

### UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DEI MATERIALI

### TESI DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DEI MATERIALI

## Studio sperimentale e numerico del processo Large Strain Extrusion Machining applicato a leghe di magnesio per applicazioni biomedicali

Relatore: Ch.ma Prof. Ing. Stefania Bruschi Correlatore: Ing. Bertolini Rachele

> Laureando: Andrea Toson Matricola 1138189

ANNO ACCADEMICO 2018-2019

### Riassunto

L'obiettivo della tesi è lo studio del processo Large Strain Extrusion Machining (LSEM) applicato alla lega di magnesio AZ31 usata in ambito biomedicale nella produzione di parti di impianti temporanei, quindi con adeguata resistenza a corrosione.

Si è effettuato un confronto diretto con la lavorazione di taglio ortogonale convenzionale; in particolare tramite analisi micrografica, prove di durezza e prove di corrosione si è valutata l'influenza della presenza del constraint sulla superficie della barra lavorata.

Relativamente ai trucioli, l'indagine si è focalizzata sul confronto con una lamiera di AZ31 allo stato ricotto, per valutare le eventuali migliori proprietà: oltre all'analisi microstrutturale e alle prove di corrosione, si è effettuata una caratterizzazione meccanica (prove di durezza e prove di trazione) combinata ad una caratterizzazione microstrutturale (analisi XRD).

A supporto dei risultati ottenuti sperimentalmente si è condotto uno studio numerico del processo tramite l'utilizzo del software Forge\_NxT®. I risultati hanno dimostrato che la lavorazione LSEM, rispetto al taglio ortogonale, porta ad un miglioramento della resistenza a corrosione superficiale della barra e che i lamierini ottenuti con LSEM, oltre a presentare una migliorata formabilità a temperatura ambiente rispetto alla lamiera, possono essere considerati industrialmente dei potenziali semilavorati per realizzare piccoli dispositivi biomedicali.

# Indice

Ir	ıtroduz	ione	1
1	Il n	nagnesio	
	1.1	Caratteristiche generali	
	1.2	Principali meccanismi di scorrimento	6
	1.3	Comportamento a corrosione	9
2	Tag	glio ortogonale e LSEM	11
	2.1	Taglio ortogonale	11
	2.1.	.1 Caratteristiche del processo di taglio ortogonale	11
	2.1.	.2 Ipotesi di taglio ortogonale	14
	2.1.	.3 Deformazione e velocità di deformazione nel taglio ortogonale	15
	2.1.	.4 Morfologia del truciolo	16
	2.1.	.5 Le forze nel taglio ortogonale	17
	2.2	Large Strain Extrusion Machining (LSEM)	21
	2.2.	.1 Meccanica del processo LSEM	
	2.2.	.2 Nuovo modello teorico per la deformazione in LSEM	
3	Pro	gettazione del setup sperimentale e analisi numerica	
	3.1	Progettazione del setup sperimentale	
	3.2	Configurazione dell'analisi numerica	
	3.2.	.1 Configurazione del modello	
	3.2.	.2 Material modeling	
	3.2.	.3 Friction model	
	3.2.	.4 Heat exchange model	
	3.2.	.5 Limitazioni e approssimazioni del modello numerico	
4	Ma	teriali e metodi	41

	4.1	Ma	ateriale utilizzato	41
	4.2	La	avorazione	42
	4.2	.1	Utensili da taglio	44
	4.3	Pro	eparazione dei campioni e analisi micrografica	46
	4.4	Pro	ove di durezza	47
	4.4	.1	Micro-durezza	47
	4.4	.2	Nano-durezza	48
	4.5	Pro	ove di corrosione	49
	4.6	Pro	ove di trazione	49
	4.7	Ar	nalisi XRD	51
5	An	alis	i dei risultati	53
	5.1	M	orfologia truciolo	53
	5.2	M	icrostruttura e caratterizzazione meccanica barre lavorate	54
	5.2	.1	Microstruttura della barra lavorata	54
	5.2	.2	Caratterizzazione meccanica della barra lavorata	58
	5.3	M	icrostruttura e caratterizzazione meccanica trucioli LSEM	62
	5.3	.1	Microstruttura dei trucioli LSEM	62
	5.3	.2	Caratterizzazione meccanica dei trucioli	64
	5.4	Co	omportamento a corrosione della barra lavorata	66
	5.5	Co	omportamento a corrosione dei trucioli LSEM	69
6	Co	nfrc	onto truciolo LSEMed e lamiera	71
	6.1	M	icrostruttura truciolo T-EC-2 e lamiera	71
	6.2	Ca	aratteristiche meccaniche truciolo T-EC-2 e lamiera	73
	6.3	Сс	omportamento a corrosione T-EC-2 e lamiera	76
	6.4	Ar	nalisi XRD	77
	6.5	Aŗ	pplicazioni dei trucioli LSEM	81

7	Ris	ultati dell'analisi numerica	85
7.	1	Effective strain lungo lo shear plane	85
7.2	2	Spessore UFG	89
7.3	3	Temperatura	91
Conc	lus	ioni	95
Elen	co (	lelle abbreviazioni	97
Bibli	ogr	afia	99

### Introduzione

Large Strain Extrusion Machining (LSEM) è un processo di asportazione di truciolo che sfrutta l'elevata e localizzata deformazione per creare, direttamente dal materiale massivo, trucioli di morfologia continua con spessore impostato prima della prova sulla base della posizione del constraint. La produzione di lamierini di magnesio è una delle principali sfide per la riduzione di peso nel settore dell'industria manifatturiera a causa della scarsa formabilità della struttura esagonale compatta a temperatura ambiente.

Il magnesio, e in particolare le sue leghe, per le proprietà di biocompatibilità e biodegradabilità è sempre più utilizzato in ambito biomedicale: il materiale in oggetto è adatto alla produzione di parti di impianti protesici temporanei che non richiedono il secondo intervento di rimozione dato che vengono lentamente riassorbiti dall'organismo [1], [2].

In aggiunta, i lamierini di magnesio possono essere usati come clip, graffette da sutura o simili devices biomedicali [3], [4], [5], [6].

Un primo obiettivo della tesi è correlare la deformazione alla resistenza alla corrosione per verificare se effettivamente la lavorazione LSEM porti ad un miglioramento della resistenza a corrosione rispetto al materiale lavorato con taglio ortogonale.

Il secondo obiettivo è la produzione di un semilavorato, il truciolo continuo ottimale, con prestazioni migliori della lamiera ottenuta da laminazione, che possa essere usato per realizzare dispositivi biomedicali di piccole dimensioni.

Il primo capitolo fornisce una breve presentazione del magnesio e delle sue leghe con particolare attenzione ai meccanismi di deformazione e al comportamento a corrosione.

Nel secondo capitolo dell'elaborato è presentata una panoramica generale sul processo di asportazione di truciolo in configurazione di taglio ortogonale e una descrizione della lavorazione LSEM.

Il terzo capitolo è suddiviso in due parti: la progettazione del setup sperimentale per l'ottenimento di un truciolo continuo ottimizzato e la configurazione del modello usato per le simulazioni numeriche dei due processi di asportazione di truciolo in esame.

La trattazione continua con un quarto capitolo che descrive metodi e strumenti utilizzati per la parte sperimentale.

Il quinto capitolo riporta l'analisi e la discussione dei risultati ottenuti dalle varie prove effettuate sui campioni di barra lavorata e di truciolo.

Il sesto capitolo presenta un confronto tra le varie proprietà della lamiera e del miglior truciolo LSEM ottenuto, in funzione delle applicazioni di quest'ultimo.

L'ultimo capitolo comprende la validazione delle simulazioni FEM condotte e i relativi risultati.

Seguono le conclusioni del lavoro svolto.

# **Capitolo 1**

### Il magnesio

### 1.1 Caratteristiche generali

Il magnesio è un metallo alcalino terroso ed è il quarto elemento più abbondante in natura dopo il ferro, l'ossigeno e il silicio. Tra tutti i metalli strutturali e attualmente impiegabili industrialmente, il magnesio è quello più leggero ( $\rho = 1.739$  g/cm<sup>3</sup> a 20°C, circa 2/3 della densità dell'alluminio  $\rho = 2.7$  g/cm<sup>3</sup>) [7]. Dal punto di vista meccanico possiede un buon modulo elastico ed elevate proprietà meccaniche specifiche tra i vari metalli strutturali. Le proprietà svantaggiose del magnesio, che ne hanno limitato l'uso, sono la ridotta resistenza a corrosione, l'elevata reattività allo stato liquido o se sotto forma di polvere e gli elevati costi industriali produttivi (oltre al costo della materia prima è da tener conto il considerevole costo per la trasformazione, perché la produzione di magnesio metallico richiede una gran quantità di energia dovuta alla sua alta reattività).

Le sue proprietà, assieme al basso peso specifico, ne fanno un candidato ottimale nelle applicazioni dove la riduzione del peso è l'obiettivo primario. Un esempio è dato dal settore dei trasporti, in cui l'alleggerimento del prodotto significa un consumo inferiore di carburante e quindi una riduzione delle emissioni nell'aria.

Ulteriori caratteristiche positive del magnesio sono:

- eccezionale stabilità dimensionale;
- alta resistenza all'impatto;
- eccellente assorbimento delle vibrazioni;
- para-magneticità;
- basso punto di fusione (650 °C);
- ottima colabilità;
- buona lavorabilità alle macchine utensili: infatti il magnesio si può lavorare alla massima velocità ottenibile dall'utensile e sostanzialmente con meno potenza di quella richiesta per gli altri metalli;
- ottima riciclabilità.

Il problema principale delle leghe di magnesio più comuni è la scarsa resistenza alla corrosione atmosferica; i componenti esposti all'umidità e agli agenti atmosferici necessitano di rivestimenti superficiali quali anodizzazione, cromatazione o verniciatura con resine epossidiche con evidenti aggravi sui costi di produzione. Si è constatato l'effetto dannoso di impurità quali Ni, Cu, Fe sulla resistenza a corrosione: si formano infatti intermetallici che danno origine, con la matrice, a celle microgalvaniche in cui la soluzione solida ricca in magnesio, agendo da anodo, si corrode.

Un miglioramento in termini di resistenza all'ossidazione e alla corrosione si è ottenuto nella metà degli anni '80 tramite delle leghe più recenti (leghe "iperpure") in cui si hanno tenori massimi di 10 ppm e 300 ppm rispettivamente per Ni e Cu e che contengono una quantità minima anche di impurità di Fe. Le leghe iperpure, cioè a tenore di impurezze controllato, offrono discrete proprietà di resistenza alla corrosione atmosferica con prestazioni paragonabili a molte comuni leghe di alluminio.

Parallelamente l'industria della trasformazione ha sviluppato processi di fonderia, essenzialmente di pressocolata, in grado di contenere i costi di produzione. Grazie a queste innovazioni si sono potuti progettare nuovi componenti strutturali in lega di magnesio in grado di sostituire vantaggiosamente le tradizionali parti costruite in acciaio o in alluminio; i benefici ottenibili sono legati alle possibilità di sfruttare efficacemente le eccezionali proprietà fisiche del magnesio che rendono possibile la produzione di pezzi complessi integrando diverse funzioni ed evitando al tempo stesso la necessità di onerosi assemblaggi di più parti. Non è da sottovalutare l'opportunità di ridurre significativamente la massa delle strutture, con tutti i vantaggi legati alle minori sollecitazioni dinamiche degli organi meccanici.

Le caratteristiche fisiche del magnesio permettono di classificarlo come ottimo metallo da fonderia. Le leghe di magnesio possono essere lavorate per colata, estrusione, forgiatura; inoltre può essere unito tramite rivetti oppure con i più comuni metodi di saldatura.

Tra i vari processi impiegabili, uno dei più interessanti per la produzione di getti in magnesio per grandi serie attualmente è rappresentato dalla pressocolata. Il basso contenuto di calore per unità di volume permette una velocità di pressocolata che è frequentemente 1.5 volte più alta di quella dell'alluminio. Il magnesio è dotato di alta stabilità dimensionale grazie alla sua velocità di ritiro costante, inoltre si possono ottenere la colata e le tolleranze della lavorazione alle macchine utensili senza stress di ritiro. L'elevata fluidità allo stato liquido

consente di produrre getti di forma complessa a pareti sottili, mentre il basso calore specifico permette di accelerare il raffreddamento dei getti e di limitare i carichi termici sulle forme metalliche.

Come già accennato, tra le proprietà meno favorevoli del magnesio si trova una forte reattività, che comporta la tendenza ad infiammarsi (il magnesio si ossida con una cinetica molto rapida) quando è allo stato liquido o allo stato solido in forma finemente dispersa (polveri o trucioli di lavorazione molto fini).

Queste problematiche rendono necessarie alcune precauzioni durante le lavorazioni in fonderia o alle macchine utensili; in nessun caso comunque comportano delle vere e proprie limitazioni tecnologiche sul prodotto finito, ma sicuramente determinano degli oneri aggiuntivi. Se per l'asportazione di truciolo gli accorgimenti sono semplici, nel caso della fonderia sono necessari provvedimenti specifici per evitare il contatto diretto del magnesio fuso con l'atmosfera per prevenire reazioni chimiche con l'ossigeno e l'azoto presenti nell'aria.

Il magnesio è caratterizzato da un reticolo cristallino esagonale compatto che rende difficoltosa la deformazione plastica a temperatura ambiente, in quanto sono disponibili solo tre piani principali di scorrimento (§1.1.2), per questa ragione è sempre necessario usare tecniche di deformazione plastica a caldo.

Nome lega	Elementi alliganti	Uso	Caratteristiche
AZ91	9% Al, 0.7% Zn, 0.13% Mn	Leghe per colate normali	Buona colabilità e buone prestazioni meccaniche sotto 150°C
AM60	6% Al, 0.15% Mn	Leghe per pressocolata ad alta pressione	Alta tenacità. Resistenza di poco inferiore ad AZ91. Per applicazioni strutturali nel settore automobilistico
AZ31	3% Al, 1% Zn, 0.2% Mn	Prodotti di magnesio per lavorazioni plastiche	Buona estrusione
ZE41	4.2% Zn, 1.2% RE, 0.7% Zr	Leghe per colate specialistiche	Le RE migliorano la resistenza a creep alle alte T
AS41	4.2% Al, 1% Si	Leghe per colate normali	Migliore resistenza a creep di AZ91 alle alte T, ma minore resistenza meccanica

Tabella 1.1. Principali leghe di magnesio in commercio

Le leghe di magnesio commercialmente più diffuse presentano composizioni contenenti Al > 9%, Zn > 2% e piccoli percentuali di Mn. Solitamente le leghe con ridotta percentuale di Al sono impiegate per la produzione di pezzi lavorati plasticamente, mentre quelle con elevata quantità sono usate principalmente per colata (Tabella 1.1).

Se inizialmente le leghe di Mg sono state usate nell'industria automobilistica, vari studi e lo sviluppo tecnologico hanno esteso il loro impiego in altri settori quali l'industria aeronautica ed aereospaziale grazie alla bassa densità e alle buone proprietà meccaniche specifiche. Recentemente le leghe di magnesio hanno trovato interesse per applicazioni anche nel settore biomedicale data la combinazione di buone proprietà meccaniche e biocompatibilità. Le leghe di magnesio infatti degradano a ioni di magnesio se immersi in fluidi biologici e all'interno dell'organismo umano si disciolgono o in alternativa sono espulse.

### 1.2 Principali meccanismi di scorrimento

Il magnesio è caratterizzato da scarsa formabilità a temperatura ambiente a causa della sua struttura esagonale compatta e della presenza di solo tre sistemi di più facile scorrimento. La struttura esagonale compatta porta ad un complesso meccanismo deformativo nelle leghe di magnesio, dove si ha un'attività concorrenziale tra diversi meccanismi di deformazione. L'attività di un singolo meccanismo di deformazione è fortemente dipendente dalla texture, dagli elementi alliganti e dalla temperatura.

Generalmente, il sistema di scorrimento con il più basso sforzo di taglio critico è lo scorrimento basale  $\{0001\}\langle 11\overline{2}0\rangle$ , seguito dallo scorrimento prismatico  $\{10\overline{1}0\}\langle 11\overline{2}0\rangle$ , mostrati in Figura 1.1(a). Assieme forniscono solo quattro sistemi di scorrimento indipendenti e nessuno di essi permette la deformazione lungo la direzione «c». Per garantire la compatibilità della deformazione plastica, un altro meccanismo di deformazione deve essere attivato e ci sono due possibilità: scorrimento piramidale di tipo *II*  $\{11\overline{2}2\}\langle 11\overline{2}3\rangle$  (che richiede alto sforzo o temperatura) o deformazione per geminazione [8].

La geminazione (o *twinning*) è un cambio nell'orientazione di parte del grano. Il grano di partenza e il geminato hanno un'orientazione simmetrica lungo il piano di geminazione. Ci sono alcune differenze tra scorrimento per dislocazioni e geminazione. A differenza dello scorrimento dislocativo, il *twinning* è un meccanismo unidirezionale (polare) che risulta nell'attivazione della geminazione in diversi grani durante un carico di compressione e trazione. Questo modo può permettere solo una limitata quantità di deformazione e, se si

"consuma", deve essere attivato un altro meccanismo di deformazione (ad esempio scorrimento dislocativo).

Il più comune sistema di geminazione nelle leghe di magnesio è l'*extension twinning* nel piano  $\{10\overline{1}2\}$ , cioè l'allungamento avviene lungo l'asse <c>. Altri possibili meccanismi di geminazione che si possono osservare durante la deformazione delle leghe di magnesio sono *extension twinning*  $\{11\overline{2}2\}$  e *compression twinning*  $\{11\overline{2}1\}$  e  $\{10\overline{1}1\}$ .

La probabilità dell'attivazione di un particolare sistema di scorrimento dipende fortemente dall'orientazione reciproca della direzione di carico, del piano di scorrimento e della direzione di scorrimento e dallo sforzo tangenziale critico risolto (*critical resolved shear stress CRSS*)  $\tau = \frac{\sigma}{m}$ . La dipendenza dall'orientazione è caratterizzata dal fattore di Schmidt (*SF*) *m*, definito dall'angolo  $\varphi$  tra l'asse di carico e la normale al piano di scorrimento e l'angolo  $\lambda$  tra l'asse di carico e la direzione di scorrimento:

$$m = \cos\varphi\cos\lambda \tag{1.1}$$

Per lo scorrimento dislocativo m = 0-0.5, mentre per la geminazione i valori di m variano tra -0.5 e 0.5. Più alto è il valore di m e più favorevole è l'orientazione per un dato meccanismo di deformazione.



**Figura 1.1.** Modi di deformazione nei metalli esagonali compatti. (a) Scorrimento basale {0001}( $11\overline{2}0$ ), scorrimento prismatico { $10\overline{1}0$ }( $11\overline{2}0$ ), scorrimento piramidale di tipo I { $10\overline{1}1$ }( $11\overline{2}3$ ) e scorrimento piramidale di tipo II { $11\overline{2}2$ }( $11\overline{2}3$ ). (b) tension twinning { $10\overline{1}2$ }( $10\overline{1}1$ ), compression twinning tipo I { $10\overline{1}3$ }( $30\overline{3}2$ ) e compression twinning tipo II { $10\overline{1}1$ }( $10\overline{1}2$ ) [9]

	Slip direction	Slip direction	Slip direction	
Basal plane		Prismatic plane	Pyramid plane	al
a Basal : 0.7N	slip Pris 1Pa : 0.5	smatic slip 8~2.1 MP a	Pyramidal slip : 8MP a	
a a a a a a a a a a a a a a a a a a a			<c+a></c+a>	
Basal <a> slip</a>	Prismatic <a> slip (cross slip)</a>	Prismatic <a> slip</a>	Pyramidal <c+a> slip</c+a>	{10-12} twinning
CRSS (Room Temp.)< 1 MPa	1-2 MPa	8MPa	8 MPa	2-3 MPa
CRSS (573 K) < 1 MPa	-	3 MPa	3MPa	2-3 MPa
CRSS (673-723 K) < 1 MPa	-	1MPa (700 K)	2 MPa(723 K)	2-3 MPa

*Figura 1.2. Principali sistemi di scorrimento del magnesio e corrispondente valore del CRSS a temperatura ambiente (sopra) e ad alte temperature (sotto) [10],[11]* 



*Figura 1.3.* Figure di polo (0001) sui campioni di truciolo che mostrano la dipendenza della texture cristallografica dalla temperatura e dal rapporto di ricalcamento. Workpiece a  $T_0 = 25$  °C (warm); workpiece a  $T_0 = 200$  °C (high), cioè pre-riscaldamento della barra prima della lavorazione LSEM [12]

Considerando temperature inferiori a 250 °C: lo slip basale è il modo di deformazione più probabile dato che *CRSS* è il più basso, lo slip dei piani prismatici è parzialmente meno favorito e lo slip piramidale non può avvenire dato che *CRSS* è molto alto, come si può osservare in Figura 1.2. Infatti, da Figura 1.3 si nota che per T < 250 °C c'è prevalenza di piani di scorrimento basali inclinati (*B-fiber*).

Invece, considerando T > 250 °C, si può notare anche la presenza di  $C_2$ -fiber, cioè è avvenuto anche lo scorrimento dei piani piramidali: questo è proprio il meccanismo che si sfrutta durante la piegatura a caldo delle lamiere di magnesio.

Lo slip piramidale si attiva solo ad elevate temperature perché si riesce ad abbassare il valore del suo *CRSS*; non viene quindi sfruttato durante la formatura a temperatura ambiente dei lamierini prodotti da LSEM.

### **1.3 Comportamento a corrosione**

I dispositivi biomedicali in lega di magnesio, una volta posizionati nel corpo umano, tendono a corrodersi troppo rapidamente, diminuendo la propria stabilità dimensionale prima di aver completato la loro funzione biomedicale, ovvero prima della fine del periodo di completa guarigione.

La principale limitazione delle leghe di magnesio in ambito biomedicale è infatti la rapida degradazione in ambiente fisiologico; in aggiunta una corrosione non omogenea può anche essere causa di un degrado localizzato del dispositivo biomedicale. Altro problema da considerare è la formazione di idrogeno durante la corrosione della lega e se l'evoluzione di tale gas è troppo rapida, non può essere assorbita e si ha uno spostamento del pH alcalino nelle vicinanze della superficie corrosiva.

Il magnesio usato per dispositivi di fissazione ossea deve presentare una velocità di corrosione in *Simulated Body Fluid* (SBF) a 37 °C di 0.5 mm/anno e caratteristiche meccaniche minime di resistenza ed allungamento rispettivamente di 200 MPa e 10%.

Una modifica appropriata della superficie può migliorare la resistenza a corrosione delle leghe di magnesio ed è possibile ottenere questo risultato mediante processi *Severe Plastic Deformation* (SPD). Sarebbe possibile ottenere una migliore resistenza a corrosione superficiale anche mediante rivestimenti che però devono essere uniformemente depositati per fornire una barriera agli attacchi corrosivi dei fluidi corporei e allo stesso tempo la loro stabilità non deve ostacolare la biodegradazione del substrato. Funzionalizzare la superficie per modificare la resistenza a corrosione e la cinetica di degradazione attraverso processi di lavorazione per la produzione del dispositivo porta al vantaggio di non dover eseguire ulteriori step nella catena di processo.

Nel caso del magnesio per uso biomedicale, la principale tipologia di corrosione da considerare è la corrosione elettrochimica a umido. I due principali rischi sono che il processo degradativo riduce l'integrità strutturale dell'impianto e che il rilascio dei prodotti di degradazione nell'ambiente è potenzialmente tossico per l'ospite.

Il meccanismo di degradazione del magnesio puro è il seguente:

$$Mg_{(s)} + 2H_2O_{(aq)} \to Mg(OH)_{2(s)} + H_{2(g)}$$
 (1.2)

Anodo	$Mg \rightarrow Mg^{2+} + 2e^{-}$	(1.3)
Catodo	$2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + 2OH^-$	(1.4)

Prodotto finale 
$$Mg^{2+} + 20H^- \rightarrow Mg(0H)_2$$
 (1.5)

Il film di idrossido di magnesio sulla superficie del dispositivo formatosi (Equazione 1.5) è un ossido passivo che impedisce l'ulteriore corrosione del materiale sottostante; ciò si verifica solo se la velocità di corrosione è sufficientemente lenta da permettere la diffusione delle bolle di gas.

Nelle leghe di magnesio bisogna considerare che la corrosione interessa l'interfaccia tra la "matrice"  $\alpha$  di Mg e la fase intermetallica  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>. La fase intermetallica funge da barriera nelle zone in cui si ha ridotta dimensione della grana, ma allo stesso tempo accelera il fenomeno di corrosione della matrice generando una specie di microcella galvanica.

In aggiunta, elementi contaminanti presenti nelle leghe di magnesio, quali Ni e Cu, fungono da siti catodici accelerando di conseguenza la velocità di corrosione del magnesio. In particolare, la lega AZ31 contiene anche una piccola quantità di Mn che ne aumenta la corrodibilità a causa della formazione di composti secondari quali Al-Mn e Al-Mn-Fe.

In ogni caso, si è potuto notare che l'impiego di leghe di magnesio nel settore biomedicale porta ad un rallentamento del fenomeno corrosivo rispetto a quello che caratterizza il magnesio puro.

# **Capitolo 2**

### **Taglio ortogonale e LSEM**

LSEM è una lavorazione di asportazione di truciolo schematizzabile come una tornitura ad estrusione che permette di ottenere, a partire da barre e in un solo passaggio, lamierini sotto forma di truciolo continuo, questo con numerosi vantaggi rispetto alla laminazione, che richiede più passaggi, costi di installazione elevati e un notevole consumo energetico [13]. L'interesse del processo LSEM consiste nella possibilità di aumentare la lavorabilità dei

nateriali grazie ai grandi valori di deformazione e di velocità di deformazione che vengono indotti sulla regione di deformazione, unitamente all'aumento di temperatura locale e della pressione idrostatica. Con la metodologia LSEM è quindi possibile ricavare lamiere da materiali solitamente difficili da tornire quali le leghe di magnesio.

Si tratta inoltre di un processo di deformazione che combina l'affinamento della grana con il controllo delle tolleranze dimensionali e di forma. Con questa lavorazione si può passare da una microstruttura ad una nanostruttura, ottenendo quindi anche vantaggi nelle caratteristiche meccaniche.

### 2.1 Taglio ortogonale

Si può sintetizzare il processo di taglio ortogonale nel seguente modo:

- penetrazione del tagliente dell'utensile nello spessore del materiale da lavorare;
- compressione e conseguente deformazione plastica per scorrimento secondo il piano di scorrimento;
- distacco dello strato metallico attaccato dall'utensile che si trasforma in truciolo;
- scorrimento del truciolo sul petto dell'utensile.

### 2.1.1 Caratteristiche del processo di taglio ortogonale

Le lavorazioni di asportazione di truciolo sono processi nei quali, tramite la rimozione di materiale, si modifica un pezzo precedentemente formato.



Figura 2.1. Rappresentazione bidimensionale del processo di taglio ortogonale

I processi di asportazione di truciolo sono generalmente molto versatili, poiché permettono di produrre molte forme, ottenendo sia buone tolleranze dimensionali, sia buona finitura superficiale, sia pezzi con caratteristiche geometriche interne ed esterne, quali filettature interne o spigoli vivi, a differenza dei pezzi prodotti mediante colata o qualunque altro processo di formatura.

Questo tipo di lavorazioni presenta però alcune limitazioni [14]:

- utilizzo del materiale meno efficiente poiché di solito il truciolo viene scartato;
- necessità di maggiore energia e tempi più lunghi rispetto ad altri processi;
- effetti negativi sull'integrità superficiale e sulle proprietà del prodotto se la lavorazione non è eseguita correttamente.

Per quanto riguarda il taglio ortogonale, il meccanismo di base del processo può essere così schematizzato: l'utensile di taglio si muove lungo il pezzo con velocità di taglio V e con profondità di passata  $t_0$  come rappresentato nello schema bidimensionale in Figura 2.1.

La posizione dell'utensile rispetto al pezzo da lavorare è caratterizzata da due angoli: l'angolo di spoglia superiore  $\alpha$  e l'angolo di spoglia inferiore  $\delta$ .

L'angolo  $\alpha$  si trova tra il petto dell'utensile e il piano perpendicolare alla superficie lavorata e influisce sulla formazione del truciolo, il cui movimento è vincolato solo dal petto dell'utensile. L'angolo  $\delta$  è formato dal fianco principale con la superficie lavorata e ha lo scopo di evitare il contatto, e quindi lo strisciamento, tra il fianco dell'utensile e la parte già lavorata che porterebbe ad usura e riscaldamento indesiderati.

L'utensile presenta un angolo di taglio  $\beta$  (angolo incluso dell'utensile), formato dall'intersezione del petto con il fianco principale, che conferisce la necessaria robustezza all'utensile per poter sopportare le azioni dinamiche che si sviluppano durante il taglio.

La somma dei due angoli di spoglia e dell'angolo dell'utensile è pari a 90°.

Non conviene adottare valori elevati di  $\alpha$  e di  $\delta$  altrimenti si avrebbe una riduzione dell'angolo  $\beta$  che determinerebbe una diminuzione della resistenza dell'utensile.

La meccanica di formazione del truciolo non consiste nel taglio o nella frattura del materiale da parte dell'utensile, ma si ha una deformazione plastica del materiale: il truciolo si forma mediante un meccanismo di scorrimento continuo su un piano inclinato con angolo di scorrimento  $\varphi$  rispetto alla superficie del pezzo. La zona di scorrimento primaria (in corrispondenza del piano di scorrimento) è molto ristretta e il truciolo è sottoposto ad elevata deformazione. Esiste poi una zona di scorrimento secondaria causata dall'attrito all'interfaccia truciolo-petto dell'utensile. Il materiale del truciolo si separa a causa della deformazione plastica dovuta agli sforzi tangenziali lungo il piano di scorrimento, poi si accumula sul petto dell'utensile ed essendo in moto relativo rispetto ad esso subisce fenomeni di attrito.

Il truciolo è dotato di due superfici: quella che è stata in contatto con il petto dell'utensile di aspetto lucido; la superficie opposta invece è ruvida, presentando un profilo a gradini a causa del meccanismo di scorrimento. Al di sotto del piano di scorrimento, il pezzo rimane indeformato (a parte una piccola deformazione elastica), mentre sopra il truciolo è già formato e si muove verso il petto dell'utensile.

Tra i numerosi modelli proposti per la schematizzazione del processo di formazione del truciolo, uno dei più semplici è il modello di Piispanen in cui si ipotizza che la deformazione avvenga per scorrimento di blocchi rigidi a forma di parallelogramma in corrispondenza del piano di scorrimento, come mostrato in Figura 2.2 [15].



Figura 2.2. Schema del modello di Piispanen proposto per il taglio ortogonale nei materiali metallici

La forza che l'utensile applica sul materiale in lavorazione deve essere tale da generare sul piano di scorrimento la tensione tangenziale necessaria a provocare lo scorrimento relativo dei due strati a contatto.

Il processo di taglio ortogonale è caratterizzato dalle seguenti variabili indipendenti:

- tipologia, forma e condizioni dell'utensile e affilatura del tagliente;
- materiale del pezzo da lavorare;
- temperatura ambiente;
- parametri di taglio (velocità di taglio V e profondità di passata  $t_0$ );
- tipologia di eventuale fluido lubrorefrigerante;
- caratteristiche meccaniche della macchina (rigidezza, capacità di smorzamento delle vibrazioni).

Le variabili dipendenti sono invece:

- tipologia del truciolo (continuo, discontinuo, segmentato);
- forze per il taglio ed energia/potenza;
- variazioni di temperatura nell'utensile, nel pezzo e nel truciolo;
- usura dell'utensile;
- finitura e integrità superficiale del pezzo dopo la lavorazione.

### 2.1.2 Ipotesi di taglio ortogonale

Per poter parlare di taglio ortogonale devono essere valide le seguenti ipotesi:

- Processo rappresentato da una geometria 2D: larghezza di taglio w >> t<sub>0</sub>, quindi la deformazione è trascurabile lungo la terza dimensione, cioè si hanno condizioni di deformazione piana.
- Utensile perfettamente appuntito: sul piano il tagliente è un punto, una linea se si considera la terza dimensione; se gli utensili fossero usurati si avrebbe un tagliente arrotondato.
- Utensile in contatto col materiale del pezzo solo con il petto.
- L'intera deformazione del pezzo si ha solamente in corrispondenza del piano di scorrimento, cioè in una zona molto ristretta.
- Tagliente perpendicolare rispetto alla direzione di taglio; se fosse inclinato non si avrebbe condizione di deformazione piana.
- Il truciolo non scorre al di fuori del piano, cioè non deve scorrere come un'elica.

#### 2.1.3 Deformazione e velocità di deformazione nel taglio ortogonale

Il rapporto tra lo spessore di truciolo indeformato  $t_0$ , che coincide con la profondità di passata nel taglio ortogonale, e lo spessore del truciolo prodotto durante la lavorazione  $t_c$  è detto rapporto di taglio *r*:

$$r = \frac{t_0}{t_c} = \frac{\sin\varphi}{\cos(\varphi - \alpha)}$$
(2.1)

dove  $\varphi$  = angolo di scorrimento,  $\alpha$  = angolo di spoglia superiore.

In sostituzione del rapporto di taglio, per descrivere il processo può essere utilizzato il suo inverso, chiamato fattore di ricalcamento del truciolo  $\lambda$ , definito come:

$$\lambda = \frac{t_c}{t_0} \tag{2.2}$$

A causa della meccanica di formazione del truciolo, il suo spessore è sempre maggiore della profondità di passata, perciò per il taglio ortogonale il valore di *r* è sempre inferiore a 1 e di conseguenza  $\lambda > 1$ .

La deformazione di taglio per scorrimento, detta deformazione tangenziale  $\gamma$ , viene così calcolata:

$$\gamma = \cot \varphi + \tan(\varphi - \alpha) \tag{2.3}$$

Dalla precedente formula si può notare che piccoli angoli di scorrimento e piccoli angoli di spoglia superiore o angoli negativi portano ad elevate deformazioni di scorrimento. In queste condizioni, quindi, il materiale sottoposto ad un processo di taglio ortogonale tende a subire valori di deformazione maggiori rispetto ad altre lavorazioni (processi di formatura massivi o lavorazioni di lamiera).

Per l'ipotesi di conservazione del volume, dato che si è in deformazione plastica, si ha che:

$$V_c t_c = V_0 t_0 \tag{2.4}$$

dove  $V_c$  = velocità del truciolo rispetto all'utensile,  $V_0$  = velocità di taglio.

Poiché il truciolo prodotto ha sempre uno spessore maggiore del truciolo indeformato, si ottiene che la velocità del truciolo  $V_c$  è inferiore alla velocità di taglio  $V_0$ .

Inserendo (2.1) in (2.4) si ottiene la formula per il calcolo della velocità del truciolo:

$$V_c = V_0 \frac{\sin \varphi}{\cos(\varphi - \alpha)}$$
(2.5)

È individuabile una terza velocità di interesse per il processo, ovvero la velocità di scorrimento lungo il piano di scorrimento  $V_s$ , cioè la velocità del truciolo rispetto al pezzo, per la quale si può ricavare la seguente relazione:

$$\frac{V_s}{\cos\alpha} = \frac{V_s}{\cos(\varphi - \alpha)} = \frac{V_c}{\sin\varphi}$$
(2.6)

 $V_s$  è necessaria per individuare la velocità di deformazione tangenziale  $\dot{\gamma}$ , data dal rapporto tra la velocità di scorrimento e la distanza tra due piani di scorrimento adiacenti, ovvero lo spessore dell'elemento rigido di scorrimento, *d*:

$$\dot{\gamma} = \frac{V_s}{d} \tag{2.7}$$

Lo spessore della zona di scorrimento ha valori tipici di 10<sup>-2</sup>-10<sup>-3</sup> mm, quindi la velocità di deformazione può assumere valori piuttosto alti anche in presenza di velocità di scorrimento abbastanza basse.

Nella meccanica di formazione del truciolo è importante sottolineare che anche se lo strato asportato è molto sottile, cioè se la profondità di passata è piccola, si hanno deformazioni molto elevate e localizzate sul piano di scorrimento. La conseguenza di come si taglia il materiale nell'asportazione di truciolo è un'alta deformazione tangenziale  $\gamma$ .

Tipici valori nell'asportazione di truciolo per la deformazione e la velocità di deformazione sono  $\gamma = 1-6$  e  $\dot{\gamma} = 10^4 \cdot 10^6$  s<sup>-1</sup>. Anche per la velocità di deformazione si hanno valori molto superiori rispetto a quelli che si trovano per altre tipologie di lavorazione.

Conoscere il valore della velocità di deformazione può essere utile poiché è un parametro che influenza la morfologia del truciolo e quindi la finitura superficiale del pezzo.

### 2.1.4 Morfologia del truciolo

Le tre principali morfologie di truciolo che si possono riscontrare nelle lavorazioni sono: truciolo continuo, truciolo discontinuo e truciolo segmentato.

Il truciolo continuo solitamente si forma in presenza di alte velocità di taglio e grandi angoli di spoglia superiori. E' la tipologia ideale perché non si ha una variazione delle forze in gioco e quindi c'è assenza di vibrazioni che comporterebbero una scarsa finitura superficiale. Ad esso corrisponde perciò una buona finitura superficiale del pezzo, ma bisogna considerare la tendenza del truciolo continuo ad aggrovigliarsi attorno all'utensile poiché nella realtà evolve come un'elica. Per evitare l'arricciamento del truciolo ed anche il rischio di rovinare la superficie del pezzo, si ha la presenza di un rompitruciolo sul petto dell'utensile che taglia il truciolo appena esso si forma.

Al contrario, il truciolo discontinuo è un truciolo che continua a rompersi durante la lavorazione ed ha una struttura composta da segmenti parzialmente collegati. Si presenta nel

caso in cui i parametri di processo siano stati scelti erroneamente, ad esempio velocità di taglio troppo bassa o troppo alta, profondità di passata molto grande, piccoli valori dell'angolo di spoglia superiore, ma anche quando la macchina utensile non è perfettamente rigida o in assenza di lubrificazione. Solitamente si forma truciolo discontinuo anche quando il materiale da lavorare è fragile e quindi non è in grado di sopportare elevati valori di deformazione, oppure se il materiale è dotato di impurezze o inclusioni non metalliche dure. La formazione del truciolo discontinuo è legata durante il processo a forze variabili periodiche che creano vibrazioni tra il tagliente dell'utensile e la superficie del pezzo, danneggiando così la finitura superficiale e l'accuratezza dimensionale; in tal caso è necessario rendere più rigida la macchina utensile.

La terza tipologia, detta anche truciolo a dente di sega o truciolo non omogeneo, è una situazione intermedia tra i due casi precedenti ed è costituita da zone caratterizzate da elevata deformazione e altre, al contrario, poco deformate. Anche in questo caso si ha un'evoluzione periodica della forza di taglio, ma meno severa della precedente perché non si rompe tutto lo spessore del truciolo, ma solo una parte.

Questa tipologia di truciolo si presenta soprattutto per materiali dotati di limitata conducibilità termica o materiali con tensione di flusso che cala molto velocemente all'aumentare della temperatura ed è tipica di metalli con reticolo cristallino esagonale compatto (quali leghe di Mg, leghe di Ti e leghe di Co).

#### 2.1.5 Le forze nel taglio ortogonale

Le forze che agiscono sul truciolo nel taglio ortogonale sono rappresentate in Figura 2.3 [14].



**Figura 2.3.** Forze applicate al truciolo nel processo nel modello di Ernst e Merchant (a sinistra). Scomposizione delle forze mediante il cerchio di Merchant (a destra)

La teoria di Ernst e Merchant effettua un'analisi grafica delle forze necessarie per assicurare la formazione del truciolo, stabilendo relazioni geometriche tra l'angolo di scorrimento, l'angolo di spoglia superiore dell'utensile e l'angolo di attrito truciolo-utensile. Le ipotesi su cui si basa questo modello sono le seguenti:

- taglio ortogonale;
- formazione di truciolo continuo secondo un piano di scorrimento;
- assenza di attrito nel contatto tra il fianco dell'utensile e la superficie in lavorazione;
- strisciamento del truciolo sul petto dell'utensile con coefficiente di attrito costante.

Si ammette inoltre che la larghezza del truciolo risulti uguale alla larghezza del materiale prima della lavorazione; in questo modo l'analisi delle forze di taglio potrà essere trattata in forma bidimensionale.

Lo studio delle forze di taglio considera il truciolo in equilibrio sotto l'azione della forza risultante R applicata su di esso dall'utensile e della reazione uguale e contraria R' applicata dal pezzo in lavorazione in corrispondenza del piano di scorrimento.  $R \in R'$  giacciono su due rette parallele la cui distanza è considerata trascurabile, essendo molto piccola rispetto ai valori di  $R \in R'$ ; ciò permette di trascurare la curvatura del truciolo.

La forza R è la risultante della forza di taglio  $F_c$ , che agisce in direzione perpendicolare alla velocità di taglio, e della forza di repulsione o forza di resistenza all'avanzamento  $F_t$ , che agisce in direzione perpendicolare a  $V_0$ , cioè perpendicolare al pezzo. La forza risultante R si può scomporre in due componenti sul petto dell'utensile: forza di attrito F e forza normale N, rispettivamente lungo l'interfaccia truciolo-utensile e perpendicolare a tale interfaccia.

La forza R' è la risultante della forza di scorrimento  $F_s$  agente sul piano di scorrimento e della forza  $N_s$  normale a tale piano.

Indicando con w la larghezza del truciolo e con  $t_0$  la profondità di taglio, è possibile ottenere le seguenti formule per la tensione tangenziale e normale sul piano di scorrimento:

$$\tau_s = \frac{F_s * \sin \varphi}{w * t_0} = \frac{(F_c * \cos \varphi - F_t * \sin \varphi) * \sin \varphi}{w * t_0}$$
(2.8)

$$\sigma_s = \frac{N_s * \sin \varphi}{w * t_0} = \frac{(F_c * \sin \varphi + F_t * \cos \varphi) * \sin \varphi}{w * t_0}$$
(2.9)

La teoria di Ernst e Merchant si basa sull'applicazione del principio della minima energia nel quale la forza di taglio  $F_c$  è responsabile del lavoro fatto nel taglio. La forza  $F_s$ , necessaria per provocare lo scorrimento lungo il piano individuato da  $\varphi$  dove la tensione tangenziale è massima, è allora la più piccola forza di taglio che può generare il truciolo. E' possibile quindi valutare l'angolo di scorrimento che rende minima  $F_s$ , per un determinato angolo di attrito  $\beta$  e di spoglia superiore  $\alpha$ , come:

$$\varphi = \frac{\pi}{2} - \frac{\beta}{2} + \frac{\alpha}{2} \tag{2.10}$$

L'equazione (2.10) evidenzia che l'angolo di scorrimento diminuisce all'aumentare dell'angolo di attrito e aumenta all'aumentare dell'angolo di spoglia superiore. Il tipo di truciolo che si forma dipende da diversi fattori quali la duttilità e la fragilità del materiale lavorato, l'attrito tra il pezzo lavorato e l'utensile di taglio.

Come riportato in Figura 2.3, la scomposizione delle forze grazie al cerchio di Merchant permette la determinazione delle varie componenti che agiscono nella forza di taglio e si può dimostrare che la forza di attrito e la forza normale sono descritte rispettivamente dalle equazioni (2.11) e (2.12):

$$F = R * \sin\beta \tag{2.11}$$

$$N = R * \cos\beta \tag{2.12}$$

dove  $\beta$  è l'angolo di attrito.

Il rapporto tra  $F \in N$  è il coefficiente d'attrito  $\mu$  all'interfaccia truciolo-utensile espresso da:

$$\mu = \tan \beta = \frac{F_t + F_c * \tan \alpha}{F_c + F_t * \tan \alpha}$$
(2.13)

Valori tipici di  $\mu$  nelle operazioni di taglio dei metalli sono compresi tra 0.5 e 2, quindi il truciolo incontra una certa resistenza per attrito nello scorrimento sul petto dell'utensile.

Poiché le aree di contatto sono molto piccole (la lunghezza di contatto truciolo-utensile è tipicamente nell'ordine di 1 mm), le tensioni localizzate nella zona di taglio e le tensioni normali sul petto dell'utensile sono molto elevate.

La forza di resistenza all'avanzamento  $F_t$ , essendo perpendicolare alla direzione di avanzamento dell'utensile, non compie lavoro e quindi non contribuisce all'energia richiesta dalla lavorazione; è però necessario saperne il valore poiché l'attrezzatura di fissaggio del pezzo, il portautensile e la macchina utensile devono essere sufficientemente rigidi per minimizzare le deformazioni causate da tale forza. Se la forza di repulsione è, ad esempio, troppo elevata e la macchina utensile non è sufficientemente rigida, avverrà l'allontanamento dell'utensile dalla superficie del pezzo; ciò porterà ad una riduzione dell'effettiva profondità di passata, causando un calo dell'accuratezza dimensionale del pezzo dovuto all'originarsi di vibrazioni. Si sottolinea che se l'angolo di spoglia superiore è molto elevato o l'attrito truciolo-utensile è basso, si ha un'inversione del segno della forza  $F_t$  che sarà orientata verso l'alto. Le variazioni della forza di repulsione possono quindi portare ad instabilità nella lavorazione.

Le forze di taglio non sono solo funzione della resistenza del materiale del pezzo da lavorare, ma ad esempio si ha che  $F_c$  aumenta all'aumentare della profondità di passata, al diminuire dell'angolo di spoglia superiore e al diminuire della velocità. Anche il raggio di raccordo del tagliente è una variabile che influenza le forze di taglio: in particolare, all'aumentare del raggio di raccordo (e quindi quanto più usurato è l'utensile) aumenterà la forza di taglio.

Valutare adeguatamente le tensioni presenti sul petto dell'utensile risulta complesso a causa della distribuzione non uniforme delle tensioni sull'utensile e anche perché non si riesce a determinare a priori in maniera accurata la lunghezza di contatto truciolo-petto dell'utensile. Questa interfaccia aumenta all'aumentare dell'angolo di spoglia superiore, della velocità di taglio e dei fenomeni di attrito all'interfaccia stessa, quindi dipenderà dall'evoluzione del truciolo durante la lavorazione.

E' però possibile dare una rappresentazione schematica dell'andamento delle tensioni sul petto dell'utensile, come mostrato in Figura 2.4 [14], da cui si può notare che la tensione normale aumenta rapidamente in modo continuo dalla fine della lunghezza di contatto verso la punta dell'utensile dove raggiunge il valore massimo. La tensione tangenziale invece raggiunge il valore massimo a circa metà della lunghezza di contatto utensile-truciolo e poi rimane costante fino alla punta dell'utensile.

In altre parole, quando il valore della tensione normale inizia ad essere piccolo, la tensione tangenziale cala fin quando il truciolo non è più in contatto con l'utensile.



**Figura 2.4.** Rappresentazione schematica della distribuzione delle tensioni normale e tangenziale all'interfaccia truciolo-petto dell'utensile

- E' possibile quindi individuare due regioni:
  - Regione di adesione: la tensione tangenziale raggiunge la tensione di snervamento a taglio del materiale del pezzo e si hanno elevate pressioni di contatto utensile-truciolo. In tale regione τ è indipendente da σ, quindi è adeguato usare il modello di Tresca τ = m \* k = cost, con m = fattore di attrito di Tresca e k = tensione tangenziale di snervamento.
  - Regione di scorrimento: le tensioni sul petto dell'utensile sono basse e calano fino ad annullarsi quando non c'è più il contatto utensile-truciolo. E' quindi possibile usare il modello di Coulomb τ = μ \* σ.

### 2.2 Large Strain Extrusion Machining (LSEM)

LSEM è una particolare lavorazione di asportazione di truciolo che si basa sulla teoria del taglio ortogonale, ed è caratterizzata dal fatto che il processo di formazione del truciolo è vincolato. Ciò rende controllabili i parametri di deformazione, velocità di deformazione, pressione idrostatica e temperatura.

Nonostante la fusione del magnesio sia relativamente economica, la successiva lavorazione risulta invece costosa a causa della poca lavorabilità dovuta al reticolo esagonale compatto. Un modo per rendere più lavorabile il magnesio è quello di innalzarne la temperatura oltre i 200 °C prima delle lavorazioni, per attivare lo scorrimento delle dislocazioni. Anche a questa temperatura, però, per poter ottenere magnesio sotto forma di lamiera sono necessari numerosi passaggi, non solo per accumulare la deformazione, ma anche per ridurre lo spessore della lamina. Solitamente la laminazione di una lamiera di magnesio necessita di 5-7 passaggi con riduzione dello spessore per passaggio, è necessario eseguire la ricottura del pezzo [13]. Il riscaldamento dei rulli e i passaggi di ricottura sono step aggiuntivi che rendono costosa la laminazione del magnesio. Invece il processo LSEM comporta un innalzamento localizzato della temperatura confinato alla zona di deformazione e ciò aumenta la lavorabilità del materiale, rendendo economica la lavorazione.

#### 2.2.1 Meccanica del processo LSEM

Large Strain Extrusion Machining è un processo di deformazione piana che combina in un singolo step le elevate deformazioni di taglio indotte dalle lavorazioni per asportazione di truciolo con un adeguato controllo dimensionale dei trucioli estrusi.

I trucioli che si ricavano con questo processo sono in forma di lamierino prodotto direttamente dal materiale massivo lavorato in un singolo stadio deformativo, come si può osservare in Figura 2.5(a).

Poiché, come dimostrato in [16] e [17], la deformazione sul truciolo è un'indicazione della deformazione indotta dalla lavorazione sulla barra, è utile esaminare la generazione della superficie in termini di meccanismo di formazione del truciolo, che avviene mediante un meccanismo di deformazione plastica molto simile a quello che si verifica nel processo di taglio ortogonale convenzionale. Entrambe le lavorazioni possono quindi essere catalogate come processi SPD.

In generale l'entità della deformazione è determinata dai parametri geometrici e dalle condizioni del processo. Questo aspetto delle lavorazioni di asportazione di truciolo è stato usato in [18] per produrre leghe in forma massiva (lamiere, lamierini, barre) e in forma di polvere (particolato) con grana ultra fine (*Ultra-Fine Grain* UFG).

I valori di deformazione plastica nella zona di deformazione primaria, ovvero in prossimità del piano di scorrimento, sono tipicamente all'interno del range 1-10 per il truciolo [17], ma variano comunque anche a seconda del materiale lavorato.



*Figura 2.5. Schematizzazione del processo Large Strain Extrusion Machining: (a) rappresentazione 3D, (b) rappresentazione 2D* 

Come si può notare in Figura 2.5(b) la zona di deformazione primaria solitamente penetra anche al di sotto della superficie del materiale lavorato. Di conseguenza l'entità della deformazione e la microstruttura sulla superficie sono determinate anche dall'intervallo di tempo in cui il materiale della superficie è sottoposto al processo LSEM. Questa deformazione sarà aumentata da qualunque sfregamento e attrito in prossimità del tagliente dell'utensile e quindi l'entità dell'incremento è determinata dalla geometria locale nella zona del tagliente. Lavorando con elevate velocità di taglio si possono sviluppare fenomeni di ricristallizzazione o trasformazione di fase dovuti ad ulteriori modifiche della deformazione causate dall'aumento di temperatura. La presenza di grandi livelli deformativi sulla superficie lavorata sarà confermata dalle micrografie in §5.2.1.

Poiché LSEM è una lavorazione di asportazione di truciolo schematizzabile come una tornitura ad estrusione, viene anche denominata come *Extrusion Cutting* (EC). La particolarità della lavorazione è che la faccia del truciolo non in contatto con il petto dell'utensile è guidata da un constraint posto di fronte al petto dell'utensile in modo che il materiale tornito venga forzato ed estruso tra il petto dell'utensile ed il constraint. Per questo processo valgono le stesse ipotesi viste per il taglio ortogonale viste in §2.1.2.

L'utensile rimuove dal pezzo una profondità  $t_0$ , detta spessore di truciolo indeformato, ovvero la profondità di passata del taglio ortogonale, e una larghezza *w* di materiale in forma di un truciolo di spessore controllato  $t_c$  prodotto da un'operazione simultanea di taglioestrusione dovuta alla presenza del constraint.

Una differenza rispetto al taglio ortogonale convenzionale è che, tramite questa lavorazione, è possibile controllare il fattore di ricalcamento  $\lambda$ , chiamato anche rapporto di estrusione o rapporto di compressione del truciolo.

Come visto in §2.1.3, nel modello di taglio ortogonale convenzionale si ha sempre  $\lambda > 1$  poiché, a causa della deformazione subita, lo spessore del truciolo è sempre maggiore della profondità di passata. Invece con LSEM si ha la calibrazione del "canale" attraverso cui il truciolo è estruso e ciò permette di raggiungere valori di  $\lambda$  inferiori ad 1, ovvero si può ottenere un truciolo di spessore inferiore alla profondità di passata.

Quindi con LSEM è possibile realizzare lamierini di spessore determinato a monte della prova sulla base della posizione del constraint.

In [19] è stato studiato l'effetto del raggio di raccordo del constraint in LSEM su rame puro, dimostrando che con grandi raggi del constraint è più difficile estrudere il truciolo, ma che comunque tale processo induce un affinamento della grana nei trucioli a causa dell'intensa deformazione e che quindi LSEM è una tecnica SPD che permette di produrre materiali UFG e nanostrutturati. Si è inoltre riscontrato che aumentando il raggio di curvatura del constraint, la deformazione massima aumenta.

L'utilizzo di LSEM come tecnica di produzione economica di lamiere di AZ31B è stato indagato anche in [20] e i risultati hanno mostrato che controllando il riscaldamento adiabatico nella zona di deformazione è possibile ottenere microstrutture dei trucioli molto differenti (passando dalle strutture tipiche delle lavorazioni a freddo fino a microstrutture completamente ricristallizzate).

In [13] è stato studiato l'effetto della velocità di taglio e della pressione idrostatica nel LSEM di AZ31B e, grazie alla scelta accurata dei parametri di processo, si è eliminata la segmentazione del truciolo arrivando alla produzione di lamierini con microstruttura ultra-fine di spessore 0.18 mm.

In LSEM la deformazione si può assumere altamente localizzata in una zona ristretta, idealmente individuata dal piano di scorrimento. In queste condizioni la deformazione e la velocità di deformazione subite dal truciolo durante il processo possono essere stimate rispettivamente da (2.14) e (2.15).

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} * \gamma = \frac{1}{\sqrt{3}} * \left( \frac{\lambda}{\cos \alpha} + \frac{1}{\lambda * \cos \alpha} - 2 \tan \alpha \right)$$
(2.14)

dove  $\gamma$  è la deformazione tangenziale derivata basandosi sul *single shear-plane model* [21],  $\lambda$  è il fattore di ricalcamento e  $\alpha$  è l'angolo di spoglia superiore dell'utensile.

Variando  $\lambda \in \alpha$  è possibile indurre sul truciolo deformazioni che variano in un grande intervallo di valori, mentre la velocità di deformazione può essere modificata controllando la velocità di taglio  $V_0$  secondo la seguente equazione:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\gamma * V_0}{\Delta * \sqrt{3}} \tag{2.15}$$

dove  $\Delta$  rappresenta lo spessore della zona di deformazione in corrispondenza del piano di scorrimento. Lo spessore della zona di deformazione tipicamente diminuisce all'aumentare della velocità di taglio; tuttavia, per molti metalli e per velocità di taglio superiori a 100 mm/s,  $\Delta$  risulta essere quasi costante, uniforme e piccolo, pari a 50-100 µm, che è il valore assunto in base alla velocità di taglio considerata [22], [23].

Un altro parametro importante che influenza la lavorabilità del materiale è la pressione idrostatica p nella zona di deformazione.

Assumendo che il materiale che entra nella zona di deformazione abbia un comportamento rigido perfettamente plastico con tensione tangenziale di snervamento *k* e che si abbia attrito massimo all'interfaccia truciolo-utensile (cioè che lo sforzo di attrito sia  $\tau = k$ ) e per angoli di spoglia superiore  $\alpha \sim 0^{\circ}$ , la pressione idrostatica presente al piano di scorrimento OA in Figura 2.5(a) si può ricavare dalla seguente formula:

$$\frac{p}{2k} = \frac{1}{2} + 2\tan^{-1}\frac{1}{2\lambda}$$
 (2.16)

La pressione aumenta al diminuire del rapporto di ricalcamento  $\lambda$ .

Quindi lavorazioni con  $\lambda < 1$  forniscono condizioni uniche di combinazione di elevate deformazioni  $\epsilon$  ed elevate pressioni *p* adatte per l'affinamento microstrutturale e per processi di deformazione di leghe a scarsa lavorabilità (quali leghe di magnesio).

Una conseguenza dell'elevata velocità di deformazione confinata in piccoli volumi  $\Delta$  di materiale nella lavorazione LSEM è il significativo riscaldamento dovuto a condizioni quasi adiabatiche che prevalgono nella zona di deformazione. La temperatura media raggiunta nella zona di deformazione può essere stimata mediante [13], [23]:

$$T = T_0 + \frac{\beta * \mu_s}{\rho * c_p} \tag{2.17}$$

dove  $T_{\theta}$  è la temperatura iniziale del pezzo,  $\beta$  è il coefficiente di partizione del calore (fattore di adiabaticità, ovvero la frazione del calore che arriva al truciolo dipendente da  $V_{\theta}$ ,  $t_{\theta}$ ,  $\lambda$ ,  $\alpha$ ),  $\mu_s$  è l'energia specifica di scorrimento, cioè l'energia per unità di volume dissipata nel piano di scorrimento,  $\rho$  è la densità e  $c_p$  è il calore specifico. Si può stimare che approssimativamente 2/3 dell'energia totale di formazione del truciolo sia dissipata nel piano di scorrimento, cioè

$$\mu_s = \frac{2}{3} \frac{F_c}{t_o * w}$$
(2.18)

Dalle formule precedenti si capisce che, agendo sui parametri del processo LSEM (quali, a titolo di esempio, velocità di taglio  $V_0$  e fattore di ricalcamento  $\lambda$ ), è possibile ottenere sul truciolo deformazioni estremamente confinate che portano ad un riscaldamento adiabatico localizzato, perciò viene ridotta o addirittura eliminata la necessità di preriscaldamento del

pezzo per produrre lamiere continue di magnesio. Si fa presente che un calo del fattore di ricalcamento implica un aumento della temperatura raggiunta nel truciolo e analogamente l'aumento di  $V_0$  porta ad un aumento della frazione di calore che arriva al truciolo.

#### 2.2.2 Nuovo modello teorico per la deformazione in LSEM

Nel presente paragrafo verrà riportato brevemente il modello teorico proposto in [24], la cui notazione viene riportata in Tabella 2.1, per il calcolo della deformazione tangenziale nella lavorazione LSEM. Il materiale considerato nello studio è stato Cu OFHC.

L'assunzione alla base del nuovo modello è che durante la lavorazione di asportazione di truciolo si abbia deformazione puramente plastica, quindi si trascura la presenza di deformazione elastica in LSEM. Mediante prove di trazione è stato dimostrato che questa ipotesi è ragionevole.

In Figura 2.6 si può notare la differenza tra il piano di scorrimento considerato per le due lavorazioni, il rispettivo angolo di scorrimento e lo spessore del truciolo ottenuto.

Come si può apprezzare in Figura 2.7, è stato dimostrato che il constraint influenza il flusso di materiale verso il piano di scorrimento: durante LSEM il materiale entra nella zona di scorrimento primaria con un angolo di deviazione  $\beta$  rispetto alla direzione originale della lavorazione FM (*Free Machining*).

Parametri	Notazione
Angolo di spoglia superiore	α
Spessore truciolo pre-lavorazione	$t_0$
Spessore truciolo in FM	$t_c^*$
Rapporto spessore truciolo in FM	$\lambda^* \left( \lambda^* = t_c^* / t_0  ight)$
Spessore truciolo controllato in LSEM	$t_c (t_c \leq t_c^*)$
Rapporto spessore truciolo in LSEM	$\lambda (\lambda = t_c/t_0 \leq \lambda^*)$
Angolo di scorrimento in FM	$arphi^*$
Angolo di scorrimento in LSEM	$\varphi \; (\varphi \geq \varphi^*)$
Angolo di deviazione	β
Deformazione tangenziale modello De Chiffre	$\gamma^*$
Deformazione tangenziale nuovo modello	γ

Tabella 2.1. Notazione presente in [24]. FM indica la lavorazione di taglio ortogonale convenzionale



**Figura 2.6.** Schematizzazione bidimensionale del processo LSEM; le linee tratteggiate rappresentano il caso di taglio ortogonale convenzionale. I parametri contrassegnati dall'asterisco si riferiscono al caso FM



**Figura 2.7.** Rappresentazione schematica del flusso di materiale durante il processo (in rosso la linea di flusso in presenza del constraint)

Per FM è stata derivata la deformazione tangenziale lungo il piano di scorrimento come [25]

$$\gamma^* = \frac{\cos \alpha}{\sin \varphi^* * \cos(\varphi^* - \alpha)}$$
(2.19)

dove l'angolo di scorrimento di FM può essere ottenuto dal rapporto del truciolo  $\lambda^*$ :

$$\tan \varphi^* = \frac{\cos \alpha}{\lambda^* - \sin \alpha} \tag{2.20}$$

Per il caso FM,  $\lambda^*$  è un parametro che dipende dal materiale e ha valori nel range 1-15 per diversi metalli; indica il valore a cui il truciolo può espandersi liberamente durante FM.

L'espressione della deformazione tangenziale nella zona di deformazione primaria

$$\gamma^* = \frac{\lambda}{\cos \alpha} + \frac{1}{\lambda \cos \alpha} - 2 \tan \alpha$$
 (2.21)

dei trucioli nella lavorazione LSEM, derivata da De Chiffre [21] basandosi sul *single shearplane model*, è equivalente a (2.19) e trascura l'effetto del constraint durante la lavorazione di *Extrusion Machining*.

Per ottenere una stima più ragionevole della deformazione in LSEM è quindi necessario considerare l'effetto del constraint geometrico che fa entrare il materiale nel piano di scorrimento con un angolo di deviazione  $\beta$  rispetto alla direzione della velocità di taglio:

$$\tan \beta = \frac{(\lambda^* - \lambda)^2 * \cos \alpha}{\lambda (\lambda^* - \sin \alpha)^2 + (\lambda - \sin \alpha)(\lambda^* - \lambda)^2}$$
(2.22)

In Figura 2.9(a) si può notare che  $\beta$  aumenta al diminuire di  $\lambda$ , ovvero man mano che ci si discosta dal caso FM.

Il nuovo modello per il calcolo della deformazione tangenziale lungo il piano di scorrimento nella lavorazione LSEM

$$\gamma = \frac{\lambda - \sin \alpha + \cos \alpha \tan \beta}{\cos \alpha - (\lambda - \sin \alpha) \tan \beta} + \frac{1}{\lambda \cos \alpha} - \tan \alpha$$
(2.23)

è collegato sia a parametri di processo (angolo di spoglia superiore e rapporto spessore di truciolo in LSEM) sia alla proprietà del materiale  $\lambda^*$  presente in  $\beta$ .

Per FM il constraint non influisce sulla lavorazione e l'angolo di deviazione  $\beta \rightarrow 0^{\circ}$ , se  $\lambda/\lambda^* \rightarrow 1$ , il processo LSEM è in realtà FM. Infatti, inserendo  $\beta=0^{\circ}$  in (2.23) si ottiene (2.21). E' stato dimostrato che la nuova formulazione teorica è un'ottima previsione dei risultati sperimentali ottenuti in [24] e che, rispetto al modello (2.21), porta a valori più in accordo con quelli sperimentali, come si può notare in Figura 2.8.

Un altro limite del modello di De Chiffre è che fornisce deformazioni tangenziali uguali quando vengono lavorati diversi materiali (con diversi  $\lambda^*$ ) a parità di parametri di processo (stessi  $\lambda \in \alpha$ ) in LSEM. Invece con il nuovo modello (2.23) si possono prevedere diverse deformazioni tangenziali al variare del materiale come osservato in Figura 2.9(b).


**Figura 2.8.** Variazione della deformazione reale con il rapporto di spessore del truciolo stimata dal nuovo modello (2.23) e dal modello di De Chiffre (2.21) a confronto con alcuni risultati sperimentali



**Figura 2.9.** (a) Andamento dell'angolo di deviazione  $\beta$  al variare del rapporto di spessore del truciolo  $\lambda$  normalizzato con  $\lambda^*$ . (b) Variazione della deformazione tangenziale  $\gamma$  con  $\lambda$  quando si lavorano con LSEM diversi materiali

## **Capitolo 3**

# Progettazione del setup sperimentale e analisi numerica

#### 3.1 Progettazione del setup sperimentale

Il software commerciale utilizzato per la progettazione 3D è PTC Creo 2.0®.

Per poter realizzare un truciolo continuo mediante lavorazione LSEM è necessario che la struttura del porta-constraint sia compatta e il più rigida possibile.

L'idea è stata quella di progettare un porta-constraint in cui fosse possibile modificare sia la profondità di passata  $t_0$  sia lo spessore del truciolo deformato  $t_c$  prodotto durante la lavorazione EC, similmente a quanto fatto in [26], per variare il valore di  $\lambda$  e cambiare quindi il campo di deformazione e della velocità di deformazione.

Complessivamente sono stati progettati sette elementi per il setup sperimentale:

- pezzo per modificare l'inclinazione del tagliente dell'utensile;
- piastrina di aggancio;
- supporto del cubo porta-constraint (a forma di L);
- cubo porta-constraint;
- constraint;
- spessore orizzontale;
- spessore verticale.

L'utensile (in §4.2 sono riportati il porta-utensile e gli inserti effettivamente utilizzati) è stato usato per ricavare dal materiale lavorato un truciolo recuperabile sotto forma di lamierino continuo. Per poter garantire la configurazione di taglio ortogonale e in particolare un angolo di spoglia inferiore di 5°, è stato necessario inserire tra la torretta presente nel tornio e il porta-utensili un elemento, in modo tale da inclinare in maniera corretta il tagliente dell'utensile.



Figura 3.1. Piastrina di aggancio

In Figura 3.1 si può osservare la piastrina di aggancio (42 x 90 x 8 mm), provvista di sei fori, necessaria per il collegamento tra la torretta del tornio e il supporto, a cui fissare successivamente il cubo porta-constraint. I due fori per il collegamento con la torretta sono per viti M6 a testa svasata. Altri due fori filettati per viti M6 servono per collegare l'aggancio con il supporto a forma di L. Sono presenti inoltre due fori lisci da 6 mm di diametro, usati per posizionare delle spine cilindriche, il cui scopo è dare maggior stabilità e vincolo al sistema, per mantenere in asse il supporto ad L ed evitare qualsiasi minima rotazione e movimento durante la lavorazione.

Nel supporto in Figura 3.2 sono presenti sei fori: due fori lisci per le spine cilindriche, due fori lisci di diametro 6.3 mm per le viti M6 che andranno avvitate all'aggancio, due fori lisci di diametro 9 mm per le viti M8 che andranno avvitate al cubo porta-constraint.



Figura 3.2. Supporto del cubo porta-constraint

Il cubo porta-constraint, riportato in Figura 3.3, è un parallelepipedo  $30 \ge 27 \ge 46$  mm che presenta una cavità  $20 \ge 6 \ge 5$  mm per l'alloggiamento del constraint vero e proprio, che è intercambiabile col vantaggio, in caso di usura, di poterlo cambiare senza dover modificare tutto il setup, risparmiando in tempo e costi.

Sono presenti inoltre due fori filettati M8 profondi 18 mm che permettono il collegamento del cubo al supporto ad L.



Figura 3.3. Vista 3D del cubo porta-constraint (sinistra) e cava per l'alloggiamento del constraint (destra)

Si è deciso di usare un constraint a forma trapezioidale con raggio di curvatura di 0.4 mm (§4.2): questa forma è dovuta al fatto che il truciolo, una volta che è stato estruso, non deve continuare a scorrere sul constraint per contenere i fenomeni di attrito.

Sulla faccia principale, al centro, è presente un foro per viti M3 a testa svasata che ne permette il collegamento al cubo porta-constraint una volta inserito nella cava apposita.

Gli spessori variabili (uno orizzontale e uno verticale) sono costituiti da due piastrine di dimensioni adattabili al resto del setup per poter variare a priori sia la profondità di passata, sia il gap  $t_c$  esistente tra constraint e tagliente dell'utensile. Dovendo essere inseriti tra il supporto ad L e il cubo porta-constraint, presentano entrambi un foro liscio di diametro 9 mm per permettere il passaggio delle due viti M8 di ancoraggio.

In Figura 3.4(a) è riportato il setup di prova usato per il processo LSEM e si può vedere un truciolo continuo prodotto. In Figura 3.4(b) è mostrato il disegno 3D complessivo del setup progettato.



**Figura 3.4.** Setup di prova utilizzato per la lavorazione LSEM (sinistra). Assieme 3D del setup per la lavorazione EC (destra)



*Figura 3.5. a) Porta-constraint realizzato. b) Zoom della zona tra il constraint (marrone) e l'utensile (verde) con indicazione della profondità di passata e dello spessore di truciolo deformato* 

In Figura 3.5(a) è riportato il porta-constraint realizzato comprendente tutti gli elementi, mentre in Figura 3.5(b) è possibile apprezzare un ingrandimento della zona tra tagliente e constraint con indicate la profondità di passata  $t_0$  e lo spessore del truciolo imposto  $t_c$ .

#### 3.2 Configurazione dell'analisi numerica

#### 3.2.1 Configurazione del modello

Nel presente studio le simulazioni sono state condotte con il software commerciale Forge\_NxT®.

Durante la lavorazione di taglio ortogonale, nella realtà, il workpiece si muove in moto rotatorio, mentre l'utensile si muove linearmente lungo la direzione radiale della barra. Solitamente però il modello di taglio ortogonale viene schematizzato con una configurazione bidimensionale, essendo la larghezza del workpiece molto più grande della profondità di passata.

Il modello FEM usato per descrivere il processo di taglio ortogonale e di Large Strain Extrusion Machining è stato sviluppato in condizioni 2D.

Il modello di base e la mesh iniziale del workpiece e degli oggetti indeformabili sono mostrati in Figura 3.6.



Figura 3.6 Modello elementare e mesh iniziale del processo LSEM nel modello agli elementi finiti

Oggetto	Numero di nodi	Numero di elementi	Dimensione della mesh [mm]
workpiece	2493	4781	0.02, 0.04, 0.067
utensile	203	202	0.0654
constraint	137	136	0.0975
lower die	104	103	0.084

Tabella 3.1. Numero di nodi e di elementi degli oggetti presenti nelle simulazioni

In Tabella 3.1 è presente la denominazione degli oggetti presenti nelle simulazioni.

Il workpiece, cioè la barra da lavorare, viene semplificato con un parallelepipedo di lunghezza 3 mm e altezza 0.6 mm ed è l'unico oggetto deformabile della simulazione. Le piccole dimensioni permettono di focalizzare l'analisi sulla zona d'interesse, cioè la superficie lavorata dall'utensile e la parte che durante la lavorazione diventerà truciolo. Si è inoltre deciso d'impostare un gradiente della mesh affinandola in maniera graduale vicino alla zona che diventerà la superficie lavorata. E' stata inoltre introdotta l'opzione di remeshing automatico durante le simulazioni.

Dato che il workpiece deve restare fermo durante la lavorazione, è necessario introdurre uno "stampo" ad hoc su cui appoggi la billetta. Perciò è stato creato un *lower die*, anch'esso indeformabile, che serve per impedire che la billetta si muova durante la simulazione: tra billetta e *lower die* viene imposto un vincolo di adesione totale, in particolare "Bilateral\_Sticking", anche perché il bordo inferiore e il bordo di sinistra del workpiece subiranno una deformazione molto piccola durante la lavorazione, praticamente nulla.

L'utensile da taglio (*cutting tool o upper die*), detto più brevemente utensile, si muove linearmente in moto unidirezionale con velocità costante e pari alla velocità di taglio. Questo oggetto è lo stampo maestro (*master die*), cioè quello su cui si basano tutti i tempi della simulazione, ed è stata scelta "Hydraulic\_Press" di cui deve essere definita la legge del moto. Il constraining tool (*second upper die*) è il constraint e si muove con la stessa velocità dell'utensile. Questi due oggetti sono in moto, ma sono indeformabili cioè sono considerati molto più duri rispetto al materiale del pezzo e sono modellati come un corpo rigido.

La geometria della mesh è tetraedrica e, in 2D, è possibile effettuare un meshing volumetrico solo per oggetti deformabili, mentre per gli oggetti indeformabili si può solo meshare superficialmente (ciò spiega il basso numero di nodi e di elementi degli utensili).

Le condizioni di processo impostate nelle simulazioni, analoghe alle condizioni sperimentali, sono riportate in Tabella 3.2.

Velocità di taglio	V <sub>0</sub> [m/min]	120
Profondità di passata	t <sub>0</sub> [mm]	0.3
Spessore truciolo deformato	t <sub>c</sub> [mm]	0.35
Fattore di ricalcamento del truciolo	λ[-]	1.16
Raggio constraint	r <sub>c</sub> [mm]	0.4
Angolo di spoglia inferiore	δ [°]	5
Angolo di spoglia superiore	α [°]	0, 6, 15
Condizioni di lavorazione		a secco (dry)

Tabella 3.2. Condizioni del processo impostate nelle simulazioni

Il processo è stato simulato dall'istante in cui l'utensile inizia la lavorazione entrando in contatto con il workpiece fino all'istante in cui la lunghezza di taglio è almeno 1 mm.

#### 3.2.2 Material modeling

La Tabella 3.3 mostra le proprietà fisiche e termiche della lega di magnesio AZ31 considerate nel modello del materiale.

Tabella 3.3 Proprietà fisiche e termiche della lega di magnesio AZ31 usate nel modello del materiale

Materiale	AZ31
Densità ρ [Kg/m <sup>3</sup> ]	1780
Modulo di Young [GPa]	45
Coefficiente di Poisson v [-]	0.35
Calore specifico C <sub>p</sub> [J/(Kg*K)]	1045
Conducibilità termica k [W/(m*K)]	96
Emissività [-]	0.12

Come modello costitutivo del materiale è stata usata la legge di Hensel-Spittel, implementata nel software Forge, che fornisce una buona descrizione del comportamento di flusso tensionale del materiale metallico in funzione della deformazione, della velocità di deformazione e della temperatura e che è rappresentata dalla seguente equazione:

m .

$$\sigma_f = A e^{m_1 T} \varepsilon^{m_2} \dot{\varepsilon}^{m_3} e^{\frac{m_4}{\varepsilon}} (1+\varepsilon)^{m_5 T} e^{m_7 \varepsilon} \dot{\varepsilon}^{T m_8} T^{m_9}$$
(3.1)

dove  $\sigma_f$  = tensione,  $\varepsilon$  = deformazione,  $\dot{\varepsilon}$  = velocità di deformazione, T = temperatura di deformazione,  $m_1$  e  $m_9$  definiscono la sensibilità del materiale alla temperatura,  $m_5$  definisce l'accoppiamento tra temperatura e deformazione,  $m_8$  è il termine di accoppiamento tra temperatura e velocità di deformazione,  $m_2, m_4, m_7$  definiscono la sensibilità del

materiale alla deformazione e  $m_3$  dipende dalla sensibilità del materiale alla velocità di deformazione.

Per ricavare i coefficienti di Hensel-Spittel sono state usate curve di flusso ottenute da prove di trazione su AZ31 a cinque diverse temperature (25 °C, 100 °C, 200 °C, 250 °C, 300 °C) tutte ottenute con velocità di deformazione  $\dot{\varepsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ , quindi considerando la sensibilità del materiale alla temperatura, ma non alla velocità di deformazione. I risultati ottenuti sono quindi validi nel range di temperatura 20 °C-300 °C.

L'equazione effettivamente implementata nel modello del materiale è stata:

$$\sigma_f = A e^{m_1 T} \varepsilon^{m_2} (1+\varepsilon)^{m_5 T} e^{m_7 \varepsilon} T^{m_9}$$
(3.2)

i cui coefficienti di Hensel-Spittel calcolati sono riportati in Tabella 3.4.

Tabella 3.4. Coefficienti ricavati per l'equazione di Hensel-Spittel "ridotta" (3.2)

А	$m_1$	$m_2$	$m_5$	$m_7$	$m_9$
212.9731054	-0.008592086	0.239485836	0.001784326	-0.254659375	0.330677076

Si può affermare che il modello numerico implementato è un'ottima approssimazione del comportamento del materiale nel range di temperatura considerato, poiché le curve di flusso previste dal modello di Hensel-Spittel fittano molto bene le curve reali (ad esempio in Figura 3.7 sono riportate le curve a 100 °C, ma un risultato analogo è stato ottenuto anche per le curve alle altre quattro temperature).



**Figura 3.7.** Confronto tra la curva di flusso di AZ31 ottenuta dalla prova di trazione a 100 °C e  $0.1 \text{ s}^{-1}$  (in azzurro) con la curva prevista dal modello di Hensel-Spittel (in rosso)

Nel modello del materiale è stata imposta  $eps\_ss = 0.8$ , ciò significa che oltre questo valore della curva di flusso del materiale si impone un comportamento perfettamente plastico, dato che le curve di trazione sono state ottenute al massimo fino ad una deformazione  $\varepsilon = 0.8$  e quindi oltre questo valore non è detto che il modello di Hensel-Spittel implementato sia ancora valido.

#### 3.2.3 Friction model

Per considerare in maniera più completa i fenomeni di attrito che si sviluppano all'interfaccia workpiece-utensile (§1.1.5), il modello per l'attrito adottato nel presente studio è una legge di attrito mista Coulomb + Tresca (rispettivamente  $\tau = \mu * \sigma$ ,  $\tau = m * k$ ). In particolare, per simulare la presenza di un alto attrito durante la lavorazione a temperatura ambiente sono stati implementati i seguenti valori  $\mu = 0.2$  e m = 0.4 sia per taglio ortogonale, sia per LSEM, contrariamente ad alcuni studi in cui viene usata solamente la legge d'attrito di Coulomb ( $\mu$ = 0.6 [26],  $\mu$  = 0.7 [27],  $\mu$  = 0.12 [28]).

Un'analisi approfondita del modello d'attrito delle simulazioni agli elementi finiti di taglio ortogonale è stata effettuata in [29] in cui viene usata una legge d'attrito mista.

#### 3.2.4 Heat exchange model

I parametri termici delle simulazioni sono riassunti in Tabella 3.5.

Le temperature dell'utensile, del constraint e del lower die e la temperatura iniziale del workpiece sono state poste uguali alla temperatura ambiente  $T_{amb} = 20$  °C.

Temperatura ambiente	T <sub>amb</sub> [°C]	20
Temperatura iniziale workpiece	T <sub>0, workpiece</sub> [°C]	20
Temperatura utensile	T <sub>utensile</sub> [°C]	20
Temperatura constraint	T <sub>constraint</sub> [°C]	20
Temperatura lower die	$T_{lower die} [°C]$	20
Coefficiente di scambio termico workpiece-utensile	h [W/(m <sup>2</sup> *K)]	104
Coefficiente di scambio termico workpiece-aria	h [W/(m <sup>2</sup> *K)]	10

Tabella 3.5. Parametri termici impostati nelle simulazioni

Per lo scambio termico tra workpiece e gli oggetti indeformabili (utensile, constraint, lower die) è stato invece posto un coefficiente di scambio termico  $h = 10^4 \frac{W}{m^{2} * K}$  (valore di default del software, considerando uno scambio termico medio con l'utensile in acciaio).

#### 3.2.5 Limitazioni e approssimazioni del modello numerico

Innanzitutto bisogna sottolineare che per semplicità nella modellazione non è stato introdotto nessun criterio di danneggiamento, che sarebbe invece necessario soprattutto per il processo di taglio ortogonale convenzionale, poiché nella realtà questa lavorazione porta tipicamente a trucioli di morfologia discontinua e/o segmentata.

Una seconda considerazione da fare è che nelle lavorazioni per asportazione di truciolo e in particolare nel taglio ortogonale si hanno  $\gamma e \dot{\gamma}$  molto alte: non è del tutto corretto valutare il comportamento del materiale durante il *machining* con i dati ricavati dalle prove tecnologiche convenzionali di trazione, compressione e torsione perché nel secondo caso si hanno deformazioni e velocità di deformazione molto inferiori. Nel presente studio, le curve reali delle prove di trazione usate per ricavare i coefficienti di Hensel-Spittel sono state ottenute con  $\dot{\varepsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$  che risulta essere qualche ordine di grandezza inferiore rispetto a quella che si ha durante un reale processo di asportazione di truciolo ( $\dot{\varepsilon} = 10^4 - 10^6 \text{ s}^{-1}$ ). Per ottenere curve di flusso a questi valori di velocità di deformazione sarebbe necessario effettuare prove con le barre di Hopkinson.

# **Capitolo 4**

### Materiali e metodi

#### 4.1 Materiale utilizzato

Il materiale utilizzato nel presente studio è la lega di magnesio AZ31.

La lega AZ31 presenta la contemporanea presenza di un'elevata duttilità a caldo e buone prestazioni meccaniche, caratteristica non comune nei metalli, e rientra quindi nella categoria delle leghe lavorabili per deformazione plastica. La lega AZ31 può essere lavorata per formatura, estrusione, saldatura e si stanno sperimentando anche processi di taglio laser. Il materiale è stato fornito sotto forma di barre di diametro 60 mm che sono state preliminarmente sottoposte al trattamento termico di ricottura di omogeneizzazione. Lo scopo di tale trattamento è il raggiungimento di una grana cristallina e una microstruttura più uniforme ed omogenea. Nella ricottura di omogeneizzazione la lega è portata alle massime temperature consentite vicino alla linea di solidus, per tempi solitamente lunghi tali da portare le fasi precipitate in soluzione nel magnesio, rendere omogenea la soluzione solida e globulizzare eventuali impurezze insolubili. Successivamente il materiale andrà sottoposto ad un raffreddamento lento, tale da non creare tensioni e soluzioni sovrasssature. Con la ricottura di omogeneizzazione si ottiene una lega in equilibrio stabile, senza tensioni, con microstruttura costituita da soluzione solida omogenea, priva di liquazioni e segregazioni interdendritiche, in cui sono uniformemente e finemente distribuite le fasi riprecipitate durante il lento raffreddamento.



Figura 4.1. Micrografia ad ingrandimento 500x dopo trattamento di ricottura su AZ31

I parametri di ricottura considerati sono stati  $T_{ricottura} = 340$  °C e  $t_{mantenimento} = 3$  h [30]. Successivamente, terminata la fase di mantenimento, si è raffreddato lentamente il pezzo in aria (temperatura esterna approssimativamente di 20 °C).

Dopo il trattamento di ricottura la dimensione media della grana cristallina calcolata con il metodo di intersezione lineare risulta essere di 14  $\mu$ m e se ne può apprezzare la microstruttura in Figura 4.1.

#### 4.2 Lavorazione

Le lavorazioni di asportazione sono state eseguite al tornio a controllo numerico Mori Seiki<sup>TM</sup> NL 1500 CNC adottando la configurazione di taglio ortogonale: all'estremità della barra è stata isolata una porzione di materiale di spessore 4 mm inferiore alla larghezza del tagliente dell'utensile.

In Tabella 4.1 sono riassunti le condizioni della campagna prove sperimentale e i parametri di processo adottati.

Condizioni di lavorazione		a secco (dry)
Velocità di taglio	V <sub>0</sub> [m/min]	120
Profondità di passata	t <sub>0</sub> [mm]	0.3
Spessore truciolo deformato	t <sub>c</sub> [mm]	0.35
Fattore di ricalcamento del truciolo	λ[-]	1.16
Raggio constraint	r <sub>c</sub> [mm]	0.4
Angolo di spoglia inferiore	δ [°]	5
Angolo di spoglia superiore	α [°]	0, 6, 15

Tabella 4.1. Condizioni adottate per la campagna prove sperimentale

I parametri sono stati selezionati per cercare di ottimizzare temperatura e pressione idrostatica per ottenere trucioli continui, riferendosi anche a precedenti studi [31], [32]. La profondità di passata scelta è di 0.3 mm, mentre il fattore di ricalcamento è stato posto uguale a 1.16 imponendo uno spessore di truciolo deformato pari a 0.35 mm.

La velocità di taglio è stata fissata a 120 m/min: a questo elevato valore corrisponde un'alta velocità di deformazione che genera calore localizzato nella zona di deformazione aumentando la plasticità del materiale e ciò aiuta ad evitare la frattura dei trucioli favorendo l'ottenimento di trucioli continui. Il raggio del constraint di 0.4 mm permette di massimizzare la deformazione prodotta sulla barra [19].

Denominazione campione	Tipologia campione	Lavorazione	Angolo di spoglia superiore α [°]
B-OC-1	Barra	Orthogonal Cutting	0
B-OC-2	Barra	Orthogonal Cutting	6
B-OC-3	Barra	Orthogonal Cutting	15
B-EC-1	Barra	Orthogonal Cutting	0
B-EC-2	Barra	Extrusion Cutting	6
B-EC-3	Barra	Extrusion Cutting	15
T-EC-1	Truciolo	Extrusion Cutting	0
T-EC-2	Truciolo	Extrusion Cutting	6
T-EC-3	Truciolo	Extrusion Cutting	15
SHEET	Lamiera AZ3	1-Annealed	-

**Tabella 4.2.** Denominazione dei campioni in base alla tipologia, alla lavorazione effettuata e all'angolo di spoglia superiore dell'inserto. B=Barra; T=Truciolo; OC=Orthogonal Cutting; EC=Extrusion Cutting; 1=angolo di spoglia superiore 0°; 2=angolo di spoglia superiore 6°; 3=angolo di spoglia superiore 15°

Per studiare l'influenza della geometria dell'inserto sulla lavorazione sono stati selezionati tre diversi utensili aventi angoli di spoglia superiore  $\alpha$  pari a 0°, 6°, 15° (§3.2.1), mantenendo costanti tutte le altre variabili di processo. L'utensile di lavoro è stato sostituito con uno nuovo ogni due lavorazioni.

In Tabella 4.2 sono riportati i campioni utilizzati nello studio e le rispettive condizioni di lavoro con cui sono stati ottenuti.

I trucioli ottenuti da lavorazione di taglio ortogonale non sono stati oggetto dello studio data la loro morfologia di truciolo discontinuo, di cui un esempio in Figura 4.2.



*Figura 4.2. Pezzo di truciolo continuo e trucioli discontinui ottenuti rispettivamente con lavorazione LSEM e taglio ortogonale usando l'inserto con angolo di spoglia superiore*  $\alpha = 6^{\circ}$ 

Tra i campioni in esame è presente anche una lamiera di AZ31 di spessore nominale 1 mm allo stato di fornitura ricotto, le cui proprietà sono state confrontate con quelle del truciolo LSEM migliore in funzione dell'applicazione biomedicale di interesse (§6.5).

#### 4.2.1 Utensili da taglio

La denominazione degli utensili usati è riportata in Tabella 4.3 e tutti e tre presentano la stessa forma romboidale con angolo di 35°, di cui un esempio in Figura 4.3.

Tabella 4.3. Utensili da taglio usati e rispettivo angolo di spoglia superiore

Designazione inserto	Angolo di spoglia superiore [°]
VBMW160404-H13A	0
VBMT160404-24 T9025	6
VBMT160404-FK	15

Gli inserti sono stati fissati su un porta utensili Sandvik<sup>™</sup> SVJBR2020K16 con un angolo di registro di 95° per ottenere la configurazione di taglio ortogonale.



Figura 4.3. Esempio di inserto romboidale utilizzato durante le prove (da www.sandvik.coromant.com)

L'angolo di spoglia superiore, anche detto spoglia principale, è una caratteristica geometrica importante degli utensili e, come gli altri parametri geometrici, influisce sui risultati della lavorazione. E' formato dalla traccia del petto dell'utensile e dalla normale alla superficie lavorata, indicando quindi l'inclinazione dell'utensile rispetto al pezzo e determinando l'avanzamento del taglio e la formazione del truciolo, essendo responsabile della distribuzione delle forze sulla superficie del petto dell'utensile.

L'angolo di spoglia superiore  $\alpha$  può assumere valori positivi, negativi o nulli e si riporta un breve elenco degli aspetti favorevoli e sfavorevoli di ciascuno durante la lavorazione.

Vantaggi di angoli positivi:

- maggiore è il valore di α e minore sarà la deformazione tangenziale e di conseguenza minori la forza, l'energia e la potenza richieste per la lavorazione;
- un aumento di α contribuisce a ridurre la generazione di calore durante il taglio e quindi vengono ridotti gli effetti deleteri di un'eccessiva temperatura sull'utensile e sul workpiece;
- angoli di spoglia superiori positivi sono favorevoli per lo scorrimento del truciolo e per la produzione di trucioli continui.

Svantaggi di angoli positivi:

- all'aumentare dell'angolo di spoglia superiore, la resistenza della punta dell'utensile diminuisce e viene ridotta anche la capacità del tagliente di resistere ad elevate forze di taglio e di assorbire grandi flussi di calore durante la lavorazione: angoli eccessivi minano quindi la robustezza del tagliente. Non è possibile applicare alte velocità di taglio e alte profondità di passata;
- diminuzione della vita utile dell'utensile a causa di un'alta usura.

Vantaggi di angoli negativi:

- la vita utile dell'utensile aumenta, risultando essere più resistente all'impatto durante la lavorazione e a deformazioni plastiche ad alta temperatura poiché il tagliente è più spesso e può assorbire e dissipare più calore;
- utili per la lavorazione di asportazione di truciolo di materiali resistenti.

Svantaggi di angoli negativi:

- le deformazioni tangenziali nel truciolo aumentano e quindi sono richieste una maggiore forza e una maggiore potenza per la lavorazione, con effetti negativi sia sull'utensile, sia sul workpiece;
- solitamente portano a trucioli discontinui;
- angoli molto negativi portano al sovraccumulo sul tagliente del truciolo asportato (tagliente di riporto) e sono quindi sconsigliabili.

Angolo di spoglia superiore nullo:

• inserti con angolo di spoglia superiore pari a zero sono facili da progettare, da produrre e da riaffilare, con costi minori rispetto alle due precedenti categorie;

- in presenza di inserti con angoli di spoglia superiore pari a zero, è più semplice la stima delle forze di taglio con il diagramma di Merchant, che permette di dare un'idea del range dei parametri di taglio da usare per aumentare la produttività;
- essendo intermedio tra i positivi e i negativi, un ulteriore vantaggio è la parziale eliminazione degli svantaggi di entrambi: aumenta la resistenza della punta dell'utensile e la sua vita utile rispetto agli inserti con angoli positivi; riduce le forze di taglio e di conseguenza il consumo della potenza necessaria per la lavorazione rispetto agli inserti con angoli negativi.

#### 4.3 Preparazione dei campioni e analisi micrografica

Ottenuti e raccolti i campioni della barra nelle varie condizioni di lavoro, essi sono stati sezionati con una troncatrice e, per evitare un eccessivo riscaldamento del provino, durante la procedura è stata usata dell'acqua come fluido di taglio.

Dopo la troncatura, i campioni sono stati inglobati in resina a freddo e lucidati con carte abrasive: inizialmente carte a grana grossa (P320, P500) con tempistiche brevi (40-60 s); successivamente carte sempre più fini (P800, P1200, P4000) con tempistiche più lunghe (circa 2-3 min). Infine, si è effettuato un passaggio con un panno su cui si è spruzzata silica colloidale (0.2  $\mu$ m). Terminata la fase di preparazione metallografica, per l'attacco chimico è stata utilizzata una soluzione di 5 ml acido acetico, 5 g acido picrico, 10 ml H<sub>2</sub>O, 100 ml etanolo per un tempo di esposizione all'attacco di 5-6 s.





**Figura 4.4.** Microscopio ottico usato per l'analisi micrografica dei campioni (sinistra); esempio di sezioni di barra e di truciolo inglobati nella resina (destra)

L'analisi micrografica è stata effettuata con il microscopio ottico Leica<sup>TM</sup> DMRE in Figura 4.4 dotato di una camera digitale ad alta definizione.

L'estensione dello strato UFG generato dalla lavorazione è stata misurata ogni 50 µm dalle immagini ottenute al microscopio ottico ad ingrandimento 500x; per ogni campione sono state effettuate quattro misure da cui si è calcolato il valore medio.

Per quanto riguarda la dimensione dei grani, l'indagine è stata svolta per i campioni di truciolo con il metodo di intersezione lineare in *Matlab* (funzione *Linecut*) su micrografie a 1000x.

#### 4.4 Prove di durezza

Sono state condotte prove di micro-durezza Vickers sia su campioni di barra sia sulle sezioni dei trucioli, per investigare l'eventuale effetto indotto sul materiale dalla lavorazione LSEM rispetto al taglio ortogonale e per indagare l'effetto dell'angolo di spoglia superiore.

In aggiunta sono state effettuate misure di nano-durezza sulla barra, in prossimità della superficie.

#### 4.4.1 Micro-durezza



*Figura 4.5. Micro-durometro utilizzato per il calcolo delle micro-durezze (sinistra); indentatore e relativa impronta nella prova di micro-durezza Vickers (destra)* 

Le prove di micro-durezza Vickes  $HV_{0.01/30}$  (indentatore in diamante a forma piramidale a base quadrata con angolo al vertice fra due lati di  $136^{\circ} \pm 0.5^{\circ}$  e le diagonali nominalmente uguali) sono state effettuate utilizzando un microdurometro Leitz<sup>TM</sup> Durimet (in Figura 4.5) con un carico di prova di 10P (corrispondente a 98 mN) e tempo di prova di 30 s, secondo normativa [33].

Per i campioni di barra le misurazioni sono state rilevate ogni 20  $\mu$ m di distanza a partire dalla superficie lavorata fino ad una profondità di 400  $\mu$ m; per i campioni di truciolo, invece, le misure sono state rilevate ogni 40  $\mu$ m di distanza a partire dalla superficie. Determinata la dimensione *d* della diagonale dell'impronta, si è ricavato il valore di micro-durezza riferendosi alle tabelle allegate allo strumento. La prova è stata eseguita con ripetibilità tre.

#### 4.4.2 Nano-durezza

I test di nano-durezza sono stati effettuati con il nano-indentatore iNano<sup>TM</sup> Nanomechanics, Inc. dotato di punta Berkovich in diamante (piramide a base triangolare) in Figura 4.6. Per ogni campione sono state effettuate almeno 30 nano-indentazioni con un carico di 10 mN e una frequenza di acquisizione dei dati di 5 Hz.



Figura 4.6. Nano-durometro usato per effettuare le misure di nano-durezza

#### 4.5 Prove di corrosione

Per valutare la resistenza a corrosione del materiale sono stati effettuati test elettrochimici, in particolare prove di polarizzazione potenziodinamica con un potenziostato Amel<sup>TM</sup> 2549. Il comportamento elettrochimico è stato studiato usando una cella a tre elettrodi standard, dove i campioni di AZ31 sono l'elettrodo di lavoro, l'elettrodo di riferimento è un elettrodo a calomelano saturo *Saturated Calomel Electrode* (SCE) e un elettrodo di platino è il controelettrodo. Le curve di polarizzazione potenziodinamica sono state ottenute applicando potenziali da -2.5 V a 0 V ad una velocità di scansione di 0.5 mV/s e, per ogni valore di potenziale imposto, si misura la corrispondente corrente che fluisce tra elettrodo e controelettrodo. I campioni sono stati testati a temperatura corporea (37 °C ± 1 °C) in una soluzione di SBF, la cui composizione è 1.5881 g di NaCl, 0.0709 g di NaHCO<sub>3</sub>, 0.0492 g di Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>\*7H<sub>2</sub>O, 0.0617 g di MgCl<sub>2</sub>\*6H<sub>2</sub>O, 0.0746 g di KCl, 0.0171 g di CaSO<sub>4</sub>\*H<sub>2</sub>O, 0.0403 g di CaCl<sub>2</sub>, acqua distillata ad 1 L, per riprodurre le condizioni del corpo umano. Il potenziale di corrosione (*E*<sub>corr</sub>) e la densità di corrente di corrosione (*I*<sub>corr</sub>) sono stati determinati dalle misure di polarizzazione usando il metodo di estrapolazione di Tafel secondo la normativa ASTM G5-14.

#### 4.6 Prove di trazione

Per la caratterizzazione meccanica dei trucioli e della lamiera, oltre alle prove di microdurezza (§4.4.1) sono state effettuate prove di trazione a temperatura ambiente (T = 25 °C). Date le piccole dimensioni dei trucioli ottenuti, si è deciso di condurre le prove con il tribometro UMT (universal mechanical tester) 3 by Brunker in Figura 4.7.

Il macchinario permette di rilevare il carico agente lungo due assi ( $F_x \in F_z$ ) mediante una cella di carico, lo spostamento della cella di carico stessa e il tempo di prova, quindi è possibile ottenere curve forza-spostamento come output della prova. In dotazione al tribometro si hanno due celle di carico che possono arrivare rispettivamente fino a 10 N e 1000 N e per la prova in esame è stata scelta la seconda. La procedura di prova è completamente automatizzata e, tramite PC, è possibile movimentare gli assi e acquisire i dati.



Figura 4.7. Tribometro UMT 3 by Brunker utilizzato per le prove di trazione sui trucioli

Il tribometro è dotato di una testa (*Carriage*) e di una slitta mobile (*Slider*). Un motore elettrico aziona un dispositivo vite-madrevite che permette il movimento della testa lungo la direzione verticale e su di essa vengono montati i dispositivi quali celle di carico o sensori di forza che possono monitorare il carico agente lungo due assi ( $F_x e F_z$ ). La slitta mobile è azionata da un motore elettrico che permette lo spostamento a destra e a sinistra degli accessori montati che, per la prova in esame, assicurano il fissaggio del provino di truciolo. Il primo parametro scelto per la prova di trazione sui trucioli è stato  $\dot{\varepsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ , pari alla velocità di deformazione della prova di trazione sulla lamiera, in modo da avere risultati comparabili.

La lunghezza totale dei provini ricavati dai trucioli è di 30 mm: si è posto come tratto utile  $L_0 = 10$  mm (pari alla distanza tra gli afferraggi), quindi sotto ad ogni afferraggio sono presenti 10 mm di lunghezza del campione per garantirne la presa durante la prova. Date le piccole dimensioni dei trucioli, i provini non hanno la tipica forma ad osso di cane delle tradizionali prove di trazione, ma presentano larghezza costante lungo tutto il tratto utile. La velocità di deformazione usata nel processo può essere scritta come:

$$\dot{\varepsilon} \left[ s^{-1} \right] = \frac{V}{L_0} \tag{4.1}$$

dove V [mm/s] corrisponde alla velocità di prova con cui si esegue il processo, o velocità lineare di deformazione, e  $L_0$  [mm] è la lunghezza del campione nel tratto utile.

Quindi la velocità con cui si allontana l'afferraggio superiore è stata posta pari a 1 mm/s. Altro parametro da impostare è il tempo di prova, cioè il tempo di acquisizione dei dati, e in particolare si è impostato t = 15 s (> $\frac{L}{v} = 10$  s).

Le curve  $\sigma_{ing} - \varepsilon_{ing}$  sono state derivate dalle curve F-s ottenute dal tribometro mediante:

$$\sigma_{ing} = \frac{F}{A_0} \qquad \varepsilon_{ing} = \frac{s}{L_0} \tag{4.2}$$

dove F [N] = forza  $F_z$  monitorata dalla cella di carico,  $A_0$  [mm<sup>2</sup>] = sezione iniziale del provino, s [mm] = corsa effettuata dall'afferraggio superiore e  $L_0$  [mm] = lunghezza iniziale del provino, cioè il tratto utile.

Le curve  $\sigma_{reale} - \varepsilon_{reale}$  sono state derivate dalle curve  $\sigma_{ing} - \varepsilon_{ing}$  tramite:

$$\sigma_{reale} = \sigma_{ing} (1 + \varepsilon_{ing}) \qquad \varepsilon_{reale} = \frac{F}{A_0 e^{-\varepsilon}}$$
(4.3)

La prova di trazione sulla lamiera è stata effettuata tramite un dinamometro MTS-322 50kN a 25 °C, con velocità di deformazione  $\dot{\varepsilon} = 0.1$  s<sup>-1</sup>, su provini ad osso di cane i quali presentavano le seguenti dimensioni nominali: spessore 1 mm, larghezza 12 mm, lunghezza tratto utile 65 mm.

#### 4.7 Analisi XRD

Per la caratterizzazione dell'orientazione cristallografica dei trucioli e della lamiera, è stata effettuata un'analisi XRD (*X-Ray Diffraction*) mediante il diffrattometro a raggi X Siemens D500 (Figura 4.8) usando una radiazione Cu-K $\alpha$  in un range angolare  $2\theta = 30-40^{\circ}$ .

I parametri di prova impostati sono stati uno *step size* di 0.03 e un *counting time* per ogni step di 5 s.

E' importante che prima della prova lamiera e truciolo vengano orientati nella stessa direzione, altrimenti si esaminerebbero zone diverse. Entrambi i campioni sono stati analizzati a  $0^{\circ}$  e  $90^{\circ}$  rispetto alla direzione del fascio lineare della sorgente XRD.



Figura 4.8. Diffrattometro a raggi X usato per l'analisi XRD dei campioni

La legenda usata è la seguente:

- *Cutting Direction (CD)* = direzione di taglio dell'asportazione di truciolo;
- *Rolling Direction (RD)* = direzione di laminazione;
- *Transverse Direction (TD)* = direzione trasversale, cioè lungo la larghezza del campione.

Si nota che CD e RD rappresentano entrambe la direzione di lavorazione dei due processi.

# **Capitolo 5**

## Analisi dei risultati

#### 5.1 Morfologia truciolo

Osservando la sezione dei trucioli di Figura 5.1 è possibile apprezzare la continuità del truciolo lungo lo spessore in tutti e tre i casi LSEM.

Calcolando gli spessori dei trucioli si è trovato 320-340  $\mu$ m, che è proprio il valore teorico imposto per lo spessore di truciolo, ~ 420  $\mu$ m, ~ 570  $\mu$ m, rispettivamente per T-EC-1, T-EC-2, T-EC-3.



**Figura 5.1.** Morfologia e sezione dei trucioli ottenuti nelle tre condizioni LSEM. Immagini allo stereomicroscopio con ingrandimento 5x

L'angolo di spoglia superiore ha un effetto sulla morfologia del truciolo e in particolare sul suo meccanismo di formazione. Il truciolo migliore, perfettamente continuo ma con una leggera criccatura ai bordi, è stato infatti ottenuto con l'inserto con  $\alpha = 6^{\circ}$ , Figura 5.2(a). Questo campione è stato l'unico caratterizzato meccanicamente anche mediante prove di trazione (§6.2). Non è stato infatti possibile effettuare prove di trazione sui trucioli ottenuti negli altri due casi poiché presentavano una quantità non indifferente di cricche sui bordi (T-EC-1) o non erano perfettamente continui con la presenza, in alcune zone, di bande di scorrimento (T-EC-3), come si osserva in Figura 5.2(b).



**Figura 5.2.** Truciolo continuo T-EC-2 (a) e confronto di pezzi dei trucioli ottenuti nelle tre condizioni di processo LSEM (b)

#### 5.2 Microstruttura e caratterizzazione meccanica barre lavorate

#### 5.2.1 Microstruttura della barra lavorata

In Figura 5.3 sono riportate le micrografie ad ingrandimento 500x della superficie della barra lavorata per i sei campioni in esame.

In entrambi i processi, in prossimità della superficie è possibile individuare uno strato deformato generato dalla lavorazione (*machining-affected layer* o *SPD region*). Questa regione deformata è anche detta regione UFG (*ultra-fine grain*).



**Figura 5.3.** Microstrutture ad ingrandimento 500x delle superfici lavorate dei campioni di barra AZ31: a) e b) rispettivamente OC ed EC con  $\alpha=0^\circ$ ; c) e d) rispettivamente OC ed EC con  $\alpha=6^\circ$ ; e) e f) rispettivamente OC ed EC con  $\alpha=15^\circ$ 

La regione UFG è identificata da grani fortemente deformati, distorti ed allungati lungo il verso della velocità di taglio (da sinistra a destra in Figura 5.4). In questa regione è possibile osservare la presenza soprattutto di bande di scorrimento, ma anche di geminati.



Figura 5.4. Micrografie ad ingrandimenti 200x, 500x, 1000x della superficie del campione B-EC-2

In questa regione sono presenti grani ultra-fini di dimensioni molto ridotte rispetto a quelli presenti nel materiale di partenza. Nel processo LSEM, l'origine del significativo affinamento della grana in prossimità della superficie è da ricercare nella combinazione di un'alta pressione idrostatica con le grandi deformazioni tangenziali che portano ad un'elevata densità di difetti del reticolo cristallino, quali ad esempio le dislocazioni.

Il primo step del meccanismo di affinamento della grana nel processo SPD nel campione è il riordino e il raggruppamento delle dislocazioni, che inizialmente sono distribuite dappertutto nei grani, in celle dislocative per ridurre l'energia totale di deformazione. All'aumentare della deformazione si generano sempre più dislocazioni finché si sviluppa una disorientazione tra le celle con la formazione di sub-grani; questo processo si ripete all'interno dei sub-grani fintanto che hanno dimensione sufficientemente piccola da poter ruotare, a causa di ulteriore deformazione indotta, in bordi grano ad alto angolo.

La formazione di geminati è un meccanismo di deformazione differente dal fenomeno deformativo di scorrimento, come si può notare in Figura 5.5.

Nella deformazione per scorrimento, l'orientazione del cristallo al di sopra e al di sotto del piano di scorrimento è la stessa sia prima che dopo la deformazione. Nella geminazione, invece, si genera un geminato lungo una linea di simmetria soggetta a taglio, parti opposte rispetto al piano presentano orientazione diversa e una parte del reticolo atomico si deforma in modo tale da formare un'immagine speculare del reticolo indeformato ad esso adiacente.



**Figura 5.5.** Meccanismi di deformazione per scorrimento/slip (a) e per geminazione/twinning (b) di un monoscristallo sotto carico di trazione [34]

Nella geminazione i movimenti degli atomi sono di ampiezza molto minore di una distanza interatomica, mentre nello scorrimento i movimenti atomici sono multipli di distanze interatomiche.

Infine lo scorrimento è distribuito su un certo numero di piani atomici, invece la geminazione coinvolge tutti i piani della regione interessata [35].

L'importanza della deformazione per geminazione quindi non consiste nella deformazione plastica in sé, dato che è di entità ridotta, ma piuttosto nella variazione di orientamento di una zona del reticolo cristallino.

Con le microstrutture ottenute al microscopio ottico non è stato possibile misurare la dimensione della grana cristallina in prossimità al bordo dei campioni e si rimanda ad analisi al SEM o al TEM per una valutazione più approfondita.

In ogni caso è possibile affermare che la grande deformazione plastica dovuta a LSEM porta, nella zona superficiale del campione, alla suddivisione della grana grossolana del materiale pre-lavorazione in una grana di dimensione ultra-fine o addirittura in una struttura nanocristallina, come ad esempio riportato in [36], [37], [38].

Denominazione campione	Spessore zona UFG [µm]
B-OC-1	$22.56 \pm 3.97$
B-OC-2	$26.81 \pm 3.98$
B-OC-3	$21.47\pm2.28$
B-EC-1	$32.62 \pm 2.11$
B-EC-2	$31.73 \pm 2.37$
B-EC-3	$29.40\pm4.27$

Tabella 5.1. Spessore della zona UFG in funzione delle condizioni di lavoro

Al di sotto dello strato deformato, la struttura della grana cristallina torna ad essere nelle condizioni della microstruttura iniziale ricotta.

Dal confronto tra le micrografie di Figura 5.2 si può notare come l'estensione della regione UFG per la lavorazione in presenza del constraint sia maggiore e ciò suggerisce che la lavorazione LSEM induca una maggiore deformazione sulla barra rispetto al machining convenzionale, indipendentemente dall'angolo di spoglia superiore dell'inserto utilizzato. Come mostrato in Tabella 5.1, la regione UFG si estende al massimo all'interno dei primi 35 µm al di sotto della superficie lavorata per la lavorazione LSEM, mentre si trova entro i primi 30 µm di profondità per il taglio ortogonale.

L'angolo di spoglia superiore di 6° porta al maggiore valor medio dello spessore UFG nel taglio convenzionale; per la lavorazione LSEM si nota invece un lieve calo della dimensione media della zona UFG al crescere dell'angolo di spoglia superiore, dato che il valore medio massimo è di 32.62 µm, ottenuto per il campione B-EC-1.

E' ipotizzabile che non ci sia una notevole variazione nell'estensione dello spessore UFG con  $\alpha$  a causa dell'elevata velocità di taglio (120 m/min) impiegata nelle lavorazioni, che comporta un elevato sforzo di deformazione. Considerando infatti i valori di deviazione standard, per i campioni B-EC l'estensione dello spessore UFG è paragonabile e una conclusione similare vale per i campioni B-OC.

Similari microstrutture e valori di spessore UFG sono stati ricavati per la lega di magnesio AZ61 lavorata con LSEM a secco in [32], dove è stato anche trovato che, usando condizioni di raffreddamento criogenico, è possibile affinare ulteriormente la grana cristallina e accrescere l'estensione dello spessore UFG.

#### 5.2.2 Caratterizzazione meccanica della barra lavorata

La Figura 5.6 mostra la variazione di micro-durezza allontanandosi dalla superficie dei campioni di barra in funzione dei parametri di processo.

Per tutte e sei le condizioni si ha lo stesso andamento generale: il valore di micro-durezza è massimo in prossimità della superficie lavorata e cala all'aumentare della profondità fino ad arrivare, a distanze sufficientemente elevate, al valore di micro-durezza del materiale tal quale.

Indipendentemente dall'angolo di spoglia superiore, i campioni LSEM presentano un netto (~70%) indurimento superficiale, rispetto al materiale di partenza, come conseguenza del significativo affinamento della grana superficiale (legge di Hall-Petch). Già a 40  $\mu$ m, però, l'aumento di micro-durezza cala a 46% per il campione B-EC-1 e a ~ 40% per gli altri due campioni EC.



*Figura 5.6.* Variazione di micro-durezza dalla superficie verso il centro dei campioni di barra in funzione dei parametri di processo

Per i campioni OC si ottiene un aumento di micro-durezza di circa 50 % a 20  $\mu$ m di distanza dalla superficie rispetto al bulk (31.56 HV<sub>0.01/30</sub>).

Al diminuire di  $\alpha$  si ha un aumento della differenza in micro-durezza tra campione EC e campione OC. Infatti per  $\alpha = 15^{\circ}$  i valori di micro-durezza per le barre ottenute nelle due lavorazioni sono pressoché uguali, mentre per  $\alpha = 6^{\circ}$  si possono notare alcune differenze e per  $\alpha = 0^{\circ}$  si possono osservare micro-durezze più elevate per il campione EC rispetto a quello OC nella quasi totalità della zona considerata.

Complessivamente non si può affermare che ci sia un notevole effetto della presenza del constraint sulla micro-durezza rispetto al caso di taglio ortogonale oltre i 40  $\mu$ m, senza considerare il campione B-EC-1.

Questo risultato non è in disaccordo con i valori di spessore UFG più elevati per LSEM rispetto al taglio ortogonale trovati in 5.2.1 perché bisogna considerare che la regione UFG si estende per circa 30 µm e con la misura di micro-durezza non si è riusciti a valutare entro i primi 20 µm (distanza della prima impronta). Inoltre, la seconda indentazione è a 40 µm, quindi con la prova di micro-durezza è difficile valutare la presenza della zona UFG.

Dalla Figura 5.6 si può ricavare che per i campioni ottenuti con lavorazione di taglio ortogonale in presenza degli inserti con i due più piccoli angoli di spoglia superiore, il valore di micro-durezza della barra raggiunge il valore di bulk ad una profondità di 220-240  $\mu$ m, mentre considerando la lavorazione LSEM si ottiene il valore di bulk approssimativamente a 320  $\mu$ m. Per quanto riguarda l'effetto dell'angolo di spoglia superiore sul gradiente di micro-durezza, si può osservare che, per la lavorazione LSEM, con  $\alpha = 0^{\circ}$  si ottengono valori medi superiori, anche se di poco, rispetto ai casi con  $\alpha = 6^{\circ}$  e  $\alpha = 15^{\circ}$ , almeno fino a 80  $\mu$ m di profondità: questo risultato può confermare che, almeno a livello teorico, la presenza di un utensile "a coltello" porti a valori di deformazione (e quindi di durezza) più elevati sulla superficie della barra.

A supporto delle prove di micro-durezza, in prossimità della superficie della barra, per valutare meglio eventuali differenze teoricamente previste tra la lavorazione convenzionale e LSEM, sono state effettuate prove di nano-durezze nei primi 40  $\mu$ m di profondità (poiché, come osservato in §5.2.1 lo spessore della zona UFG risulta essere al massimo di 35  $\mu$ m) i cui risultati sono mostrati in Figura 5.7.



**Figura 5.7.** Variazione di nano-durezza a diverse distanze dalla superficie lavorata per i campioni di barra in funzione dei parametri di processo

In particolare, per  $\alpha = 0^{\circ}$  sono stati trovati valori di nano-durezza più elevati per LSEM rispetto alla lavorazione in assenza del constraint (tranne per le impronte a distanza 25 µm e 30 µm). Per il caso con angolo di spoglia superiore intermedio, la differenza tra nano-durezza di B-OC-2 e B-EC-2 è più marcata ed è presente fino a 40 µm di profondità.

Per l'angolo di spoglia superiore più grande si notano valori di nano-durezza EC in media più alti rispetto a OC: ciò è in accordo al valore di micro-durezza trovato per le prima indentazione.

Questo permette di concludere che, in linea generale, lo spessore delle zone sub-superficiali influenzate dalla deformazione è maggiore per EC rispetto a OC, andamento comparabile con le immagini ottenute al microscopio.

Il valore di nano-durezza più elevato è stato trovato per il campione B-EC-2 (1.88 GPa, più alto del 50% rispetto al valore di bulk) ed è possibile notare chiaramente un calo di nanodurezza a ~ 1.50 GPa (a 20-40  $\mu$ m). Per il campione B-OC-2 si nota un calo da ~ 1.70 GPa a ~1.35 GPa nei primi 40  $\mu$ m di distanza dalla superficie.

I due campioni ottenuti con  $\alpha = 0^{\circ}$  presentano un calo di nano-durezza dalla superficie a 40 µm del 20% contro il calo del solo 10% per i campioni B-OC-3 e B-EC-3.

Questo porta a concludere che la nano-durezza sulla superficie della barra cala più velocemente usando l'inserto con angolo di spoglia superiore intermedio e quindi l'effetto di  $\alpha$  è secondario sulle proprietà meccaniche della barra.

#### 5.3 Microstruttura e caratterizzazione meccanica trucioli LSEM

#### 5.3.1 Microstruttura dei trucioli LSEM

In Figura 5.8 si può osservare la microstruttura dei trucioli LSEM, notando la presenza di una grana fine sia in prossimità del bordo, sia al centro dei campioni.

I trucioli mostrano microstrutture equiassiche rappresentative della ricristallizzazione dinamica [13], assente nei campioni di barra lavorata (Figura 5.3). Ciò significa che in tutti e tre i casi la temperatura ha superato il valore di soglia di 230 °C ( $\sim 0.35 T_m$ ) necessario per l'inizio del fenomeno nelle leghe di magnesio [35],[39].



Figura 5.8. Micrografie dei tre trucioli LSEM al centro e al bordo

 Tabella 5.2. Dimensione media dei grani per i trucioli EC calcolata tramite il metodo di intersezione lineare

Denominazione campione	Dimensione grano [µm]
T-EC-1	$5.14 \pm 2.44$
T-EC-2	$4.34 \pm 1.94$
T-EC-3	$5.15\pm2.59$

La Tabella 5.2 riporta i valori della grandezza di grano per i trucioli e per la lamiera. Nella condizione EC-1, nonostante un aumento di  $\alpha$  e quindi di temperatura e deformazione, si nota una dimensione di grano lievemente maggiore rispetto a EC-2, che risulta essere il campione con la grana più affinata.

#### 5.3.2 Caratterizzazione meccanica dei trucioli

La Figura 5.9 mostra la variazione di micro-durezza lungo lo spessore a diverse distanze dalla superficie per la lamiera e per i trucioli ottenuti nelle tre condizioni LSEM studiate; tale variazione è stata anche valutata lungo la sezione dei trucioli e si riportano, a titolo di esempio, i risultati per T-EC-2 in Figura 5.10.



**Figura 5.9.** Variazione di micro-durezza lungo lo spessore dei trucioli ottenuti da lavorazione LSEM per i tre angoli di spoglia superiore considerati



Figura 5.10. Micro-durezza lungo lo spessore del campione T-EC-2
Da Figura 5.9 e Figura 5.10 si può notare che non emergono sostanziali variazioni tra i valori di micro-durezza nella sezione del truciolo: non si hanno particolari gradienti termici o di deformazione in seguito all'attrito nel truciolo dovuto all'azione dell'utensile e del constraint (cfr. dimensione grana trucioli in §5.3.1).

Si può quindi considerare un valore di micro-durezza medio e costante per ogni truciolo, riportato in Tabella 5.3,

Da Tabella 5.3 si nota che la micro-durezza del campione T-EC-2 presenta deviazione standard più bassa ( $\sigma = 0.67$  HV), mentre quelle dei campioni T-EC-1 e T-EC-3 sono leggermente più elevate, rispettivamente  $\sigma = 1.14$  HV e  $\sigma = 1.54$  HV. Ciò è consistente con il fatto che il campione T-EC-2 è il truciolo migliore e con meno difetti.

Denominazione campione	Micro-durezza [HV <sub>0.01/30</sub> ]
T-EC-1	$31.24\pm1.14$
T-EC-2	$30.50\pm0.67$
T-EC-3	$31.81\pm2.59$

Tabella 5.3. Valori di micro-durezza per i trucioli ottenuti nelle tre condizioni LSEM

La Tabella 5.3 mostra che ad un aumento dell'angolo di spoglia superiore non sembra corrispondere un particolare andamento della micro-durezza nei trucioli. In termini di valori medi, il passaggio da  $\alpha = 0^{\circ}$  a  $\alpha = 6^{\circ}$  porta ad un calo di micro-durezza (da 31.24 HV a 30.50 HV) come atteso teoricamente, a cui segue però un inaspettato, seppur lieve, aumento a 31.81 HV per il truciolo ottenuto con inserto con  $\alpha = 15^{\circ}$ . Dal punto di vista teorico, però, il truciolo T-EC-1 dovrebbe essere quello più deformato, essendo stato ottenuto con l'angolo di spoglia inferiore [17], e di conseguenza quello con maggiore valore di micro-durezza. In ogni caso la micro-durezza dei trucioli EC non è inferiore rispetto a quella del materiale

bulk (31.56 HV<sub>0.01/30</sub>).

Il calo di micro-durezza del truciolo rispetto alla superficie della barra è compatibile con la diversa microstruttura presente nei due campioni: nei trucioli si ha una microstruttura ricristallizzata e quindi un annichilimento delle dislocazioni a causa della nucleazione di nuovi grani [40]; invece sulla superficie della barra è presente una regione UFG con grani fortemente deformati e distorti e, probabilmente, di dimensioni sub-micrometriche non essendo visibili al microscopio ottico.

### 5.4 Comportamento a corrosione della barra lavorata

La Figura 5.11 mostra le curve di polarizzazione potenziodinamica per i campioni considerati. La Tabella 5.4 riporta i dati di corrosione elettrochimica ricavati dalle curve di polarizzazione potenziodinamica.



Figura 5.11. Curve di polarizzazione potenziodinamica dei campioni di barra in funzione dei parametri di processo

Denominazione campione	Ecorr [V/SCE]	I <sub>corr</sub> [µA/cm <sup>2</sup> ]
B-OC-1	-1.74	130
B-OC-2	-1.70	100
B-OC-3	-1.69	130
B-EC-1	-1.90	55
B-EC-2	-1.80	40
B-EC-3	-1.88	30
Annealed	-1.75	50

**Tabella 5.4.** Dati di corrosione elettrochimica (potenziale di corrosione e densità di corrente di corrosione)dei campioni di barra lavorata in funzione dei parametri di processo

In generale, la lavorazione OC sembra peggiorare la resistenza a corrosione della barra rispetto al materiale ricotto, mentre la lavorazione LSEM porta ad un leggero miglioramento della resistenza a corrosione rispetto al materiale ricotto.

I potenziali di corrosione  $E_{corr}$  dei campioni ottenuti con taglio ortogonale convenzionale sono sempre maggiori rispetto a quelli dei campioni ottenuti con LSEM, indipendentemente dall'angolo di spoglia superiore, anche se non si discostano significativamente e sono comunque molto simili al potenziale di corrosione del materiale ricotto pre-lavorazione. Teoricamente ciò indicherebbe la ridotta tendenza ad essere attaccati dai fluidi corrosivi dei campioni OC, cioè il loro comportamento più nobile.

Un dato significativo per la resistenza a corrosione è la densità di corrente di corrosione, direttamente proporzionale alla velocità di corrosione: un aumento di *I*<sub>corr</sub> corrisponde ad un aumento della massa persa dal potenziale impianto durante il suo utilizzo all'interno del corpo umano.

Analizzando in dettaglio i dati in Tabella 5.4 si trova un significativo aumento di resistenza a corrosione per le barre lavorate con LSEM rispetto alle barre lavorate con taglio ortogonale dato che la densità di corrente di corrosione cala di un ordine di grandezza.

La spiegazione di questo risultato è da ricercare nella maggiore deformazione ottenuta sulla superficie della barra lavorata in presenza del constraint rispetto ai campioni ottenuti con taglio ortogonale. Un aumento della deformazione porta quindi ad un miglioramento del comportamento a corrosione, cioè ad un aumento della resistenza a corrosione. Infatti dalle misure di nano-durezza presentate in §5.2.2 si è trovato che, in linea di massima, il primo layer almeno fino a 20 µm di profondità dalla superficie lavorata, è più duro per il materiale LSEM rispetto al materiale OC, perlomeno nelle condizioni  $\alpha = 0^\circ$  e  $\alpha = 6^\circ$ .

Altra considerazione è che dopo la lavorazione LSEM, sulla superficie della barra è presente uno spessore UFG maggiore, e probabilmente la dimensione dei grani è minore, rispetto a ciò che accade sulla barra lavorata con OC, come trovato in §5.2.1. La presenza di una struttura dei grani sub-micrometrica, o addirittura nanometrica, sulla superficie lavorata LSEM potrebbe aumentare la resistenza a corrosione rispetto alla barra ottenuta con OC, dato che in precedenti studi è stato trovato che grani più piccoli possono migliorare le proprietà di corrosione delle leghe di magnesio [41], [42], [43]. Il miglioramento del comportamento a corrosione può essere attribuito all'affinamento della grana, poiché i bordi grano agiscono come una barriera fisica alla corrosione [44].

Alcuni studi hanno dimostrato che il magnesio con grana fine presenta maggiore resistenza a corrosione a causa della formazione di un migliore strato passivo [41], [45]. Poiché il magnesio ha un rapporto di Pilling-Bedworth < 1, solitamente lo strato di ossido è troppo sottile e non fornisce un effetto protettivo rompendosi facilmente. L'aumento della densità dei bordi grano dovuto all'affinamento della grana compensa il mismatch geometrico strato di ossido-substrato metallico riducendo gli sforzi compressivi che altrimenti criccherebbero l'ossido; di conseguenza si ha un miglioramento del film di ossido e questa potrebbe essere una delle ragioni per l'aumento della resistenza a corrosione osservata nel magnesio al diminuire della dimensione dei grani. In aggiunta, recentemente [46], [47] si è osservata la formazione di nanocristalli di ossido di magnesio tra lo strato di ossido e il substrato metallico a grana fine probabilmente grazie alla diffusione di atomi di ossigeno dalla superficie nei bordi grano della matrice. Si è ipotizzato che la formazione di questo layer riduca il gradiente tensionale di trazione lungo l'interfaccia e quindi limiti la suscettibilità alla criccatura dell'ossido di magnesio.

La relazione tra grana nanocristallina e comportamento a corrosione è stata studiata anche in [48] analizzando la funzione lavoro degli elettroni (*Electron Work Function* EWF) in superficie. Si è dimostrato che la struttura nanocristallina è benefica per la resistenza a corrosione del materiale grazie alla rapida formazione di un film passivo protettivo più resistente rispetto a quello formatosi su superfici di materiali con dimensione grana convenzionale. Inoltre la superficie nanocristallina presenta una EWF superiore rispetto a substrati con grana di dimensione maggiore e ciò indica che il film passivo rende la superficie con ridotta dimensione grana più stabile elettrochimicamente portando ad un calo del suo valore di densità di corrente di corrosione. L'angolo di spoglia superiore è meno influente rispetto alla presenza del constraint, infatti le  $I_{corr}$  dei campioni B-EC sono inferiori rispetto ai campioni B-OC: l'effetto dell'angolo di spoglia superiore è quindi secondario anche perché, considerando singolarmente la lavorazione OC ed EC, non si ha una elevata variazione delle  $I_{corr}$  con  $\alpha$ .

### T-EC-1 — T-EC-2 — T-EC-3 Annealed 0 -0.5 Potenziale [V/SCE] -1 -1.5 -2 -2.5 1.E-09 1.E-08 1.E-07 1.E-06 1.E-05 1.E-04 1.E-03 1.E-02 1.E-01 1.E+00 Densità di corrente [A/cm<sup>2</sup>]

#### 5.5 Comportamento a corrosione dei trucioli LSEM

*Figura 5.12*. *Curve di polarizzazione potenziodinamica dei tre trucioli LSEM. E' riportata anche la curva di polarizzazione per il materiale ricotto (in grigio)* 

Denominazione campione	Ecorr [V/SCE]	Icorr [µA/cm <sup>2</sup> ]
T-EC-1	-1.81	50
T-EC-2	-1.75	60
T-EC-3	-1.82	100
Annealed	-1.75	50

**Tabella 5.5.** Dati di corrosione elettrochimica (potenziale di corrosione e densità di corrente di corrosione) dei tre trucioli LSEM

La Figura 5.12 mostra le curve di polarizzazione potenziodinamica del materiale AZ31 ricotto (*Annealed*) e dei campioni di truciolo ottenuti con le tre condizioni LSEM studiate,

mentre la Tabella 5.5 riporta i dati di corrosione elettrochimica ricavati dalle curve di polarizzazione potenziodinamica.

Vale la pena notare che bisogna ritenere completamente affidabili solo i risultati di corrosione per i trucioli LSEM con la migliore qualità superficiale, poiché la presenza di cricche, o in generale di difetti superficiali, aumenta drasticamente la superficie esposta all'ambiente aggressivo, alterando di conseguenza le curve di corrosione. E' probabile quindi che la presenza delle bande di scorrimento sul campione T-EC-3 abbia influito sul risultato della prova (si veda l'alto valore di *I*<sub>corr</sub> in Tabella 5.5).

Ciò detto, per la lavorazione LSEM, l'angolo di spoglia superiore sembra essere poco influente sul comportamento a corrosione del truciolo poiché, se  $\alpha$  passa da 0° a 6°, il valore di  $I_{corr}$  aumenta solo leggermente (da 50  $\mu$ A/cm<sup>2</sup> a 60  $\mu$ A/cm<sup>2</sup>).

Dalle micrografie (§5.3.1) si è potuta osservare una microstruttura ricristallizzata per tutti i trucioli; poiché la dimensione di grano dei trucioli è dello stesso ordine di grandezza (2.4-7.8  $\mu$ m), è attesa una resistenza a corrosione pressoché uguale. Infatti tra un truciolo e l'altro si osservano solo lievi differenze nei dati di corrosione elettrochimica e si può affermare che le condizioni di processo LSEM studiate non portino a differenze nel comportamento a corrosione dei trucioli, analogamente a quanto visto per i campioni di barra EC. Ciò avvalora, da un lato, l'ipotesi che, durante la lavorazione LSEM, quello che accade al truciolo equivalga a quello che accade alla barra e, dall'altro lato, la tesi che  $\alpha$  abbia una grande influenza sui risultati solo a livello teorico, mentre nella pratica non porti ad eccessivi cambiamenti.

I valori di  $E_{corr}$  dei tre trucioli non si discostano significativamente tra loro e, come per  $I_{corr}$ , sono molto simili al potenziale di corrosione del materiale ricotto pre-lavorazione: la resistenza a corrosione dei trucioli LSEM non viene alterata rispetto alla barra di partenza.

Confrontando la prestazione a corrosione dei trucioli con quella della barra EC corrispondente si nota che la barra ha una lieve migliore resistenza a corrosione. La spiegazione di questo risultato sta nel fatto che in teoria sulla superficie della barra lavorata è stata indotta la formazione di una grana sub-micrometrica, o addirittura nanometrica, quindi si ha un miglioramento della resistenza a corrosione. In [45] si dichiara che un affinamento strutturale può accelerare la formazione del doppio strato superficiale ossido di magnesio e idrossido di magnesio (MgO + Mg(OH)<sub>2</sub>) e che, inoltre, può attenuare l'effetto negativo delle impurità.

# **Capitolo 6**

## **Confronto truciolo LSEMed e lamiera**

### 6.1 Microstruttura truciolo T-EC-2 e lamiera

In Figura 6.1 si può osservare la microstruttura rispettivamente del truciolo T-EC-2 e della lamiera e si può notare la presenza di una grana fine sia in prossimità del bordo, sia al centro di entrambi i campioni.



Figura 6.1. Micrografie del truciolo T-EC-2 e della lamiera al centro e al bordo

La Tabella 6.1 riporta i valori della grandezza media dei grani per il truciolo T-EC-2 e per la lamiera. Nella lamiera la dimensione della grana è abbastanza disomogenea presentando una deviazione standard ( $\sigma = 6.63 \mu m$ ) che è più del doppio rispetto a quella del truciolo.

**Tabella 6.1.** Dimensione media dei grani per il truciolo T-EC-2 e per la lamiera, calcolata tramite il metodo di intersezione lineare

Denominazione campione	Dimensione grano [µm]
T-EC-2	$4.34 \pm 1.94$
SHEET	$9.99 \pm 6.63$

In generale, considerando i valori di dimensione di grano dei trucioli EC (§5.3.1) si nota lo stesso ordine di grandezza per i tre trucioli di poco inferiore rispetto al valore della lamiera, come si nota anche da Figura 6.2: il processo LSEM permette quindi di ottenere lamierini con grana più affinata e più omogenea rispetto al processo di laminazione.



**Figura 6.2.** Grafico della funzione di probabilità cumulata della probabilità di formazione di grani di una certa dimensione. In verde chiaro è mostrata la curva media per i trucioli nelle tre condizioni considerate

### 6.2 Caratteristiche meccaniche truciolo T-EC-2 e lamiera

La Figura 6.3 mostra la variazione di micro-durezza lungo lo spessore a diverse distanze dalla superficie per la lamiera e per il truciolo T-EC-2.



*Figura 6.3.* Confronto tra variazione di micro-durezza lungo lo spessore del truciolo T-EC-2 e della lamiera di AZ31

Considerando i valori riportati in Tabella 6.2, si nota che la micro-durezza del truciolo T-EC-2 risulta più elevata di quella della lamiera, dato che quest'ultima ha una dimensione della grana cristallina leggermente maggiore. Sembra quindi che il truciolo T-EC-2 abbia migliori proprietà meccaniche rispetto alla lamiera e ciò verrà confermato dai risultati delle prove di trazione.

In generale, considerando i valori medi di micro-durezza dei trucioli EC ottenuti (Tabella 5.3), si può affermare che  $HV_{SHEET} \sim 90\% HV_{TRUCIOLI}$  indipendentemente dall'angolo di spoglia superiore usato.

Questi risultati sono in accordo con la legge di Hall-Petch: la micro-durezza dipende dalla microstruttura in maniera diretta.

Tabella 6.2. Valori di micro-durezza per il truciolo T-EC-2 e per la lamiera

Denominazione campione	Micro-durezza [HV0.01/30]
T-EC-2	$30.50\pm0.67$
SHEET	$28.63 \pm 1.54$

Dalla Figura 6.4 si può notare una buona ripetibilità della prova di trazione effettuata sul campione T-EC-2 dato che le tre curve del truciolo presentano un andamento analogo. Confrontando truciolo e lamiera, il primo presenta curve reali di trazione che raggiungono sforzi maggiori e deformazioni maggiori, come si può meglio osservare in Tabella 6.3.



*Figura 6.4.* Curve  $\sigma_{reale} - \varepsilon_{reale}$  ottenute da prove di trazione su T-EC-2 e SHEET a temperatura ambiente

La caratterizzazione meccanica tramite prove di trazione permette di affermare che il truciolo continuo ottenuto tramite LSEM ha proprietà migliori rispetto alla lamiera.

In particolare, confrontando i risultati delle prove di trazione sul truciolo e sulla lamiera in termini di valori medi, si riscontra un aumento del 24% dello sforzo massimo ammissibile e addirittura una duttilità (deformazione a rottura) del 50% superiore nel truciolo rispetto alla lamiera, come indicato in Tabella 6.4.

La caratterizzazione meccanica tramite prove di trazione permette quindi di affermare che il truciolo continuo ottenuto tramite LSEM ha proprietà migliori rispetto alla lamiera.

**Tabella 6.3.** Proprietà meccaniche dei campioni ricavate dalle curve di trazione reale di Figura 6.4. Si riporta il valore medio con la rispettiva deviazione standard per il truciolo T-EC-2

	$\sigma_{MAX,reale}$ [MPa]	E <sub>MAX.reale</sub> [-]
SHEET	313	0.18
T-EC-2-A	383	0.27
T-EC-2-B	419	0.32
T-EC-2-C	363	0.25
T-EC-2	$388\pm28$	$0.28\pm0.04$

	$\sigma_{MAX,reale}$	E <sub>MAX.reale</sub>	
ER T-A/SHEET [%]	22.36	50	
ER T-B/SHEET [%]	33.87	77.77	
ER T-C/SHEET [%]	15.97	38.89	
ER T/SHEET [%]	23.96	55.56	

**Tabella 6.4.** Errori relativi tra i campioni di truciolo e il campione di lamiera per le proprietà  $\sigma_{MAX,reale}$  e  $\varepsilon_{MAX,reale}$ . Per facilità di lettura, la nomenclatura dei campioni di truciolo è stata privata di "EC-2"

Una duttilità maggiore è confermata anche dalle frattografie mostrate in Figura 6.5: nelle immagini al SEM delle superficie di frattura dei trucioli si può osservare la presenza di una maggiore quantità di dimples rispetto a quanto trovato per la lamiera.



*Figura 6.5. Frattografie al SEM dopo prova di trazione per la lamiera (sopra) e per il truciolo (sotto). Gli ingrandimenti delle foto delle superfici di frattura sono 1000x, 2000x, 5000x* 





Figura 6.6. Curve di polarizzazione potenziodinamica dei campioni T-EC-2, SHEET e del materiale ricotto

La Figura 6.6 mostra le curve di polarizzazione potenziodinamica del materiale AZ31 ricotto (*Annealed*), della lamiera (SHEET) e del campione T-EC-2, mentre la Tabella 6.5 riporta i dati di corrosione elettrochimica ricavati dalle suddette curve.

Il comportamento a corrosione del materiale ricotto e della lamiera è analogo e ciò era prevedibile dalla dimensione della grana dato che entrambi si trovano allo stato ricotto. Il valore di  $E_{corr}$  del truciolo non si discosta significativamente da quello della lamiera di AZ31 e risulta uguale al potenziale di corrosione del materiale ricotto pre-lavorazione.

**Tabella 6.5.** Dati di corrosione elettrochimica (potenziale di corrosione e densità di corrente di corrosione)

 dei campioni T-EC-2, SHEET e del materiale ricotto

Denominazione campione	Ecorr [V/SCE]	I <sub>corr</sub> [µA/cm <sup>2</sup> ]
T-EC-2	-1.75	60
Annealed	-1.75	50
SHEET	-1.80	70

In linea teorica si dovrebbe trovare una peggiore resistenza a corrosione dei trucioli rispetto alla lamiera, dato che dalle micrografie si è potuto osservare che nel truciolo si ha una microstruttura ricristallizzata e che la lamiera ha una grana leggermente più grossolana (4-16 µm rispetto a 2.4-6.3 µm).

Nella pratica però, il campione T-EC-2 sembra avere un comportamento a corrosione di poco migliore rispetto alla lamiera, poiché ha una densità di corrente di corrosione minore. Questo modesto miglioramento può essere attribuito alla minima differenza di dimensione dei grani tra i due campioni. Inoltre è necessario considerare l'effetto contemporaneo di eventuali altri fattori: diversa texture della lamiera rispetto ai trucioli, presenza di difetti superficiali e di stress residui indotti dalla lavorazione, impurezze secondarie. Sarebbe quindi errato considerare solo l'effetto delle dimensioni della grana sulla resistenza a corrosione.

#### 6.4 Analisi XRD

Per i campioni T-EC-2 (il truciolo ottimizzato) e SHEET oltre ad una caratterizzazione meccanica è stata svolta anche una caratterizzazione dell'orientazione cristallografica per valutarne, almeno qualitativamente, la differente texture.

La prova XRD è indipendente dallo spessore del provino quindi è lecito effettuare un confronto tra truciolo e lamiera nonostante gli spessori siano differenti.

In Figura 6.7 sono riportati i pattern XRD dei due campioni ottenuti considerando la direzione longitudinale (RD, CD) e trasversale (TD).

Il picco più pronunciato a  $2\theta = 34.5^{\circ}$  è caratteristico dei piani basali (0001) ed è quello di principale interesse per il confronto tra i due campioni.

Gli altri picchi a  $2\theta = 33.5^{\circ}$  e  $2\theta = 36.5^{\circ}$  sono caratteristici rispettivamente dei piani prismatici (1010), e dei piani (1011) [49].

Per valutare la texture cristallografica per entrambi i campioni si è calcolato il rapporto tra il primo picco di TD rispetto al primo picco di CD. Un risultato più preciso si può ottenere calcolando il precedente rapporto dopo aver normalizzato i picchi principali sui rispettivi picchi secondari mediante

$$TD/CD normalizzato = \left(\frac{P1 - TD}{P2 - TD}\right) / \left(\frac{P1 - CD}{P2 - CD}\right)$$
(6.1)

dove (P1 - TD) è il primo picco di TD, (P2 - TD) è il secondo picco di TD, (P1 - CD) è il primo picco di CD (o RD), (P2 - CD) è il secondo picco di CD (o RD).



**Figura 6.7.** Spettri XRD per i campioni SHEET e T-EC-2 rispettivamente nelle direzioni RD,TD e CD,TD (sinistra) e rappresentazione grafica dei piani basali nei due campioni (destra)

Il valore del rapporto TD/CD normalizzato riportato in Tabella 6.6 è un'indicazione dell'orientazione dei piani basali.

Per il campione SHEET tale rapporto  $e \sim 1$ , quindi non si ha una differente orientazione dei piani basali nelle due direzioni, infatti da Figura 6.7 si può notare una sovrapposizione tra i picchi principali nelle due direzioni TD e RD: ciò indica che i piani basali nella lamiera sono pressoché paralleli rispetto al piano di laminazione.

Per il campione T-EC-2, invece, il valore  $\sim 0.5$  del rapporto normalizzato è un'indicazione dell'orientazione preferenziale dei piani basali in direzione CD, cioè in direzione longitudinale del truciolo, lungo cui, di conseguenza, sarà più deformabile.

Tabella 6.6. Valori dei rapporti TD/CD e TD/CD normalizzato per i campioni SHEET e T-EC-2

	SHEET	<b>T-EC-2</b>	
TD/CD	0.95	0.46	
TD/CD normalizzato	1.08	0.51	

Questi risultati confermano la formazione di una texture basale inclinata indotta dal processo LSEM nei trucioli che potrà poi essere sfruttata in fase di successiva piegatura a temperatura ambiente del lamierino. Il processo LSEM permette quindi di ottenere lamiere con una formabilità a temperatura ambiente migliorata rispetto alle lamiere ottenute da laminazione. Dall'analisi XRD effettuata non si riesce a capire l'angolo di inclinazione dei piani basali, ma è possibile solo affermare che essi hanno un'orientazione preferenziale. Per sapere l'esatta inclinazione dei piani basali si rimanda ad un'analisi più quantitativa della texture cristallografica mediante figure di polo.

Analizzando il processo di laminazione, esso comporta un allineamento dei piani basali tra loro e in maniera parallela alla superficie della lamiera, Figura 6.8(a) [11].

Lo stress di compressione imposto durante il processo di laminazione lungo l'asse «c» impedisce lo slip dei piani piramidali (che comunque a  $T_{amb}$  non avviene dato l'alto CRSS, cfr. §1.2), e in generale non possono avvenire scorrimenti in direzione ND.

Quindi a temperatura ambiente è possibile avere solo scorrimento basale e/o prismatico nel piano RD-TD della lamiera laminata. Ciò implica che sia difficile deformare a temperatura ambiente una lamiera a scapito del suo spessore, mentre è più facile avere una deformazione nel piano stesso della lamiera, come ben rappresentato in Figura 6.8(b).

Come visto in §1.2.1 la formazione del truciolo nel processo LSEM avviene mediante un meccanismo di scorrimento continuo sul piano di scorrimento e si impone una deformazione tangenziale al materiale a causa della presenza contemporanea di utensile e constraint.



**Figura 6.8** Formazione della texture di una lega di magnesio laminata (a); effetti della formazione della texture relativamente alla deformazione post-laminazione (b) [11]



*Figura 6.9* Orientazione dei piani basali B-fiber  $\theta_b$  al variare di  $\lambda$  [12]

L'angolo di inclinazione dei piani basali  $\theta_b$  presenti nel truciolo dipende, oltre che dal rapporto di ricalcamento  $\lambda$ , come mostrato in Figura 6.9, anche dall'angolo di spoglia superiore  $\alpha$  e dall'angolo di inclinazione  $\varphi$  del piano di scorrimento OA.

In [12] è stata dimostrata, con un'analisi approfondita della texture cristallografica mediante figure di polo, l'orientazione inclinata dei piani basali nei trucioli ottenuti con LSEM e si è trovato che essi si orientano praticamente parallelamente al piano di scorrimento e quindi l'asse <c> dell'esagono risulta inclinata rispetto alla direzione dello spessore del truciolo.

In questo modo anche un semplice scorrimento basale, proprio grazie all'inclinazione dei piani basali, è favorevole per la deformazione del truciolo lungo il proprio spessore. In aggiunta bisogna considerare che in tal caso non è presente una forte componente di tensione di compressione che impedirebbe lo scorrimento dei piani in direzione ND, a differenza di quanto accade nella laminazione.

Riassumendo, con una texture basale non inclinata (laminazione), la deformazione nel piano RD-TD è molto maggiore rispetto alla deformazione lungo ND ed è difficile formare il componente lamiera a temperatura ambiente, cioè senza riscaldarlo; d'altra parte, con una texture basale orientata (truciolo), lo scorrimento dei piani basali (e parzialmente dei piani prismatici) è favorevole per una deformazione in direzione perpendicolare al piano CD-TD che è dello stesso ordine di grandezza della deformazione nel piano.

A temperatura ambiente, oltre agli scorrimenti basale e prismatico, bisognerebbe considerare anche un ulteriore meccanismo favorevole per la deformazione dei lamierini, il twinning, che però è di un'entità inferiore rispetto agli scorrimenti basale e prismatico: quindi il twinning è marginale rispetto all'effetto preponderante dei piani basali e, in prima approssimazione, può non essere considerato.



Figura 6.10 Relazione tra orientazione dei cristalli e formabilità a temperatura ambiente [10]

In ogni caso dalle micrografie dei trucioli (§5.3.1) non si nota la presenza di geminati, probabilmente data la microstruttura completamente ricristallizzata.

La principale conclusione che scaturisce da tutte queste considerazioni è il vantaggio di ottenere lamiere con formabilità migliorata a temperatura ambiente grazie al processo LSEM rispetto ad una tradizionale laminazione: ciò viene sfruttato in fase di successiva piegatura a temperatura ambiente del componente.

Il miglioramento di duttilità a temperatura ambiente dovuto ad una texture basale inclinata è ampiamente descritto in letteratura, anche per processi su componenti massivi. In [50] è stato dimostrato che è possibile aumentare la duttilità di una billetta di AZ31 fino al 50% senza affinarne la grana, ma solo modificandone la distribuzione dei piani basali mediante processo ECAE (*Equal Channel Angular Extrusion*); è però necessario considerare l'anisotropia della risposta plastica del materiale e quindi alcune direzioni in realtà presentano duttilità significativamente inferiori rispetto al materiale convenzionale [51]. Per quanto riguarda la produzione di lamiere, mediante DSR (*Differential Speed Rooling*) è possibile ottenere un'inclinazione dei piani basali grazie alle diverse velocità di rotazione dei due rulli [52].

### 6.5 Applicazioni dei trucioli LSEM

Dai precedenti paragrafi si è trovato che, nelle condizioni di processo EC ottimizzate, i trucioli, oltre ad una migliorata formabilità a temperatura ambiente rispetto alla lamiera, presentano migliori proprietà meccaniche (micro-durezza, resistenza a trazione e

allungamento a rottura): questi lamierini possono quindi essere considerati semilavorati da cui realizzare particolari dispositivi biomedicali.

I lamierini di magnesio AZ31 possono essere usati per produrre, ad esempio, varie tipologie di clip che, in base alla particolare applicazione e quindi alla funzione alla quale devono adempiere, presentano differenti forme.

I requisiti generali di questi dispositivi sono: spessore piccolo (e in generale piccole dimensioni), biocompatibilità, durabilità (buona resistenza a corrosione), tutte caratteristiche soddisfatte dal truciolo EC in lega di magnesio AZ31.

In Figura 6.11 è riportata una clip con funzione chirurgica endoscopica che permette di mantenere il flusso di sangue dopo la rottura del vaso sanguigno.



*Figura 6.11. Clip emostatica laparoscopica e applicatore della clip. Forma della clip e dell'applicatore; procedura per chiudere un vaso sanguigno senza ostruirlo completamente [3]* 

Attualmente questa clip è prodotta con titanio bioassorbibile, ma l'uso del magnesio potrebbe essere vantaggioso per ovviare al problema di incompatibilità in caso di risonanza magnetica post-operazione che attualmente sussiste.

Questo dispositivo deve tenere chiusa una vena o un'arteria danneggiata ed è probabile che le pressioni del vaso sanguigno non siano particolarmente elevate osservando le sezioni degli stent riportati in Figura 6.12.



Figura 6.12. Stent biomedicali in lega di magnesio [53],[54]

Queste clip quindi non sono sottoposte a sollecitazioni meccaniche particolarmente elevate e possono essere ottenute a partire dai lamierini EC in AZ31.

Altre potenziali applicazioni per i lamierini LSEM sono le due clip riportate in Figura 6.13.



Figura 6.13. DS-Clip in titanio puro [55] e Lapro-Clip in materiale polimerico [56]

Si può concludere che il truciolo LSEM in lega di magnesio AZ31 è migliore della lamiera per specifiche applicazioni in ambito biomedicale, soprattutto dove è necessario usare dispositivi dalle ridotte dimensioni e che possano essere formati a temperatura ambiente con facilità.

## **Capitolo 7**

### Risultati dell'analisi numerica

Sono stati considerati tre metodi per la validazione delle simulazioni:

- 1) Effective strain lungo lo shear plane del truciolo
- 2) Spessore UFG della barra
- 3) Temperatura del truciolo

I risultati delle simulazioni del processo di taglio ortogonale convenzionale fanno riferimento ad un modello in cui non è stato considerato nessun criterio di danneggiamento, motivo per cui si forma un truciolo continuo anche senza la presenza del constraint.

### 7.1 Effective strain lungo lo shear plane

In Tabella 7.1 si riportano i valori medi di deformazione (effective strain o deformazione equivalente di Von Mises) lungo il piano di scorrimento del truciolo ricavati dalle simulazioni e confrontati con quelli teorici previsti dalla formula di De Chiffre, equazione (2.14), che si ricorda essere equivalente per EC ed OC. La formula teorica di De Chiffre non tiene conto di tutta la situazione effettiva della lavorazione LSEM, ad esempio non considera l'effetto dell'attrito all'interfaccia truciolo-utensile e del raggio di curvatura del constraint e restituisce solo un valore medio di deformazione sul truciolo.

Lo scostamento relativo tra valori teorici e valori ottenuti dalle simulazioni, calcolato come

$$ER = \frac{\left(\bar{\varepsilon}_{De\ Chiffre} - \bar{\varepsilon}_{FEM}\right)}{\bar{\varepsilon}_{De\ Chiffre}}$$
(7.1)

risulta essere contenuto, entro il 9% per tutti e sei i casi. Ciò indica che il modello numerico usato può essere considerato una buona approssimazione per la deformazione presente nel truciolo. Si nota che, anche se di poco,  $\bar{\varepsilon}_{FEM}$  sovrastima  $\bar{\varepsilon}_{De Chiffre}$  per la lavorazione EC, mentre ne è una sottostima per la lavorazione OC.

	$\overline{\varepsilon}_{De\ Chiffre}$ [-]	ε <sub>FEM</sub> [-]	ER [%]
T-EC-1	1.17	1.24	5.98
T-EC-2	1.05	1.08	2.86
T-EC-3	0.90	0.95	5.55
T-OC-1	1.17	1.07	-8.54
T-OC-2	1.05	0.96	-8.57
T-OC-3	0.90	0.87	-3.33

**Tabella 7.1**. Confronto tra i valori di effective strain teorici con formula di De Chiffre, equazione (2.14) e quelli previsti dalle simulazioni lungo il piano di scorrimento del truciolo per le sei condizioni di processo

E' da sottolineare che l'andamento della deformazione nella zona primaria con l'angolo di spoglia superiore previsto da De Chiffre e atteso teoricamente (§2.1.3) si ritrova anche nei risultati numerici: all'aumentare di  $\alpha$ , la deformazione media lungo il piano di scorrimento cala sia per OC, sia per EC.

Considerando singolarmente i tre angoli di spoglia superiore si può osservare che  $\bar{\varepsilon}_{FEM}$  delle simulazioni EC è superiore a quella di OC. Ciò fa capire che, nella realtà, LSEM ha il vantaggio di produrre deformazioni più elevate rispetto ai tipici valori del taglio ortogonale convenzionale.



**Figura 7.1.** Effective strain sul truciolo T-EC-1 simulato. Sono evidenziati il piano di scorrimento (zona di deformazione primaria) a partire dalla punta dell'utensile e la zona di deformazione secondaria

In Figura 7.1 è mostrata la distribuzione di deformazione nel truciolo T-EC-1 ed in particolare sono evidenziate due zone di deformazione.

La regione di deformazione primaria (piano di scorrimento) è, almeno a livello teorico, una regione sottile dove viene imposta la maggior parte della deformazione associata alla formazione del truciolo.

Una regione di deformazione secondaria si estende per piccole distanze all'interno del truciolo lungo l'interfaccia truciolo-utensile. Questa è di solito osservata nella lavorazione per asportazione di truciolo ed è una conseguenza della deformazione aggiuntiva nata dall'attrito all'interfaccia truciolo-utensile (cfr. Figura 7.5 in §7.3).

L'aumento significativo di deformazione osservato all'interfaccia truciolo-utensile è maggiore per le simulazioni EC e, come si nota ad esempio in Figura 7.1, questo si estende per circa un quarto dello spessore del truciolo dall'interfaccia con l'utensile di taglio. Un risultato analogo è stato trovato in [57] per rame puro.

Considerando la distribuzione di effective strain lungo il piano di scorrimento in Figura 7.2 si nota che, superato l'alto valore nella zona di deformazione secondaria, esso si stabilizza ad un valore più o meno costante, soprattutto per T-EC-1 e T-EC-2. Per le simulazioni LSEM, l'effective strain sul piano di scorrimento del truciolo segue quindi l'andamento teorico previsto con l'angolo di spoglia superiore: se  $\alpha$  aumenta,  $\bar{\varepsilon}_{\text{FEM}}$  cala.

Per le simulazioni del processo di taglio ortogonale convenzionale, invece, l'andamento della distribuzione dell'effective strain lungo il piano di scorrimento del truciolo segue un andamento particolare (in Figura 7.2): in prossimità dell'interfaccia truciolo-utensile la deformazione cala partendo da un livello più basso rispetto al caso con constraint, varia con un andamento oscillante attorno al valore medio allontanandosi da tale interfaccia e infine cresce leggermente nell'ultima parte del piano di scorrimento distante dalla punta dell'utensile.



**Figura 7.2.** Distribuzione di effective strain lungo il piano di scorrimento del truciolo dalla punta dell'utensile al constraint per le simulazioni OC (sopra) e EC (sotto). Per ogni simulazione è riportato anche il valore di effective strain medio

### 7.2 Spessore UFG

Un secondo metodo di validazione delle simulazioni è stato il confronto dello spessore UFG ricavato dalle micrografie (Tabella 5.1) con quello previsto numericamente.

Si definisce lo spessore UFG come la regione del workpiece sottoposta a deformazioni  $\varepsilon \ge 0.2$ , ipotesi presente anche in [17]. E' da sottolineare che tale valore è ~ 20% della deformazione al piano di scorrimento, dove dalle simulazioni si è trovato in media  $\varepsilon \sim 1$ .

Per la quantificazione dello spessore UFG si è seguita una procedura simile a quanto fatto nelle micrografie: ogni 25  $\mu$ m dalla punta dell'utensile è stato misurato lo spessore UFG ed è stato calcolato il valore medio di quattro misure.

I valori di spessore UFG previsti numericamente in tutti i casi sovrastimano gli spessori UFG sperimentali. Il massimo errore è 35% quando l'utensile con angolo di spoglia  $\alpha = 6^{\circ}$  è stato usato nella lavorazione di taglio ortogonale.

Lo scostamento relativo *ER* tra valori sperimentali e valori simulati risulta comunque essere, tranne per il caso B-EC-1, oltre il 10%, soprattutto per OC.

Bisogna però considerare tre aspetti:

- la deviazione standard presente per gli spessori UFG ricavati sia sperimentalmente, sia numericamente;
- l'ipotesi che lo spessore UFG sia considerato come la zona superficiale del workpiece soggetta ad una deformazione ε > 0.2;
- dalle simulazioni si ricavano valori di deformazione nei singoli punti di intersezione tra gli elementi della mesh, quindi è stato considerato l'ultimo punto di profondità a cui ε > 0.2.

Da queste valutazioni si può affermare che è necessario un ulteriore affinamento della mesh in prossimità della superficie della barra per ottenere un maggior numero di punti per il calcolo della deformazione e quindi una misura più precisa.

Dai valori riportati in Tabella 7.2 si nota che il *machining-affected layer*, lo strato deformato generato dalla lavorazione, previsto dalle simulazioni è più esteso per il processo EC rispetto a OC. Ciò conferma il risultato trovato sperimentalmente della maggiore deformazione indotta sulla barra dalla presenza contemporanea di utensile e constraint

	Spessore UFG <sub>FEM</sub> [µm]	Spessore UFG <sub>Micrografie</sub> [µm]	ER [%]
B-EC-1	$30.55\pm3.87$	$32.62 \pm 2.11$	6.34
B-EC-2	$27.37\pm4.95$	$31.73 \pm 2.37$	13.75
B-EC-3	$21.15\pm3.48$	$29.40\pm4.27$	28.05
<b>B-OC-1</b>	$18.51\pm3.75$	$22.56 \pm 3.97$	17.94
B-OC-2	$17.43 \pm 1.46$	$26.81 \pm 3.98$	34.99
B-OC-3	$15.69\pm0.95$	$21.47 \pm 2.28$	26.93

**Tabella 7.2.** Confronto tra i valori di spessore UFG previsti dalle simulazioni sulla superficie della barra lavorata con quelli ricavati sperimentalmente dalle micrografie ad ingrandimento 500x (§4.1.1) per le sei condizioni di processo studiate. I valori fanno riferimento ad una lunghezza di taglio di 1 mm

Un risultato analogo è stato trovato in [58]: l'aumento dell'estensione della zona UFG con la lavorazione EC è una conseguenza dell'estrusione del truciolo. Questa dà origine a maggiori pressioni idrostatiche nella zona di deformazione primaria che producono un campo di tensione più diffuso risultando in una zona deformata più estesa.

Senza considerare il caso T-OC-2, dai valori UFG medi in Tabella 7.2 si osserva un lieve aumento dell'estensione della zona deformata sub-superficiale al diminuire dell'angolo di spoglia superiore, in accordo all'andamento teorico.

In generale, l'aumento dell'effective strain al diminuire di  $\alpha$  è simile a quanto trovato sul piano di scorrimento del truciolo (cfr. §7.1) e ciò indica che, in prima approssimazione, la deformazione del truciolo può essere considerata come un indicatore della deformazione sulla superficie della barra [17].



**Figura 7.3.** Esempio di profilo numerico di distribuzione dell'effective strain all'aumentare della distanza dalla superficie lavorata per il processo OC e EC per i tre angoli  $\alpha$  considerati. I valori fanno riferimento ad una lunghezza di taglio di 1 mm

Da Figura 7.3 si può notare che il valore di deformazione cala allontanandosi dalla superficie lavorata del workpiece; questo andamento è coerente con i dati sperimentali di durezza (cfr. §5.2.2). Come atteso, si hanno alte deformazioni in prossimità della superficie della barra dovute al processo *SPD* di asportazione di truciolo.

### 7.3 Temperatura

La misura della temperatura è utile ad esempio per studiare fenomeni quali ricristallizzazione e recupero dinamico. La Figura 7.4 e Figura 7.5 mostrano la distribuzione di temperatura nel truciolo rispettivamente per le lavorazioni OC e EC.

Si nota che con la lavorazione LSEM si raggiungono valori di temperatura sul truciolo più elevati rispetto al taglio ortogonale convenzionale; in aggiunta, la distribuzione di temperatura è più omogenea lungo lo spessore del truciolo. Questo può essere attribuito al contemporaneo controllo di forma e dimensione dovuto all'estrusione del truciolo in LSEM.



Figura 7.4. Distribuzione di temperatura per i trucioli ottenuti da simulazioni OC



Figura 7.5. Distribuzione di temperatura per i trucioli ottenuti da simulazioni EC

Nei trucioli OC si nota un netto gradiente di temperatura lungo lo spessore: T cala da ~ 240 °C a ~ 130 °C allontanandosi dal petto dell'utensile.

Il massimo di temperatura nel truciolo è circa a metà della lunghezza di contatto trucioloutensile (§2.1.5), sia per OC, sia per EC, cioè sulla zona di deformazione secondaria (§7.1). Inoltre, a partire dal piano di scorrimento del truciolo si nota un aumento di temperatura rispetto al materiale nel workpiece e ciò può essere attribuito al calore di deformazione tangenziale sviluppatosi durante il processo.

Complessivamente si nota che al diminuire dell'angolo di spoglia superiore  $\alpha$ , la temperatura nel truciolo raggiunge valori più elevati. La massima temperatura (~ 300°C) è stata ottenuta per il caso T-EC-1.

Per le simulazioni EC con  $\alpha = 0^{\circ}$  e  $\alpha = 6^{\circ}$  si ottengono temperature compatibili con la temperatura di ricristallizzazione della lega AZ31 (~ 230-250 °C [23], [35]). I trucioli ottenuti con le lavorazioni LSEM sono infatti completamente ricristallizzati (cfr. Figura 5.7): la temperatura è un'indicazione del meccanismo di formazione del truciolo.

Si sottolinea che il raggiungimento di temperature troppo alte può essere sfavorevole per produrre materiali con grana ultra-fine con asportazione di truciolo, perché temperature molto superiori alla temperatura di ricristallizzazione portano ad una crescita dei grani con conseguente perdita della struttura ultra-fine [59].

### Conclusioni

L'obiettivo del lavoro svolto è stato lo studio e il confronto tra gli effetti della lavorazione convenzionale di taglio ortogonale e il processo large strain extrusion machining applicati alla lega di magnesio AZ31, fornita come barra cilindrica estrusa e sottoposta preliminarmente ad un trattamento di ricottura. Si è inoltre analizzata la possibilità di sfruttare la lavorazione LSEM per realizzare, in un solo step, lamierini continui potenzialmente utilizzabili industrialmente, adottando parametri di processo che permettano di ottenere un'omogeneità nelle proprietà lungo tutta la sezione del semilavorato. E' stato quindi necessario progettare adeguatamente il setup sperimentale della prova LSEM per evitare particolare gradienti termici o di deformazione dovuti all'attrito nel truciolo a causa dell'azione dell'utensile e del constraint.

Le lavorazioni sono state effettuate utilizzando inserti di taglio che presentavano angoli di spoglia superiore di 0°, 6°, 15° per studiare l'influenza della geometria dell'utensile, mantenendo costanti tutte le altre variabili. Il grande effetto di  $\alpha$  atteso a livello teorico non è stato trovato in maniera così evidente dai risultati delle varie prove effettuate né sulla barra lavorata né sui trucioli.

Mediante caratterizzazione microstrutturale si è potuto osservare che il processo EC, sfruttando la deformazione plastica e la velocità di deformazione elevate, induca uno strato UFG superficiale di spessore maggiore rispetto al processo OC: questo implica un aumento delle caratteristiche meccaniche e di resistenza alla corrosione della superficie della barra lavorata LSEM.

Le analisi numeriche condotte mediante software Forge hanno confermato la presenza di un maggiore spessore UFG superficiale sulla barra EC e di una maggiore deformazione sui trucioli EC rispetto ai semilavorati ottenuti mediante lavorazione OC.

Mediante le simulazioni FEM si è anche potuto constatare il raggiungimento di valori di temperatura maggiori sui trucioli EC rispetto al taglio ortogonale convenzionale e, per i casi EC con  $\alpha = 0^\circ$  e  $\alpha = 6^\circ$  essi sono compatibili con la temperatura di ricristallizzazione della lega AZ31. E' possibile ottimizzare i risultati affinando ulteriormente la mesh e implementando il modello costitutivo del materiale con prove effettuate a  $\dot{\varepsilon}$  tipiche dei processi di asportazione di truciolo.

In ogni caso, in prima approssimazione il modello numerico usato può essere considerato affidabile, dato che i risultati delle simulazioni si discostano di poco da quelli sperimentali, seguendo andamenti similari.

La caratterizzazione meccanica con prove di trazione ha permesso di affermare che il truciolo continuo LSEM presenta proprietà migliori rispetto alla lamiera in termini di resistenza meccanica e di duttilità a temperatura ambiente, quest'ultima confermata da analisi frattografiche.

La migliore deformabilità a temperatura ambiente del lamierino è dovuta all'ottenimento di una texture cristallografica basale orientata indotta dal processo EC a differenza della laminazione che porta a piani basali tutti paralleli al piano della lamiera, come si evince dall'analisi XRD.

Si può concludere che il lamierino ottenuto con LSEM sia migliore rispetto al prodotto da laminazione per particolari applicazioni biomedicali, quali clip di piccole dimensioni realizzabili mediante una prima operazione di taglio laser e una successiva operazione di piegatura.

Futuri sviluppi possono riguardare l'effetto della modifica di alcuni parametri mantenuti fissi durante la campagna prove, quali velocità di taglio e rapporto di ricalcamento del truciolo, per ottenere una differente pressione, e quindi temperatura, sulla superficie della barra soggetta a lavorazione LSEM.

## Elenco delle abbreviazioni

- CD = Cutting Direction CRSS = Critical Resolved Shear Stress EC = Extrusion Cutting ER = Errore Relativo EWF = Electron Work Function FEM = Finite Element Method FM = Free Machining LSEM = Large Strain Extrusion Machining OC = Orthogonal Cutting RD = Rolling Direction SBF = Simulated Body Fluid SCE = Saturated Calomel Electrode SF = Shmidt Factor SPD = Severe Plastic Deformation TD = Transverse Direction UFG = Ultra-Fine Grain
- XRD = X-Ray Diffraction

### Bibliografia

- M. Pogorielov, E. Husak, A. Solodivnik, and S. Zhdanov, "Magnesium-based biodegradable alloys: Degradation, application, and alloying elements," *Interv. Med. Appl. Sci.*, vol. 9, no. 1, pp. 27–38, 2017.
- F. Witte, "Reprint of: The history of biodegradable magnesium implants: A review," *Acta Biomater.*, vol. 23, no. S, pp. S28–S40, 2015.
- [3] K. W. Nam, S. B. Lee, I. Y. Kim, K. G. Kim, and S. J. Park, "A new hemostatic clip for endoscopic surgery that can maintain blood flow after clipping," *World J. Gastroenterol.*, vol. 20, no. 5, pp. 1325–1331, 2014.
- [4] N. Ikeo *et al.*, "Fabrication of a magnesium alloy with excellent ductility for biodegradable clips," *Acta Biomater.*, vol. 29, pp. 468–476, 2016.
- [5] E. Calendar, "A dissolvable surgical clip 5 mm in size made of a magnesium alloy," 2015.
- [6] T. Yoshida *et al.*, "Development of a new biodegradable operative clip made of a magnesium alloy: Evaluation of its safety and tolerability for canine cholecystectomy," *Surg. (United States)*, vol. 161, no. 6, pp. 1553–1560, 2017.
- [7] D. Bloor, R. J. Brook, M. Flemings, S. Mahajan, and F. Disalvo, *The Encyclopedia of Advanced Materials*, vol. 48. 1995.
- [8] M. Knapek, K. Máthis, J. Čapek, P. Minárik, and J. Dittrich, "Characterization of Deformation Mechanisms in Mg Alloys by Advanced Acoustic Emission Methods," *Metals (Basel).*, vol. 8, no. 8, p. 644, 2018.
- [9] E. Martinez, S. Groh, S. Karewar, S. G. Srinivasan, A. Caro, and N. Gupta, "Effect of Li on the deformation mechanisms of nanocrystalline hexagonal close packed magnesium," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 126, no. January, pp. 252–264, 2016.
- [10] AIST, "Development of a New Rolling Process for Commercial Magnesium Alloy Sheets with High Room-temperature Formability," pp. 29–32, 2010.
- [11] AIST, "A New Rolled Magnesium Alloy with excellent formability at Room Temperature," pp. 1–5, 2008.
- [12] D. Sagapuram, M. Efe, W. Moscoso, S. Chandrasekar, and K. P. Trumble, "Controlling texture in magnesium alloy sheet by shear-based deformation

processing," Acta Mater., vol. 61, no. 18, pp. 6843-6856, 2013.

- [13] M. Efe, W. Moscoso, K. P. Trumble, W. Dale Compton, and S. Chandrasekar, "Mechanics of large strain extrusion machining and application to deformation processing of magnesium alloys," *Acta Mater.*, vol. 60, no. 5, pp. 2031–2042, 2012.
- [14] S. Kalpakjian, S. R Schmid, and V. Sekar, Manufacturing Engineering and Technology. 2013.
- [15] G. Villani, "Il taglio ortogonale nei materiali compositi ad alta velocità," Tesi di Dottorato in Tecnologie e Sistemi di Produzione, Università degli Studi di Napoli Federico II, 2013.
- [16] R. Calistes *et al.*, "Controlling gradation of surface strains and nanostructuring by large-strain machining," *Scr. Mater.*, vol. 60, no. 1, pp. 17–20, 2009.
- [17] Y. Guo, C. Saldana, W. Dale Compton, and S. Chandrasekar, "Controlling deformation and microstructure on machined surfaces," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 11, pp. 4538–4547, 2011.
- [18] C. Saldana *et al.*, "Unusual Applications of Machining: Controlled Nanostructuring of Materials and Surfaces," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 132, no. 3, p. 030908, 2010.
- [19] W. J. Deng, P. Lin, Q. Li, and W. Xia, "Effect of constraining tool corner radius on large strain extrusion machining," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 28, no. 10, pp. 1090– 1094, 2013.
- [20] D. Sagapuram, M. Efe, K. P. Trumble, and S. Chandrasekar, "Enabling shear textures and fine-grained structures in Magnesium sheet by machining-based deformation processing," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 63, no. 1, 2014.
- [21] L. De Chiffre, "Extusion-cutting," Int. J. Mach. Tool Des. Res., vol. 16, no. 2, pp. 137–144, 1976.
- [22] S. Swaminathan *et al.*, "Large strain deformation and ultra-fine grained materials by machining," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 410–411, pp. 358–363, 2005.
- [23] D. Sagapuram, M. Efe, K. P. Trumble, and S. Chandrasekar, "Flow transitions and flow localization in large-strain deformation of magnesium alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 659, pp. 295–305, 2016.
- [24] S. L. Cai, Y. Chen, G. G. Ye, M. Q. Jiang, H. Y. Wang, and L. H. Dai, "Characterization of the deformation field in large-strain extrusion machining," J. *Mater. Process. Technol.*, vol. 216, pp. 48–58, 2015.
- [25] M. E. Merchant, "Mechanics of the metal cutting process. I. Orthogonal cutting and a type 2 chip," J. Appl. Phys., vol. 16, no. 5, pp. 267–275, 1945.
- [26] J. Y. Zhang, L. W. Liu, D. He, X. L. Yin, and W. J. Deng, "The effects of tool structure parameters on forming extrusion cutting (FEC)," pp. 2705–2716, 2018.
- [27] Z. Pu and D. Umbrello, "Finite element modeling of microstructural changes in dry and cryogenic machining AZ31B magnesium alloy for enhanced corrosion resistance," ... NAMRI/SME, vol. 41, pp. 335–343, 2013.
- [28] M. Danish, T. L. Ginta, K. Habib, D. Carou, A. M. A. Rani, and B. B. Saha, "Thermal analysis during turning of AZ31 magnesium alloy under dry and cryogenic conditions," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 91, no. 5–8, pp. 2855–2868, 2017.
- [29] P. Sartkulvanich, T. Altan, and A. Göcmen, "Effects of flow stress and friction models in finite element simulation of orthogonal cutting - A sensitivity analysis," *Mach. Sci. Technol.*, vol. 9, no. 1, pp. 1–26, 2005.
- [30] T. Giada, "Studio dell'influenza delle condizioni di tornitura sulla resistenza alla corrosione e sulla qualità superficiale della lega di magnesio AZ31 per applicazioni biomedicali," Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali, Università degli Studi di Padova, 2016.
- [31] R. Bertolini, S. Bruschi, A. Ghiotti, L. Pezzato, and M. Dabalà, "Large strain extrusion machining of magnesium alloys for biomedical applications," *Procedia CIRP*, vol. 71, pp. 105–110, 2018.
- [32] R. Bertolini, S. Bruschi, and A. Ghiotti, "Large Strain Extrusion Machining under Cryogenic Cooling to Enhance Corrosion Resistance of Magnesium Alloys for Biomedical Applications," *Procedia Manuf.*, vol. 26, pp. 217–227, 2018.
- [33] British Standards, "BS EN ISO 6507 2 : 2018 BSI Standards Publication Metallic materials - Vickers hardness test," 2018.
- [34] P. Paravia and B. Mondadori, "Proprietà strutturali e tecnologiche dei materiali metallici," 2008.
- [35] G. M. Paolucci, Lezioni di Metallurgia, vol. 1: struttura, proprietà e comportamento dei materiali metallici, 2°edizione. Libreria Progetto, Padova, 2002.
- [36] W. Moscoso, M. R. Shankar, J. B. Mann, W. D. Compton, and S. Chandrasekar, "Bulk nanostructured materials by large strain extrusion machining," *J. Mater. Res.*, vol. 22, no. 1, pp. 201–205, 2007.

- [37] Y. Liu, S. Cai, and L. Dai, "A new method for grain refinement in magnesium alloy: High speed extrusion machining," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 651, pp. 878–885, 2016.
- [38] C. Saldana *et al.*, "Micro-scale components from high-strength nanostructured alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 503, no. 1–2, pp. 172–175, 2009.
- [39] N. Shen, Z. Pu, I. S. Jawahir, H. Ding, and T. Jia, "Enhanced Surface Integrity From Cryogenic Machining of AZ31B Mg Alloy: A Physics-Based Analysis With Microstructure Prediction," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 139, no. 6, p. 061012, 2016.
- [40] D. Sagapuram, A. B. Kustas, W. Dale Compton, K. P. Tumble, and S. Chandrasekar,
  "Direct Single-Stage Processing of Lightweight Alloys Into Sheet by Hybrid Cutting– Extrusion," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 137, no. 5, p. 051002, 2015.
- [41] K. D. Ralston and N. Birbilis, "Effect of Grain Size on Corrosion : A Review," vol. 66, no. 7, pp. 1–13, 2010.
- [42] M. Alvarez-Lopez *et al.*, "Corrosion behaviour of AZ31 magnesium alloy with different grain sizes in simulated biological fluids," *Acta Biomater.*, vol. 6, no. 5, pp. 1763–1771, 2010.
- [43] D. Song *et al.*, "Enhanced biodegradation behavior of ultrafine-grained ZE41A magnesium alloy in Hank's solution," *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.*, vol. 23, no. 4, pp. 420–424, 2013.
- [44] N. N. Aung and W. Zhou, "Effect of grain size and twins on corrosion behaviour of AZ31B magnesium alloy," *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 2, pp. 589–594, 2010.
- [45] D. Ahmadkhaniha, M. Fedel, M. H. Sohi, and F. Deflorian, "Corrosion Behavior of Severely Plastic Deformed Magnesium Based Alloys : A review 1," vol. 53, no. 5, pp. 439–448, 2017.
- [46] J. W. Seong and W. J. Kim, "Development of biodegradable Mg-Ca alloy sheets with enhanced strength and corrosion properties through the refinement and uniform dispersion of the Mg2Ca phase by high-ratio differential speed rolling," Acta Biomater., vol. 11, no. 1, pp. 531–542, 2015.
- [47] F. Cao, Z. Shi, G. L. Song, M. Liu, M. S. Dargusch, and A. Atrens, "Influence of hot rolling on the corrosion behavior of several Mg-X alloys," *Corros. Sci.*, vol. 90, pp. 176–191, 2015.
- [48] D. Y. Li, "Electron work function at grain boundary and the corrosion behavior of nanocrystalline metallic materials," *MRS Proc.*, vol. 887, pp. 1–9, 2011.

- [49] Z. Pu, "CRYOGENIC MACHINING AND BURNISHING OF AZ31B MAGNESIUM ALLOY FOR ENHANCED SURFACE INTEGRITY AND FUNCTIONAL. Ph. D Dissertation. University of Kentucky, Lexington, KY, U.S.A," 2012.
- [50] T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe, and K. Higashi, "Ductility enhancement in AZ31 magnesium alloy by controlling its grain structure," *Scr. Mater.*, vol. 45, no. 1, pp. 89–94, 2001.
- [51] S. R. Agnew, J. A. Horton, T. M. Lillo, and D. W. Brown, "Enhanced ductility in strongly textured magnesium produced by equal channel angular processing," *Scr. Mater.*, vol. 50, no. 3, pp. 377–381, 2004.
- [52] X. Huang, K. Suzuki, A. Watazu, I. Shigematsu, and N. Saito, "Mechanical properties of Mg-Al-Zn alloy with a tilted basal texture obtained by differential speed rolling," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 488, no. 1–2, pp. 214–220, 2008.
- [53] H. S. Han *et al.*, "Current status and outlook on the clinical translation of biodegradable metals," *Mater. Today*, vol. 23, no. March, pp. 57–71, 2018.
- [54] E. Strazzi, "Il magnesio: un metallo leggero ed ecologico, ma poco usato e conosciuto," pp. 1–20.
- [55] A. Rickert *et al.*, "The TICAP-Study (titanium clips for appendicular stump closure): A prospective multicentre observational study on appendicular stump closure with an innovative titanium clip," *BMC Surg.*, vol. 15, no. 1, pp. 1–9, 2015.
- [56] B. Lv *et al.*, "Absorbable polymeric surgical clips for appendicular stump closure: A randomized control trial of laparoscopic appendectomy with lapro-clips," *Oncotarget*, vol. 7, no. 27, 2016.
- [57] W. J. Deng, P. Lin, Z. C. Xie, and Q. Li, "Analysis of Large-Strain Extrusion Machining with Different Chip Compression Ratios," J. Nanomater., vol. 2012, pp. 1–12, 2012.
- [58] M. Moradi, S. Basu, and M. R. Shankar, "Creation of ultrafine-grained surfaces by large strain extrusion machining (LSEM)," *Mach. Sci. Technol.*, vol. 21, no. 4, pp. 617–631, 2017.
- [59] W. J. Deng, W. Xia, C. Li, and Y. Tang, "Ultrafine grained material produced by machining," *Mater. Manuf. Process.*, vol. 25, no. 6, pp. 355–359, 2010.