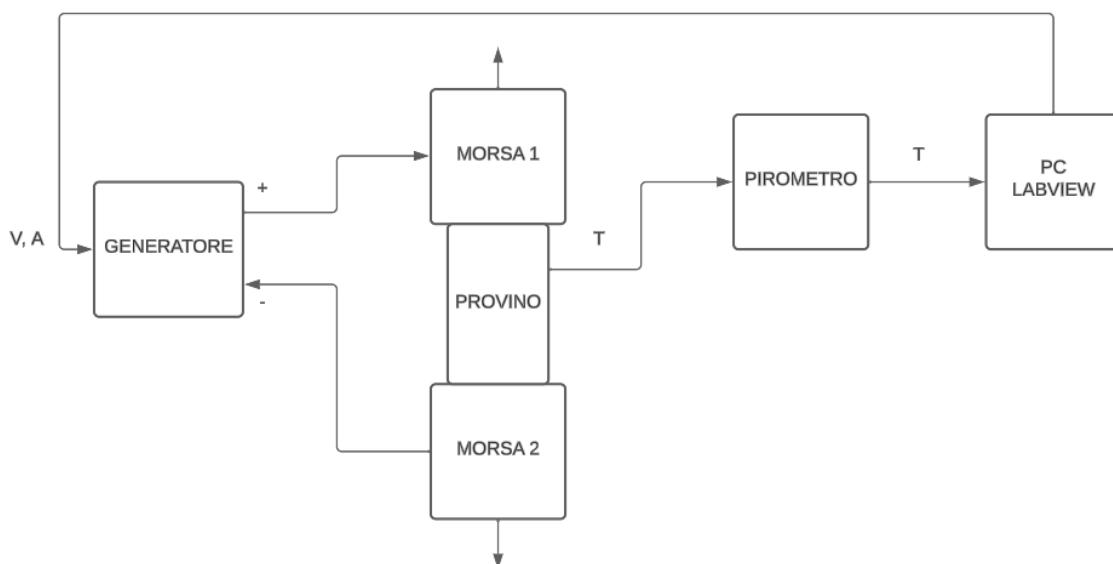


Figura 3.14: Schema di funzionamento del sistema per il riscaldamento del provino in macchina.

Tramite il software MTS vengono registrati la Corsa [mm] e la Forza [N] a cui viene sottoposto il provino durante la prova.

Per ottenere le curve ingegneristiche e reali del materiale è necessario utilizzare il sistema ARAMIS®.

Il sistema ARAMIS utilizza un pattern stocastico applicato tramite verniciatura sul provino (Figura 3.18.a) per calcolare le deformazioni che avvengono sul provino in tempo reale durante la prova di trazione.

Una fotocamera acquisisce con una certa frequenza di acquisizione foto della superficie del provino.

Le foto/frame vengono successivamente dati in input al software ARAMIS che crea una mesh attraverso i punti della vernice (Figura 3.15) ed interpola i punti frame per frame calcolando gli spostamenti che avvengono tra un frame ed il successivo.

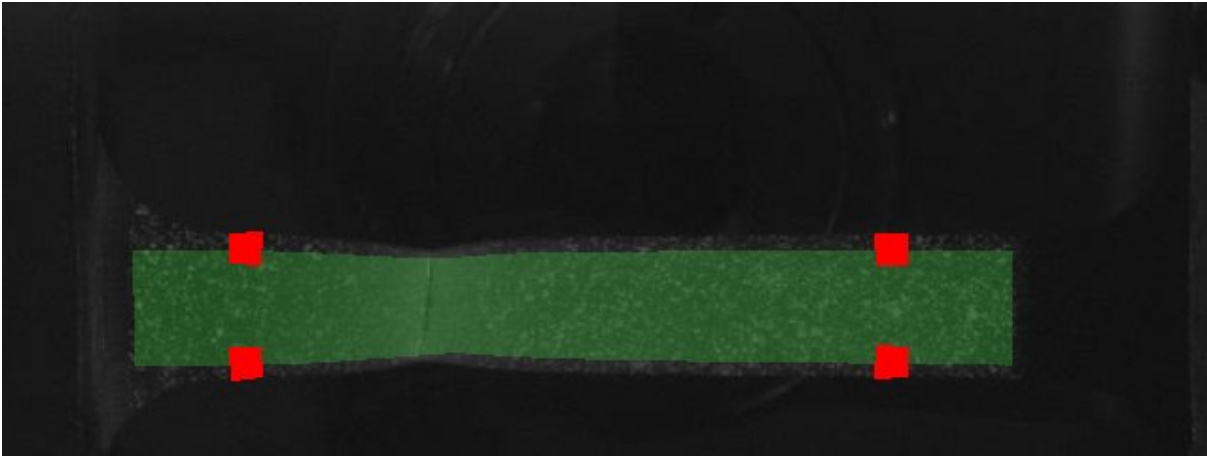


Figura 3.15: Mesh applicata al provino dal sistema ARAMIS.

I risultati che si ottengono in seguito ad un'analisi ARAMIS sono illustrati nella Figura 3.16

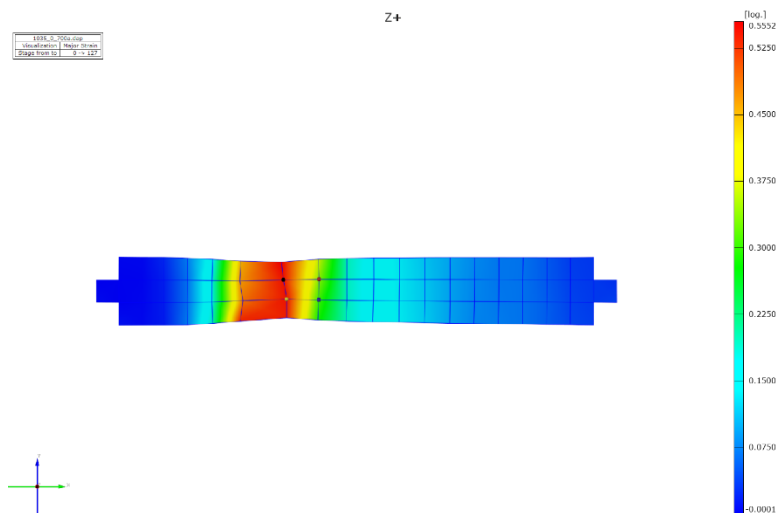


Figura 3.16: Risultato di un'analisi ARAMIS.

I dati delle deformazioni vengono sincronizzati ed uniti alle curve forza-corsa tramite per ottenere le curve sforzo-deformazione reali ed ingegneristiche.

Nella Figura 3.17 è presente il setup della macchina MTS per una prova di trazione a caldo.

Nella Figura 3.18.b è riportato un provino di Ti64 durante una prova di trazione a caldo.

Nella Figura 3.19 è illustrato il workflow completo per ottenere le curve di sforzo-deformazione da una prova di trazione.



Figura 3.17: Macchina MTS equipaggiata per le prove di trazione a caldo.

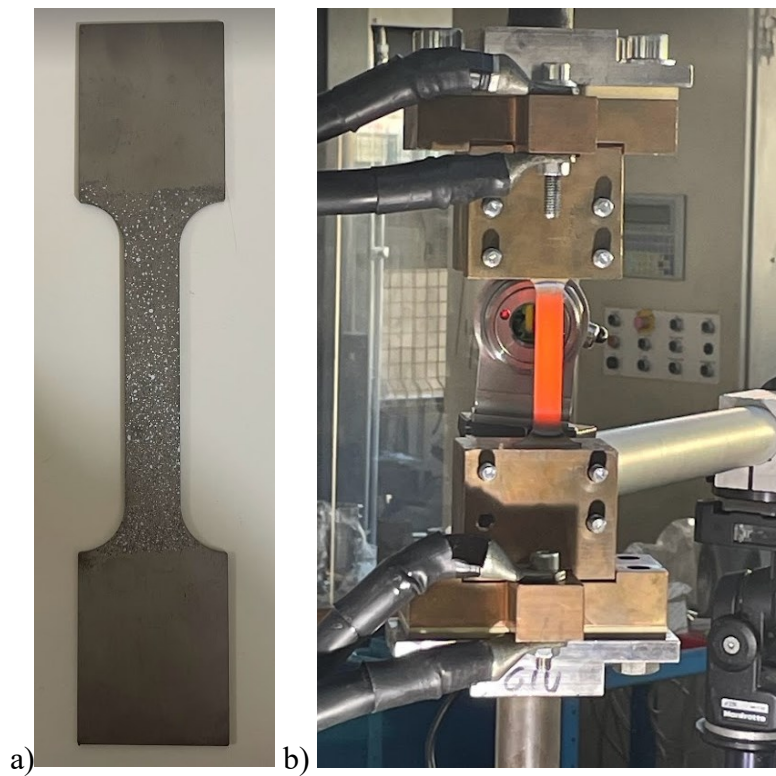


Figura 3.18: a) Provino verniciato con il pattern per il sistema ARAMIS; b) Provino durante la prova di trazione.

MATERIALI E METODI

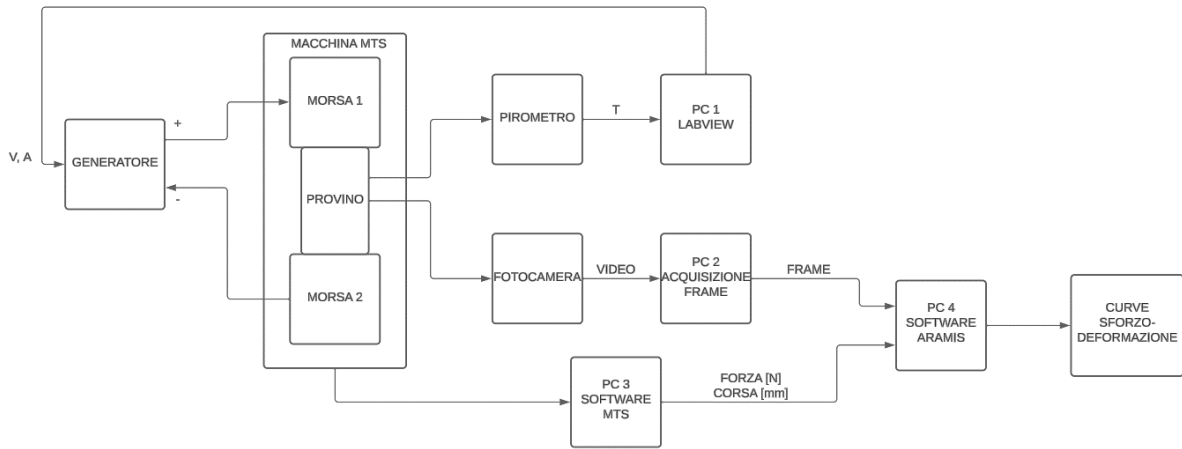


Figura 3.19: Workflow completo di una prova di trazione a caldo.

3.4.2 PARAMETRI

Di seguito vengono riportati i parametri utilizzati nelle prove di trazione:

Parametri in MTS:

Frequenza = 256Hz.

Buffer size = 16000.

LabView (Generatore):

Kpid = 0,2.

Volt Massimi = 2V.

LabView (Pirometro):

Gain = 120,29.

Offset = 304.

Parametri per il controllo della fotocamera:

Frequenza di acquisizione = 1 fotogramma ogni 50ms.

Le prove sono state eseguite con uno strain rate $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$.

Analisi Aramis:

Facets size = 16 x 20.

Queste sono le dimensioni dei voxel che il software crea sulla superficie del provino. Non devono di grandi dimensioni (voxel troppo ampi implicano una riduzione di precisione), ma nemmeno di piccola dimensione (voxel troppo piccoli implicano una perdita di riferimento per il sistema).

Nelle prove di trazione a caldo sono stati testati i seguenti cicli termici:

- 700 °C 1 min.
- 1035 °C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 700°C 2 ore (Beta Annealing 1 min.).
- 1035 °C 1 min. -> 700°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 600°C 1 min.
- 1035 °C 1 min. -> 800°C 1 min.

4. RISULTATI

In questa sezione verranno presentati i risultati ottenuti tramite le prove sperimentali:

Micrografie per ottenere informazioni sulla microstruttura.

- Micrografie su centro e bordo del materiale;
- Micrografie sulla zona di frattura pre e post deformazione.
- Spessore α -case

Microdurezze: per ottenere informazioni sulla durezza del materiale.

- Microdurezze su centro e bordo del materiale;
- Microdurezze sulla zona di frattura pre e post deformazione;
- Profilo di microdurezza dalla zona di frattura.

Prove di Trazione a caldo: per ottenere informazioni sul comportamento del materiale.

- Curve Forza-Corsa;
- Curve Sforzo-Deformazione Ingegneristiche;
- Curve Sforzo-Deformazione Reali.

I risultati ottenuti attraverso le prove sperimentali verranno discussi più in dettaglio nella sezione successiva.

4.1 ANALISI MICROSTRUTTURALE

Nelle immagini seguenti verranno mostrate le microstrutture ottenute al seguito dei trattamenti termici applicati alla lega Ti6Al4V.

Le sezioni delle immagini più chiare indicano la fase α , le più scure si riconducono alla fase β .

4.1.1 CENTRO E BORDO DEL CAMPIONE

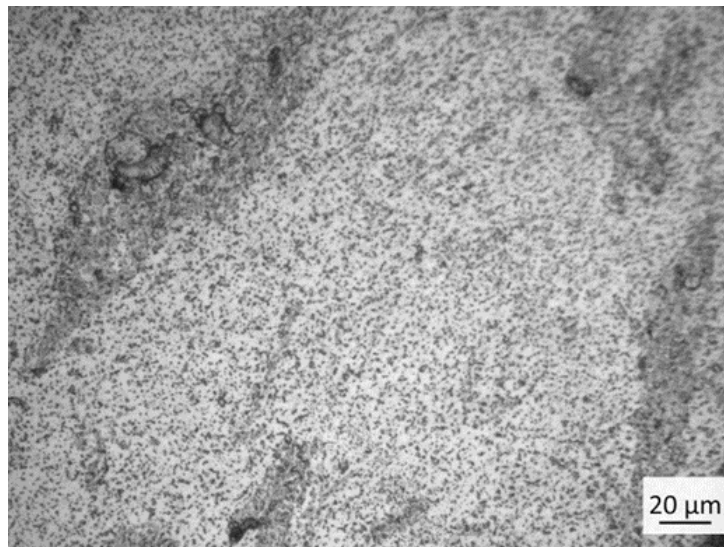


Figura 4.1: Micrografia Ti6Al4V as-delivered.

Nella Figura 4.1 è riportata la microstruttura della lamiera di Ti-6Al-4V as-delivered. Presenta una microstruttura $\alpha + \beta$ di tipo equiassico.

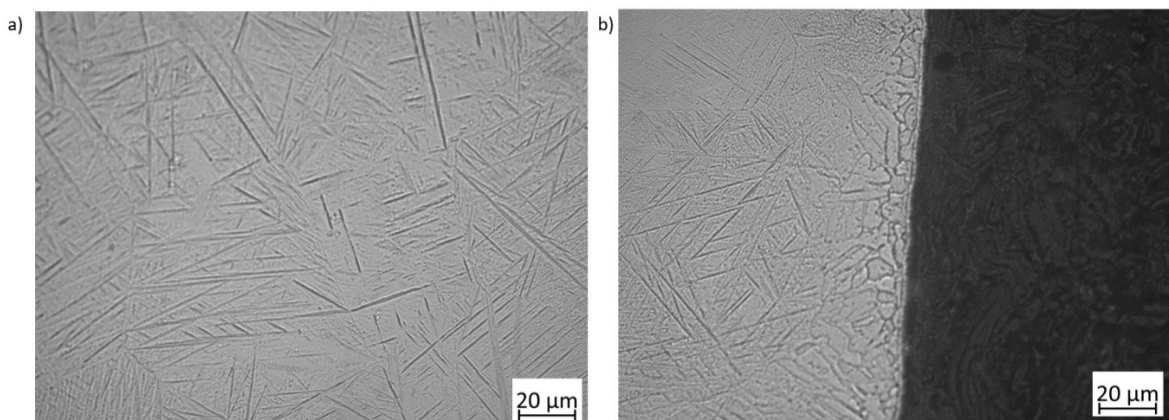


Figura 4.2: Micrografia Ti6Al4V 5 minuti sopra il β -Transus (1035°C 5 min), a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.2 il campione è stato riscaldato per 5 minuti a 1035°C , quindi per 5 minuti sopra la temperatura di β -Transus. Al centro del campione la microstruttura è composta da α'

(martensitica) di tipo aciculare in matrice di β , mentre al bordo del campione si nota la formazione di grani di fase α .

Questa formazione, data dalla diffusione di ossigeno presente nell'atmosfera, è l' α -case ed è presente su tutto il perimetro del campione (e in tutti i campioni portati oltre alla temperatura di β -Transus).

Come si vedrà dalle prove di microdurezza esso provocherà un aumento di durezza lungo il bordo, ma anche un aumento di fragilità.

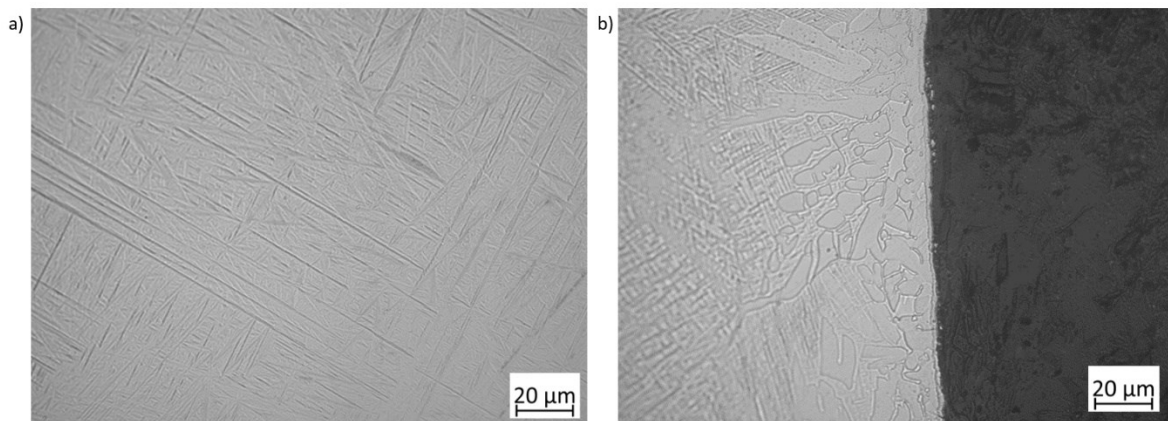


Figura 4.3: Micrografia Ti6Al4V 15 minuti sopra il β -Transus (1035°C 15 min), a) centro, b) bordo.

La Figura 4.3 riporta la micrografia di un campione riscaldato per 15 minuti a 1035 °C. Al centro del campione la microstruttura è composta da α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β , mentre al bordo del campione si notano dei grani α (α -case). In questo caso lo spessore dell' α -case è maggiore.

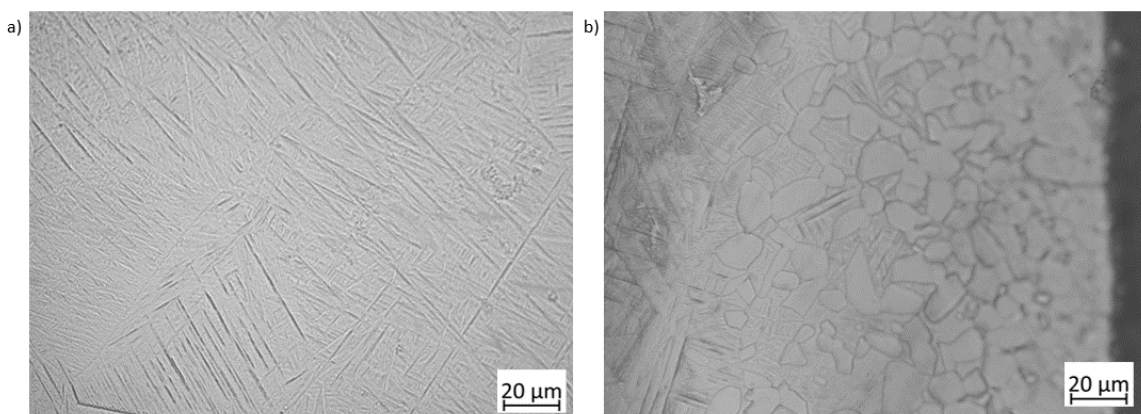


Figura 4.4: Micrografia Ti6Al4V 30 minuti sopra il β -Transus (1035°C 30 min), a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.4 viene riportata la micrografia di un campione riscaldato per 30 minuti a 1035 °C.

Anche in questo caso la microstruttura al centro del campione è composta da α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β , mentre al bordo del campione si notano dei grani di α -case. Si nota che lo spessore dello strato è maggiore rispetto al caso precedente.

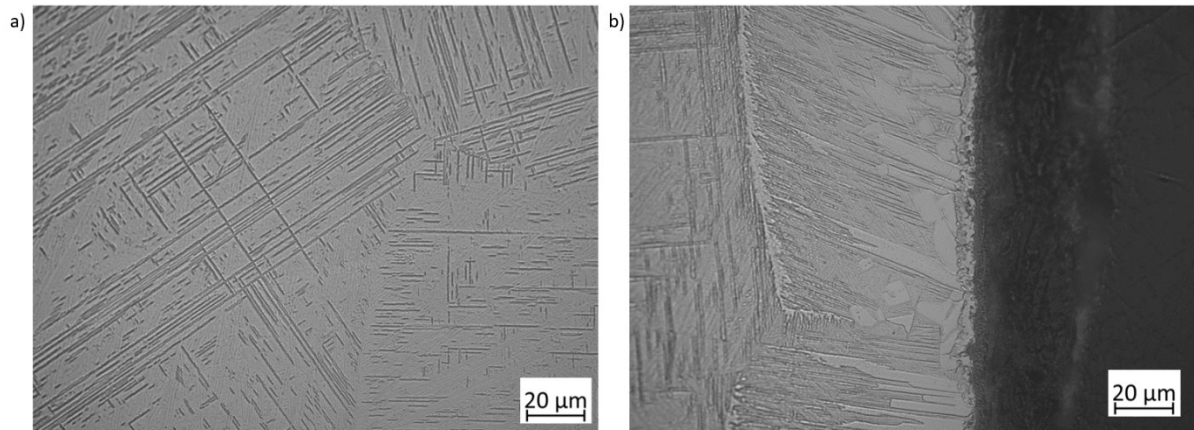


Figura 4.5: Micrografia Ti6Al4V Beta STA, a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.5 il campione è stato sottoposto al trattamento Beta STA (Beta Solution Treatment and Aging). Al centro del campione si nota che la microstruttura è composta da α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β . Anche qui è presente l' α -case.

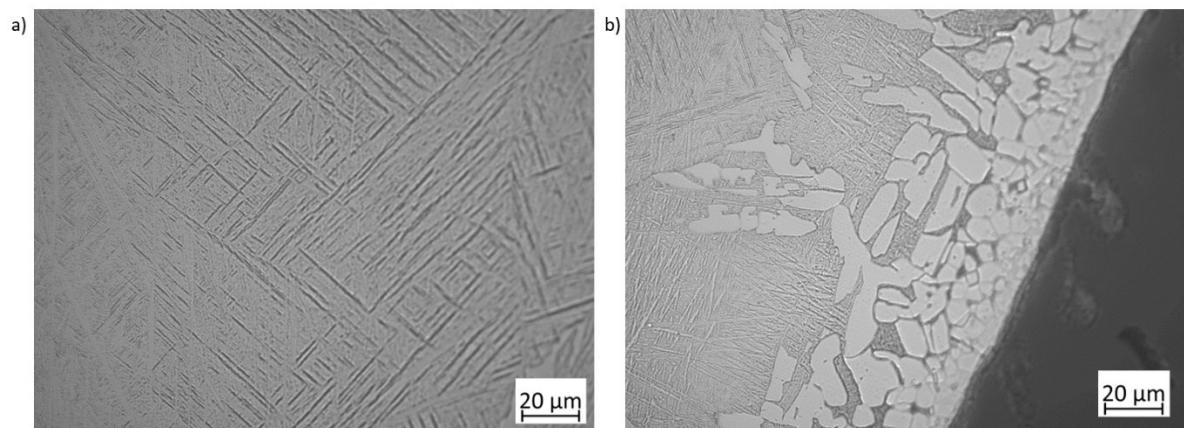


Figura 4.6: Micrografia Ti6Al4V Beta STOA, a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.6 il campione è stato sottoposto al trattamento termico Beta STOA (Beta Solution Treatment and Over-Aging). Anche in questo caso la struttura al centro del campione è composta da α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β , e al bordo sono presenti grani di fase α .

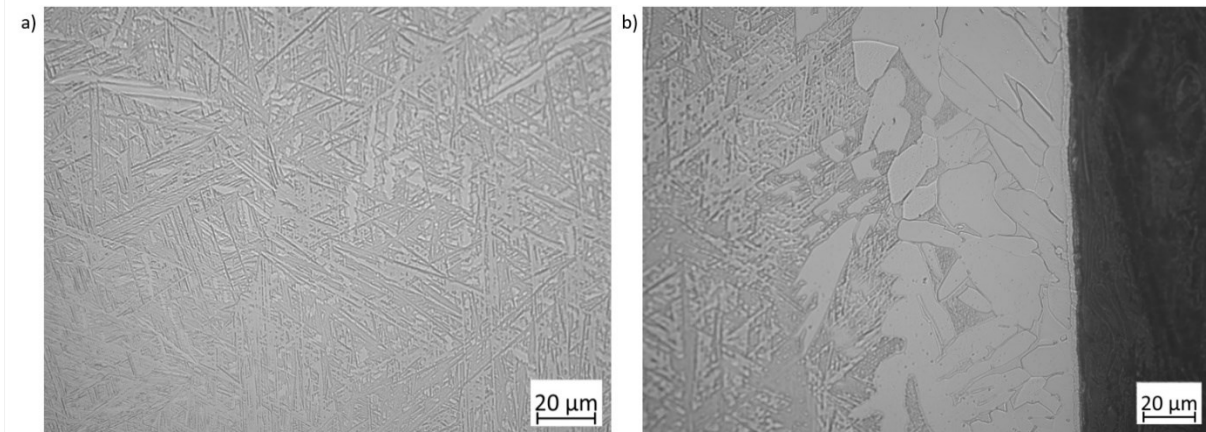


Figura 4.7: Micrografia Ti6Al4V Beta Annealing, a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.7 al campione è stato applicato il trattamento termico di Beta Annealing. A differenza dei trattamenti precedenti si nota che al centro del bordo la struttura non è più aciculare in quanto in questo caso il raffreddamento è avvenuto in aria (quindi leggermente più lento). Questa struttura è composta di α' di tipo Widmanstätten (le formazioni di fase alpha sono più spesse) in matrice β .

Al bordo del campione è presente anche in questo caso l' α -case.

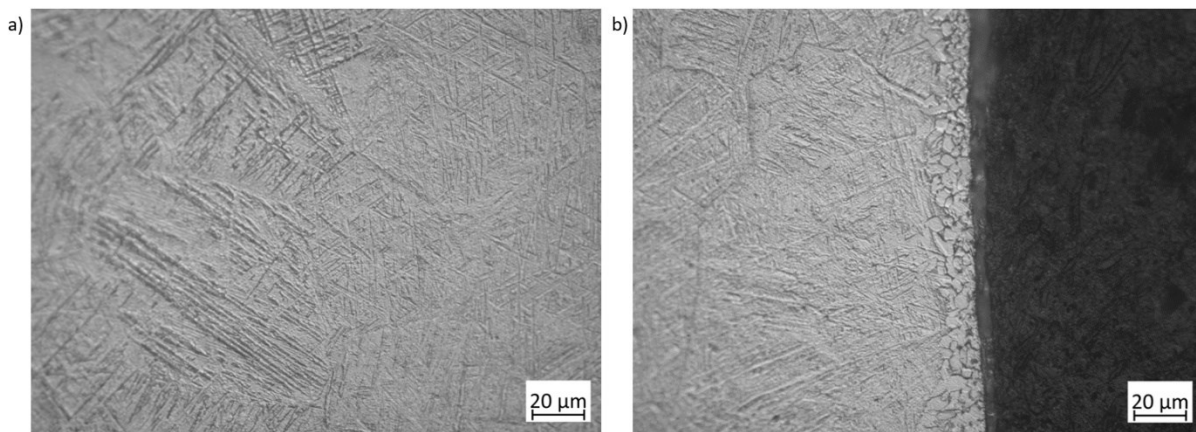


Figura 4.8: Micrografia Ti6Al4V Beta Annealing 1 min, a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.8 al campione è stato applicato il trattamento termico di Beta Annealing 1 min. Come il trattamento precedente si nota che al centro del bordo la struttura non è più aciculare in quanto anche in questo caso il raffreddamento è avvenuto in aria. Questa struttura è composta di α' di tipo Widmanstätten in matrice β .

Al bordo del campione è presente anche in questo caso l' α -case, tuttavia, a causa del tempo di permanenza sopra il Beta-Transus è ridotto rispetto al trattamento originale, anche lo spessore di α -case è ridotto.

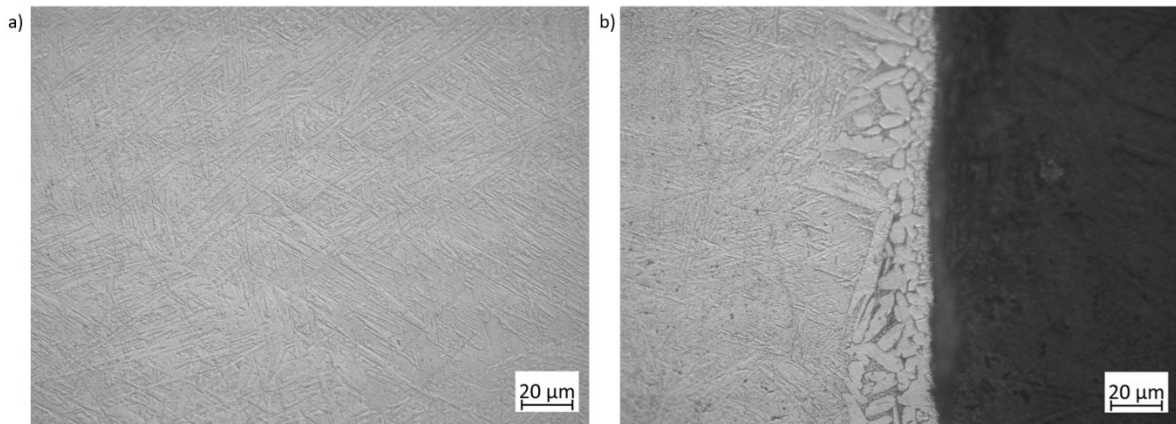


Figura 4.9: Micrografia Ti6Al4V Beta Annealing 3 min, a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.9 al campione è stato applicato il trattamento termico di Beta Annealing 3 min. Come nel trattamento precedente la struttura è composta di α' di tipo Widmanstätten in matrice β . Al bordo del campione è presente uno strato di α -case.

In questo caso lo spessore è minore rispetto al trattamento di Beta Annealing ma superiore al trattamento di Beta-Annealing 1 min.

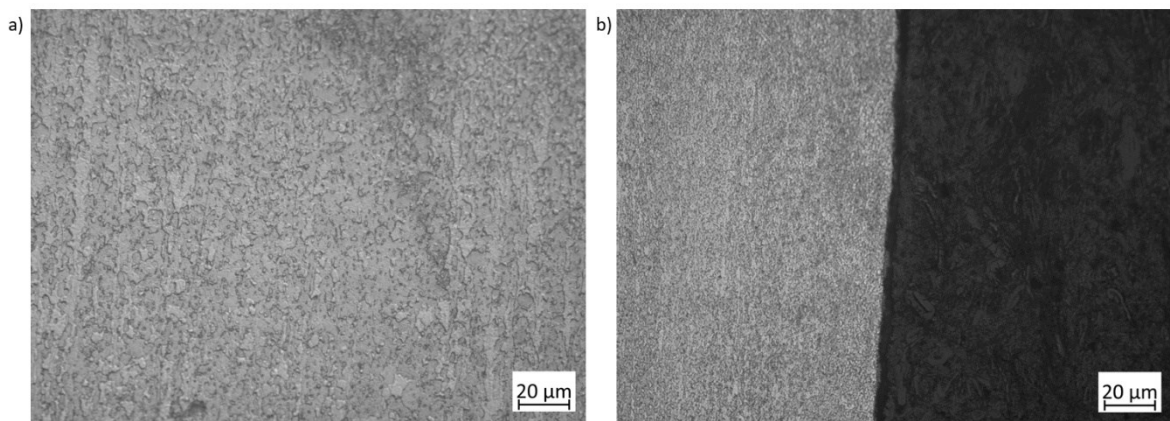


Figura 4.10: Micrografia Ti6Al4V 700 °C AC, a) centro, b) bordo.

Nella Figura 4.10 è riportato un campione riscaldato a 700°C per 2 ore e raffreddato in aria (AC=Air Cooled). La microstruttura è simile al materiale as-delivered, ovvero $\alpha+\beta$ di tipo equiassico. Si nota la totale assenza dell' α -case al bordo del materiale, che mantiene la stessa microstruttura del centro.

RISULTATI

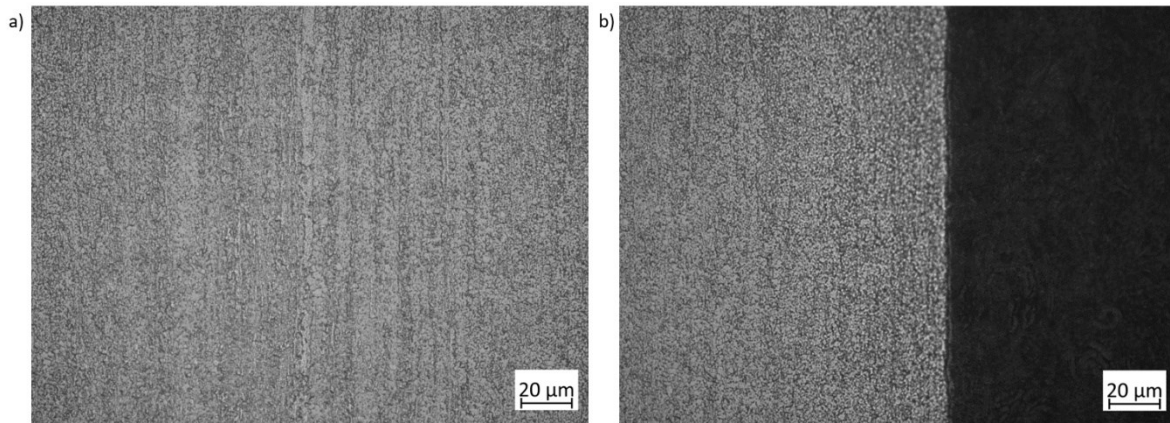


Figura 4.11: Micrografia Ti6Al4V 700°C WC, a) centro, b) bordo.

La Figura 4.11 illustra un campione riscaldato a 700°C per 2 ore e raffreddato in aria (WC=Water Cooled). Anche in questo caso la microstruttura è simile al materiale as-delivered, ovvero $\alpha+\beta$ di tipo equiassico. Anche qui nota la totale assenza dell' α -case al bordo del materiale, che mantiene la stessa microstruttura del centro.

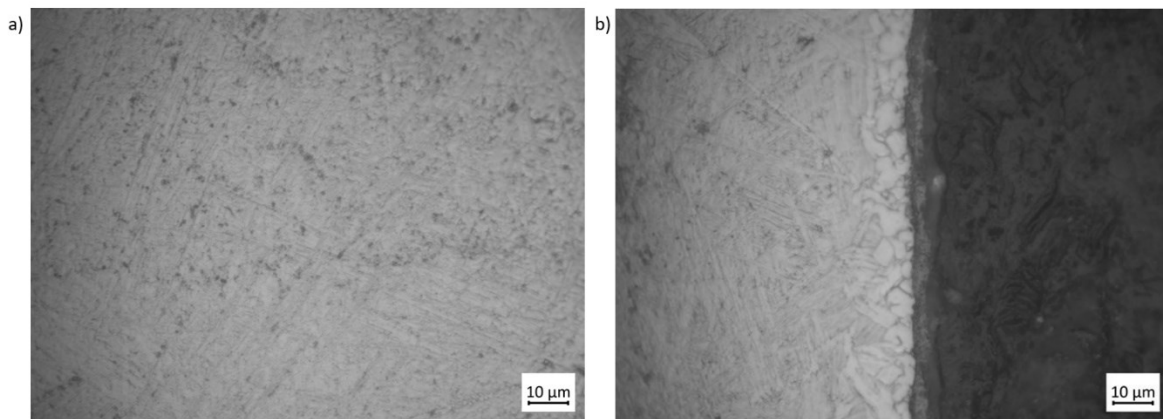


Figura 4.12: Micrografia Ti6Al4V 1035°C 1 min. -> 700°C 1 min, a) centro, b) bordo.

La Figura 4.12 rappresenta un campione che ha subito un riscaldamento sopra Beta-Transus per 1 minuto (a 1035°C) e ha poi subito un successivo riscaldamento a 700°C per 1 minuto. Essendo stato raffreddato in aria, la microstruttura è composta di α' di tipo Widmanstätten in matrice β . Al bordo è presente uno strato di α -case.

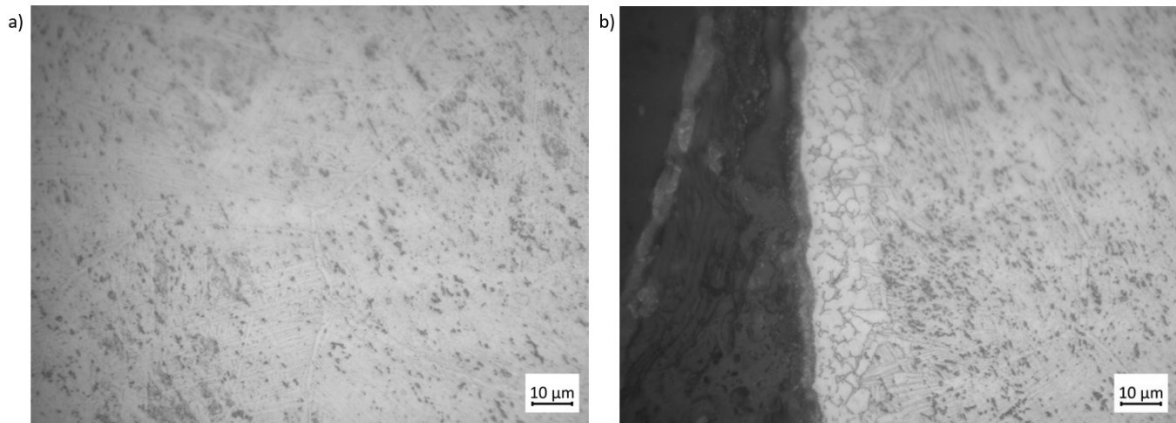


Figura 4.13: Micrografia Ti6Al4V 1035°C 1 min. -> 600°C 1 min, a) centro, b) bordo.

La Figura 4.13 rappresenta un campione che ha subito un riscaldamento sopra Beta-Transus per 1 minuto (a 1035°C) e ha poi subito un successivo riscaldamento a 600°C per 1 minuto. Anche in questo caso, essendo stato raffreddato in aria, la microstruttura è composta di α' di tipo Widmanstätten in matrice β .

Al bordo è presente uno strato di α -case, di spessore leggermente superiore rispetto al trattamento precedente.

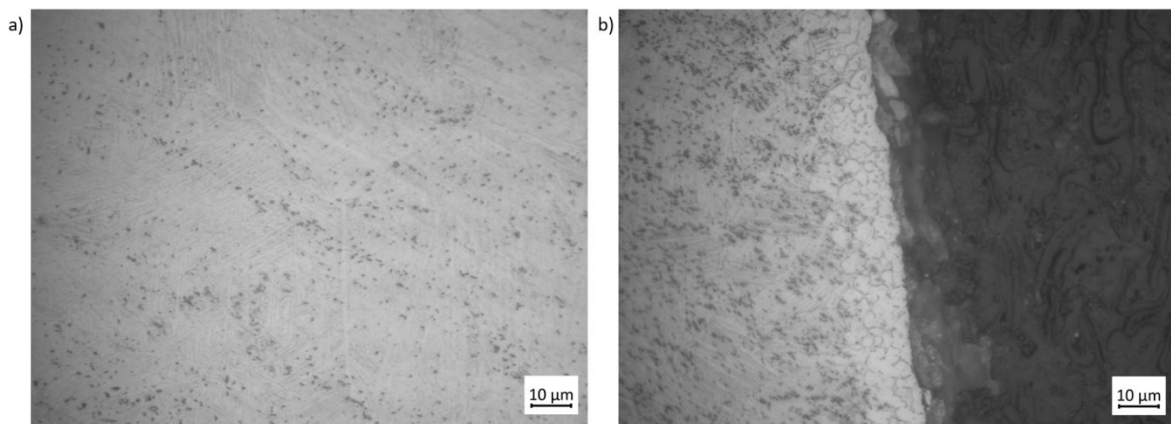


Figura 4.14: Micrografia Ti6Al4V 1035°C 1 min. -> 800°C 1 min, a) centro, b) bordo.

La Figura 4.14 rappresenta un campione che ha subito un riscaldamento sopra Beta-Transus per 1 minuto (a 1035°C) e ha poi subito un successivo riscaldamento a 800°C per 1 minuto. Anche in questo caso, essendo stato raffreddato in aria, la microstruttura è composta di α' di tipo Widmanstätten in matrice β .

Al bordo è presente α -case, di spessore simile rispetto al trattamento precedente.

4.1.2 ZONA DI FRATTURA

In questo gruppo sono state eseguite le micrografie nella zona di frattura per valutare le differenze di microstruttura tra un provino prima di essere deformato ed un provino in seguito ad una prova di trazione a caldo. I trattamenti su cui sono stati eseguite corrispondono ai trattamenti su cui sono state eseguite le prove di trazione.

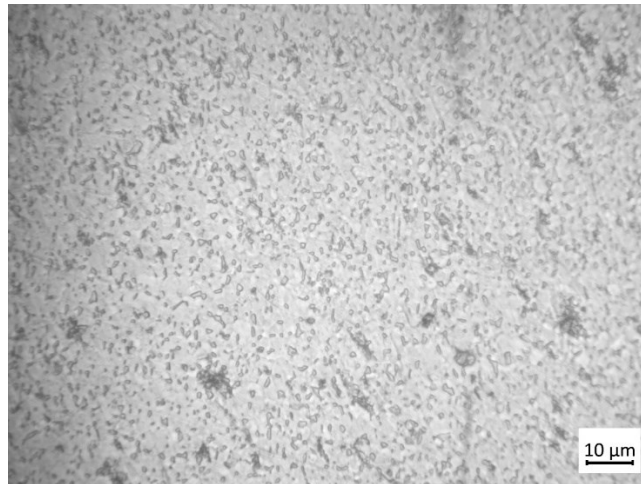


Figura 4.15: Micrografia Ti6Al4V 700°C 1 min pre-deformazione.

Nella Figura 4.15 il provino è stato riscaldato a 700°C per 1 minuto. La microstruttura è simile al materiale as-delivered, ovvero una microstruttura composta da fase α + fase β di tipo equiassica.

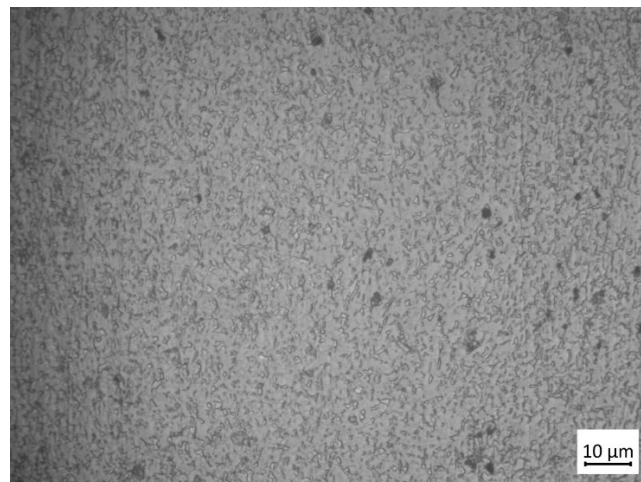


Figura 4.16: Micrografia Ti6Al4V 700°C 1 min post-deformazione.

Il della Figura 4.16 è stato riscaldato a 700°C per 1 minuto e portato a rottura. La microstruttura è simile al materiale caso pre-deformazione, ovvero una microstruttura composta da fase α + fase β di tipo equiassica.

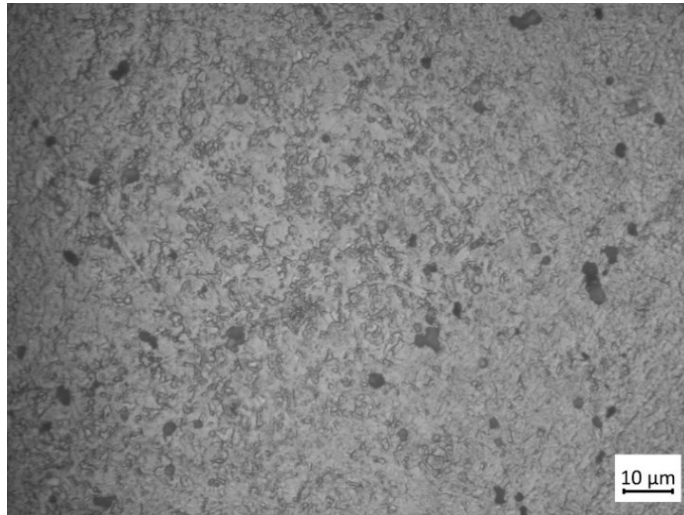


Figura 4.17: Micrografia Ti6Al4V 1035 °C 1 min + 700 °C 1 min post-deformazione.

Figura 4.17 il provino è stato riscaldato a 1035°C per 1 minuto, raffreddato a 700°C, e poi mantenuto a questa temperatura per 1 minuto. La microstruttura è diversa rispetto al caso pre-deformazione (Figura 4.12).

È presente, infatti, una presenza più massiccia di grani di fase α equiassica e una minore di fase β .

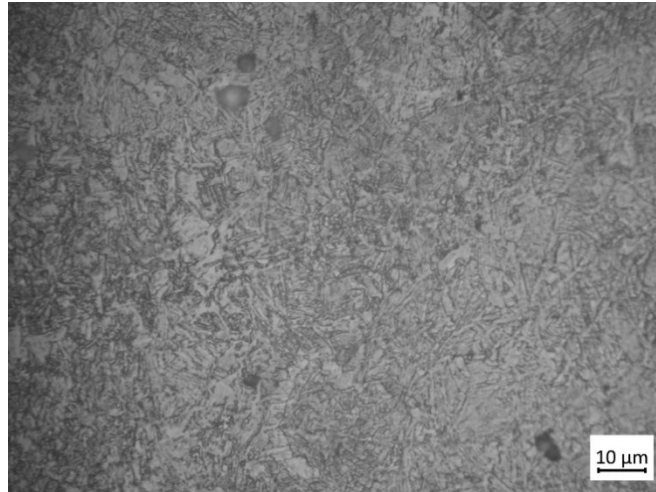


Figura 4.18: Micrografia Ti6Al4V 1035 °C 1 min + 700 °C 2 ore post-deformazione.

La Figura 4.18 presenta una micrografia di un provino che è stato riscaldato a 1035°C per 1 minuto, raffreddato a 700°C, e poi mantenuto a questa temperatura per 2 ore (Beta Annealing 1 min). Anche in questo caso la microstruttura è diversa rispetto al caso indeformato (Figura 4.8).

La microstruttura è composta da α' martensitico e di fase β in configurazione Widmanstätten. Tuttavia, anche in questo caso una maggiore dimensione della fase α .

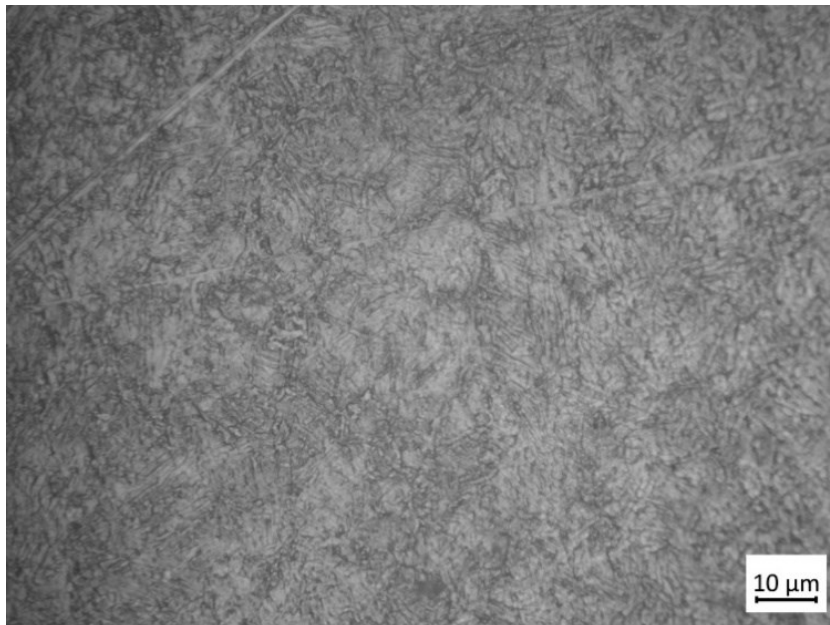


Figura 4.19: Micrografia Ti6Al4V 1035 °C 1 min + 600 °C 1 min. post-deformazione.

Nella Figura 4.19 il provino è stato riscaldato a 1035°C per 1 minuto, raffreddato a 600°C, e poi mantenuto a 600°C per 1 minuto. Anche in questo caso la microstruttura presenta differenze rispetto al caso “pre-deformazione” (Figura 4.13)

Anche in questo caso i grani di fase α equiassica sono di dimensione maggiore e la fase β è presente in misura minore.

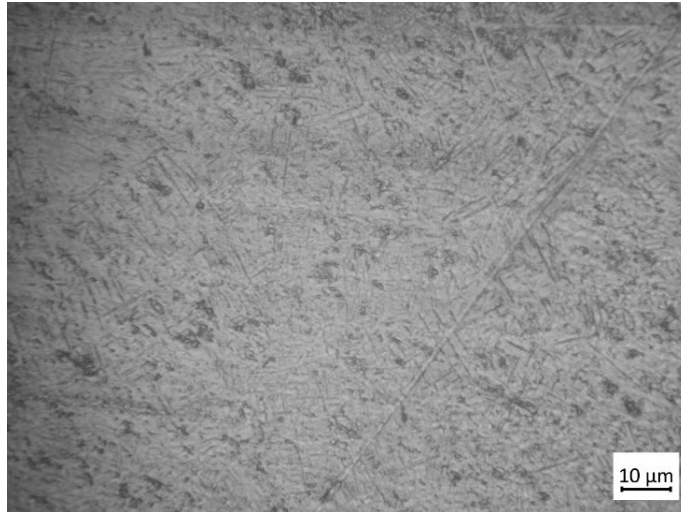


Figura 4.20: Micrografia Ti6Al4V 1035 °C 1 min + 800 °C 1 min. post-deformazione.

Il provino della Figura 4.20 è stato riscaldato a 1035°C per 1 minuto, raffreddato a 800°C, e poi mantenuto a questa temperatura per 1 minuto. Rispetto al caso pre-deformazione (Figura 4.14), la microstruttura risulta essere molto simile.

4.1.3 SPESSORE ALPHA-CASE

Tramite il programma ImageJ sono stati misurati lo spessore dell' α -case per ogni trattamento dove era presente.

Per misurare lo spessore, per ogni immagine, è stata usata questa procedura:

1. Caricamento dell'immagine in ImageJ.
2. Misurazione della scala usata dal microscopio ottico
3. Comando: Analyze -> Set Scale per impostare la scala del programma sulla scala dell'immagine
4. Tracciamento di una linea che ha come estremi il bordo medio esterno del campione e il bordo rivolto verso l'interno dell' α -case, come in Figura 4.21.
5. Comando: Analyze -> Measure per registrare la misura.

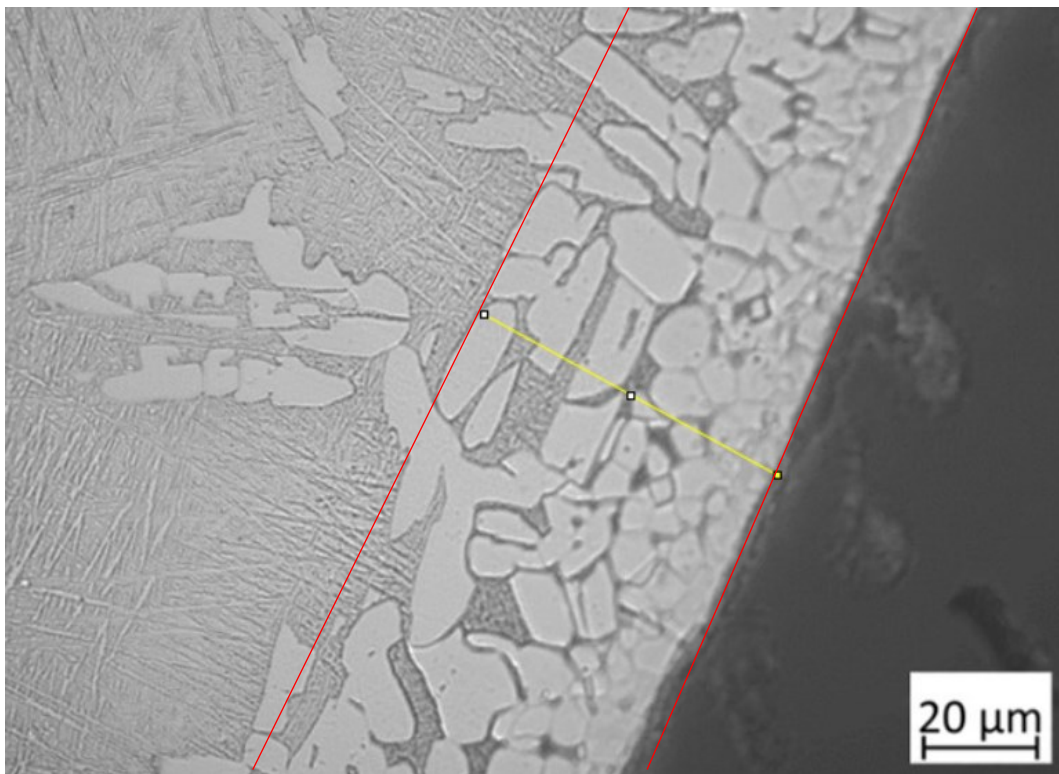


Figura 4.21. Esempio di misura dello spessore di α -case.

La Figura 2.1 mostra come sono state ricavate i valori dello spessore dell' α -case.

Nel grafico della Figura 4.22 vengono riportati gli spessori di α -case misurati dalle micrografie dei diversi trattamenti.

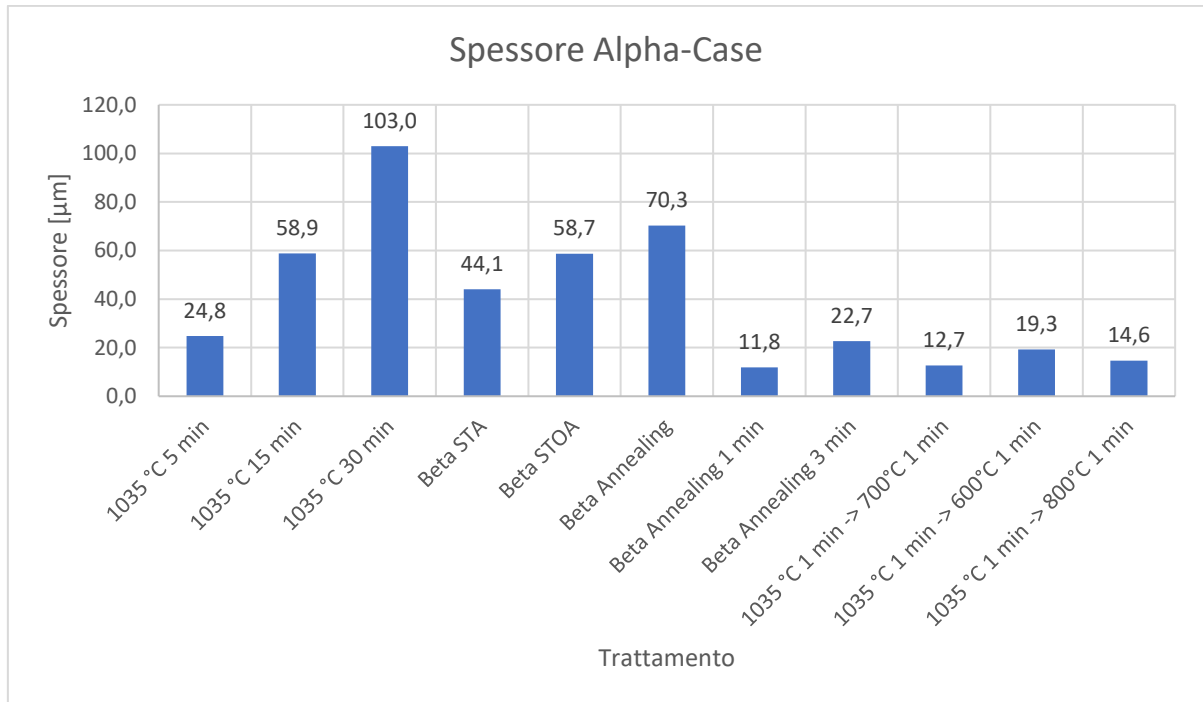


Figura 4.22: Grafico degli spessori di α -case.

Lo spessore dell' α -case aumenta all'aumentare del tempo di permanenza al di sopra del β -Transus (quindi nel caso dei trattamenti termici del gruppo dei 1035°C).

Tuttavia, se viene applicata una ricottura al materiale o se è sottoposto ad un altro tipo di trattamento termico senza che si superi la temperatura di β -Transus lo spessore dell' α -case tende a diminuire (Beta STA, Beta STOA), soprattutto se viene raffreddato in aria (Beta Annealing).

La correlazione tra tempo di permanenza e spessore si nota anche nei trattamenti di Beta Annealing modificati: nei trattamenti dove il tempo di permanenza è uguale (1 minuto) lo spessore di alfa case che si viene a formare è molto paragonabile tra i vari cicli, con un leggero aumento di spessore quando il tempo di permanenza aumenta leggermente (da 1 minuto a 3 minuti nel caso del Beta Annealing 3 min).

4.2 MICRODUREZZE

In questa sezione verranno presentate le microdurezze misurate nei campioni dove sono state eseguite le micrografie.

4.2.1 MICRODUREZZE SUI TRATTAMENTI TERMICI

Il grafico in Figura 4.23 rappresenta le microdurezze prese al centro dei campioni dopo essere stati sottoposti ai trattamenti termici.

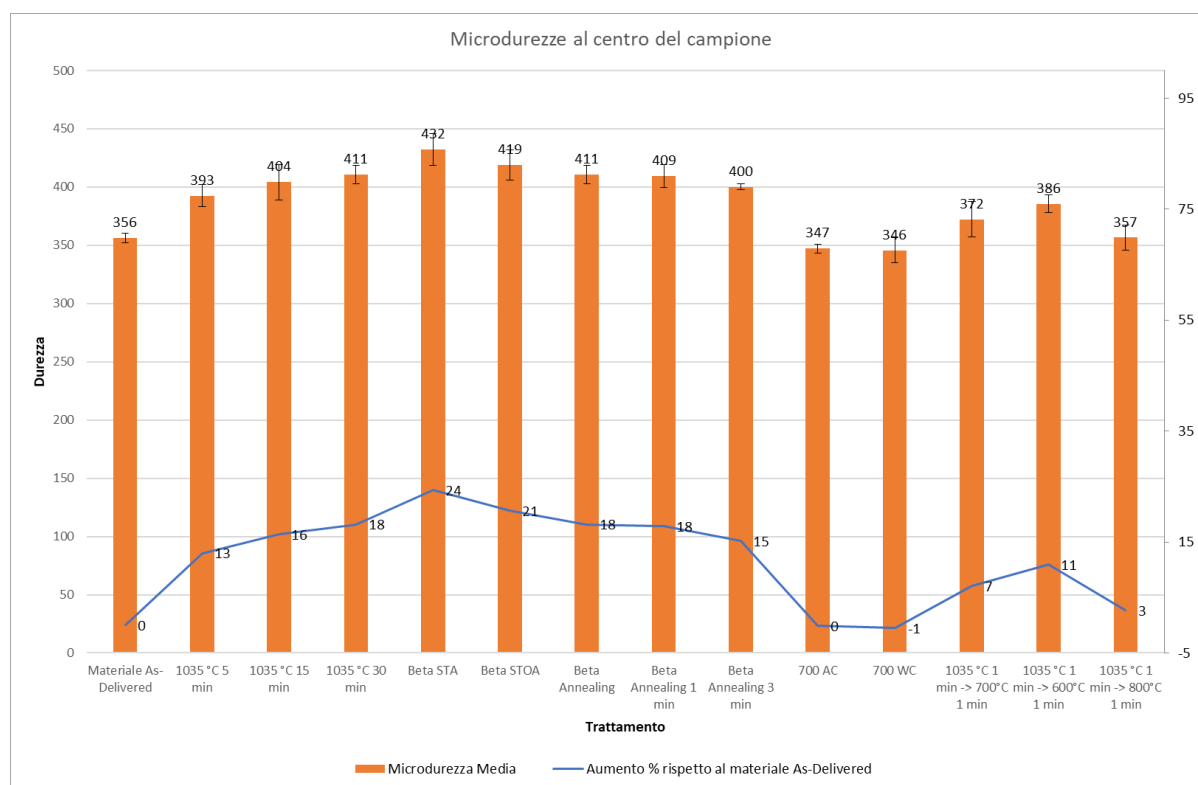


Figura 4.23: Grafico delle microdurezze al centro del campione.

In quasi tutti i trattamenti si nota un aumento di microdurezza rispetto al materiale as-delivered. Questo è un aspetto dovuto al cambiamento della microstruttura in seguito al trattamento termico.

Si può notare che:

- All'aumento del tempo di permanenza sopra la temperatura di β -Transus (quindi tutti i trattamenti del gruppo dei 1035 °C) corrisponde un aumento di durezza.

- Risultati analoghi di durezza si ottengono anche grazie ai trattamenti di Beta STA, Beta STOA e Beta Annealing.
- La durezza massima è stata raggiunta dal trattamento di Beta STA e dal trattamento di Beta STOA in quanto entrambi hanno subito una tempra in acqua.
- Per i trattamenti a 700 °C, si nota che la durezza raggiunta da un campione che è stato raffreddato in aria e un campione che è stato raffreddato in acqua è fortemente paragonabile. Inoltre, non differisce in modo importante dalla durezza del campione as-delivered.
- Per l'ultimo gruppo dei trattamenti, ovvero il gruppo delle varianti del Beta-Annealing, si osserva che, in termini di microdurezza, è posizionato in uno step intermedio rispetto al materiale as-delivered e ai trattamenti di Beta STA e Beta STOA. Tra questi il trattamento che termina con la temperatura di 600 °C è quello che raggiunge la microdurezza relativa massima.

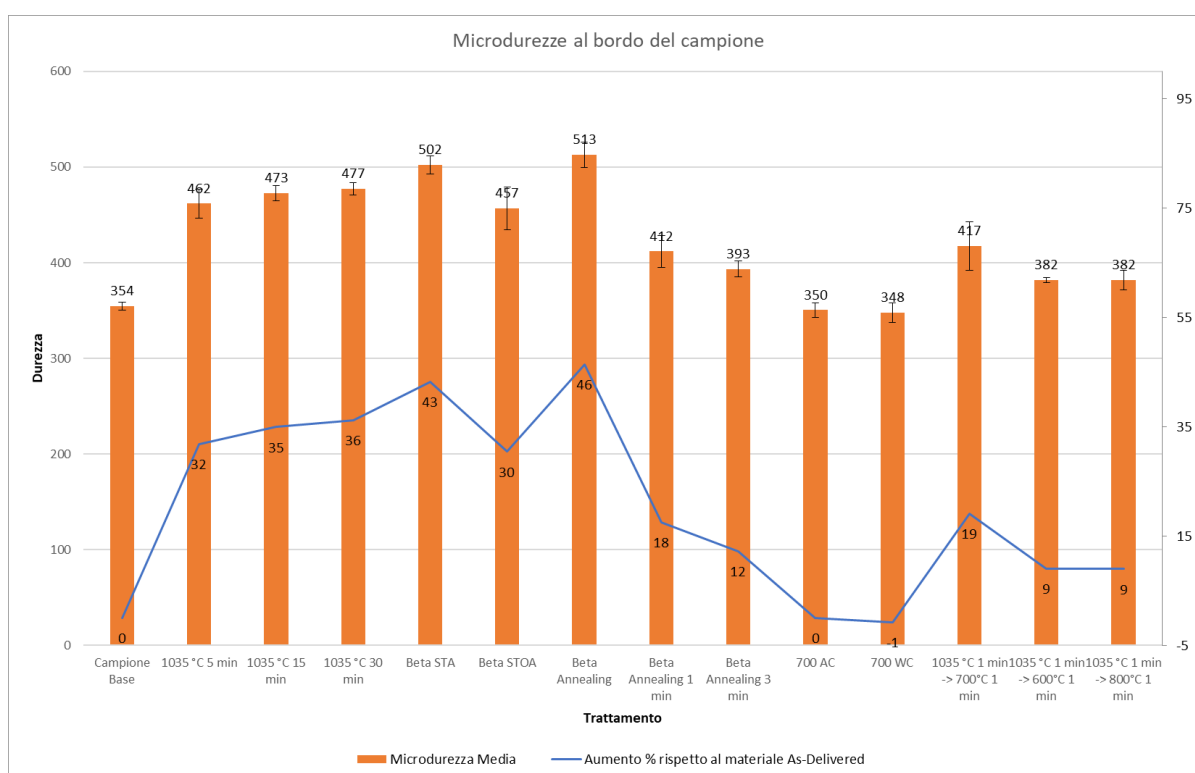


Figura 4.24: Grafico delle microdurezze al bordo del campione.

La Figura 4.24 illustra le microdurezze rilevate ai bordi dei campioni.

- In generale si nota un aumento di durezza nel caso di tutti i trattamenti termici.

- Per il gruppo di trattamenti a 1035 °C si nota un leggero incremento proporzionale al tempo di permanenza ad una temperatura superiore al β -Transus.
- Le durezze maggiori al bordo dei campioni sono presenti nei trattamenti di Beta Annealing e Beta STA
- Le durezze dei trattamenti che derivano dal Beta Annealing, quindi Beta Annealing 1 minuto, Beta Annealing 3 minuti, e 1035 °C 1 min \rightarrow 700°C 1 min, 1035 °C 1 min \rightarrow 600°C 1 min, 1035 °C 1 min \rightarrow 800°C 1 min hanno una microdurezza al bordo che è paragonabile tra loro.
- L'aumento di durezza, tuttavia, non è presente nei trattamenti dove non è stata superata la temperatura di β -Transus. Il gruppo dei trattamenti a 700 °C, come nel materiale as-delivered, presenta infatti la stessa microdurezza sia al bordo che al centro del campione. Questo è dovuto dal fatto che in questo gruppo di trattamenti non è presente l'alfa-case. È da notare inoltre che i trattamenti a 700 °C non presentano differenze per la modalità di raffreddamento. Sempre in termini di durezza non presentano differenze nemmeno rispetto al materiale as-delivered.

4.2.2 MICRODUREZZE SULLA ZONA DI FRATTURA

Nella Figura 4.25 sono riportati i valori di microdurezza registrati sulla zona di frattura di un provino indeformato e uno su cui è stata eseguita una prova di trazione a caldo.

Per ogni zona misurata sono state eseguite cinque prove di microdurezza.

Le prove a trazione a caldo sono state eseguite con la stessa modalità delle prove di trazione della sezione successiva: il provino è stato trazonato all'ultima temperatura del ciclo termico.

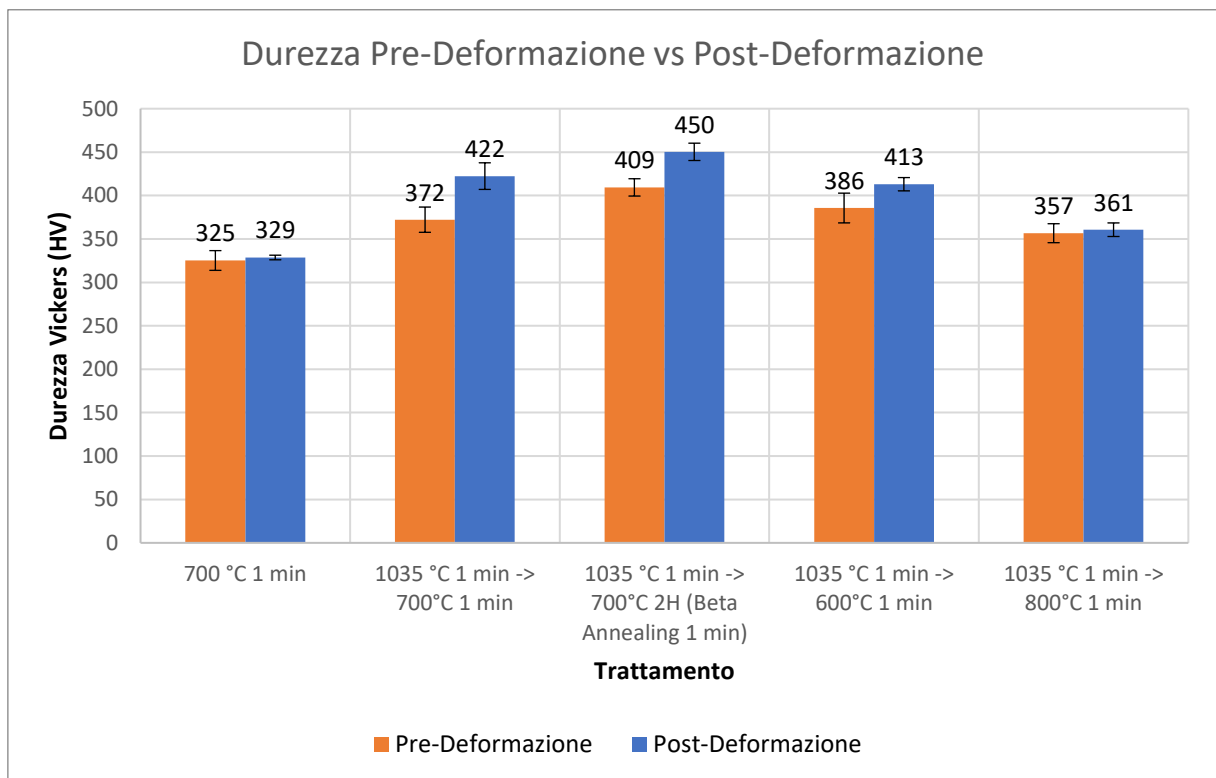


Figura 4.25: Grafico delle microdurezze nella zona di frattura, effettuate su provino pre-deformazione e post-deformazione.

Nella zona della frattura, in seguito ad una deformazione, il materiale è incrudito.

Inoltre, in seguito ad una prova di trazione a caldo avviene un aumento di temperatura locale quando il provino diminuisce di sezione (aumentando la resistività), o quando il circuito viene interrotto dalla rottura del provino.

Si assistono quindi a due possibili effetti: aumento o mantenimento della microdurezza:

- 700°C 1 min.: nel caso del trattamento a 700 °C si misura una microdurezza sulla zona di frattura di 325 HV da indeformato e di 329 HV da deformato.

In questo caso la differenza sia in termini di microdurezza che in termini di microstruttura è minima.

- 1035 °C 1 min -> 700°C 1 min.: in questo caso la durezza del provino indeformato è di 372 HV, mentre in seguito alla deformazione è di 422 HV. Si assiste ad un aumento importante di durezza e ad una variazione nella microstruttura.
- 1035 °C 1 min -> 700°C 2 ore.: in questo caso la durezza del provino indeformato è di 409 HV, mentre deformato è di 450 HV. Anche in questo caso si assiste ad un aumento importante di durezza e ad una variazione nella microstruttura.
- 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min.: in questo caso la durezza del provino indeformato è di 386 HV, mentre deformato è di 413 HV. Si assiste ad un aumento moderato di durezza e ad una variazione nella microstruttura.
- 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min.: in quest'ultimo trattamento la durezza di partenza è di 357 HV, mentre da deformato è di 361 HV. La variazione di durezza, come nella microstruttura è pressoché nulla.

In tutti i casi quindi si nota un aumento di durezza nella zona deformata, con due eccezioni dove la deformazione produce una variazione di durezza molto bassa.

4.2.3 PROFILO DI MICRODUREZZA

Nella Figura 4.26 viene riportato il grafico del profilo di durezza di un provino su cui è stata effettuata una prova di trazione a caldo. In seguito alla deformazione sono state eseguite le prove di microdurezza partendo dalla zona di frattura.

Le prove sono state eseguite ad una distanza tra loro di 0.1 mm fino ad avere un valore che fosse lo stesso per molte ripetizioni (segnale che indica l'entrata in una zona non più interessata dalla deformazione).

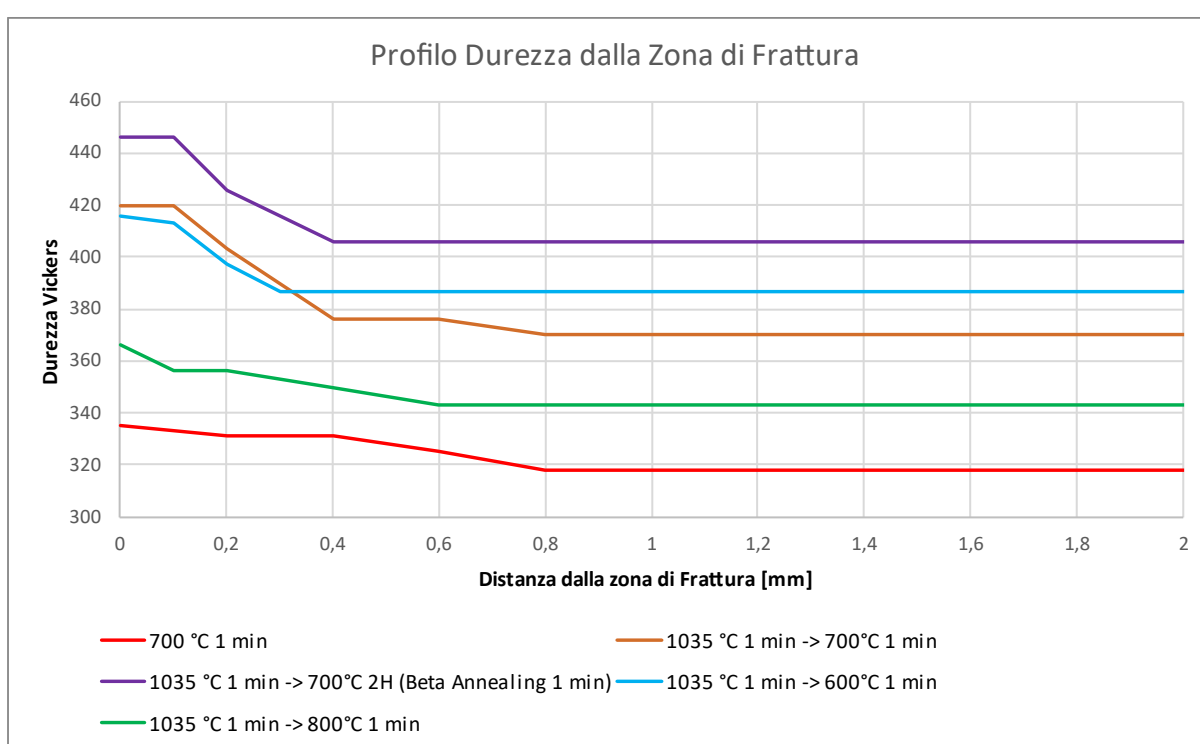


Figura 4.26: Profilo di Microdurezza dalla zona di frattura in seguito ad una prova di trazione a caldo.

Il profilo di microdurezza rivela che nei trattamenti di Beta Annealing 1 min. e 1035 °C 1 min -> 700°C 1 min. avviene un brusco abbassamento di microdurezza nei primi 0,4 mm.

Per il trattamento di 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min. avviene un più moderato abbassamento di microdurezza ma in una distanza minore rispetto ai precedenti (0,3mm).

Infine, il trattamento a 700 1 min e a 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min l'abbassamento di microdurezza è più costante ad una distanza maggiore rispetto ai casi precedenti (rispettivamente a 0,6 mm e a 0,8 mm).

4.3 PROVE DI TRAZIONE

In questa sezione vengono presentati i risultati ottenuti dalle prove di trazione effettuate sui provini di Ti6Al4V dopo diversi cicli termici.

Per ogni trattamento sono state effettuate due prove per confermarne la ripetibilità.

4.3.1 CURVE FORZA-CORSA

La Figura 4.27 illustra le curve le curve forza-corsa che sono state ottenute dalle prove di trazione.

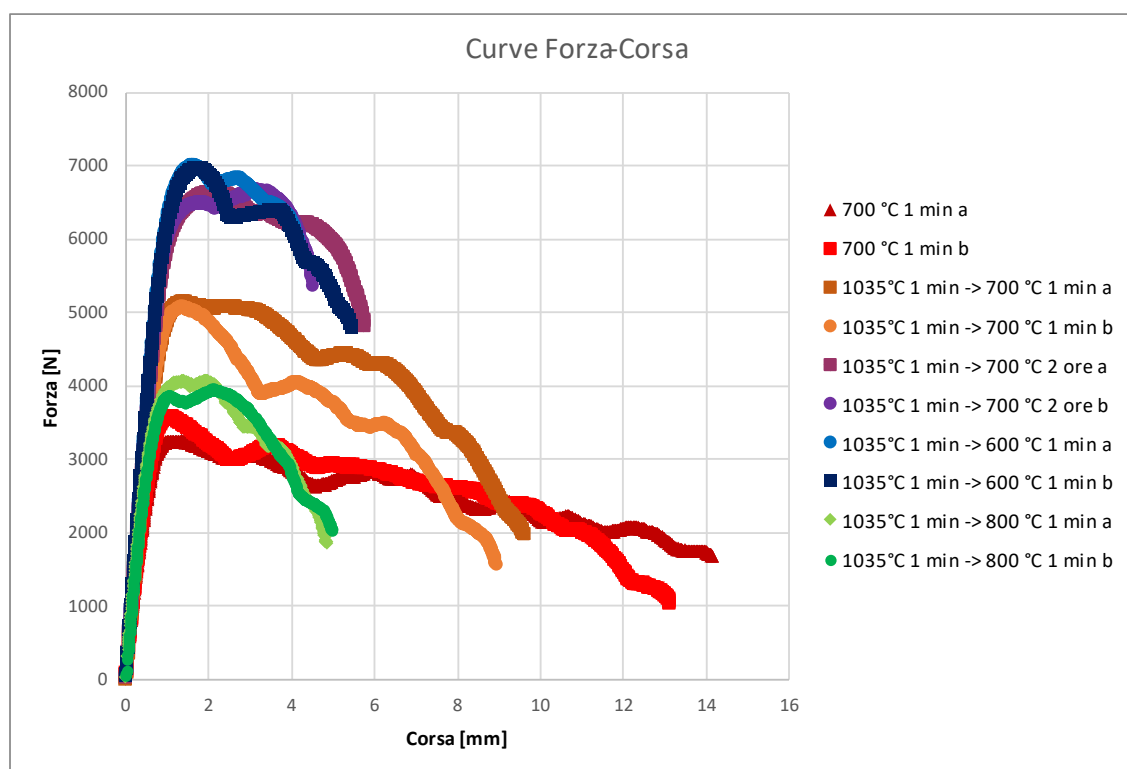


Figura 4.27: Grafico delle curve grezze Forza-Corsa.

Generalmente l'incremento di temperatura determina una diminuzione del modulo elastico, del valore della tensione di snervamento e del valore di tensione ultima. Tuttavia, ne determina un incremento di duttilità e di tenacità. Graficamente si nota con un abbassamento e allungamento della curva [38].

Le curva forza-corsa non danno informazioni dirette delle proprietà del materiale ma sono servite a verificare la ripetibilità delle prove e ad avere una base da cui ricavare le curve di sforzo-deformazione ingegneristiche e reali.

Le curve dopo il tratto elastico mostrano un andamento oscillatorio in quanto suscettibili all'oscillazione della temperatura del controllore PID della temperatura. Questo aspetto viene trasmesso anche nelle curve reali ed ingegneristiche.

4.3.2 ANALISI ARAMIS

Nelle seguenti figure (Figura 4.28, Figura 4.29, Figura 4.31, Figura 4.32, Figura 4.30) sono riportati i risultati di un'analisi ARAMIS. In particolare, vengono illustrati il frame prima della rottura del provino durante la prova di deformazione.

La scala della deformazione a lato del modello è di tipo logaritmico.

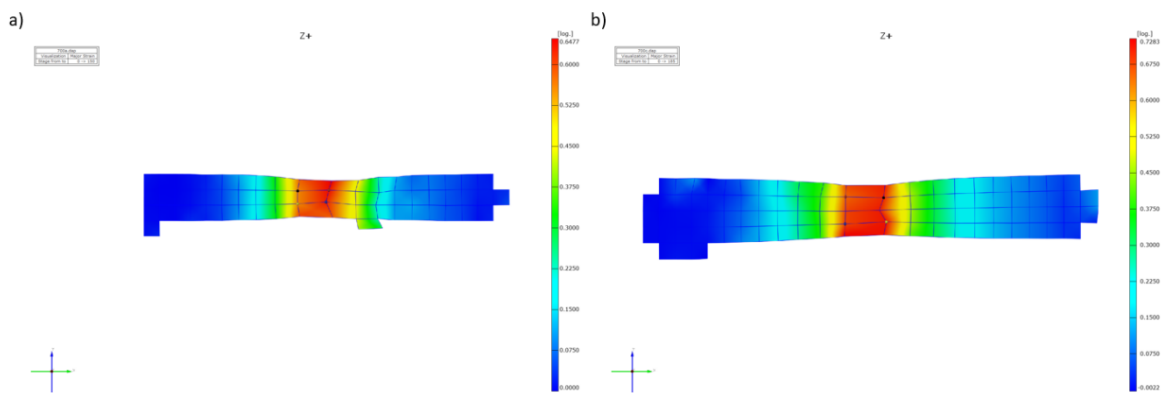


Figura 4.28: ARAMIS 700 °C 1 min.

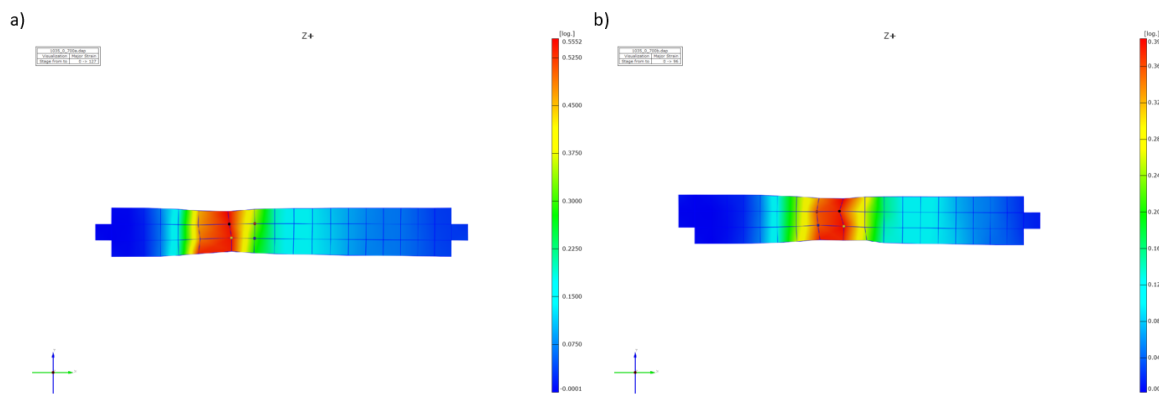


Figura 4.29: ARAMIS 1035 °C 1 min -> 700°C 1 min.

RISULTATI

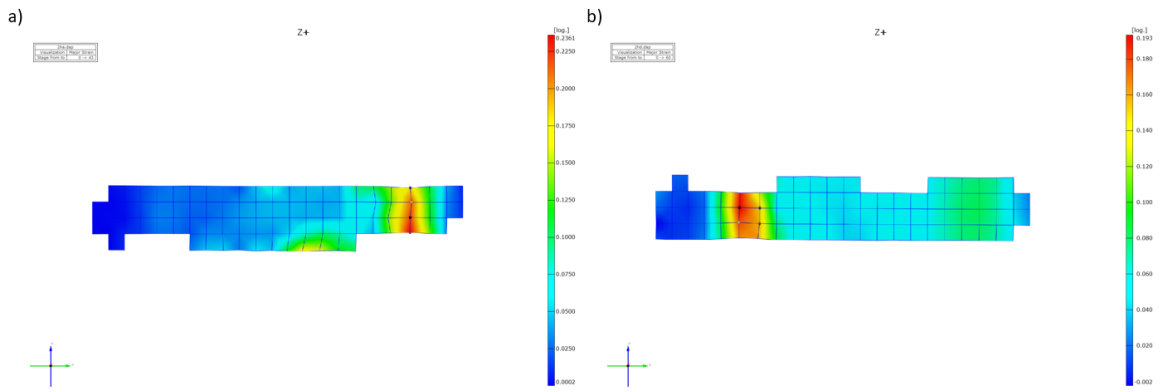


Figura 4.30: ARAMIS 1035 °C 1 min -> 700°C 2 ore.

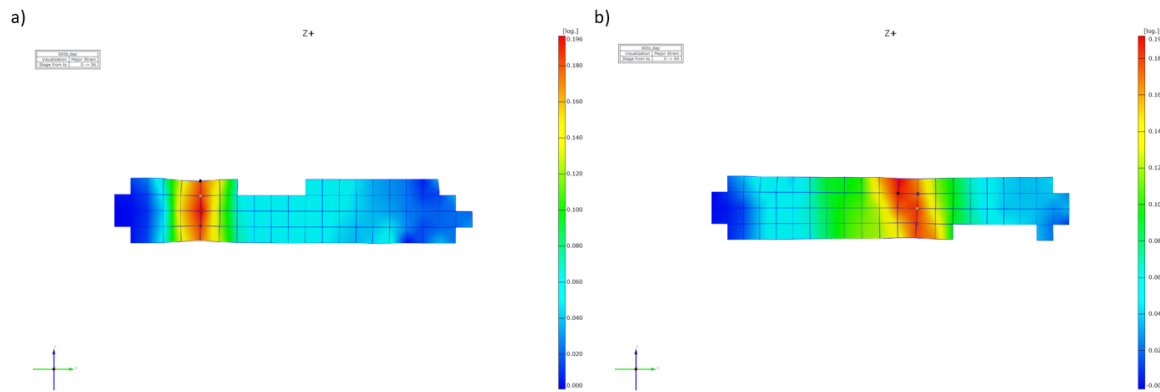


Figura 4.31: ARAMIS 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min.

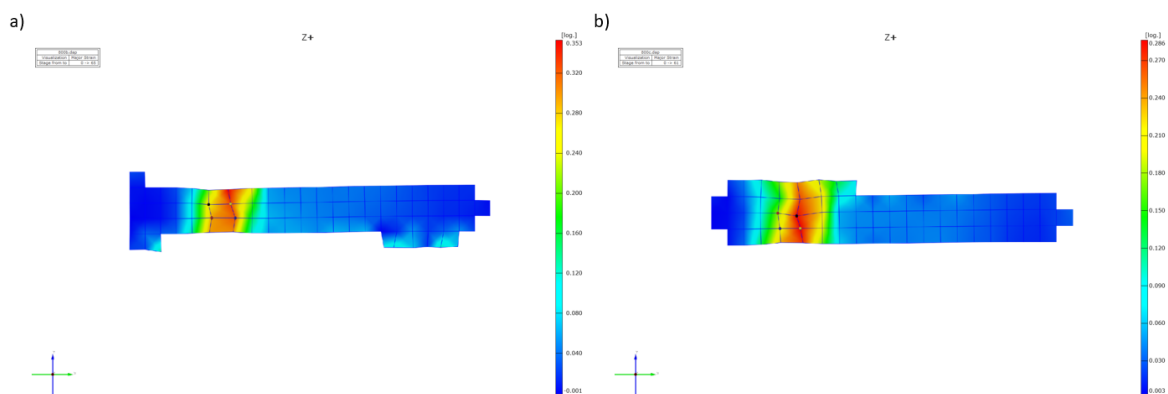


Figura 4.32: ARAMIS 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min.

4.3.3 CURVE INGEGNERISTICHE

Il grafico in Figura 4.33 racchiude le curve sforzo-deformazione ingegneristiche ricavate unendo le curve forza-corsa con i dati delle deformazioni frame per frame ottenuti attraverso le analisi ARAMIS.

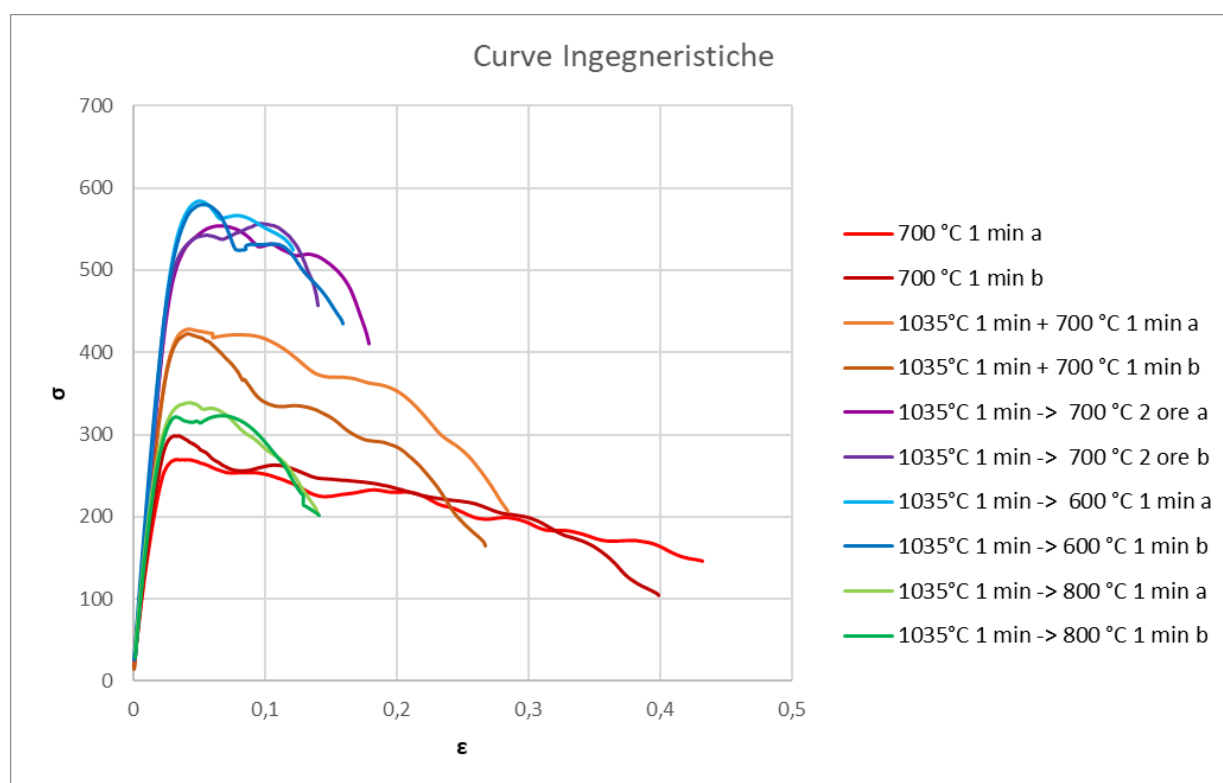


Figura 4.33 Grafico delle curve Sforzo-Deformazione Ingegneristiche.

Dalle curve ingegneristiche sono stati ricavati le tensioni e deformazioni massime e di rottura. I valori sono riportati nelle tabelle seguenti (Tabella 5, Tabella 6, Tabella 7, Tabella 8, Tabella 9).

700 °C 1 min	ϵ UTS	σ UTS [MPa]	ϵ r	σ r [MPa]
Prova A	0,033	270,30	0,414	153,02
Prova B	0,035	297,96	0,399	104,00
Media	0,034	284,13	0,406	128,51

Tabella 5: Dati ricavati dalla curva ingegneristica della prova 700 °C 1 min.

RISULTATI

1035°C 1 min -> 700 °C 1 min	ϵ UTS	σ UTS [MPa]	ϵ r	σ r [MPa]
Prova A	0,042	428,51	0,284	206,51
Prova B	0,041	422,95	0,268	164,46
Media	0,041	425,73	0,276	185,49

Tabella 6: Dati ricavati dalla curva ingegneristica della prova 1035°C 1 min -> 700 °C 1 min.

1035°C 1 min -> 700 °C 2 ore	ϵ UTS	σ UTS [MPa]	ϵ r	σ r [MPa]
Prova A	0,066	553,92	0,179	410,49
Prova B	0,096	556,05	0,140	456,63
Media	0,081	554,98	0,159	433,56

Tabella 7: Dati ricavati dalla curva ingegneristica della prova 1035°C 1 min -> 700 °C 2 ore.

1035°C 1 min -> 600 °C 1 min	ϵ UTS	σ UTS [MPa]	ϵ r	σ r [MPa]
Prova A	0,050	584,37	0,121	524,80
Prova B	0,053	580,54	0,159	435,37
Media	0,051	582,45	0,140	480,08

Tabella 8: Dati ricavati dalla curva ingegneristica della prova 1035°C 1 min -> 600 °C 1 min.

1035°C 1 min -> 800 °C 1 min	ϵ UTS	σ UTS [MPa]	ϵ r	σ r [MPa]
Prova A	0,044	338,42	0,141	203,16
Prova B	0,069	323,40	0,142	201,67
Media	0,057	330,91	0,141	202,42

Tabella 9: Dati ricavati dalla curva ingegneristica della prova 1035°C 1 min -> 800 °C 1 min.

Confrontando le prove si nota che:

- I trattamenti 1035 °C 1 min -> 700°C 2 ore e 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min sono i due cicli che presentano modulo elastico, tensione ultima e tensione a rottura maggiori. Tuttavia, insieme al ciclo 1035°C 1 min -> 800 °C 1 min, sono i cicli che presentano una deformazione a rottura minore (ma con una resistenza di quest'ultimo caso

decisamente inferiore). Inoltre, la rottura durante la prova di trazione è avvenuta in modo più brusco rispetto agli altri cicli.

La curva e la modalità di frattura indicano che in questi casi il materiale assume un comportamento fragile.

- I trattamenti a 700 °C 1 min e 1035°C 1 min -> 700 °C 1 min sono i cicli che presentano le deformazioni a rottura più elevate. Mentre il trattamento a 700°C 1 min è il trattamento che presenta la resistenza minore in generale, l'aggiunta di un tratto nel campo del β -Transus ne fa aumentare la resistenza ma ne fa mantenere una buona duttilità. Durante le prove di trazione la frattura è risultata più morbida rispetto agli altri cicli, e questo dimostra che in questi casi il materiale ha un comportamento molto più duttile.

4.3.4 CURVE REALI

Il grafico rappresentato in Figura 4.34 racchiude le curve sforzo-deformazione reali ricavate unendo le curve forza-corsa con i dati delle deformazioni frame per frame ottenuti attraverso le analisi ARAMIS.

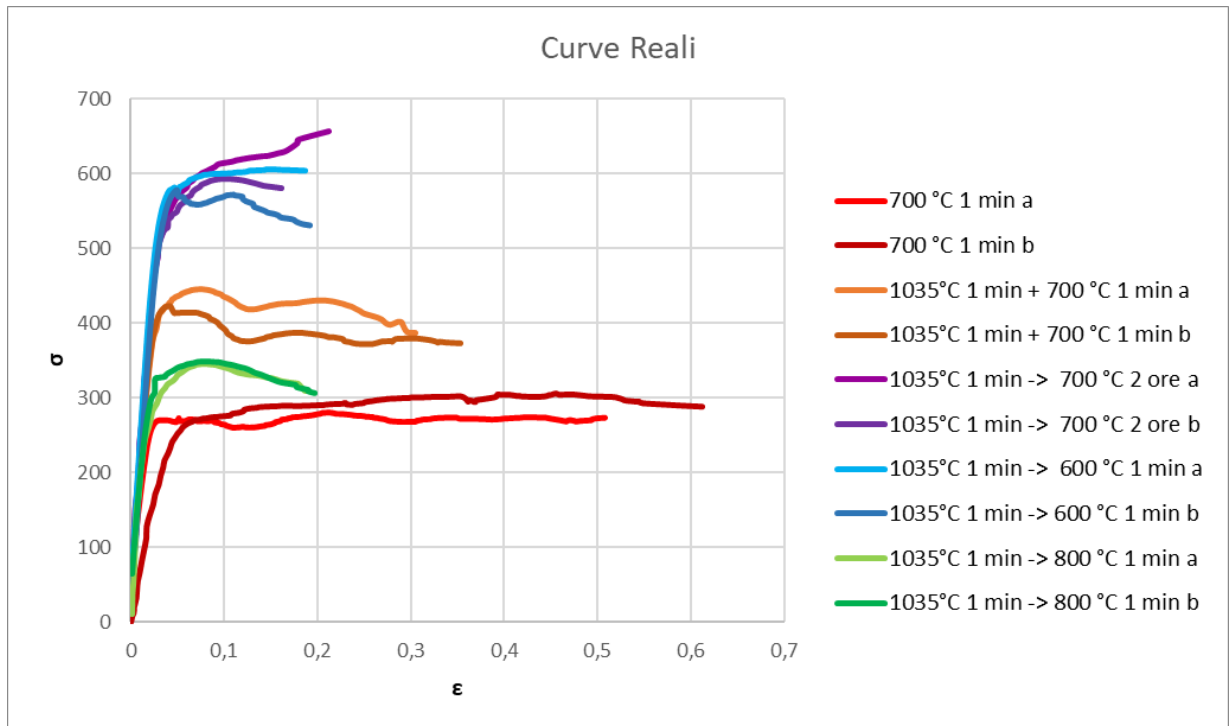


Figura 4.34: Grafico delle curve Sforzo-Deformazione Reali.

Dalle curve reali è stato possibile ricavare tramite minimizzazione di una funzione di costo i parametri caratteristici per costruire il modello di Hollomon.

Per determinare i coefficienti K e n si sono state trovate le tensioni derivanti da un modello di Hollomon (σ_h) con dei coefficienti fittizi (K=100, n=0,1) usando le deformazioni reali ricavate dall'analisi ARAMIS:

$$\sigma_h = 100\varepsilon^{0,1}$$

È stata poi calcolata la differenza tra le tensioni reali e le tensioni del modello fittizio:

$$\Delta = \sigma_r - \sigma_h$$

Sono poi stati sommate tutte le differenze tra le tensioni.

Utilizzando la funzione Risolutore di Excel si è impostato come funzione obbiettivo la somma delle differenze, come condizione la minimizzazione e come variabili i coefficienti K e n fittizi. Si ottengono quindi i coefficienti per costruire l'equazione del modello di Hollomon da cui è possibile tracciarne il grafico.

Nella Figura 4.35 è riportato il confronto tra una curva ottenuta tramite analisi ARAMIS e una curva ottenuta dall'equazione di Hollomon.

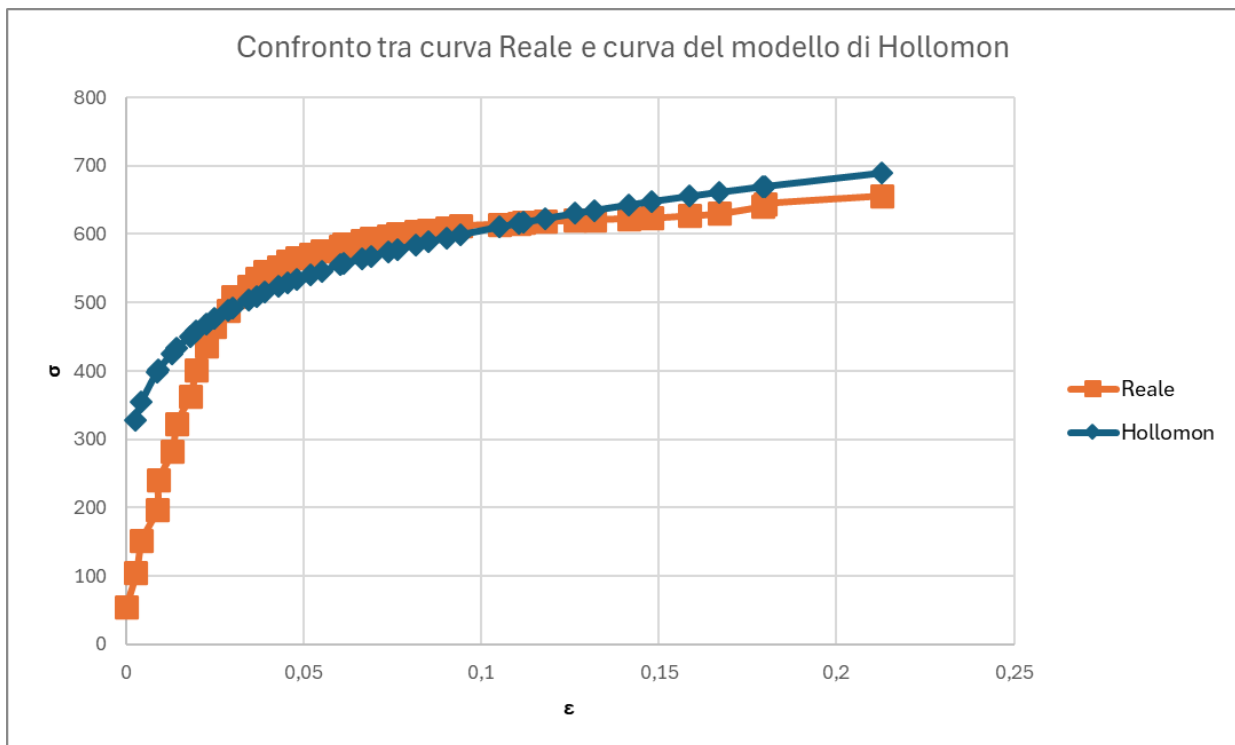


Figura 4.35: Confronto tra una curva reale e una curva ottenuta tramite il modello di Hollomon.

È stata effettuata la procedura su una prova per ogni ciclo termico preso in esame e si ottengono quindi i coefficienti K e n della Tabella 10 da cui è possibile ricavare le curve della Figura 4.36.

RISULTATI

Ciclo Termico	K	n
700 °C 1 min	330,24	0,086
1035°C 1 min -> 700°C 1 min	420,83	0,060
1035°C 1 min -> 700°C 2 ore	900,47	0,172
1035°C 1 min -> 600°C 1 min	861,36	0,152
1035°C 1 min -> 800°C 1 min	418,68	0,089

Tabella 10: Coefficienti del modello di Hollomon dei diversi cicli termici.

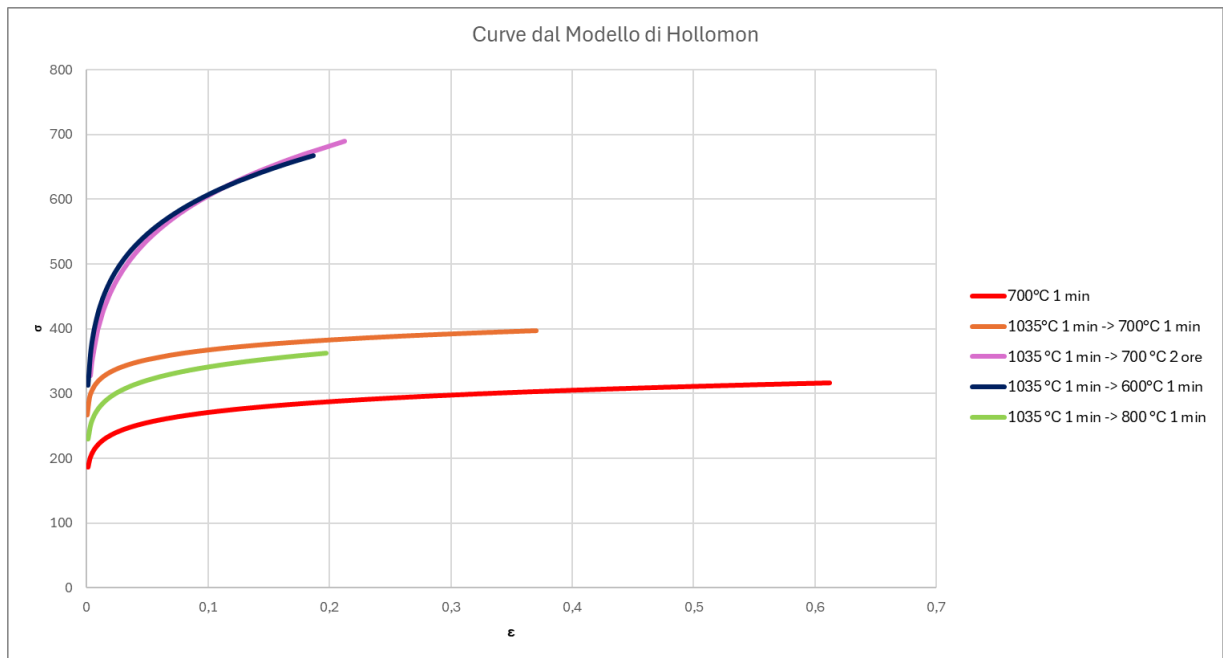


Figura 4.36: Curve di Hollomon.

Le curve di Hollomon indicano il comportamento plastico del materiale ed individuano come migliore trattamento per essere deformato il trattamento a 700°C. Tuttavia, anche il trattamento a 1035°C 1 min -> 700°C 1 min ottiene delle ottime performance per quanto riguarda la deformazione e soprattutto nelle proprietà finali del materiale una volta raffreddato.

5. DISCUSSIONE DEI RISULTATI

In questa sezione verranno riassunti e discussi i risultati ottenuti tramite le prove sperimentali.

5.1 MICROSTRUTTURE E MICRODUREZZE

Le micrografie e le prove di microdurezza effettuate sui campioni dopo aver subito i trattamenti termici hanno avuto lo scopo di valutare i cambiamenti che avvenivano sulla microstruttura e sulla durezza sulla lega Ti-6Al-4V.

5.1.1 ANALISI DEL CENTRO E BORDO DEI CAMPIONI

Nella Tabella 11 sono riassunti gli effetti dei trattamenti termici sulla lega di titanio di grado 5.

Trattamento	Centro			Bordo		
	Microdurezza Media	Aumento %	Microstruttura	Microdurezza Media	Aumento %	Spessore α -case
Materiale As-Delivered	356	0	$\alpha + \beta$ di tipo equiassico	354	0	0
1035 °C 5 min	393	13	α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β	462	32	24,8
1035 °C 15 min	404	16	α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β	473	35	58,9
1035 °C 30 min	411	18	α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β	477	36	103,0
Beta STA	432	24	α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β	502	43	44,1
Beta STOA	419	21	α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β	457	30	58,7
Beta Annealing	411	18	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	513	46	70,3
Beta Annealing 1 min	409	18	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	412	18	11,8
Beta Annealing 3 min	400	15	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	393	12	22,7
700 AC	347	0	$\alpha + \beta$ di tipo equiassico	350	0	0
700 WC	346	-1	$\alpha + \beta$ di tipo equiassico	348	-1	0,0
1035 °C 1 min -> 700°C 1 min	372	7	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	417	19	12,7

1035 °C 1 min -> 600°C 1 min	386	11	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	382	9	19,3
1035 °C 1 min -> 800°C 1 min	357	3	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	382	9	14,6

Tabella 11: Tabella riassuntiva degli effetti dei trattamenti termici sulla lega Ti6Al4V.

Analizzando i trattamenti per gruppi si possono valutare in modo più mirato le conseguenze della variazione dei parametri dei cicli e osservarne gli effetti sia stand-alone che uniti ad altri tipi di trattamenti.

Primo gruppo (Beta STA - Beta STOA - Beta Annealing):

Questo gruppo aveva come scopo quello di valutare effettivamente gli effetti di questi cicli usati a livello commerciale e stabilire un punto di partenza su cui variare i parametri.

I trattamenti di Beta STA e Beta STOA producono una microstruttura caratterizzata da α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β .

Il trattamento di Beta Annealing invece ha prodotto una microstruttura diversa: α' di tipo Widmanstätten in matrice β .

Le due diverse microstrutture derivano dalla diversa modalità di raffreddamento: la tempra dalla temperatura di β -Transus porta alla formazione di una struttura martensitica, con conseguente aumento di durezza ma diminuzione di duttilità.

Al bordo è presente α -case in quanto nella prima parte dei trattamenti sono state raggiunte alte temperature.

Secondo gruppo (1035 °C 5 min. / 1035 °C 15 min. / 1035 °C 30 min.):

Questo gruppo di trattamenti aveva l'obiettivo di valutare l'effetto del tempo di permanenza sopra la temperatura di β -Transus.

La lega che viene trattata solo sopra β -Transus e viene raffreddata molto velocemente (acqua/tempra) assume una microstruttura composta da α' (martensitica) di tipo aciculare in matrice di β . L'aumento del tempo di permanenza ne fa aumentare la durezza ma ne diminuisce anche la duttilità.

Un aspetto incisivo di questi cicli è al bordo: avviene la formazione di α -case e l'aumento del tempo di permanenza ne fa aumentare lo spessore.

L' α -case aumenta la durezza al bordo del materiale ma generalmente potrebbe non rappresentare una caratteristica positiva in quanto in questa zona (comunque contenuta rispetto

allo spessore del materiale) il materiale diventa estremamente più fragile e quindi rilasciare detriti. In un'applicazione biomedicale questo potrebbe portare quindi alla diffusione libera di corpi estranei e portare a fibrosi o addirittura alla necrosi dei tessuti. Anche in un'applicazione in ambito meccanico questo strato potrebbe non essere desiderabile per i motivi citati in precedenza.

Terzo gruppo (700°C 2 ore. AC. / 700°C 2 ore. WC.):

Questo gruppo era mirato a determinare l'effetto della modalità di raffreddamento rispetto alla temperatura usata solitamente nei cicli termici sotto β -Transus e nel processo di stampaggio a caldo.

Entrambi i trattamenti non determinano variazioni significative nella microstruttura e nella durezza del materiale. Inoltre, non c'è formazione di α -case al bordo.

Questo ciclo termico, quindi, non ha effetti macroscopici sulle proprietà del materiale se non quello di far rilassare eventuali tensioni interne.

Anche la modalità di raffreddamento, quindi, non è influente sulle proprietà della lega post-trattamento.

Quarto gruppo (Beta Annealing 1 min. / Beta Annealing 3 min.):

Questo gruppo di trattamenti va a valutare l'effetto di un'eventuale variazione del tempo di permanenza sopra β -Transus nel ciclo di Beta Annealing, provando a ridurre al minimo quest'ultimo.

In termini di microstruttura, in entrambi i casi, si ottiene una composizione simile a quella del Beta Annealing originale (α' di tipo Widmanstätten in matrice β). Anche la microdurezza non subisce particolari variazioni.

Lo spessore di α -case infine è ridotto rispetto al trattamento di Beta Annealing e lo spessore minimo è raggiunto proprio dal trattamento di Beta Annealing 1 min., quindi il trattamento con il tempo di permanenza minore sopra β -Transus.

Quinto gruppo (1035 °C 1 min. -> 700°C 1 min. / 1035 °C 1 min. -> 600°C 1 min. / 1035 °C 1 min. -> 800°C 1 min.):

Questo gruppo aveva lo scopo di minimizzare la durata di entrambe le componenti del ciclo di Beta Annealing per valutare gli effetti dell'abbattimento del tempo di permanenza all'interno delle fasi di mantenimento della temperatura su una lamiera di Ti64.

Tutti e tre i cicli producono una microstruttura composta da α' di tipo Widmanstätten in matrice β simile a quella prodotta dal trattamento di Beta Annealing. Tuttavia, le microdurezze divergono leggermente dal trattamento di Beta Annealing originale. In particolare, sono ridotte rispetto a quella di partenza. Tra i tre trattamenti di questo gruppo la microdurezza maggiore è raggiunta dal trattamento a 1035 °C 1 min. \rightarrow 600°C 1 min., mentre la minore è quella del trattamento 1035 °C 1 min. \rightarrow 800°C 1 min. che risulta non divergere molto dal materiale as-delivered.

In tutti e tre i casi c'è formazione di α -case. Il ciclo con lo spessore maggiore è il ciclo 1035 °C 1 min. \rightarrow 600°C 1 min., mentre negli altri due casi lo spessore è inferiore ma paragonabile tra loro.

5.1.2 ANALISI SULLA ZONA DI FRATTURA

Nella Tabella 12 sono riassunti gli effetti sulla zona di frattura della deformazione in seguito ad una prova di trazione.

Trattamento	Microstruttura pre-deformazione	Effetto della deformazione sulla microstruttura	Effetto della deformazione sulla microdurezza
700 °C 1 min	$\alpha + \beta$ di tipo equiassico	Dislocazione	Minimo aumento di durezza
1035 °C 1 min -> 700°C 1 min	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	Dislocazione + Aumento di fase α	Aumento di durezza
Beta Annealing 1 min	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	Dislocazione + Aumento di fase α	Aumento di durezza
1035 °C 1 min -> 600°C 1 min	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	Dislocazione + Aumento di fase α	Aumento di durezza
1035 °C 1 min -> 800°C 1 min	α' di tipo Widmanstätten in matrice β	Dislocazione	Minimo aumento di durezza

Tabella 12: Effetti della deformazione sulla microdurezza e sulla microstruttura.

Nella zona di frattura oltre agli effetti dell'incrudimento dovuto alla dislocazione per la prova di trazione si sommano gli effetti dovuti alla temperatura raggiunta durante i trattamenti.

In generale la microstruttura, non attraversando il β -Transus al momento della deformazione non ha subito variazione della configurazione della stessa rispetto alla microstruttura pre-deformazione. Tuttavia, la microstruttura ha subito delle dislocazioni con conseguenti cambiamenti a livello spaziale e in alcuni casi si è riarrangiata includendo una maggiore quantità di fase α .

Si osserva quindi che ad un aumento di fase α ne consegue un aumento di durezza.

In tutti i trattamenti dove una fase del ciclo prevede l'attraversamento del β -Transus si nota un aumento di fase α con conseguente aumento di durezza, ad eccezione del ciclo 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min dove non si registrano particolari cambiamenti né in termini di microstruttura né in termini di durezza.

Anche il trattamento a 700°C 1 min. non registra variazioni rilevanti nella zona di frattura di un provino in seguito alla rottura.

Analizzando i profili di microdurezza nella Figura 4.26 si può osservare che l'aumento di durezza è molto localizzato nei dintorni della zona di frattura.

Soprattutto nei trattamenti dove l'aumento di durezza è più marcato (Beta Annealing 1 min, 1035 °C 1 min -> 700°C 1 min, 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min) la durezza discende in modo molto più brusco rispetto ai trattamenti dove l'aumento di durezza è meno significativo. In questi ultimi (700 °C 1 min, 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min) infatti la rampa di durezza scende meno ripidamente rispetto ai trattamenti precedenti.

5.2 PROVE DI TRAZIONE

Considerando i risultati ottenuti dalle curve sforzo-deformazione ingegneristiche e reali, e le curve del modello di Hollomon, si possono confrontare i trattamenti:

- Il trattamento a 1035 °C 1 min -> 700°C 2h e il trattamento a 1035 °C 1 min -> 600°C 1 min sono i trattamenti che raggiungono la tensione ultima maggiore, ma anche deformazione a rottura minore. Inoltre, le curve dimostrano un comportamento molto simile, con il secondo trattamento che mostra in confronto una tensione ultima leggermente maggiore e una deformazione a rottura leggermente minore.

Questi trattamenti, quindi, inducono una durezza maggiore, ma ne aumentano di molto la fragilità. Sotto questa condizione quindi la lega sottoposta a questi trattamenti termici non è molto adatta allo stampaggio a caldo in quanto la strizione accade in meno deformazione rispetto ad altri trattamenti.

Considerando le curve di Hollomon inoltre sono i due trattamenti che dimostrano un coefficiente di incrudimento n maggiore.

- Il trattamento a 1035 °C 1 min -> 800°C 1 min mostra una buona resistenza a trazione ma allo stesso tempo pur essendo tirato ad una temperatura maggiore non riesce a raggiungere una buona deformazione di rottura. Anche questo trattamento dimostra una fragilità considerevole. Inoltre, il suo coefficiente di incrudimento è molto alto rispetto al trattamento del 700°C 1 min. Questo potrebbe essere dato dal fatto che il campione pur essendo stato trattato ad una temperatura maggiore rispetto a quella usata per rilassarne le tensioni, si sta avvicinando anche alla temperatura di β -Transus.
- Il trattamento da 1035 °C 1 min -> 700°C 1 min mostra un ottimo comportamento in molte caratteristiche: dimostra un ottima resistenza a trazione ma anche un ottimo allungamento. Inoltre, detiene il fattore di incrudimento minore nel gruppo. Questo trattamento si dimostra quindi come un ottimo trattamento rispetto al trattamento classico dei 700°C, dimostrando inoltre di ottenere ottime proprietà nel materiale a freddo.

6. CONCLUSIONI

Nel presente studio, si è condotta quindi un'indagine sui possibili effetti dei trattamenti termici, sia isolati che combinati, sulla microstruttura e sulle proprietà delle lamiere di Ti-6Al-4V.

Attraverso l'analisi di tali trattamenti, sono stati osservati i seguenti effetti.

L'aumento del tempo di permanenza sopra la temperatura di transizione β -Transus ha comportato un incremento della durezza del campione e dello spessore dell' α -case.

Il raffreddamento dal di sopra della transizione β -Transus ha prodotto due tipi distinti di microstrutture:

1. La formazione di α' di tipo aciculare nella matrice β quando il raffreddamento avveniva in acqua.
2. La formazione di α' di tipo Widmanstätten nella matrice β quando il raffreddamento avveniva in aria.

Il trattamento sotto β -Transus su spessori ridotti non ha dimostrato impatto sulla microstruttura e sulla durezza del materiale, indipendentemente dalla velocità di raffreddamento. Inoltre, non si è osservata formazione di α -case.

Nel caso in cui la storia termomeccanica comprende un trattamento sopra la transizione β -Transus seguito da uno inferiore alla temperatura di transizione di fase, la microstruttura prevalente (e la sua durezza) è influenzata dal primo trattamento e dalla sua velocità di raffreddamento. Tuttavia, lo spessore dell' α -case diminuisce con il secondo trattamento, mantenendo comunque una proporzione con il tempo di permanenza sopra la transizione β -Transus. Inoltre, presentano una UTS maggiore ma una deformazione a rottura minore, portando il materiale ad avere una resistenza maggiore a scapito della duttilità.

Nella zona di rottura in seguito ad una deformazione ad alta temperatura porta ad un aumento di durezza se la lega ha superato il β -Transus, recuperando gran parte della durezza pre-deformazione entro 0,4 mm dalla frattura stessa.

In generale i trattamenti che comprendono il superamento della temperatura di β -Transus presentano un coefficiente di incrudimento maggiore rispetto a trattamenti dove questo non viene superato. Considerando il range di temperatura a cui viene eseguito lo stampaggio a caldo del titanio (700-850°C) si è potuto osservare che una lamiera deformata a caldo al limite inferiore (700°C) dopo essere stata portata sopra al β -Transus ottiene le proprietà migliori per essere deformata. Tuttavia, anche il trattamento a 1035°C 1 min -> 700°C 1 min, considerando

CONCLUSIONI

la relazione tempo-costi-duttilità-proprietà finali del materiale sembra ottenere un promettente risultato.

7. BIBLIOGRAFIA

- [1] A. Bagno, «Corso “Organi Artificiali”».
- [2] J. Breime, E. Eisenbarth, e V. Biehl, «Titanium and its Alloys for Medical Applications», in *Titanium and Titanium Alloys*, John Wiley & Sons, Ltd, 2003, pp. 423–451. doi: 10.1002/3527602119.ch16.
- [3] M. Sarraf, E. Rezvani Ghomi, S. Alipour, S. Ramakrishna, e N. Liana Sukiman, «A state-of-the-art review of the fabrication and characteristics of titanium and its alloys for biomedical applications», *Bio-des. Manuf.*, vol. 5, fasc. 2, pp. 371–395, apr. 2022, doi: 10.1007/s42242-021-00170-3.
- [4] M. Peters, J. Kumpfert, C. H. Ward, e C. Leyens, «Titanium Alloys for Aerospace Applications», in *Titanium and Titanium Alloys*, John Wiley & Sons, Ltd, 2003, pp. 333–350. doi: 10.1002/3527602119.ch13.
- [5] G. Sana, «TITANIUM SHEET HOT FORMING IN THE AEROSPACE INDUSTRY», *MATEC Web Conf.*, vol. 321, p. 04020, 2020, doi: 10.1051/mateconf/202032104020.
- [6] R. Boyer, «Titanium and Its Alloys: Metallurgy, Heat Treatment and Alloy Characteristics», 2010. doi: 10.1002/9780470686652.eae198.
- [7] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert, e C. Leyens, «Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys», in *Titanium and Titanium Alloys*, John Wiley & Sons, Ltd, 2003, pp. 1–36. doi: 10.1002/3527602119.ch1.
- [8] F. H. Roes, *Titanium: Physical Metallurgy, Processing, and Applications*. ASM International, 2015. doi: 10.31399/asm.tb.tpmmpa.9781627083188.
- [9] D. Gheorghe *et al.*, «MICROSTRUCTURE DEVELOPMENT IN TITANIUM AND ITS ALLOYS USED FOR MEDICAL APPLICATIONS».
- [10] J. T. Philip, J. Mathew, e B. Kuriachen, «Tribology of Ti6Al4V: A review», *Friction*, vol. 7, fasc. 6, pp. 497–536, dic. 2019, doi: 10.1007/s40544-019-0338-7.
- [11] P. O. Omoniyi, E. T. Akinlabi, e R. M. Mahamood, «Heat Treatments of Ti6Al4V Alloys for Industrial Applications: An Overview», *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 1107, fasc. 1, p. 012094, apr. 2021, doi: 10.1088/1757-899X/1107/1/012094.
- [12] «<https://asm.matweb.com/>».
- [13] H. J. Haydar, J. Al-Deen, A. K. AbidAli, e A. A. Mahmoud, «Improved performance of Ti6Al4V alloy in Biomedical applications - Review.», *J. Phys.: Conf. Ser.*, vol. 1973, fasc. 1, p. 012146, ago. 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1973/1/012146.
- [14] M. Niinomi e M. Nakai, «Titanium-Based Biomaterials for Preventing Stress Shielding between Implant Devices and Bone», *Int J Biomater*, vol. 2011, p. 836587, 2011, doi: 10.1155/2011/836587.
- [15] A. Radomska-Zalas, «Experimental Research on the Use of a Selected Multi-Criteria Method for the Cutting of Titanium Alloy with an Abrasive Water Jet», *Materials*, vol. 16, p. 5405, ago. 2023, doi: 10.3390/ma16155405.
- [16] B. D. Venkatesh, D. L. Chen, e S. D. Bhole, «Effect of heat treatment on mechanical properties of Ti–6Al–4V ELI alloy», *Materials Science and Engineering: A*, vol. 506, fasc. 1, pp. 117–124, apr. 2009, doi: 10.1016/j.msea.2008.11.018.
- [17] Q. Zhu, X. Yang, H. Lan, J. Li, e T. Zhang, «In-situ Observation of High-temperature Phase Transformation of Ti-6Al-4V Titanium Alloy», *J. Phys.: Conf. Ser.*, vol. 2459, fasc. 1, p. 012050, mar. 2023, doi: 10.1088/1742-6596/2459/1/012050.
- [18] M. J. Donachie, *Titanium: A Technical Guide, 2nd Edition*. ASM International, 2000.

- [19] C. Munuera *et al.*, «Surface elastic properties of Ti alloys modified for medical implants: A force spectroscopy study», *Acta Biomaterialia*, vol. 3, fasc. 1, pp. 113–119, gen. 2007, doi: 10.1016/j.actbio.2006.08.009.
- [20] B. Sefer, J. Roa, A. Mateo, R. Pederson, e M.-L. Antti, «Evaluation of the Bulk and Alpha-Case Layer Properties in Ti-6Al-4V at Micro-And Nano-Metric Length Scale», 2016, pp. 1619–1624. doi: 10.1002/9781119296126.ch271.
- [21] P. Seth, J. S. Jha, A. Alankar, e S. K. Mishra, «Alpha-case Formation in Ti-6Al-4V in a Different Oxidizing Environment and Its Effect on Tensile and Fatigue Crack Growth Behavior», *Oxid Met*, vol. 97, fasc. 1, pp. 77–95, feb. 2022, doi: 10.1007/s11085-021-10079-y.
- [22] S. Gao *et al.*, «Anisotropic behavior and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy in high temperature deformation», *J Mater Sci*, vol. 57, fasc. 1, pp. 651–670, gen. 2022, doi: 10.1007/s10853-021-06569-8.
- [23] A. Sheikh-Ali, «On flow stress anisotropy in Ti-6Al-4V alloy sheet during superplastic deformation», *J Mater Sci*, vol. 42, fasc. 10, pp. 3621–3626, mag. 2007, doi: 10.1007/s10853-006-0370-7.
- [24] J. Meng, X. Chen, J. Jiang, e L. Liu, «Investigation on Anisotropic Mechanical Behavior of Ti-6Al-4V Alloy via Schmid Factor and Kernel Average Misorientation Distribution», *Metals*, vol. 13, fasc. 1, Art. fasc. 1, gen. 2023, doi: 10.3390/met13010089.
- [25] M. A. Wahed, A. K. Gupta, S. K. Singh, e N. Kotkunde, «Effect of anisotropy on mechanical properties of Ti-6Al-4V in superplastic region», *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 346, fasc. 1, p. 012023, apr. 2018, doi: 10.1088/1757-899X/346/1/012023.
- [26] C. Chen, M. Chen, L. Xie, Z. Gong, e J. Ye, «Numerical and experimental investigations of the hot stamping process for complex aircraft skin parts composed of TA32 high-temperature titanium alloy using an Arrhenius-type constitutive model», *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 103, fasc. 1, pp. 807–817, lug. 2019, doi: 10.1007/s00170-019-03568-7.
- [27] M. Kopec, «Hot stamping of titanium alloys», 2020. doi: 10.25560/86389.
- [28] H. Karbasian e A. E. Tekkaya, «A review on hot stamping», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, fasc. 15, pp. 2103–2118, nov. 2010, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2010.07.019.
- [29] H. S. Chen *et al.*, «A unified model to predict the hot stamping and subsequent stress-relaxation process of a Ti-6Al-4V alloy», *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, vol. 1270, fasc. 1, p. 012098, dic. 2022, doi: 10.1088/1757-899X/1270/1/012098.
- [30] S. Bruschi e A. Ghiotti, «3.03 - Hot Stamping», in *Comprehensive Materials Processing*, S. Hashmi, G. F. Batalha, C. J. Van Tyne, e B. Yilbas, A c. di, Oxford: Elsevier, 2014, pp. 27–54. doi: 10.1016/B978-0-08-096532-1.00303-4.
- [31] M. Kopec, K. Wang, D. J. Politis, Y. Wang, L. Wang, e J. Lin, «Formability and microstructure evolution mechanisms of Ti6Al4V alloy during a novel hot stamping process», *Materials Science and Engineering: A*, vol. 719, pp. 72–81, mar. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.02.038.
- [32] M. Kopec, K. Wang, Y. Wang, L. Wang, e J. Lin, «Feasibility study of a novel hot stamping process for Ti6Al4V alloy», *MATEC Web Conf.*, vol. 190, p. 08001, 2018, doi: 10.1051/mateconf/201819008001.
- [33] T. Maeno, K.-I. Mori, e Z. Hamedon, «Hot bending of titanium alloy sheet using resistance heating», *Steel Research International*, pp. 287–290, gen. 2012.
- [34] R. Pederson, O. Babushkin, F. Skystedt, e R. Warren, «Use of high temperature X-ray diffractometry to study phase transitions and thermal expansion properties in Ti-6Al-4V», *Materials Science and Technology*, vol. 19, pp. 1533–1538, nov. 2003, doi: 10.1179/026708303225008013.

- [35] K. P. A. Rajagopal, A. M. Jose, A. Soman, e C. J. Dcruz, «INVESTIGATION OF PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF Ti ALLOY (Ti-6Al-4V) UNDER PRECISELY CONTROLLED HEAT TREATMENT PROCESSES», vol. 6, fasc. 2.
- [36] H. Gao *et al.*, «Residual stress and microstructure of Ti6Al4V treated by thermal-vibratory stress relief process», *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 18, pp. 5161–5181, mag. 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.04.137.
- [37] N. Constans solé, «An investigation on the Bauschinger effect in titanium alloys for aerospace applications: strain rate and pressure dependence», <http://purl.org/dc/dcmitype/Text>, University of Oxford, 2021. [Online]. Disponibile su: <https://ora.ox.ac.uk/objects/uuid:fe3d9b21-895b-4764-8f10-39c6bc8d5425>
- [38] S. Bruschi, «Corso “Manufacturing for Biomedical Devices”».