



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

Dipartimento di Ingegneria Industriale DII

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

Effetti del trattamento termico sul comportamento termomeccanico
della lega $\text{Ni}_{50.1}\text{Ti}_{49.9}$ ottenuta tramite manifattura additiva

Relatore: Prof.ssa Stefania Bruschi

Correlatori: Prof.ssa Rachele Bertolini
Prof. Alberto Campagnolo

Laureando: Gianmarco Bassani
Matricola n. 2021368

Anno Accademico 2022/2023

Alla mia famiglia

Alla mia ragazza

RINGRAZIAMENTI

Ringrazio la professoressa Bruschi per avermi permesso di realizzare questa tesi.

Ringrazio la professoressa Bertolini per avermi guidato durante tutto il percorso anche quando le cose non sono andate per il verso giusto.

Ringrazio Andrea, perché senza il suo aiuto, senza i suoi “in qualche modo facciamo” e senza i suoi “non so che dirti” non mi ha mai fatto perdere le speranze anche quando tutto andava storto.

Ringrazio i ragazzi del Te.Si. Alessandra, Edoardo e Nicola che con la loro disponibilità sono sempre stati pronti ad aiutarmi.

Ringrazio i miei amici e tutti quelli che mi hanno letteralmente sopportato in questi ultimi mesi.

Per ultimi, ma non per importanza, dovrei metterli al primo posto altrimenti:

Ringrazio i miei genitori, mio fratello, le mie amate nonne perché tutto ciò è stato possibile solamente grazie a loro e non potrò mai smettere di ringraziarli.

Ringrazio Giada che per me è un punto saldo su cui poter sempre fare appoggio e tutte le parole del mondo non basterebbero a ringraziarla per tutto quello che fa per me.

INDICE

CAPITOLO 1: INTRODUZIONE	1
CAPITOLO 2: LEGHE A MEMORIA DI FORMA	3
2.1 Definizione	3
2.2 Cenni storici.....	3
2.3 Proprietà funzionali delle leghe a memoria di forma	5
2.3.1 La trasformazione martensitica	5
2.3.2 Aspetti termodinamici della trasformazione martensitica	8
2.3.3 Martensite indotta da tensione	10
2.3.4 Martensite indotta termicamente e fase R	11
2.3.5 Memoria di forma ad una via	12
2.3.6 Memoria di forma a due vie	14
2.3.7 Superelasticità.....	15
2.4 La lega Nitinol	17
CAPITOLO 3: PROGETTAZIONE, REALIZZAZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI PROVINI DI NITINOL	21
3.1 Vincoli di progetto	21
3.2 Progettazione dei provini.....	23
3.2.1 Geometria provino 1	23
3.2.2 Geometria provino 2.....	24
3.3 Polveri NiTi	25
3.4 Stampa 3D	25
3.5 Trattamento termico.....	28
3.6 Tornitura	31
3.6.1 Scelta inserti per tornitura	31
3.6.2 Tornitura del tratto utile	34
3.7 Filettatura.....	38
3.7.1 Scelta inserto per filettatura	38
3.7.2 Osservazioni sulla filettatura	42
3.8 Misure di rugosità.....	43
3.8.1 Profilometro ottico 3D.....	44
3.8.2 Procedura di prova.....	45
3.8.3 Analisi dati con il software SensoVIEW	46
3.8.4 Risultati.....	51
CAPITOLO 4: CARATERIZZAZIONE DEL MATERIALE	53
4.1 Introduzione.....	53
4.2 Analisi DSC	53
4.2.1 Calorimetro DSC a compensazione di potenza	54
4.2.2 Procedura di prova.....	55

4.2.3	Software TA Universal Analysis.....	58
4.3	Risultati dell'analisi DSC	60
4.3.1	Temperature ed entalpia di trasformazione	61
4.4	Analisi EDS	64
4.4.1	Microscopio a scansione elettronica SEM.	64
4.4.2	Procedura di prova.....	65
4.4.3	Risultati.....	67
4.5	Analisi microstrutturale	70
4.5.1	Strumentazione utilizzata	70
4.5.1.1	Micro troncatrice.....	70
4.5.1.2	Resina e contenitori per inglobare i campioni	71
4.5.1.3	Levigatrice	72
4.5.1.4	Microscopio ottico	73
4.5.2	Attacco chimico.....	73
4.5.3	Risultati microstrutture.....	74

CAPITOLO 5: PROVE MECCANICHE E TERMOMECCANICHE 77

5.1	Introduzione.....	77
5.2	Prova di trazione uniassiale	77
5.2.1	Strumentazione utilizzata	78
5.2.1.1	MTS Mini Bionix II	78
5.2.1.2	Estensometro MTS.....	80
5.2.2	Procedura di prova.....	81
5.2.3	Risultati.....	83
5.2.3.1	Curva ingegneristica	83
5.2.3.2	Calcolo del modulo di Young.....	86
5.2.3.3	Tensioni di trasformazione	89
5.2.3.4	Tensione di rottura	90
5.2.3.5	Deformazione a rottura	90
5.3	Prova con ciclo termico a carico uniassiale costante applicato	91
5.3.1	Strumentazione utilizzata	92
5.3.1.1	MTS 647	92
5.3.1.2	Camera climatica MTS	93
5.3.1.3	Estensometro MTS.....	93
5.3.1.4	Set up-di prova	93
5.3.2	Terminologia.....	95
5.3.3	Procedura di prova.....	96
5.3.4	Risultati.....	98
5.3.4.1	Temperature di trasformazione con carico applicato	99
5.3.4.2	Deformazioni indotte dalla trasformazione di fase	102
5.4	Prova con pre-deformazione e recupero termico libero	103
5.4.1	Strumentazione utilizzata	104
5.4.2	Terminologia.....	104
5.4.3	Procedura di prova.....	105
5.4.4	Risultati.....	107

CAPITOLO 6: PROGETTAZIONE E REALIZZAZIONE SET-UP PER LE PROVE TERMOMECCANICHE	111
6.1 Vincolo iniziale.....	111
6.2 Componenti	111
6.2.1 Griffe di afferraggio.....	111
6.2.2 Prolunghe.....	115
 CAPITOLO 7: CONCLUSIONI	 117
 APPENDICE A: TAVOLE DI DISEGNO	 121
 BIBLIOGRAFIA	 129

CAPITOLO 1

INTRODUZIONE

Nel presente lavoro di tesi sono state analizzate le proprietà termomeccaniche e di memoria di forma della lega nichel-titanio nota anche come Nitinol. Il suo nome è dovuto alla combinazione delle abbreviazioni degli elementi che la compongono Ni, Ti e l'acronimo NOL relativo al Naval Ordnance Laboratory dove è stata scoperta e riconosciuta per la prima volta nel 1962. Più in generale il Nitinol appartiene alla categoria delle leghe a memoria di forma cui fanno parte anche altri materiali metallici come, ad esempio, le leghe a base rame (Cu) o a base ferro (Fe). Di queste leghe, il Nitinol, è la maggiormente utilizzata in ambito industriale e studiata in ambito scientifico. Il Nitinol in base a specifiche condizioni, che verranno discusse nei capitoli successivi, presenta due proprietà uniche per una lega metallica. La prima è la super-elasticità ovvero la capacità del materiale di subire deformazioni oltre il 10% completamente recuperabili una volta rimosso il carico. La seconda è la memoria di forma ovvero la capacità del materiale di ritornare alla propria forma originale dopo essere stato deformato.

In letteratura la maggior parte delle ricerche condotte sulla proprietà di memoria di forma del Nitinol riguardano campioni ottenuti tramite processi produttivi tradizionali come la forgiatura. La stampa 3D, invece, è una tecnica di produzione innovativa che permette di realizzare componenti di forme complesse senza richiedere ulteriori lavorazioni meccaniche ed inoltre grazie al numero limitato di vincoli sulle geometrie realizzabili consente di ottenere componenti ottimizzati e dal peso ridotto, caratteristica sempre più spesso richiesta dalle applicazioni industriali di questa lega. L'obiettivo del presente lavoro di tesi è quello di indagare le principali proprietà termomeccaniche e la memoria di forma di campioni in lega Nitinol ottenuti tramite manifattura additiva e trattati termicamente.

A tale scopo, i campioni di Nitinol utilizzati per questo lavoro, sono stati realizzati utilizzando la tecnologia di stampa 3D LPBF (Laser Powder Bed Fusion) ed una parte è

stata trattata termicamente tramite processo di solubilizzazione ed invecchiamento a diverse temperature per ottenere la precipitazione di seconde fasi.

Ottenuti i campioni, nella prima parte del lavoro, le attività si sono concentrate sulla caratterizzazione del materiale attraverso analisi microstrutturali, analisi EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) per determinare la composizione chimica ed analisi DSC (Differential Scanning Calorimetry) per determinare le temperature di trasformazione di fase della lega.

Nella seconda parte del lavoro, invece, le attività si sono concentrate sull'esecuzione delle prove meccaniche con lo scopo di indagare le principali proprietà termomeccaniche e la memoria di forma della lega in esame valutando come il trattamento termico possa modificare il comportamento del materiale in risposta a carichi applicati e variazioni di temperatura.

In ogni fase del lavoro eseguito, i dati riportati hanno lo scopo di mettere a confronto le proprietà del materiale prima e dopo il trattamento termico.

CAPITOLO 2

LEGHE A MEMORIA DI FORMA

2.1 Definizione

Al giorno d'oggi si definiscono leghe a memoria di forma (*Shape Memory Alloys, SMAs*) materiali metallici innovativi che possiedono proprietà termomeccaniche esclusive, tra le quali se ne distinguono due in particolare: la capacità di memorizzare una determinata geometria macroscopica e di recuperarla a seguito di una deformazione impressa fornendo calore chiamata memoria di forma (*Shape Memory Effect, SME*), e la capacità di subire deformazioni che possono raggiungere il 12%, completamente recuperabili una volta rimosso il carico senza provocare fenomeni di plasticizzazione, proprietà nota come superelasticità (*Superelasticity SE*) o pseudoelasticità [1]. Queste proprietà uniche sono attribuite alla trasformazione di fase martensitica termoelastica che è distintiva di queste leghe e può essere indotta o da uno sforzo applicato al materiale o da una variazione di temperatura. Infatti, in base alle differenti condizioni di sollecitazione termomeccanica imposta, le leghe a memoria di forma presentano due diverse fasi cristallografiche dette rispettivamente fase austenitica (o genitrice) e fase martensitica [2]. È proprio il passaggio da una fase all'altra che permette a queste leghe di presentare le caratteristiche uniche sopra citate.

2.2 Cenni storici

La prima lega a memoria di forma fu scoperta dal fisico svedese Arne Ölander nel 1932 il quale notò che la lega AuCd (oro-cadmio) poteva essere deformata a freddo e ritornare alla sua configurazione originale dopo essere stata scaldata [3]. Circa dieci anni dopo il fenomeno fondamentale della memoria di forma, governato dalla trasformazione martensitica termoelastica venne riportato negli studi di Kurdjumov e Khandros nel 1949 ed in quelli di Chang e Read nel 1951 [4].

Tuttavia, l'importanza delle leghe a memoria di forma non venne riconosciuta fino al 1962 [5], [6] quando i ricercatori del NOL (U.S. Naval Ordnance Laboratory), guidati da Buehler, scoprirono in modo casuale la memoria di forma in una lega basata sul sistema NiTi (ad oggi conosciuta come Nitinol, acronimo di Ni-Ti-NOL) mentre stavano lavorando ad un progetto per la ricerca di un materiale resistente alla corrosione ed alle alte temperature da poter impiegare nelle ogive dei missili con cui erano equipaggiati alcuni sottomarini utilizzati in guerra [1]. Successivamente a questa scoperta, le leghe a memoria di forma suscitarono un notevole interesse, sia in ambito scientifico che commerciale [7] e nei decenni successivi un'ampia varietà di prodotti basati su queste leghe iniziò a essere utilizzata in settori che spaziano dall'ingegneria chimica a quella meccanica, dalla medicina all'ingegneria idraulica, dall'industria aerospaziale all'automobilistica [4]. Questo successo è da attribuire alle loro caratteristiche esclusive, tra cui l'effetto di memoria di forma, la superelasticità, la capacità di smorzare le vibrazioni, la resistenza alla corrosione e l'elevata resistenza a fatica. Inoltre, le leghe a memoria di forma possono essere progettate per adattarsi a diverse esigenze andando ad agire sulla composizione chimica e sulla microstruttura, ed è grazie a questi fattori che a partire dagli anni '80 c'è stato un crescente interesse nell'indagare le proprietà macroscopiche di questi materiali per comprendere quali siano i fattori che influenzano e regolano le proprietà termomeccaniche responsabili delle capacità e del comportamento unico di queste leghe.

Va inoltre notato che recentemente altre leghe a memoria di forma, come le leghe ternarie CuZnAl e CuAlNi, hanno iniziato a svilupparsi grazie al loro costo inferiore, alla maggiore facilità di fusione ed al maggior intervallo di temperature di trasformazione rispetto alle leghe NiTi. Tuttavia, queste ultime, rimangono le più studiate ed utilizzate in quanto presentano un maggiore recupero della deformazione dovuta all'effetto di memoria di forma, sono più stabili termicamente, hanno un'eccellente resistenza alla corrosione ed hanno il vantaggio di poter essere impiegate in ambito biomedicale grazie alla biocompatibilità [8], [9].

2.3 Proprietà funzionali delle leghe a memoria di forma

2.3.1 La trasformazione martensitica

Le trasformazioni martensitiche sono generalmente di tipo displasivo e non richiedono movimenti degli atomi a lungo raggio; infatti, in questo tipo di trasformazioni, gli atomi vengono riorganizzati in una nuova struttura cristallina più stabile, ma senza modificare la composizione chimica della matrice. Poiché non è necessaria una migrazione atomica, queste trasformazioni progrediscono in modo indipendente dal tempo con un movimento molto ridotto dei piani atomici che avviene alla velocità del suono. Sono definite anche trasformazioni atermiche, poiché la quantità della nuova fase che si genera dipende solo dalla temperatura e non dal tempo di permanenza ad una data temperatura. Le trasformazioni martensitiche si formano dal raffreddamento di una fase a temperatura più elevata detta fase genitrice o austenite e dal punto di vista microstrutturale, la trasformazione da austenite a martensite può essere divisa in due parti, la deformazione di Bain (Bain strain) e l'accomodamento (lattice-invariant shear).

La deformazione di Bain determina una deformazione del reticolo e consiste in movimenti atomici necessari per generare la nuova struttura cristallina. La figura 2.1 mostra la struttura austenitica (figura 2.1 a) e i passaggi fino ad ottenere la struttura martensitica (figura 2.1d) che avviene attraverso piccolissimi spostamenti degli atomi (figura 2 b) e figura 2 c).

Il meccanismo di accomodamento (lattice-invariant shear) comporta cambiamenti di forma del reticolo per consentire alla fase martensitica formata di adattarsi all'austenite circostante. Esistono due meccanismi di accomodamento: lo scorrimento o slip (figura 2.2 a)) e la geminazione o twinning (figura 2.2b)). In entrambi i casi la singola cella presenta la nuova struttura martensitica ma la forma complessiva è quella della fase genitrice austenitica. Lo scorrimento è permanente mentre la geminazione è un meccanismo reversibile e deve essere predominante affinché si verifichi l'effetto di memoria di forma

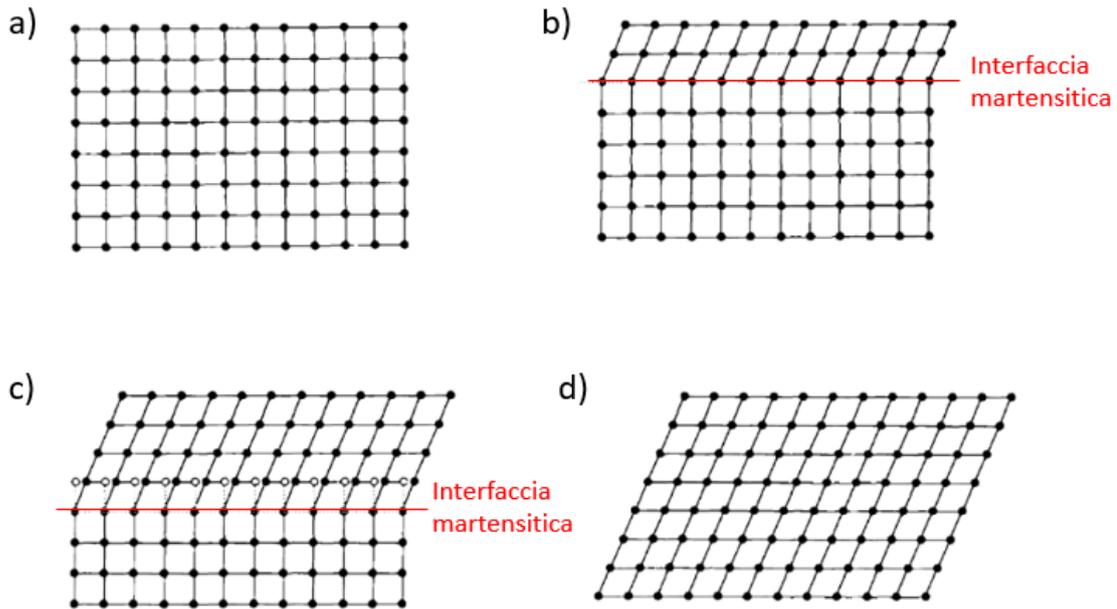


Figura 2.1: Rappresentazione schematica della trasformazione da austenite a) a martensite d) [2].

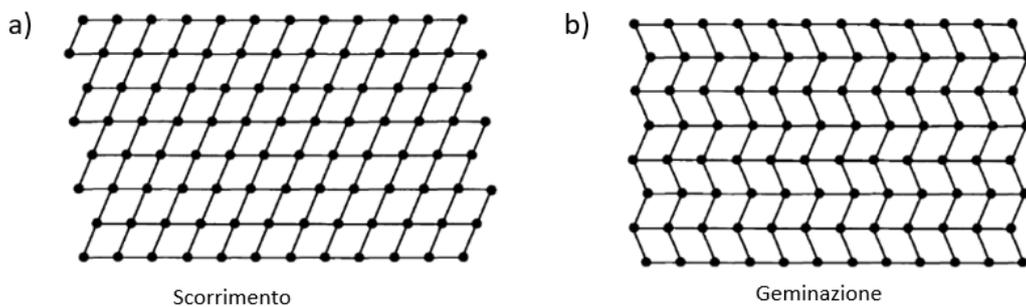


Figura 2.2: Rappresentazione schematica dei due differenti meccanismi di accomodamento: a) scorrimento (slip), b) geminazione (twinning) [2]

Nel meccanismo di geminazione, il bordo di geminazione funge da piano speculare in cui la vista in una direzione è specchiata rispetto all'altra e gli atomi situati al bordo di geminazione vedono lo stesso numero e tipo di legami atomici in entrambe le direzioni. Una proprietà caratteristica dei bordi di geminazione è avere un'energia molto bassa ed essere abbastanza mobili, quindi, la stabilità della fase martensitica non è influenzata in modo significativo dal loro numero o dalla loro posizione.

Come si può notare dalla figura 2.3 nell'accomodamento tramite geminazione i legami non vengono rotti, quindi, se viene applicato uno sforzo (ad esempio di taglio) alla struttura, il bordo di geminazione si muove facilmente, producendo una forma che meglio accomoda lo sforzo applicato. Nel caso ideale, applicando uno sforzo sufficiente è possibile produrre una coalescenza delle singole varianti di martensite in una singola. Questo processo è chiamato degeminazione (detwinnig) ed il risultato è un cambiamento di forma macroscopico (figura 2.4). I meccanismi di deformazione elencati fanno riferimento ad un singolo piano "2D" della martensite, ma più in generale, anche tra i diversi piani atomici i meccanismi di deformazione rimangono gli stessi.

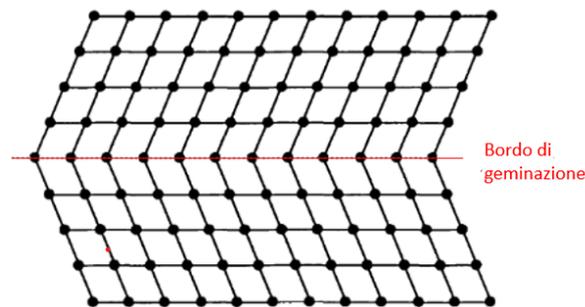


Figura 2.3: Rappresentazione schematica del bordo di geminazione [2].

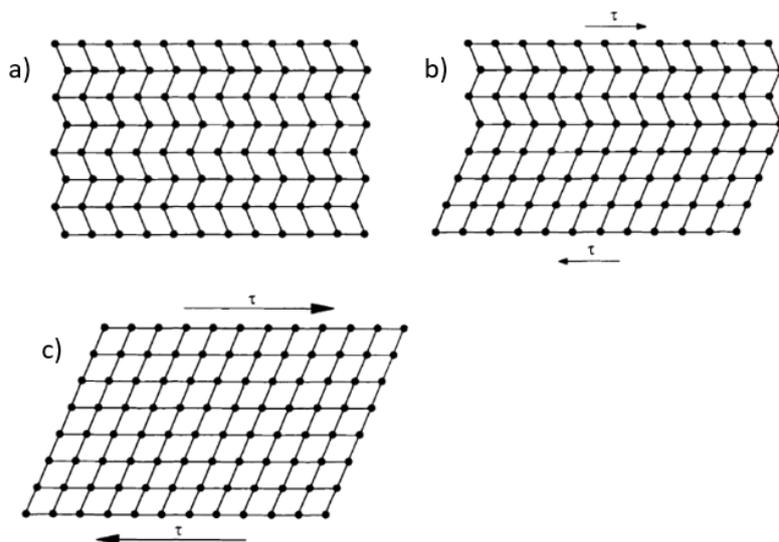


Figura 2.4: Rappresentazione schematica del movimento dei bordi geminati e cambiamento della struttura da a) in c) prodotto da uno sforzo di taglio [2].

La distribuzione degli atomi nei siti del reticolo nelle leghe a memoria di forma è generalmente ordinata ovvero ogni singolo atomo è collocato in uno specifico sito del reticolo e durante la trasformazione martensitica, la martensite assume lo stesso ordine della fase genitrice (austenite) [2].

Le proprietà termomeccaniche delle leghe a memoria di forma come le leghe NiTi sono dovute alla trasformazione martensitica termoelastica tra la fase genitrice (austenite B2) stabile alle alte temperature e la fase stabile alle basse temperature (martensite B19'). La figura 2.5 mostra schematicamente le strutture cristalline delle due fasi.

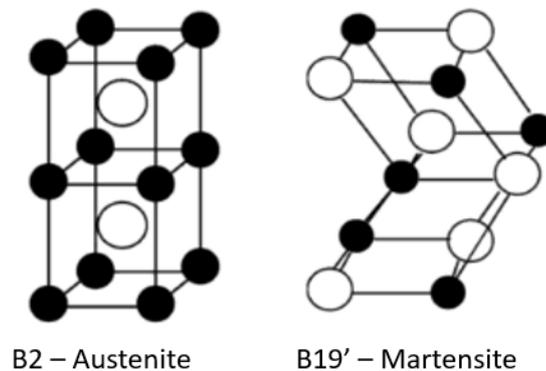


Figura 2.5: Reticolo cristallino dell'austenite e della martensite nel Nitinol [10].

La fase austenitica è caratterizzata da una struttura cubica a corpo centrato, con un atomo di Nichel al centro e gli atomi di Titanio attorno, mentre la struttura reticolare della martensite è monoclinica e consiste in un allineamento a rombo con un atomo in ciascuno degli angoli del rombo [10].

2.3.2 Aspetti termodinamici della trasformazione martensitica

La figura 2.6 mostra le temperature M_s , M_f , A_s , A_f che si riferiscono rispettivamente alle temperature alle quali inizia e termina la trasformazione in martensite e in austenite. Come si nota dal grafico, esiste una isteresi associata alla trasformazione di fase, ovvero le temperature di cambio fase differiscono tra raffreddamento (passaggio a fase martensitica) e riscaldamento (passaggio a fase austenitica). Le caratteristiche

dell'isteresi dipendono dal tipo di lega e per le leghe a memoria di forma possono essere imputate all'attrito associato al movimento dei bordi di geminazione durante la trasformazione [2].

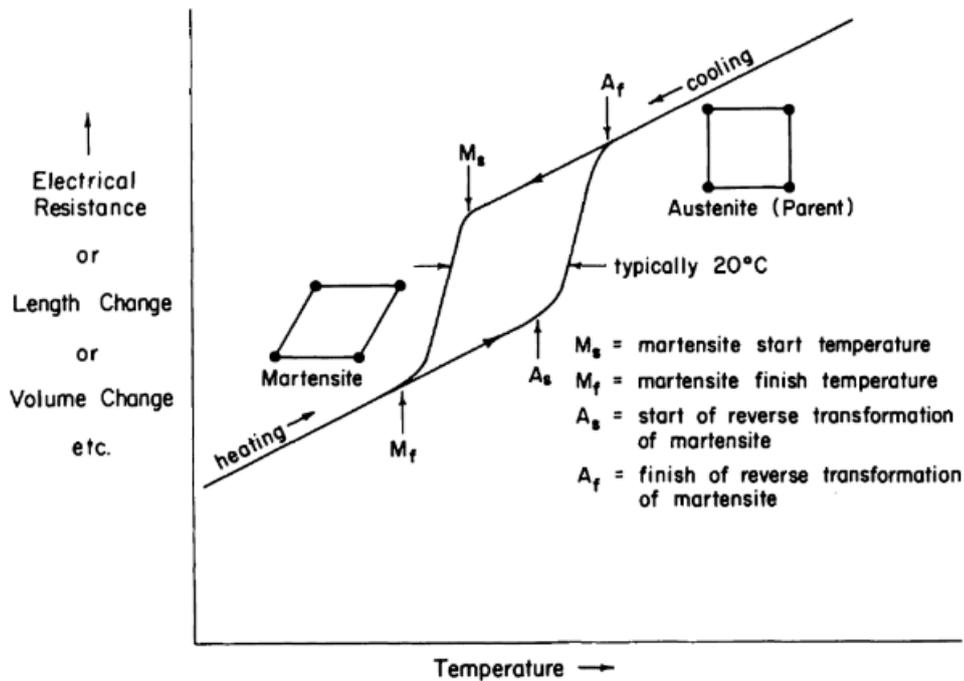


Figura 2.6: Variazione delle proprietà in funzione della temperatura a seguito della trasformazione martensitica che si verifica nelle leghe a memoria di forma [2].

Una delle proprietà che nelle leghe a memoria di forma cambia in modo più significativo è la tensione di snervamento. Quando il materiale si trova in fase martensitica, può deformarsi tramite lo spostamento dei bordi di geminazione che sono a bassa energia e abbastanza mobili. Pertanto, la resistenza allo snervamento della martensite è molto inferiore rispetto a quello dell'austenite che invece si deforma a causa della formazione e del moto di dislocazioni. Solamente una parte della deformazione della martensite può essere assorbita dallo spostamento dei bordi di geminazione (ed essere dunque reversibile) e una volta superato il limite il materiale in fase martensitica si deformerà fino a cedimento, con processo irreversibile dato dal moto delle dislocazioni. L'insolito comportamento a trazione che mostrano le leghe a memoria di forma è schematizzato in figura 2.7 dove è possibile notare un plateau della curva la cui tensione corrispondente è correlata all'isteresi termica, poiché entrambi sono controllati dallo sforzo generato

dall'attrito dei bordi di geminazione. Il rapporto tra le resistenze alla deformazione reversibile (movimento dei bordi geminati o twinning) e irreversibile (scorrimento o slip) è caratterizzato dal rapporto del carico di snervamento tra martensite e austenite. In generale si vuole massimizzare questo rapporto in un lega a memoria di forma, in modo che tutta la deformazione possa essere recuperata a seguito del riscaldamento [2].

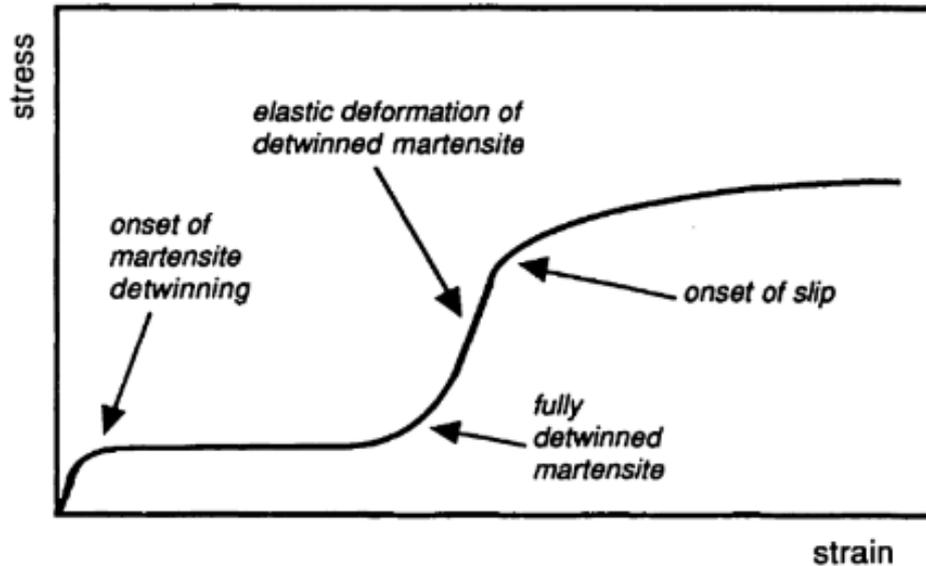


Figura 2.7: Tipica curva tensione (stress)-deformazione(strain) per un materiale che presenta la trasformazione martensitica. Sono presenti due plateau dovuti rispettivamente al movimento dei bordi di geminazione (detwining) e allo scorrimento (slip) [2].

2.3.3 Martensite indotta da tensione

Quando viene applicato un carico alla struttura austenitica, si verifica la trasformazione B2 – B19' indotta dalla tensione generata che corrisponde al primo plateau della curva sforzo deformazione della lega. Se il carico viene rimosso, si verifica la trasformazione inversa B19' – B2 correlata ad un secondo plateau che consente un recupero quasi completo della deformazione. In figura 2.8 è riportato un esempio di curva tensione deformazione di una lega NiTi, che mostra come avviene la trasformazione indotta dal carico e le tensioni di trasformazione diretta B2 – B19' ($\sigma_S^{AM}, \sigma_f^{AM}$) e di trasformazione inversa ($\sigma_S^{MA}, \sigma_f^{MA}$) [10].

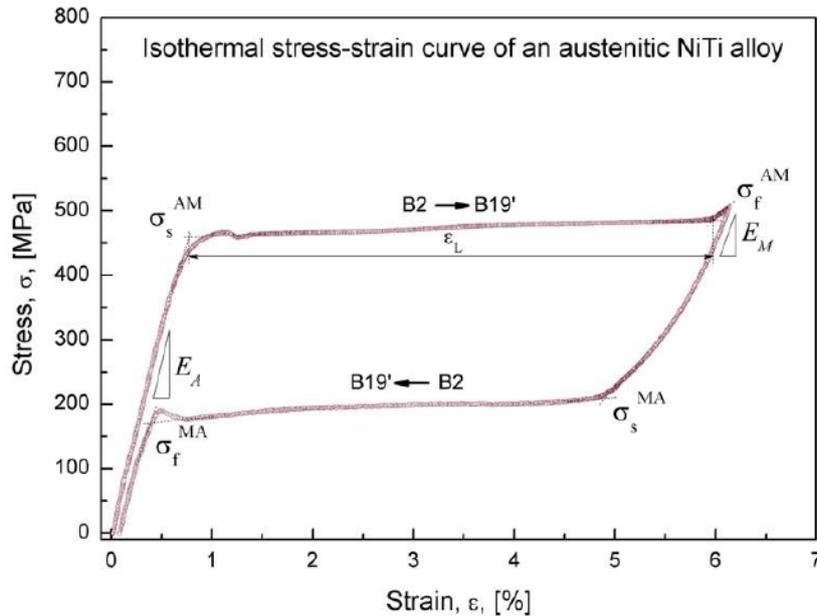


Figura 2.8: Curva tensione-deformazione di una lega NiTi austenitica, ed effetto della trasformazione martensitica indotta da tensione [10].

2.3.4 Martensite indotta termicamente e fase R

Quando la struttura austenitica viene raffreddata, si verifica la trasformazione martensitica indotta termicamente (B2 – B19') in un intervallo compreso tra la temperatura di inizio trasformazione (M_s) e la temperatura di fine trasformazione (M_f). Quando la struttura martensitica viene riscaldata, si verifica la trasformazione inversa (B19' – B2) nell'intervallo compreso tra la temperatura di inizio trasformazione (A_s) e la temperatura di fine trasformazione (A_f). Le temperature caratteristiche delle trasformazioni di fase possono essere considerate come parametri del materiale che dipendono dalla composizione della lega e dalle condizioni termomeccaniche dei processi cui il materiale viene sottoposto e possono essere determinate tramite l'analisi di calorimetria a scansione differenziale (DSC) ottenendo un diagramma come illustrato in figura 2.9. Durante la trasformazione dalla fase austenitica alla fase martensitica (B2 – B19') può interpersi il passaggio attraverso una struttura romboedrica (fase R) visibile in figura 2.9. In particolare la trasformazione che prevede il passaggio attraverso la fase R (B2 – R) si verifica durante la fase di raffreddamento della fase austenitica prima dell'inizio della trasformazione della martensite nella seguente sequenza B2 – R –

B19'[10]. Va notato che la trasformazione B2 – R si verifica solamente in specifiche condizioni di lavorazione della lega [11].

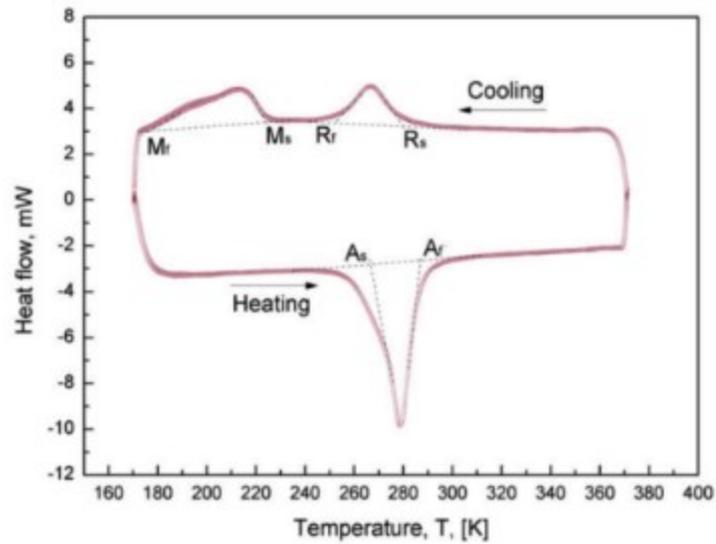


Figura 2.9: Calorimetria a scansione differenziale di una lega NiTi e presenza della fase R [10].

2.3.5 Memoria di forma ad una via

L'effetto di memoria di forma di forma è la capacità del materiale di “memorizzare” una determinata geometria alle basse temperature ($T < M_f$) e di recuperarla in maniera spontanea dopo essere stato deformato meccanicamente.

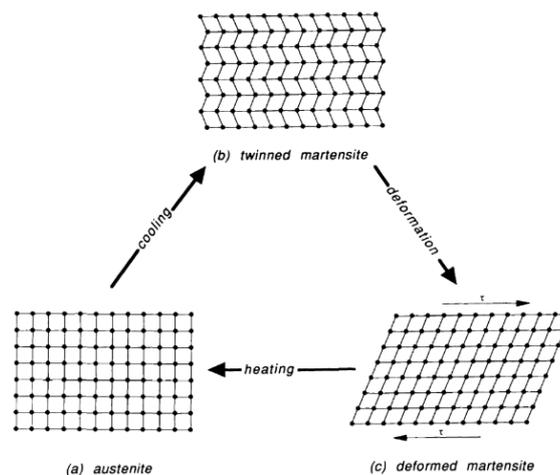


Figura 2.10: Schema rappresentativo delle variazioni microstrutturali nel processo di memoria di forma [2]

Questa caratteristica è legata alle dinamiche della trasformazione martensitica termoelastica e alla combinazione di due meccanismi microstrutturali riportati in figura 2.10: degeminazione della martensite (detwinning) e la trasformazione indotta termicamente dalla fase martensitica alla fase austenitica a seguito di un aumento della temperatura [10].

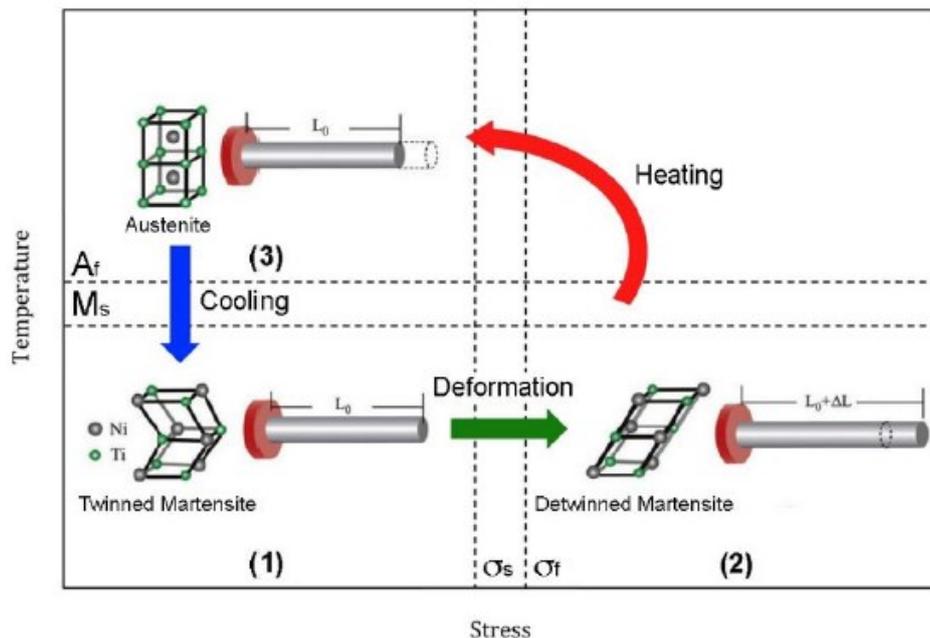


Figura 2.11: Rappresentazione schematica della trasformazione di fase [10].

La figura 2.11 riporta una schematizzazione dell'effetto di memoria di forma. Quando il campione viene raffreddato dalla temperatura A_f alla temperatura M_f non vi è alcun cambiamento di forma (3-1). Quando invece il campione viene deformato alla temperatura M_f mantiene la configurazione deformata (1-2) fino a che non viene scaldato, ed il recupero inizia alla temperatura A_s fino ad A_f ovvero quando il materiale inizia il passaggio da fase martensitica a fase austenitica (2-3). Quando alla temperatura A_f tutta la deformazione viene recuperata anche se il campione venisse raffreddato al di sotto della temperatura M_f non vi sarebbe alcuna variazione della geometria e la memoria di forma può essere riattivata solamente deformando nuovamente il provino. Questo comportamento del materiale è definito memoria di forma ad una via in quanto viene "memorizzata" solo la forma ad alta temperatura ($T > A_f$) [2].

Un esempio molto intuitivo dell'applicazione della memoria di forma ad una via è riportato in figura 2.12.

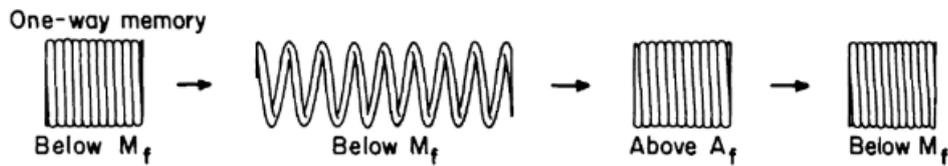


Figura 2.12: Effetto di memoria di forma ad una via [2].

2.3.6 Memoria di forma a due vie

Alcune leghe a memoria di forma sono in grado di variare la loro geometria anche durante il raffreddamento e questo effetto viene definito come memoria di forma a 2 vie [2]. Queste leghe, infatti, sono in grado di ricordare una forma legata alla struttura martensitica (forma fredda) ed una legata alla struttura austenitica (forma calda). Durante ripetuti cicli di riscaldamento e raffreddamento, infatti, il materiale è in grado di cambiare la sua forma generando una deformazione in modo reversibile seguendo un ciclo di isteresi come illustrato in figura 2.13.

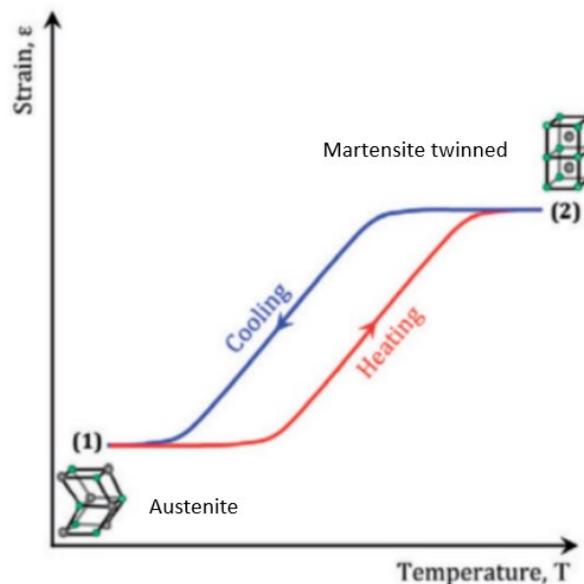


Figura 2.13: Rappresentazione schematica della memoria di forma a due vie attraverso il ciclo termico [10].

Un esempio dell'applicazione della memoria di forma a due vie viene riportato in figura 2.14.

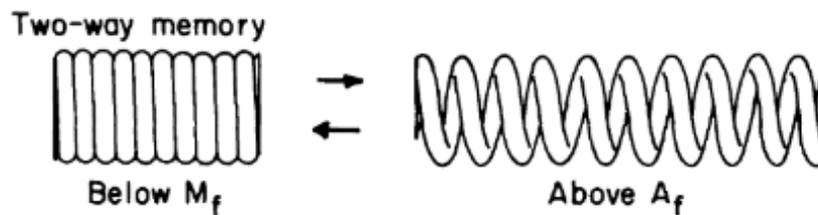


Figura 2.14: Effetto di memoria di forma a due vie [2]

Va notato che la memoria di forma a due vie può essere indotta tramite apposite procedure termomeccaniche dette di allenamento del materiale (training). Solitamente consistono in deformazioni e trasformazioni ripetute tra la fase austenitica e martensitica. Questo processo termomeccanico produce dislocazioni nella struttura e crea un campo di tensioni anisotropo che favorisce la formazione di varianti martensitiche orientate in maniera preferenziale le quali determinano un cambiamento della forma macroscopico durante le transizioni di fase dovute alla temperatura [12].

2.3.7 Superelasticità

Nelle leghe a memoria di forma normalmente la fase martensitica si forma al di sotto della temperatura M_f , ma se a temperature maggiori di A_f al campione viene applicato un carico che genera una tensione sul materiale, è possibile ottenere la fase martensitica indotta da tensione, attraverso i meccanismi esposti al paragrafo 2.3.3. L'effetto della superelasticità nelle leghe a memoria di forma consiste nell'elevata capacità del materiale di recuperare la deformazione (maggiore del 12 %) causata da cicli di carico e scarico eseguiti ad una temperatura $T > A_f$ cioè quando la lega è in fase austenitica. Questa proprietà è legata in modo diretto alla trasformazione martensitica indotta da tensione [2].

In figura 2.15 viene rappresentato un esempio dell'effetto di superelasticità in cui applicando un carico il materiale si deforma passando dalla struttura B2 (austenitica) alla

struttura B19' (martensite degeminata). Alla rimozione del carico si verifica in maniera spontanea la trasformazione opposta B19' – B2 ed il materiale recupera la sua forma iniziale. I due plateau di figura 2.15 b) rappresentano le due transizioni di fase dovute all'applicazione del carico e allo scarico.

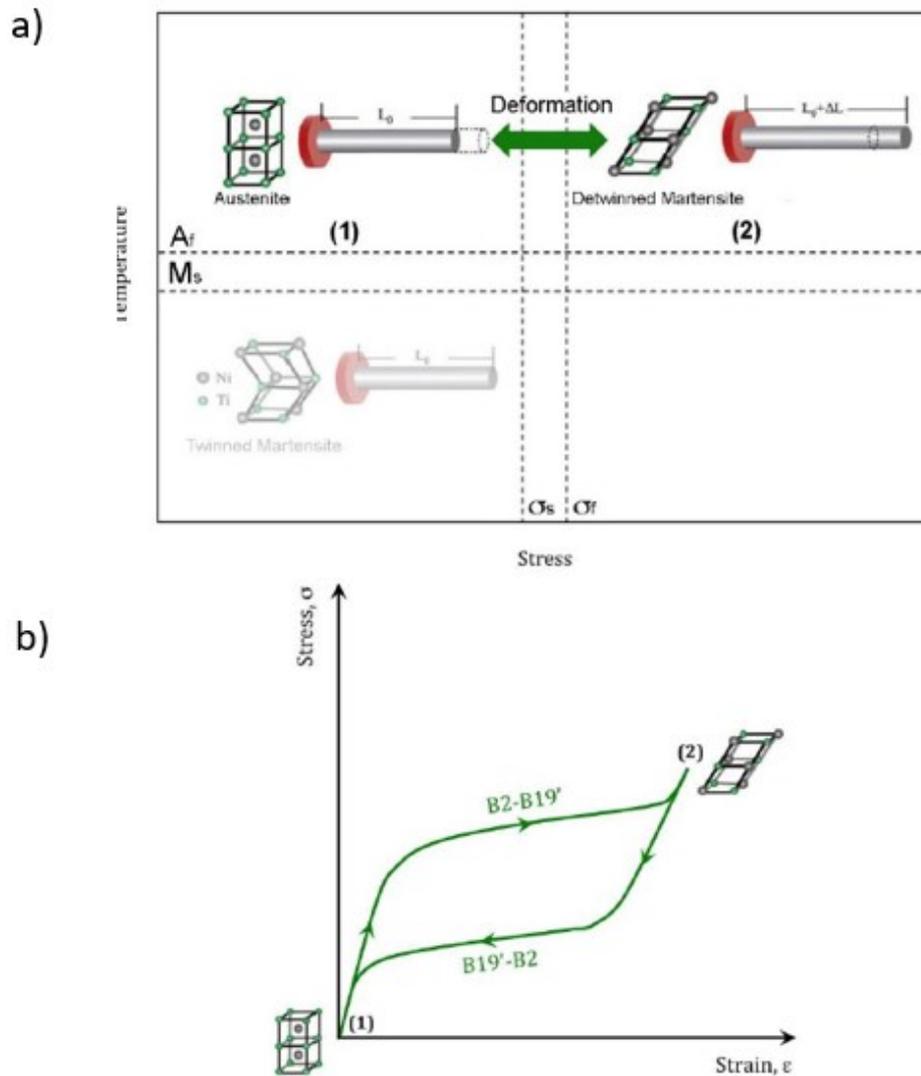


Figura 2.15: Rappresentazione schematica dell'effetto di superelasticità: trasformazione di fase indotta da tensione a); grafico tensione-deformazione correlato b) [10].

2.4 La lega Nitinol

Le leghe a memoria di forma basate su nichel e titanio hanno al giorno d'oggi fornito le migliori proprietà termomeccaniche, sono infatti le più studiate in ambito scientifico e trovano molte applicazioni in ambito commerciale. Il Nitinol presenta oltre alle caratteristiche uniche elencate nei paragrafi precedenti anche l'importante caratteristica di possedere un buon intervallo di solubilità sia per il nichel che per il titanio in eccesso. Questa caratteristica non si limita ai singoli elementi Ni, Ti, ma possono essere presenti in lega altri elementi che modificano le proprietà meccaniche della lega e le sue temperature di trasformazione e tra i più comuni si trovano ferro e cromo. Possono essere presenti anche elementi contaminanti che degradano le proprietà del materiale come ossigeno e carbonio e devono essere minimizzati durante i processi di produzione.

Nelle leghe NiTi più comuni è solitamente presente un eccesso di nichel che abbassa di molto le temperature di trasformazione ($A_f < T_{amb}$) e aumenta la tensione di snervamento della fase austenitica a temperatura ambiente, mentre un eccesso di Ti è presente quando si vuole ottenere la proprietà di memoria di forma a temperatura ambiente. Le principali proprietà fisiche e termomeccaniche di una lega Nitinol equi atomica vengono riportate in tabella 2.1:

Modulo di Young (austenite)	75 GPa
Modulo di Young (martensite)	28 GPa
Tensione di snervamento (austenite)	195÷690 MPa
Tensione di snervamento (martensite)	70÷140 Mpa
Tensione di rottura	750÷960 MPa
Temperature di trasformazione	Da -200 fino 110 °C
Densità	6,45 g/cm ³
Temperatura di fusione	1300 °C

Tabella 2.1: Principali proprietà di una lega NiTi equi atomica [13].

Il Nitinol è un composto intermetallico ordinato che esiste come fase stabile fino alla temperatura ambiente. Tuttavia, alle basse temperature presenta un intervallo

stechiometrico molto ristretto, com'è possibile notare dal diagramma di fase in figura 2.16.

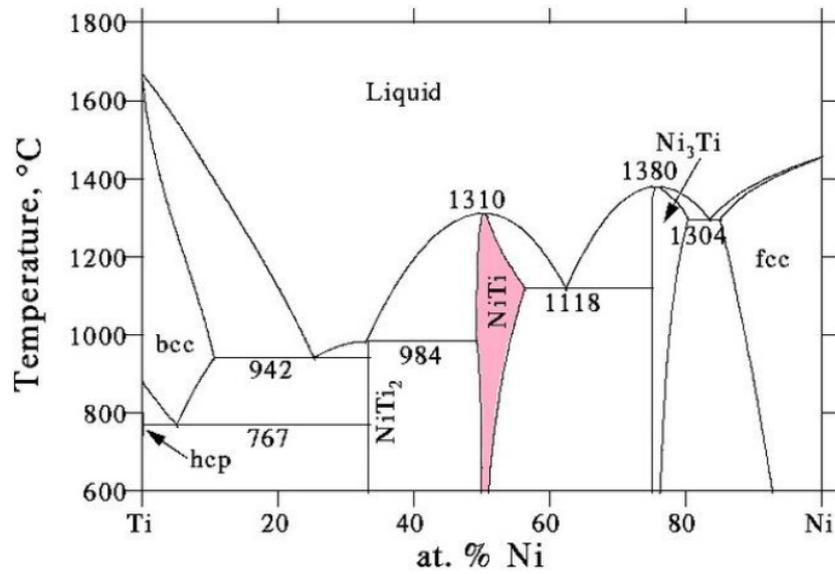


Figura 2.16: Diagramma di fase Ni – Ti [14].

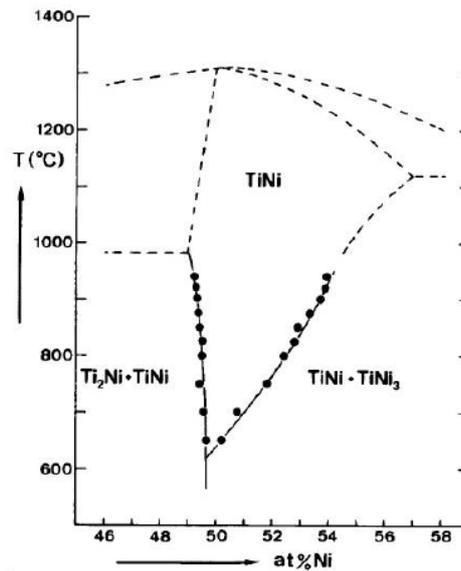


Figura 2.17: Diagramma di equilibrio di fase in prossimità di TiNi [15]

A temperatura ambiente, infatti, possono esistere leghe ricche in Nichel o ricche in Titanio che contengono precipitati di seconde fasi intermetalliche diversi come $TiNi_3$ o Ti_2Ni che influenzano in modo differente le proprietà termo meccaniche della lega.

La composizione tipica è quella equi atomica ed è ben noto che il contenuto di nichel influenza profondamente le sue caratteristiche; molti studi condotti affermano che un cambiamento, anche molto ridotto, della composizione può manifestarsi in una significativa variazione delle temperature di trasformazione. In particolare, è stato riscontrato un calo delle temperature di trasformazione derivante da un aumento della concentrazione di nichel [2]. Il diagramma di figura 2.18 ottenuto da Melton e i suoi collaboratori [16] mostra la dipendenza della temperatura M_s al variare del contenuto atomico di nichel.

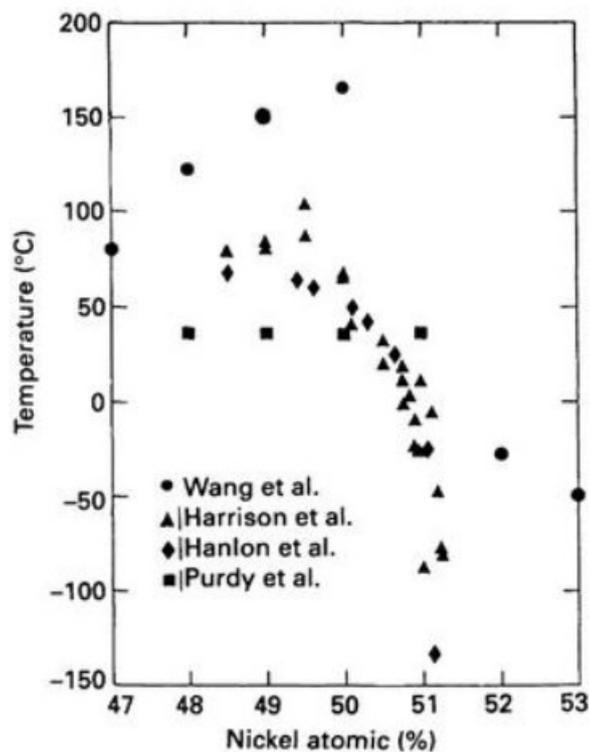


Figura 2.18: Variazione della temperatura M_s in funzione della percentuale atomica di Nichel [16].

Uno studio condotto da Russel, invece, indaga la correlazione tra la composizione chimica del Nitinol e la temperatura A_f di fine trasformazione austenitica. Questa temperatura è considerata una delle più significative per le leghe NiTi, poiché determina

il limite tra il comportamento di memoria di forma e la superelasticità. Come si può notare dal grafico in figura 2.19, una variazione pari al 1% della composizione chimica può far variare di 100 °C la temperatura A_f .

Tuttavia molte applicazioni richiedono un controllo delle temperature di trasformazione all'interno di ± 5 °C, come nei casi biomedicali, il che significa un controllo della composizione pari a $\pm 0,05\%$ [17].

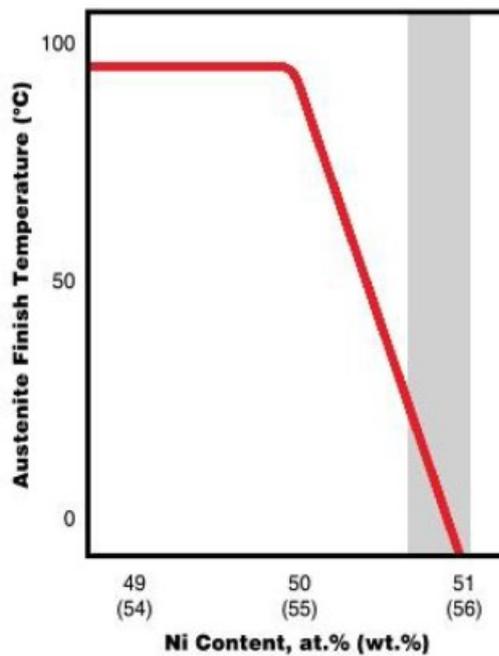


Figura 2.19: Effetto della percentuale atomica di Nichel sulla variazione della temperatura A_f [17].

CAPITOLO 3

PROGETTAZIONE, REALIZZAZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI PROVINI DI NITINOL

3.1 Vincoli di progetto

La scelta della geometria dei provini utilizzati durante le prove statiche si è basata su molteplici fattori:

- Vincoli dettati dalle normative di riferimento
- Limiti dovuti alle caratteristiche delle macchine utilizzate per le prove assiali
- Limite dovuto al tornio utilizzato per le lavorazioni meccaniche
- Limite della macchina utilizzata per la stampa 3D

Il primo vincolo è dettato dalla normativa ASTM E8/E8M – 22 [18] che fornisce, oltre alle linee guida per il corretto svolgimento della prova di trazione uniassiale su materiali metallici, anche le geometrie dei provini utilizzabili definendo: quota del tratto utile, lunghezza consigliata del tratto di afferraggio, spessore nel caso di provini piatti e diametri (del tratto utile e degli afferraggi) nel caso di provini a sezione circolare.

Il secondo limite è posto dalle macchine a disposizione nei laboratori dell'Università degli studi di Padova ed utilizzate per svolgere le prove statiche uniassiali. La prima macchina, utilizzata per la prova di trazione statica definita nella normativa ASTM F2516 - 22 [19] è la MTS Mini Bionix II presente nel laboratorio di Padova e dotata di un sistema di afferraggio provini a griffe idrauliche in grado di serrare provini a sezione circolare con diametro compreso tra 8.9 mm e d 11.9 mm che limitano le possibili geometrie del provino. La scelta del corretto diametro del tratto degli afferraggi garantisce la corretta esecuzione della prova evitando slittamenti all'interfaccia tra provino e griffa che possono compromettere i risultati della prova. La seconda macchina è la MTS 647 Hydraulic Wedge Grip anch'essa presente nei laboratori di Padova ed utilizzata per svolgere le prove uniassiali definite nelle normative ASTM E3097 [20] e ASTM E3098 [21]. In questo caso le prove devono essere svolte all'interno della camera climatica MTS 651 necessaria per la regolazione ed il controllo della temperatura del

provino fondamentale ad attivare la trasformazione martensitica termoelastica del materiale. Il provino deve dunque essere afferrato all'interno della camera che presenta all'estremità superiore ed inferiore due aperture circolari di diametro 32mm non sufficienti al passaggio delle griffe della macchina. È necessario quindi l'impiego di due prolunghe composte da uno stelo di diametro 30mm e due flange su cui sono fissate due griffe filettate appositamente progettate allo scopo. In questo caso sarà dunque necessario utilizzare provini filettati in modo che possano essere avvitati e serrati nelle apposite griffe.

Il terzo limite si pone durante la tornitura del tratto utile del provino necessaria a garantirne la corretta geometria come indicato nella normativa di riferimento ASTM E8/E8M-22 [18]. Durante la tornitura, infatti, è necessario avere un provino con quota di ingombro totale che ne consenta il corretto afferraggio nel mandrino ed eviti collisioni tra utensile e mandrino stesso. È necessario quindi garantire almeno 20mm di afferraggio all'interno delle griffe del mandrino per scongiurare vibrazioni e disassamenti del provino durante la tornitura e almeno 3mm di sicurezza tra la posizione dell'utensile e la parte più sporgente del mandrino ovvero le griffe autocentranti.

Il quarto limite è posto dalla stampante 3D che vincola la quota di ingombro massima del provino. Infatti, la corsa della platform sulla quale vengono stampati i provini Z_{\max} (quota ad inizio stampa) - Z_{\min} (quota a fine stampa) è pari a 87mm e tiene conto sia della corsa massima del cilindro di costruzione sia dell'altezza della platform fissata sulla sommità del cilindro. Un aumento della quota massima stampabile da 87 mm a 92 mm è possibile sostituendo la platform con una modificata di spessore inferiore di 5 mm.

Considerando i vincoli e limiti sopra citati sono state definite due tipologie differenti di provino dedicati alle diverse tipologie di prove statiche e per semplicità, verranno indicati di seguito come provino 1 e provino 2.

3.2 Progettazione dei provini

3.2.1 Geometria provino 1

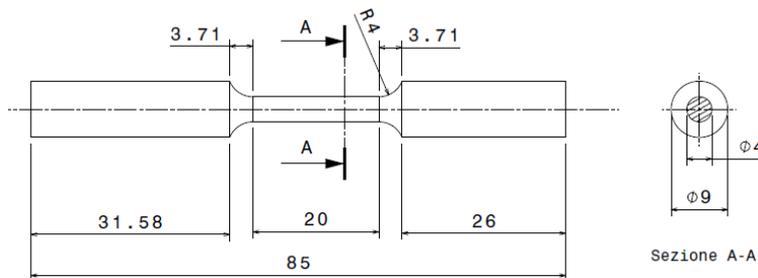


Figura 3.1: Schema quotato provino 1.

Il provino 1 (figura 3.1) è stato progettato per la prova di trazione uniassiale definita nella ASTM F2516. È a sezione circolare e rispetta le specifiche indicate nella normativa ASTM E8. Viene indicato, a pagina 9 della stessa, come “specimen 4” nella categoria “*small-size specimens proportional to standard*”. I riferimenti geometrici sono riportati in figura 3.2 ed i rispettivi valori dei parametri in tabella 3.1.

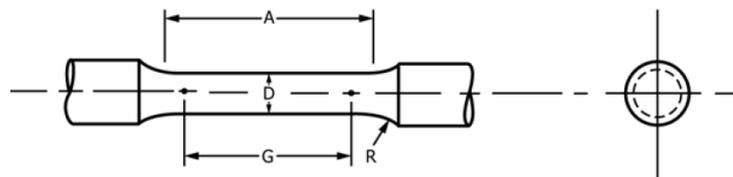


Figura 3.2: Schema di riferimento provino a sezione circolare secondo ASTM E8/E8M [18].

Provino 1			
Dimensioni mm			
Lunghezza tratto calibrato - G	Diametro - D	Raggio di raccordo - R	Lunghezza sezione ridotta - A
16 ± 0.1	4 ± 0.1	4	20
Provino standard			
Dimensioni mm			
Lunghezza tratto calibrato - G	Diametro - D	Raggio di raccordo - R	Lunghezza sezione ridotta - A
50 ± 0.1	12.5 ± 0.2	10	56
36 ± 0.1	9 ± 0.1	8	45

Tabella 3.1: Quote provino 1 e quote provino standard secondo normativa ASTM E8/E8M [18].

Il rapporto tra la lunghezza e il diametro del tratto calibrato deve essere $G/D = 4$ secondo la E8 (seguendo la E8M il rapporto è pari a $G/D = 5$). La sezione ridotta A, può presentare una rastremazione delle estremità verso il centro, con le estremità di diametro non superiore all'1% rispetto al centro. Se necessario la quota della sezione ridotta può essere aumentata per consentire l'applicazione di un estensometro di dimensioni maggiori. I tratti del provino dedicati all'afferraggio non presentano vincoli dimensionali o geometrici purchè venga rispettato il raggio di raccordo che li congiunge alla sezione ridotta e consentano l'applicazione di un carico assiale durante la prova.

3.2.2 Geometria provino 2

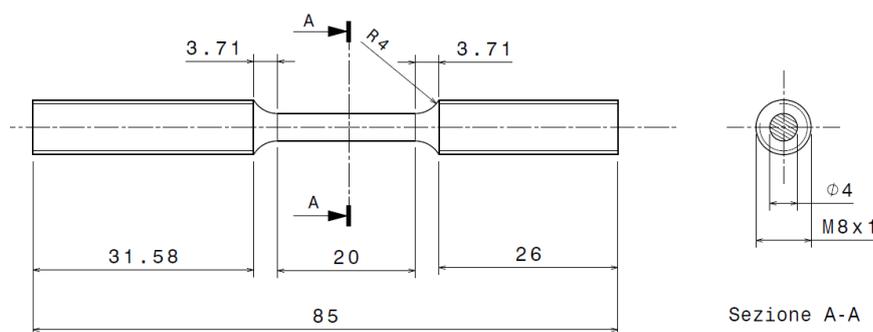


Figura 3.3: Schema quotato provino 2.

Il provino 2 è stato progettato per le prove uniassiali secondo E3097, E3098. La prima prevede un ciclo termico del materiale con un carico costante applicato, la seconda, invece, prevede una pre-deformazione a velocità costante ed un successivo ciclo termico a carico costante. La geometria e le quote del provino 2, riportate in figura 3.3, corrispondono a quelle del provino 1 e rispettano allo stesso modo la normativa ASTM E8. Utilizzare la stessa geometria ha permesso ottimizzare la catena di processo produttivo che comprende stampa 3D, trattamento termico e tornitura. L'unica differenza rispetto la geometria del provino 1 sono i tratti di afferraggio che in questo caso, sono filettati con passo metrico fine M8x1 e permettono di avvitare e fissare il provino all'interno della camera climatica tramite le griffe appositamente progettate.

3.3 Polveri NiTi

Le polveri di Ni_{50.1}Ti_{49.9} sono il materiale di partenza utilizzato per la realizzazione dei campioni da cui sono stati torniti i provini. Si tratta di polveri sferiche pre-legate in cui è presente il 50.1% di Nickel ed il 49,9% di Titanio in peso atomico. Sono state fornite dalla ditta ECKART TLS TM e prodotte tramite fusione di lingotti e successiva atomizzazione tramite flusso di gas inerte. La dimensione delle singole particelle varia tra 15 μm e 45 μm particolarmente adatte ai processi di stampa 3D, mentre il livello di impurità dovuto al processo di produzione riportato nel datasheet viene illustrato nella tabella 3.2.

Composizione chimica	Carbonio C (wt%)	Ossigeno O (wt%)	Azoto N (wt%)
Ni _{50.1} Ti _{49.9}	0,005	0,028	0,001

Tabella 3.2: Livello di impurità delle polveri di Nitinol.

3.4 Stampa 3D

I provini sono stati realizzati a partire dalle polveri di Nitinol mediante l'utilizzo della tecnologia Laser Powder Bed Fusion (LPBF) che utilizza un laser a fibre ottiche per fondere le particelle di materiale in un'area ben definita costruendo layer dopo layer la geometria del campione. Il processo di stampa prevede l'utilizzo della macchina Sisma MYSINTTM 100 (figura 3.6) ed ha inizio mediante la definizione del modello CAD 3D dei componenti che si intendono realizzare che viene importato all'interno di un software dedicato dove è possibile impostare i parametri di stampa tra cui:

- P : potenza del Laser (W)
- V : velocità di scansione V (mm/s)
- h_s : distanza di passata (mm)
- t : Spessore del layer (mm)
- Strategia di scansione

Inoltre, il software permette di generare in maniera automatica o personalizzata i supporti che collegano la base dei campioni alla platform, fondamentali per lo smaltimento del calore e il sostegno durante il processo di stampa. Successivamente è possibile riempire con le polveri di Nitinol il cilindro di alimentazione e procedere con l'immissione di gas Argon all'interno della camera della macchina per rendere l'atmosfera di lavoro inerte durante il processo di stampaggio evitando ossidazioni nelle zone di fusione del laser; la percentuale di ossigeno deve essere <200 ppm prima dell'avvio della stampa. Al termine del processo il cilindro di costruzione viene completamente sollevato ed i campioni separati dalla platform.

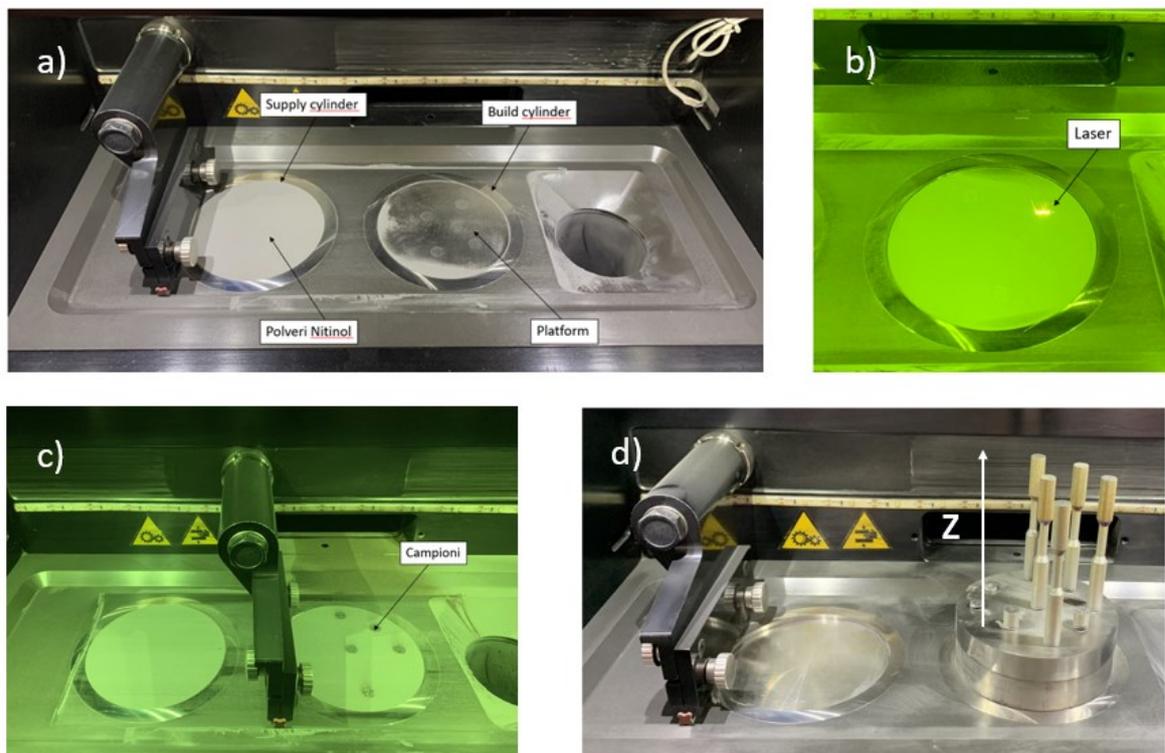


Figura 3.4: Camera di lavoro della stampante MYSINT™ 100 durante la stampa 3D dei provini di Nitinol. Fase di riempimento del cilindro di alimentazione con polveri di Nitinol (a), fase di avvio della stampa (b), fase di applicazione di un layer di polveri con spessore 25 μm (c), termine della stampa e sollevamento del cilindro di costruzione per estrazione dei campioni di Nitinol (d).

I parametri di stampa utilizzati in questo lavoro e riassunti in tabella 3.3 sono stati ottimizzati in precedenza in uno studio condotto da Khademzadeh et al. [22] e permettono di ottenere un'elevata densità dei campioni di Nitinol.

	Potenza P [W]	Velocità di scansione V [mm/s]	Distanza di passata h _s [mm]	Spessore del layer t [mm]	Densità di energia E [J/mm ³]
Supporto	49	437	-	0.025	-
Campione	70	1100	0.06	0.025	42.42

Tabella 3.3: Parametri di stampa 3D ottimizzati [10].

La strategia di scansione del laser utilizzata è di tipo a scacchiera e permette di ottenere un duplice vantaggio: superficie del layer fuso uniforme ed una distribuzione omogenea delle tensioni residue al termine del processo di stampa. I campioni hanno un'altezza complessiva di 87 mm (85 mm + 3 mm di supporto) e vengono costruiti con l'asse parallelo alla direzione Z. Sono di due tipologie: il primo di forma cilindrica $d=9$ mm, il secondo a sezione variabile $d_{\max}=9$ mm, $d_{\min}=5.2$ mm, con geometria simile a quella dei provini finiti ed un sovrametallo pari a 0,6 mm (sul raggio) nel tratto a sezione ridotta necessario per la successiva operazione di tornitura. I campioni cilindrici (figura 3.5 a) servono per la realizzazione dei provini nelle condizioni "as-built" e in questo caso la geometria scelta impedisce l'accumulo di gradienti termici e conseguenti stress residui in zone come spigoli o raggi di raccordo.

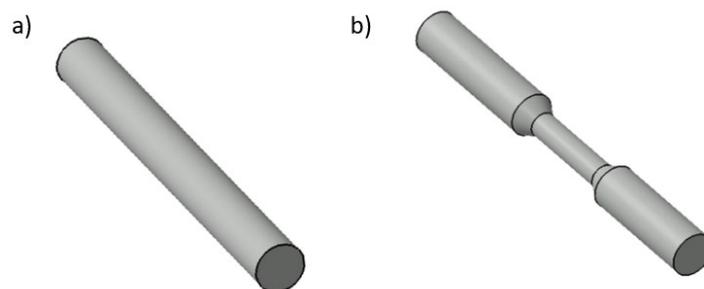


Figura 3.5: Geometria dei campioni utilizzata per il processo di stampa 3D. a) campione a geometria cilindrica ($d=9$ mm); b) campione con sezione variabile ($d_{\max}=9$ mm, $d_{\min}=5.2$ mm).

I campioni a sezione variabile (figura 3.5 b) servono per la realizzazione dei provini che verranno in seguito trattati termicamente. Il trattamento termico, infatti, permette di eliminare eventuali tensioni residue nella zona dello smusso e la sezione variabile agevola la tornitura sia in termini di tempo che di usura utensile.

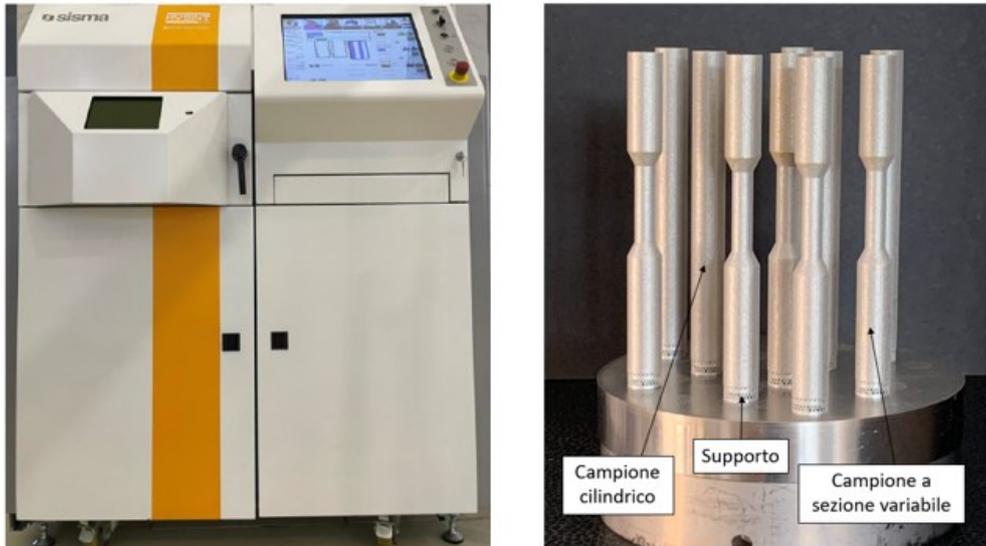


Figura 3.6: Stampante 3D Sisma MYSINTM 100, campioni di Nitinol cilindrici e a sezione variabile al termine della stampa

3.5 Trattamento termico

I campioni di Nitinol sono stati trattati termicamente utilizzando il forno *Carbolite GeroTM CWF 1200* (figura 3.7) presente nel laboratorio Te.Si. di Rovigo. È composto da una camera rettangolare, dove vengono posizionati i campioni, riscaldata da due resistenze elettriche all'interno della quale è possibile insufflare gas Argon, tramite un apposito condotto comandato da un'elettrovalvola, per rendere l'atmosfera di lavoro inerte durante i trattamenti termici ad elevata temperatura, scongiurando l'ossidazione superficiale dei campioni.

La portata di Argon ottimale varia tra i 5 e 7 l/min.

La temperatura all'interno della camera viene monitorata da una termocoppia inserita nella parte frontale, che misura la temperatura nella zona in cui vengono posti i campioni.

Prima di inserire i campioni all'interno della camera, è necessario attendere che la temperatura all'interno raggiunga i 50 °C oltre il target previsto per il trattamento termico. Una temperatura iniziale più elevata della camera permette di compensare la deriva termica del forno quando viene aperta per inserire all'interno i campioni. Questi vengono disposti orizzontalmente con l'utilizzo di una pinza, facendo attenzione a non creare zone di contatto tra due o più campioni per assicurare l'omogeneità e l'efficacia del trattamento.

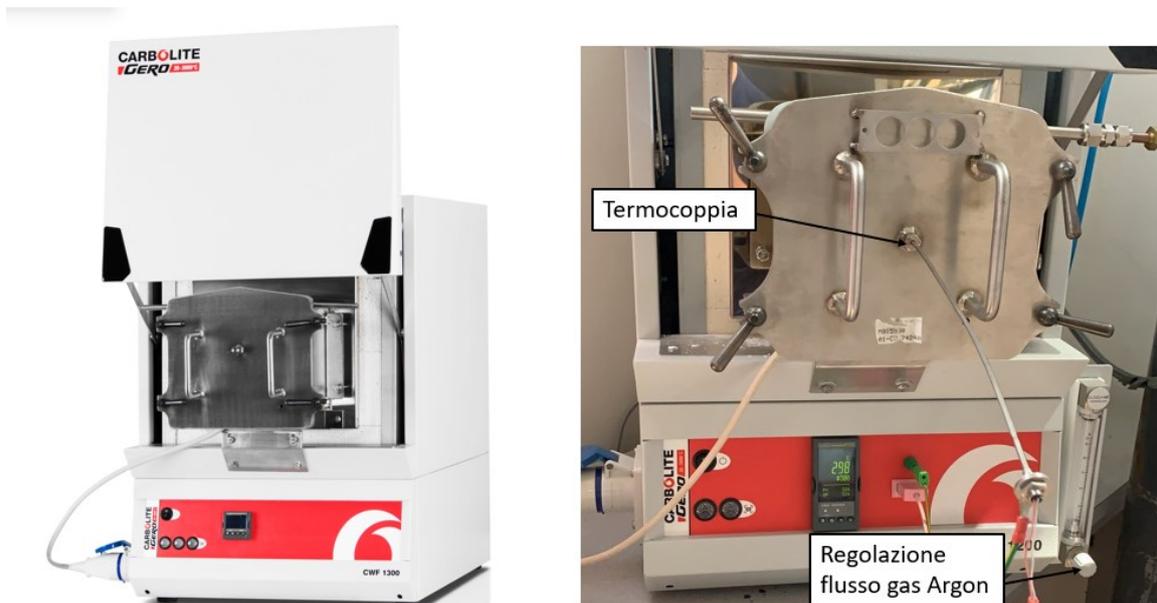


Figura 3.7: Forn Carbolite Gero™ CWF 1200 utilizzato per eseguire i trattamenti.

I trattamenti termici eseguiti vengono indicati con le sigle T3 e T6 ed entrambi prevedono due fasi:

1. Trattamento termico di solubilizzazione (comune per T3 e T6)
2. Trattamento termico di invecchiamento (differenti temperature per T3 e T6)

La solubilizzazione consiste nel riscaldamento e mantenimento dei campioni di Nitinol a 1060 °C per 60 minuti (figura 3.8) e successivo rapido raffreddamento in acqua. La temperatura elevata permette di disciogliere le fasi secondarie che si formano durante il processo di stampa 3D e di ridurre l'effetto delle tensioni residue che si generano nei campioni a seguito degli elevati gradienti termici cui sono sottoposti. Il trattamento

termico di invecchiamento, invece, consiste in una fase di riscaldamento e mantenimento dei campioni ad una temperatura di 300 °C (nel caso T3) e di 600 °C (nel caso T6) per 3 ore e una successiva fase di raffreddamento lento in aria che consente la precipitazione di seconde fasi all'interno della struttura cristallina del materiale con lo scopo di modificare la risposta termomeccanica dello stesso. La diversa temperatura impostata per il trattamento termico di invecchiamento dei campioni consente di ottenere la precipitazione di seconde fasi con proprietà differenti.

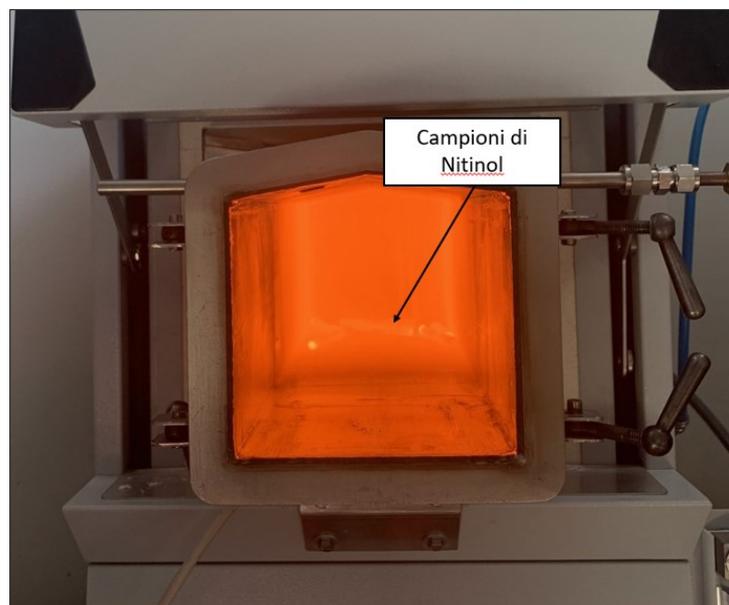


Figura 3.8: Campioni di Nitinol durante il trattamento di solubilizzazione a 1060 °C.

I parametri utilizzati durante i diversi trattamenti termici vengono riassunti nelle tabelle sottostanti:

Solubilizzazione			
Temperatura	Durata	Atmosfera inerte	Raffreddamento
[°C]	[min]	Argon	
1060	60	necessaria	acqua

Tabella 3.4: Parametri utilizzati per il trattamento termico di solubilizzazione.

Invecchiamento T3			
Temperatura	Durata	Atmosfera inerte	Raffreddamento
[°C]	[min]	Argon	
300	180	non utilizzata	acqua

Tabella 3.5: Parametri utilizzati per trattamento termico di invecchiamento a 300 °C

Invecchiamento T6			
Temperatura	Durata	Atmosfera inerte	Raffreddamento
[°C]	[min]	Argon	
600	180	non utilizzata	acqua

Tabella 3.6: Parametri utilizzati per trattamento termico di invecchiamento a 600 °C

3.6 Tornitura

3.6.1 Scelta inserti per tornitura

Per eseguire la tornitura dei provini sono stati scelti ed utilizzati degli inserti prodotti dalla ditta *Sandvik CoromantTM*, ed il modello nello specifico è *VCET 11 03 01-UM 1115* (figura 3.9). Si tratta di inserti in metallo duro con doppio rivestimento in nitruro di alluminio e titanio (TiAlN) adatti a lavorare materiali ISO M, come ad esempio gli acciai inossidabili legati al cromo e materiali ISO S costituiti da superleghe resistenti al calore che includono le leghe fortemente legate a base titanio.



Figura 3.9: Inserto VCET 11 03 01 - UM 1115 utilizzato per la tornitura dei campioni di Nitinol montato nell'apposito porta inserti.

Le principali caratteristiche tecniche e geometriche degli inserti reperibili nel data sheet della casa produttrice *Sandvik CoromantTM* vengono riportate in tabella 3.7.

Inserto VCET 11 03 01 – UM 1115	Valore
Classificazione ISO materiale lavorabile	ISO S, ISO M
N° taglienti	2
Forma inserto	V 35 °
Lunghezza effettiva del tagliente (L)	10,97 mm
Angolo di spoglia inferiore	7°
Raggio di punta (RE)	0,1 mm
Materiale substrato	HC
Materiale rivestimento	PVD TiAlN + TiAlN

Tabella 3.7: Valori delle principali caratteristiche costruttive degli inserti VCET 11 03 01 - UM 1115. [23]

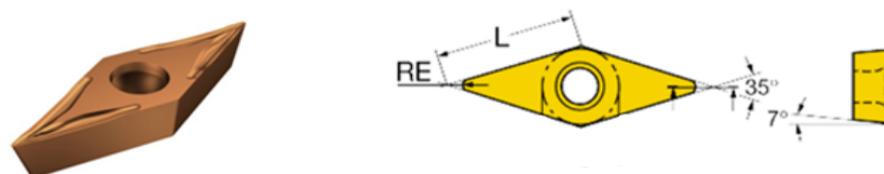


Figura 3.10: Geometria inserti VCET 11 03 01 - UM 1115. [11]

Parametri di taglio per materiali ISO S	Valore
Profondità di passata (a_p)	0,3 mm (0,1÷1)
Velocità di taglio (V)	45 m/min (-)
Avanzamento (f)	0,03 mm/giro (0,01÷0,05)

Tabella 3.8: parametri di taglio consigliati per gli inserti VCET 11 03 01 - UM 1115. [11]

Per alloggiare gli inserti è stato utilizzato il porta utensile *Sandvik Coromant™* modello *SVVBN 2020K 11-B1* visibile in figura 3.11. Grazie all'angolo di attacco di 17.5° e alla geometria che consente di collocare l'inserto in posizione centrale, è adatto alla tornitura dei raggi di raccordo di 4 mm previsti alle estremità del tratto calibrato sia dei provini utilizzati nelle prove statiche (figura 3.11).

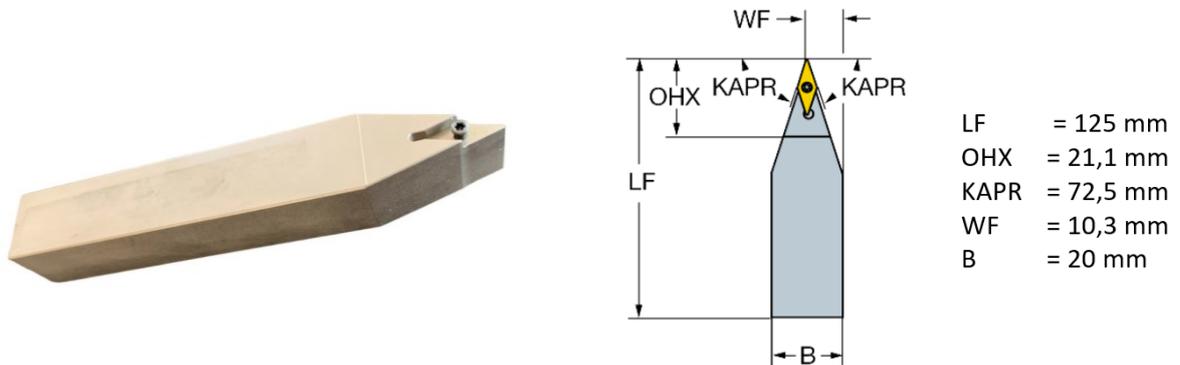


Figura 3.11: Porta utensile *Sandvic Coromant™*, modello *SVVBN 2020K 11-B1* e quote caratteristiche da datasheet [12].

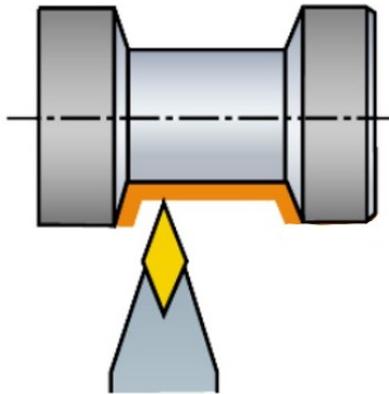


Figura 3.12: Schema di tornitura del tratto utile dei provini con l'utilizzo del porta utensile *SVVBN 2020K 11-B1* con inserto *VCET 11 03 01 - UM 1115* [24].

3.6.2 Tornitura del tratto utile

La tornitura del tratto utile dei provini è stata eseguita utilizzando il tornio a controllo numerico a due assi modello *NL1500MC/500* della ditta *DGM MORI SEIKI™* presente presso il laboratorio Te.Si. di Rovigo e raffigurato in figura 3.13. Consente di eseguire operazioni di tornitura e fresatura grazie alla torretta porta utensili che prevede ben 12 postazioni disponibili ed equipaggiabili con utensili per tornitura o frese. Tutte le operazioni eseguite sui campioni di Nitinol prevedono l'utilizzo del lubrorefrigerante ovvero, in questo caso, un'emulsione di acqua e 5% di olio sintetico che previene surriscaldamenti del pezzo e dell'inserto nella zona di taglio riducendo gli attriti e asportando calore.



Figura 3.13: Tornio a controllo numerico DGM MORI SEIKI™ modello NL1500MC/500

La geometria finale dei provini è stata ottenuta partendo dai campioni di Nitinol realizzati tramite processo di stampa 3D e prima della tornitura presentano geometrie differenti: cilindrica nel caso dei campioni destinati alla realizzazione dei provini as-built (non trattati termicamente) e a sezione variabile quelli per la realizzazione dei provini trattati termicamente (T3,T6), come riportato in figura 3.5 al paragrafo 3.3. La tornitura del

tratto utile, essendo una lavorazione da eseguire con il pezzo a sbalzo, prevede l'utilizzo della contropunta per evitare vibrazioni e flessione del provino durante la lavorazione. Per questo prima di procedere, il provino viene serrato nel mandrino autocentrante del tornio e troncato nell'estremità in cui è presente parte del supporto di stampa (figura 3.14 a). Su questa faccia del provino, utilizzando una punta da centri in metallo duro con rivestimento hard'X della ditta *MAGAFOR™* (figura 3.14 b), è stato eseguito un foro con tratto iniziale conico sul quale andrà ad innestarsi e ad applicare una forza l'estremità conica della contropunta.

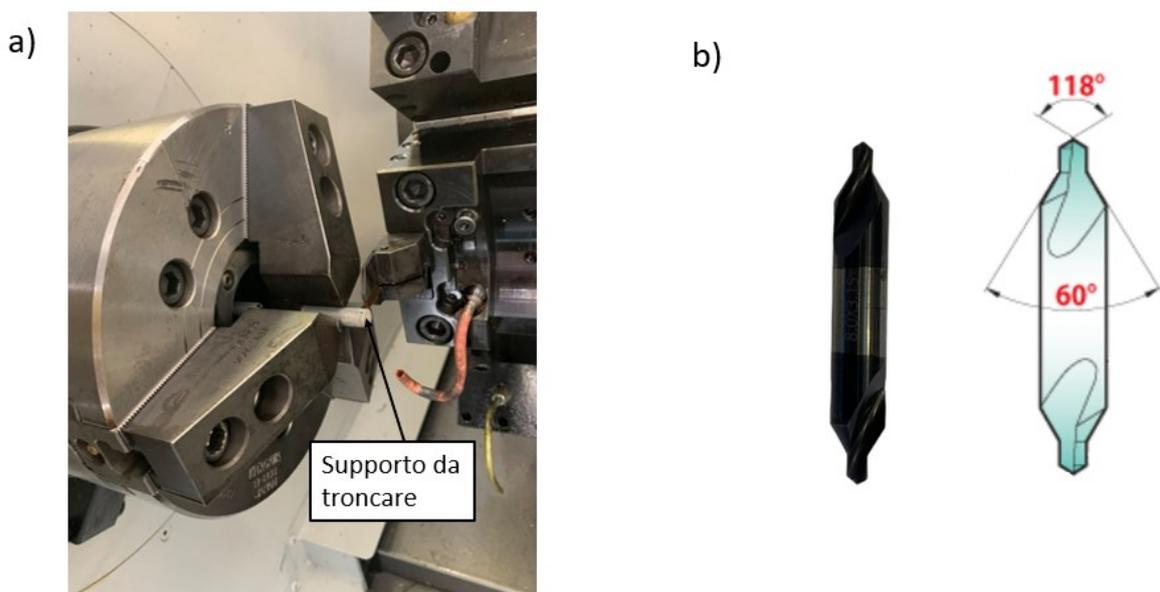


Figura 3.14: a) Operazione di troncatura del supporto di stampa 3D dei provini; b) punta da centri della ditta *MAGAFOR™* utilizzata per eseguire i fori sulla faccia dei provini .

La tornitura del tratto utile prevede tre diverse fasi:

- 1) Sgrossatura, eseguita solo su provini inizialmente cilindrici. In questa fase la profondità di passata e l'avanzamento al giro utilizzati sono più elevati rispetto le fasi successive, per rimuovere dal provino una maggior quantità di materiale riducendo i tempi di lavorazione. Il diametro del provino viene ridotto da 9 mm a 5,2 mm nella zona del tratto utile lasciando un sovrametallo di 0,6 mm sul raggio per consentire le successive lavorazioni.

- 2) Semi-finitura eseguita su tutti i provini. In questa fase si parte da provini che presentano un sovrametallo di 0,6 mm su raggio e viene eseguita una sola passata con profondità di $a_p = 0,3$ mm ed avanzamento $f = 0,03$ mm/giro.
- 3) Finitura, eseguita su tutti i provini. In questa fase si ottiene la geometria finita del provino andando a rimuovere il sovrametallo di 0,3 mm lasciato nell'operazione precedente. I parametri utilizzati sono profondità di passata $a_p = 0,3$ mm mentre l'avanzamento viene ridotto a $f = 0,02$ mm/giro per ottenere una buona finitura superficiale e una rugosità ridotta nella zona del tratto tornito.

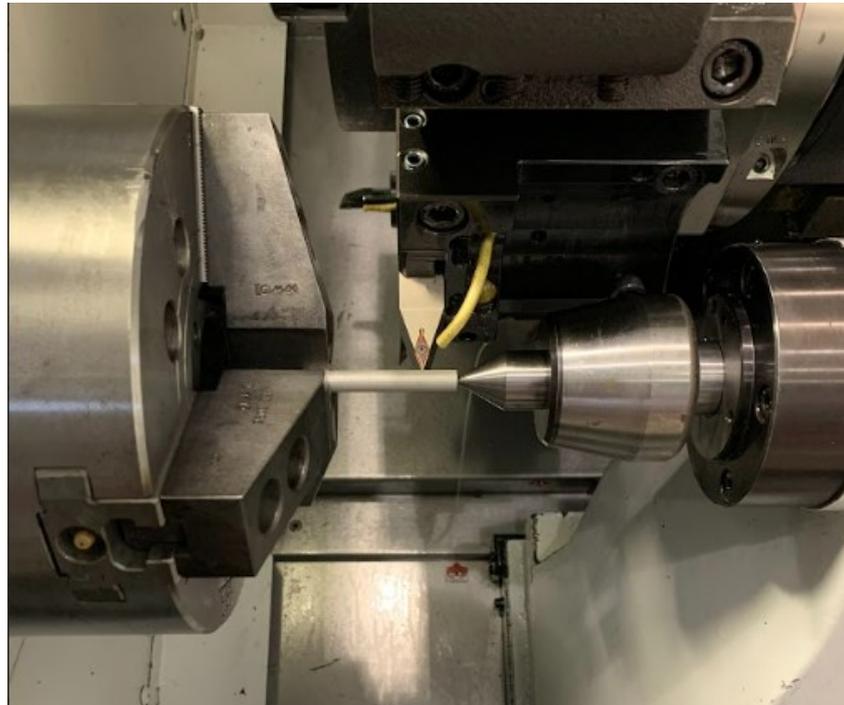


Figura 3.15: Configurazione utilizzata per l'operazione di tornitura del tratto utile dei provini.

La geometria finale dei provini ottenuti è quella riportata in figura 3.1, al paragrafo 3.2.1 ed i parametri di taglio adottati per le diverse operazioni sono quelli suggeriti dai rispettivi costruttori degli utensili utilizzati e vengono riassunti nelle seguenti tabelle :

Parametri di taglio sgrossatura	Valore
Profondità di passata	$a_p = 0,3 \text{ mm}$
Velocità di taglio	$V = 45 \text{ m/min}$
Avanzamento al giro	$f = 0,05 \text{ mm/giro}$

Tabella 3.9: Parametri di taglio utilizzati in sgrossatura

Parametri di taglio semi-finitura	Valore
Profondità di passata	$a_p = 0,3 \text{ mm}$
Velocità di taglio	$V = 45 \text{ m/min}$
Avanzamento al giro	$f = 0,03 \text{ mm/giro}$

Tabella 3.10: Parametri di taglio utilizzati in semi-finitura.

Parametri di taglio finitura	Valore
Profondità di passata	$a_p = 0,3 \text{ mm}$
Velocità di taglio	$V = 45 \text{ m/min}$
Avanzamento al giro	$f = 0,02 \text{ mm/giro}$

Tabella 3.11: Parametri di taglio utilizzati in finitura.

Parametri di taglio troncatura	Valore
Velocità di taglio	$V = 39 \text{ m/min}$
Avanzamento al giro	$f = 0,03 \text{ mm/giro}$

Tabella 3.12: Parametri di taglio utilizzati per la troncatura.

Parametri di taglio foratura	Valore
Velocità di taglio	$V = 39 \text{ m/min}$
Avanzamento al giro	$f = 0,004 \text{ mm/giro}$

Tabella 3.13: Parametri di taglio utilizzati per la foratura.

3.7 Filettatura

I provini destinati alle prove statiche che prevedono il ciclo termico hanno subito un'ulteriore lavorazione oltre la tornitura del tratto utile. Infatti, il diametro dei tratti di afferraggio è stato ridotto mediante tornitura da 9 mm a 7,8 mm per consentire la filettatura di tutto il tratto con passo metrico fine M8x1; Filettare le estremità di afferraggio dei provini è stato necessario per poterli afferrare, con le griffe appositamente progettate, all'interno della camera climatica utilizzata per regolare la temperatura del provino durante le prove

3.7.1 Scelta inserto per filettatura

Per eseguire la filettatura del tratto di afferraggio dei provini, sono stati utilizzati gli inserti prodotti dalla ditta *Sandvik CoromantTM*, ed il modello nello specifico è *266RG-16MM01F100E 1135* (figura 3.16). Si tratta di inserti in metallo duro (HC) con singolo rivestimento in nitruro di alluminio e titanio (TiAlN) adatti a lavorare materiali ISO M, come ad esempio gli acciai inossidabili legati al cromo e materiali ISO S costituiti da superleghe resistenti al calore che includono le leghe fortemente legate a base titanio, ma anche materiali ISO P che comprendono la vasta gamma degli acciai, tra cui: acciai da costruzione, acciai al carbonio e basso legati, acciai alto legati ed a levata resistenza.

Le principali caratteristiche geometriche e costruttive dell'inserto, reperibili dal catalogo online della *Sandvik CoromantTM*, vengono riportate in tabella 3.14.

Inserito 266RG-16MM01F100E 1135	Valore
Classificazione ISO materiale lavorabile	ISO S, ISO M, ISO P
N° taglienti	3
Forma della filettatura	M60
Tipo di filetto	Esterno
Passo della filettatura	1 mm
Altezza teorica della filettatura (HA)	0,75 mm
Differenza altezza filettatura (HB)	0,15 mm
Materiale substrato	HC
Materiale rivestimento	PVD TiAlN

Tabella 3.14: Valori delle principali caratteristiche costruttive degli inserti 266RG-16MM01F100E 1135 [25].

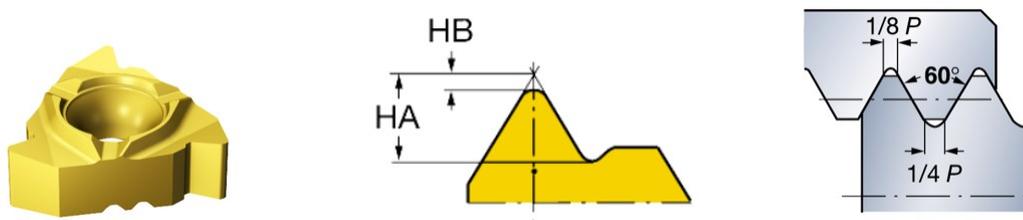


Figura 3.16: Geometria inserti 266RG-16MM01F100E 1135 [25].

Parametri di taglio per materiali ISO S	Valore
Profondità di taglio completa	0,61 mm
Numero di passate (nap)	6
Velocità di taglio (V)	15 m/min

Tabella 3.15: Parametri di taglio consigliati per inserti 266RG-16MM01F100E 1135 [25]

Per alloggiare gli inserti è stato utilizzato il porta utensile della ditta Sandvik CoromantTM modello 266RGF-2020-16 visibile in figura 3.17. Può essere utilizzato come nella configurazione in figura, oppure capovolto di 180°, per consentire l'attacco della filettatura sia da destra che da sinistra in base alle diverse esigenze di lavorazione e di ingombri del pezzo.

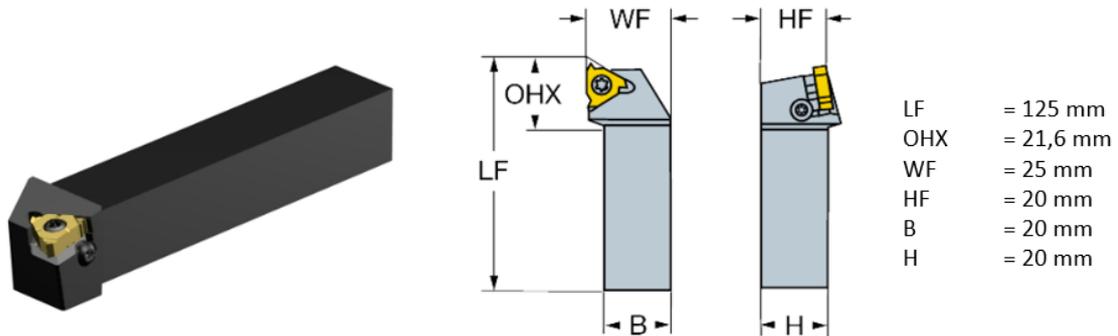


Figura 3.17: Porta utensile Sandvic CoromantTM, modello 266RGF-2020-16 e quote caratteristiche da datashet [13]

Le successive operazioni descritte sono state eseguite utilizzando il tornio a controllo numerico i cui riferimenti si trovano al paragrafo 3.6.2: il diametro degli afferraggi è stato tornito da 9 mm 7,8 mm, utilizzando i parametri di semi-finitura presenti in tabella 3.10. Il diametro di 7,8 mm è stato scelto dalle tabelle di filettatura metrica ISO fine che riportano il diametro nominale iniziale del pezzo per consentire la corretta esecuzione della filettatura i cui valori, nel caso di filettatura M8x1, vengono riportati in tabella 3.16.

FILETTATURA METRICA ISO FINE: VITE					
(dimensioni: mm)					
Ø esterno (tornitura)		Ø medio		Ø nocciolo	
Min	Max	Max	Min	Max	Min
7,974	7,794	7,324	7,212	6,747	6,563

Tabella 3.16: Parametri filettatura metrica ISO fine.

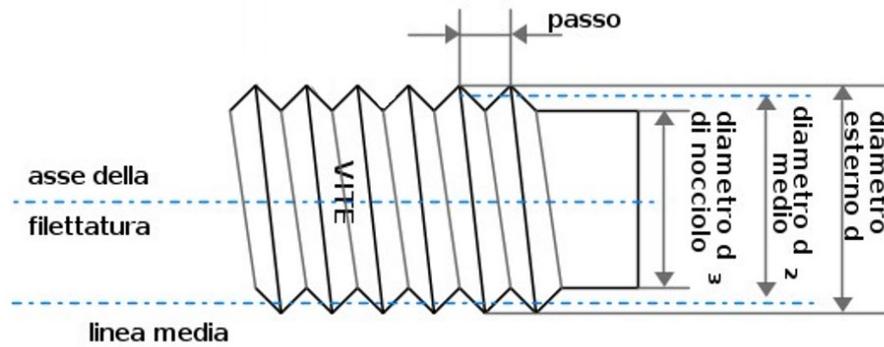


Figura 3.18: Schema rappresentativo di filettatura di una vite.

La filettatura dei tratti di afferraggio è stata eseguita utilizzando la funzione di ciclo di filettatura G76 che abilita un ciclo di filettatura in più passate in cui è possibile impostare i diversi parametri di taglio. Un esempio di utilizzo del codice G76 viene riportato in figura 3.19.

1	FUNZIONE	G76		Ciclo di filettatura in più passate
2	1° BLOCCO	P	Posit.	N° passate di finitura (da 1 a 99)
		B	Posit.	Entità dello smusso all'uscita del filetto
		C	Posit.	Angolo di spoglia dell'utensile
		Q	Posit.	Profondità min. di passata (Radiale, in millesimi)
3	2° BLOCCO	R	Est + Int -	Sovrametallo in finitura (Radiale) (mm)
		X	Posit.	Coordinata del punto relativo al diametro del nocciolo del filetto nell'asse X (mm)
		Z	?	Coordinata del punto finale del filetto nell'asse Z (mm)
		R	?	Variazione del raggio tra punto di partenza e punto di arrivo (Radiale) (mm)
		P	Posit.	Altezza (h3) del filetto (Radiale, in millesimi)
		Q	Posit.	Profondità di taglio della prima passata (radiale, in millesimi)
		F	Posit.	Passo della filettatura (mm)

Figura 3.19: Funzione di ciclo di filettatura G76.

Dovendo filettare entrambi i tratti di afferraggio del provino, quest'ultimo viene prima serrato nel mandrino autocentrante del tornio per filettare un'estremità e successivamente viene ruotato di 180° per filettare il secondo afferraggio. In questo caso non è possibile serrare l'estremità filettata direttamente nel mandrino del tornio in quanto la pressione esercitata delle griffe andrebbe a danneggiare le creste dei filetti appena realizzati. Si è dunque proceduto utilizzando una griffa filettata (utilizzata anche nelle prove statiche) per fissare il provino senza danneggiarlo durante la lavorazione. Il set-up viene illustrato

in figura 3.20. La geometria finale del provino, ottenuta dopo la filettatura degli afferraggi, è rappresentata in figura 3.3 paragrafo 3.2.2.

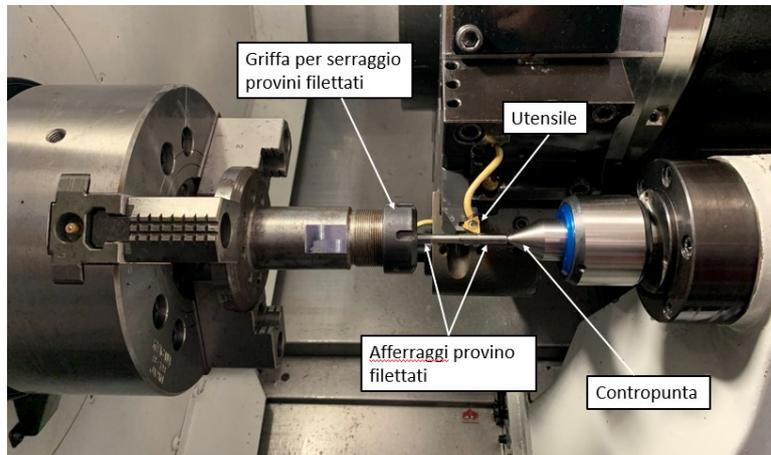


Figura 3.20: Operazione di filettatura dei tratti di afferraggio dei provini di Nitinol e set-up utilizzato per la lavorazione.

3.7.2 Osservazioni sulla filettatura

I parametri di taglio utilizzati durante la filettatura dei tratti di afferraggio dei provini vengono riassunti nella tabella 3.17 e non corrispondono a quelli consigliati dal costruttore degli inserti. Questa scelta è stata fatta a seguito della rottura di alcuni provini durante le prime operazioni di filettatura eseguite proprio con i parametri di taglio consigliati. Essendo il Nitinol un materiale molto difficile da lavorare, utilizzando i parametri di taglio consigliati, si sviluppano delle forze di taglio molto elevate all'interfaccia tra il pezzo e l'utensile che vengono trasmesse anche alla sezione ridotta del tratto utile la quale, avendo un diametro ridotto di soli 4 mm, giunge a rottura per torsione. Una soluzione percorribile può essere quella di eseguire la filettatura dei tratti di afferraggio prima di tornire il tratto utile dei provini in modo da permettere una maggiore sezione resistente durante la filettatura. I parametri utilizzati in questo studio sono frutto di alcune prove di filettatura eseguite in laboratorio ma non sono da considerare come parametri ottimali di lavorazione, sia per quanto riguarda la finitura superficiale delle creste della filettatura, sia per quanto riguarda un possibile rapido degrado del tagliente dell'inserto che non sono stati oggetto di studio in questo lavoro.

Parametri di taglio per filettatura	Valore
Numero di passate	6
N° di passate in finitura	2
Velocità di taglio (V)	50 m/min
Avanzamento al giro	f = 1 mm/giro
Diametro esterno iniziale	7,8 mm
Diametro del nocciolo	6,65 mm

Tabella 3.17: Parametri di taglio utilizzati per la filettatura degli afferraggi dei provini.



Figura 3.21: Rottura per torsione dei provini durante la filettatura; velocità di taglio utilizzata 15 m/min (consigliata dal costruttore degli inserti).

3.8 Misure di rugosità

In questo paragrafo vengono riportati gli strumenti, le procedure ed i risultati ottenuti dalle misure di rugosità che sono state eseguite nella zona del tratto utile dei provini dopo la tornitura. I dati forniti dalle misure forniscono informazioni utili sulla buona esecuzione della tornitura e sulla validità dei parametri di taglio utilizzati.

3.8.1 Profilometro ottico 3D

Le misure di rugosità eseguite, sono state ottenute utilizzando il profilometro ottico *S Neox* commercializzato dalla ditta *Sensorfar MetrologyTM* presso il laboratorio Te.Si. di Rovigo. La strumentazione è composta dal profilometro, un computer con software dedicato *SensoSCAN neox* per la gestione della scansione e l'elaborazione dati ed un joystick utilizzato per la movimentazione della tavola porta pezzo e la messa a fuoco della zona di interesse. Lo strumento è sensibile alle vibrazioni che potrebbero influenzare le misure di rugosità, per questo è appoggiato su una base isolante che grazie ad un sistema di isolamento attivo compensa le possibili vibrazioni esterne.

La postazione di lavoro completa è quella rappresentata in figura 3.22.

Il profilometro ottico 3D è dotato di diversi obiettivi tutti della ditta *NikonTM* fissati ad un revolver che ne consente la rotazione in base all'obiettivo che si intende utilizzare ed all'ingrandimento che si vuole raggiungere. Infatti, i diversi obiettivi consentono ingrandimenti della zona di fuoco pari a 2,5x, 20x, 50x. In questo studio sono stati utilizzati solamente l'obiettivo 5x, per centrare la zona di acquisizione ed eseguire una prima messa a fuoco e il 20x per eseguire la scansione della superficie.



Figura 3.22: Profilometro ottico 3D.

3.8.2 Procedura di prova

I provini ottenuti dopo la tornitura del tratto utile sono stati lavati utilizzando una vasca ad ultrasuoni contenente etanolo puro al 99% ed asciugati rapidamente con flusso di aria calda per rimuovere ogni traccia di sostanze contaminanti dalla superficie. Sono poi stati posizionati in un supporto a morsa che consente di mantenerli in posizione orizzontale ovvero con l'asse parallelo alla tavola porta pezzo del profilometro. In questo modo l'area del tratto utile dei provini su cui verrà svolta l'analisi potrà essere collocata in modo ottimale sotto la lente dell'obiettivo. Una volta posizionato il provino, con l'utilizzo del joystick è possibile muovere la tavola porta pezzo lungo gli assi X, Y (piano della tavola) e collocare il centro dell'obiettivo nella zona di interesse sfruttando un punto colorato proiettato sul pezzo dall'obiettivo visibile in figura 3.23.

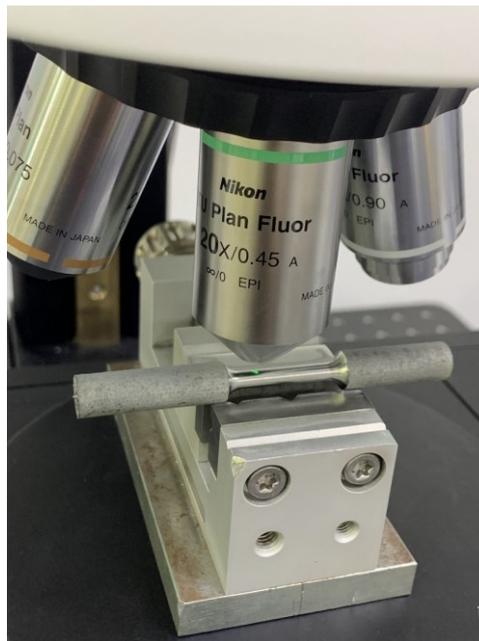


Figura 3.23: Configurazione utilizzata per il posizionamento e la scansione dei provini.

La messa a fuoco della zona di interesse viene eseguita prima manualmente, utilizzando una manopola posta sul fianco dello strumento, che consente movimenti più ampi della tavola porta pezzo lungo l'asse Z (asse verticale), successivamente una regolazione più accurata viene svolta utilizzando il joystick che gestisce la traslazione motorizzata, sempre lungo l'asse Z, dell'intera testa dello strumento dove sono fissati gli obiettivi.

Per acquisire la superficie, a questo punto, è necessario impostare la modalità di acquisizione in confocale che permette rilevare una fitta serie di immagini della superficie; partendo da una quota Z_{\min} fino ad una quota Z_{\max} , scelte dall'operatore, il profilometro acquisisce le immagini partendo dalle valli più profonde della superficie fino alle creste più alte ed il software esegue un'elaborazione completa di tutte le informazioni correlando ad ogni immagine una quota Z e restituendo un profilo tridimensionale della superficie scansionata.

La porzione di superficie che si è deciso di acquisire è collocata nel mezzo del tratto utile del provino ed ha dimensioni pari a 3,11 mm x 0,66 mm che corrispondono a 4 volte le dimensioni dell'area di base standard di 0,88 mm x 0,66 mm dello strumento sufficiente. Le dimensioni dell'area scelte sono sufficienti a coprire la lunghezza di valutazione definita dalla normativa di riferimento ISO 4288 per il calcolo dei parametri di rugosità. Per ottenere una superficie priva di interruzioni è stata applicata una sovrapposizione del 15% delle singole aree di base.

3.8.3 Analisi dati con il software *SensoVIEW*

Per l'analisi dati importati dal sistema di acquisizione del profilometro 3D sono stati utilizzati i tool presenti nel software *Sensofar Metrology's senso VIEW* che permettono di gestire le scansioni 3D delle superfici ottenute al profilometro e ricavare i parametri di rugosità.

I passaggi della procedura utilizzata per elaborare le superfici acquisite vengono di seguito elencati. Le immagini riportate fanno riferimento (solamente a scopo di esempio) al provino AB_01.

1. *Importazione della superficie*

Il software permette la visualizzazione 3D della superficie acquisita ed anche una versione dall'alto più pratica per alcune operazioni.

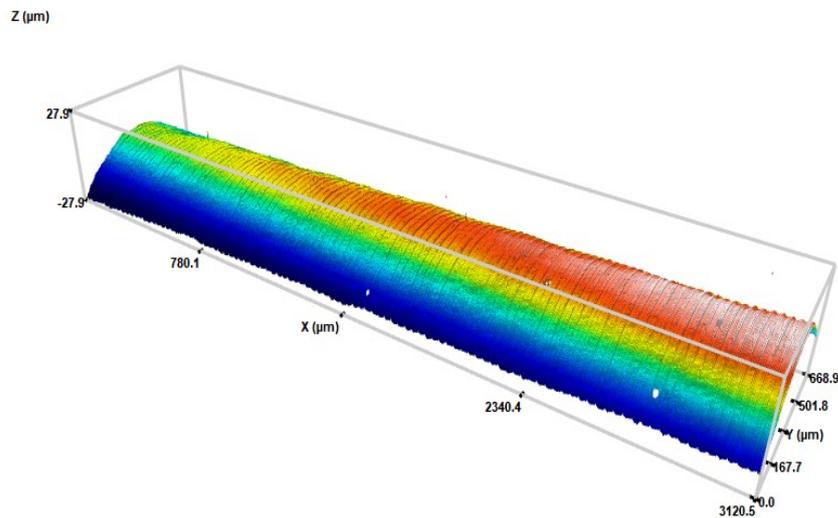


Figura 3.24: Visualizzazione 3D della superficie acquisita.

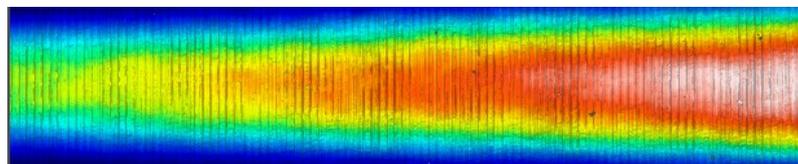


Figura 3.25: Visualizzazione dall'alto della superficie acquisita.

2. *Rimozione degli outlier*

La superficie ottenuta dalla scansione può presentare dei picchi anomali o zone in cui lo strumento non è riuscito ad acquisire l'immagine che si presentano come veri e propri buchi sulla superficie. Questi errori possono falsare i valori di rugosità quando viene eseguita l'analisi di un profilo o di un'intera area.

La funzione *Restore*, gestita dal software, ricostruisce tramite interpolazione le porzioni di superficie mancanti.

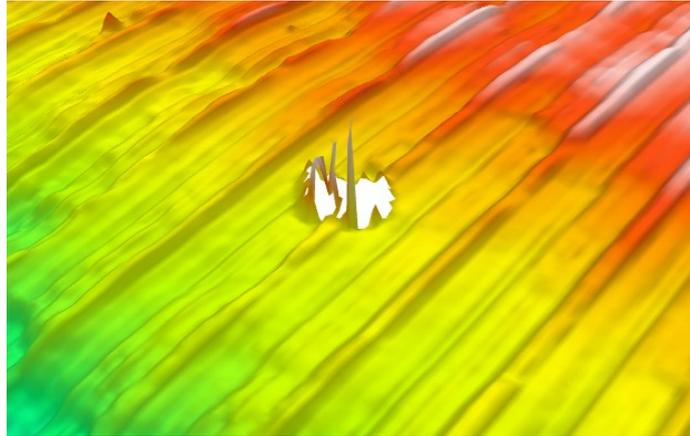


Figura 3.26: Esempio di difetto di acquisizione removibile tramite la funzione Restore.

3. Rimozione della forma

A causa di un'inclinazione dell'asse del provino dovuta alla sua geometria o alla tipologia di supporto utilizzato, il profilometro rileva una superficie che risulta inclinata, com'è possibile notare in figura 3.24 in base alle diverse zone di colore (le zone di colore rosso risultano con coordinata Z maggiore). Tramite la funzione *Form Removal Plane* il software riporta in un singolo piano la superficie acquisita com'è possibile notare in figura 3.27.

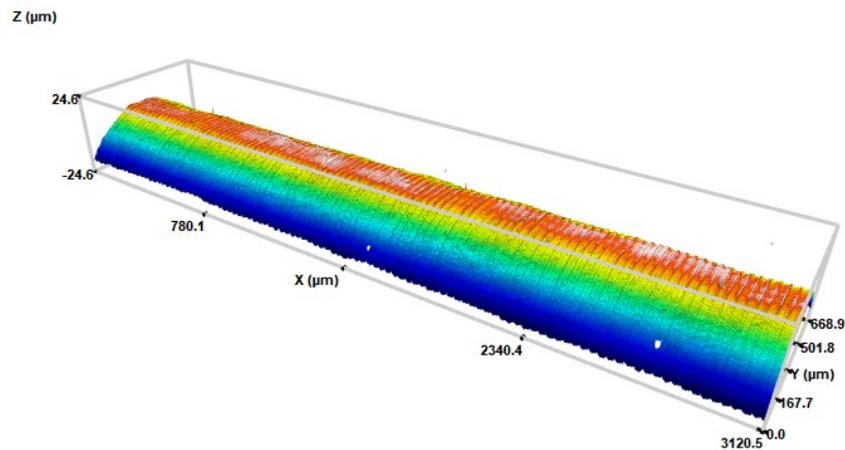


Figura 3.27: Applicazione della funzione *Form Removal Plane* alla superficie di figura 3.24.

4. Rimozione della curvatura

La curvatura della superficie scansionata, dovuta alla cilindricità del tratto utile del provino è stata rimossa utilizzando la funzione *Form Removal Polynomial 3D* ottenendo buoni risultati con un polinomio di grado 4.

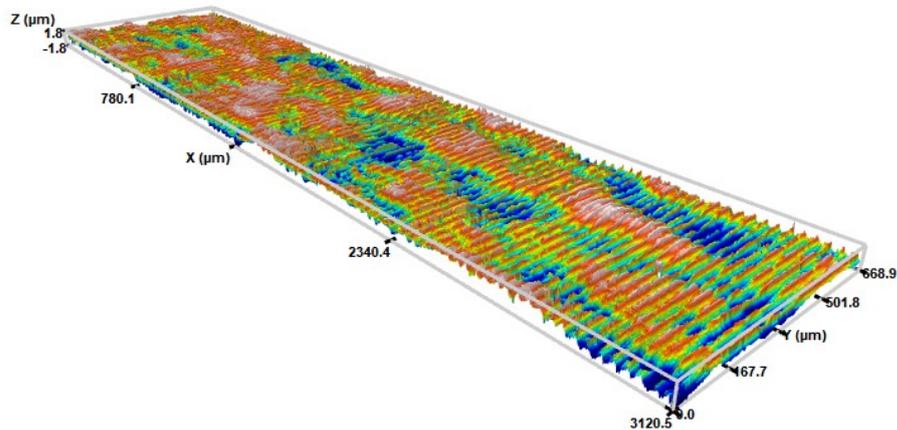


Figura 3.28: Applicazione della funzione *Form Removal Polynomial* alla superficie di figura 3.27.

5. Ritaglio della superficie

Per ridurre gli effetti di bordo, causati dai punti più esterni dell'acquisizione, è stata selezionata un'area centrale sulla quale sono state eseguite le successive analisi utilizzando la funzione *Crop*.

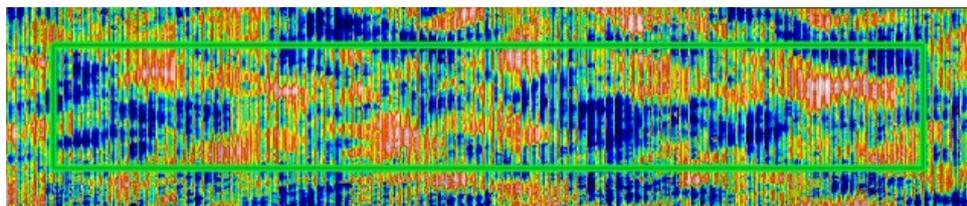


Figura 3.29: Riduzione dell'area di lavoro tramite la funzione *Crop*.

6. Estrazione dei parametri di rugosità

Per determinare i parametri di rugosità è necessario prima rimuovere gli errori applicando i filtri gaussiani λ_s e λ_c . Il filtro λ_s viene utilizzato per escludere le lunghezze d'onda sotto un certo valore imputabili a rumore di fondo

dell'acquisizione. Il filtro λ_c invece, esclude le lunghezze d'onda al di sopra di un certo valore soglia pari alla lunghezza di base (definita come una porzione della lunghezza di valutazione) escludendo così variazioni del profilo imputabili all'ondulazione. Nel caso di profili periodici come quello ottenuto tramite tornitura, il filtro λ_c è funzione del parametro RSm ovvero la larghezza media degli elementi del profilo che per i provini analizzati corrisponde al parametro di avanzamento per rotazione dell'utensile f utilizzato durante l'operazione di finitura $RSm = f = 0,02 \text{ mm/giro}$.

La normativa UNI 4288 fornisce i valori del filtro λ_c e della lunghezza di base in funzione del parametro RSm , ed i valori sono riportati in tabella 3.18.

RSm [mm]	Lunghezza di base [mm]	Lunghezza di valutazione [mm]
$0,013 < RSm \leq 0,04$	0,08	0,4
$0,04 < RSm \leq 0,13$	0,25	1,25
$0,13 < RSm \leq 0,4$	0,8	4
$0,4 < RSm \leq 1,3$	2,5	12,5
$1,3 < RSm \leq 4$	8	40

Tabella 3.18: Parametri di riferimento secondo la normativa UNI 4288 per la scelta del filtro gaussiano λ_c .

I parametri utilizzati sono quelli evidenziati in rosso ed il filtro λ_c applicato corrisponde a $0,08 \text{ mm}$ ovvero è uguale alla lunghezza di base. Il valore del filtro λ_s utilizzato, invece, è pari a $2,5 \mu\text{m}$ (valore standard).

Dopo aver applicato i filtri è possibile ottenere i parametri di rugosità.

In questo studio sono stati analizzati i parametri S (riferiti all'intera superficie) che vengono calcolati secondo la normativa ISO 25178 e sono un'estensione in 3D dei parametri di rugosità R calcolati a partire da un singolo profilo ottenuto sezionando il piano della superficie.

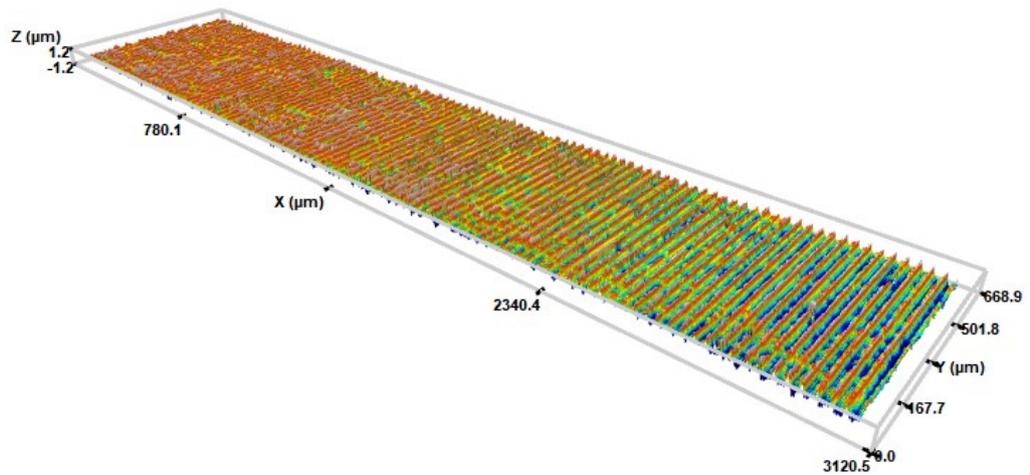


Figura 3.30: Superficie ottenuta dopo l'applicazione dei filtri gaussiani $\lambda_c = 0,08 \text{ mm}$; $\lambda_s = 2,5 \text{ }\mu\text{m}$, partendo dalle condizioni di figura 3.28.

3.8.4 Risultati

Per ogni provino AB, T3, T6, sono state eseguite diverse misurazioni in modo da poter ottenere un campione di dati da cui si è ricavato il valore medio del parametro Sa . Questo parametro è stato scelto in quanto è uno dei più rappresentativi dal momento che viene calcolato come la media aritmetica delle altezze ovvero la media delle quote tra un picco ed una valle del profilo. Il parametro Sa ben rappresenta ciò che si è voluto mettere in luce con le analisi eseguite, ovvero l'effetto del trattamento termico sulla lavorabilità meccanica della lega. Dai dati ottenuti si è potuto notare un aumento della rugosità nei provini trattati termicamente rispetto a quelli non trattati mentre non si evidenziano significative variazioni della rugosità media tra i soli provini termicamente trattati T3 e T6.

La deviazione standard del parametro Sa medio risulta essere più elevata nei provini trattati termicamente dunque vi è una maggiore variabilità del campione di dati. Questo è dovuto ad una minore lavorabilità meccanica della lega dopo i trattamenti termici indotta dalla precipitazione dei precipitati.

I dati ottenuti dalla media delle misurazioni sono riportati in tabella 3.19 ed il confronto del parametro Sa medio e la sua variabilità è illustrato in figura 3.31.

Campione	S_a	Deviazione standard
	$[\mu m]$	
AB	0,311	0,013
T3	0,351	0,024
T6	0,360	0,025

Tabella 3.19: Valore medio del parametro S_a e deviazione standard del parametro S_a .

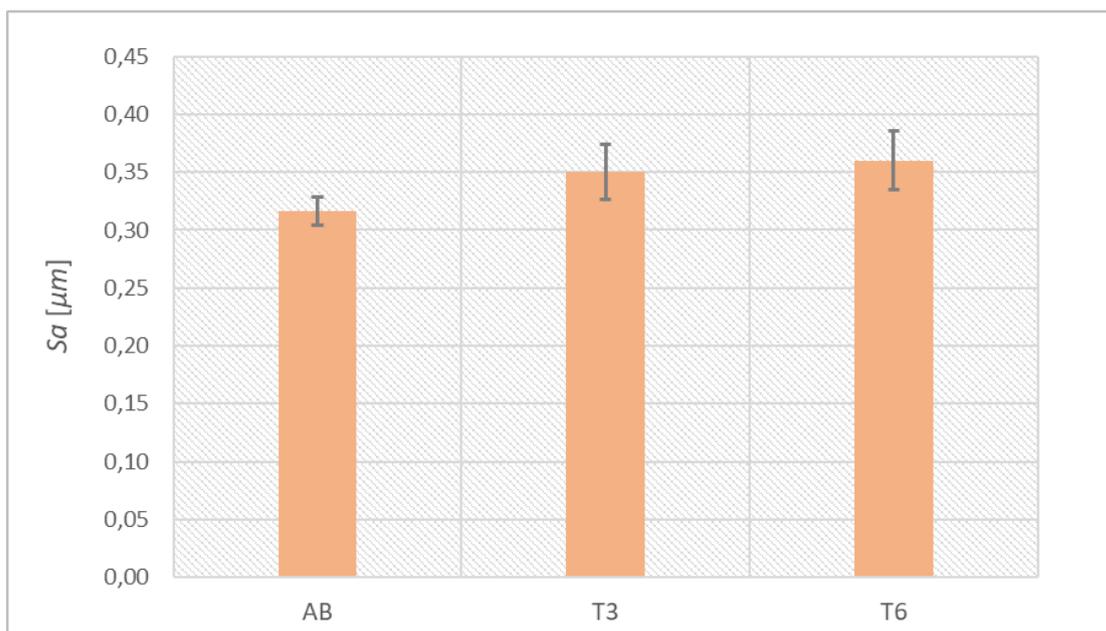


Figura 3.31: Confronto in termini di rugosità media S_a .

CAPITOLO 4

CARATTERIZZAZIONE DEL MATERIALE

4.1 Introduzione

In questo capitolo vengono riportate le tipologie di analisi eseguite sia sulle polveri di Nitinol, prima di essere utilizzate per la stampa 3D, sia quelle eseguite sui provini al termine del processo di produzione. Lo scopo è determinare quale sia l'impatto del processo di stampa 3D e dei trattamenti termici sulla composizione chimica della lega, sulla sua microstruttura e sulle temperature di trasformazione martensitica termoelastica. Le leghe Nitinol si dividono in leghe Ni-Rich e leghe Ti-Rich in base alla percentuale atomica di Nichel presente. Rispetto ad una lega Nitinol equi atomica, le leghe Ni-Rich, sono austenitiche a temperatura ambiente e presentano la caratteristica di superelasticità. Le leghe Ti-Rich, invece, sono caratterizzate da una percentuale atomica di Nichel inferiore al 50% ed a temperatura ambiente si presentano in fase martensitica, che permette deformazioni plastiche permanenti e l'effetto di memoria di forma. Una variazione di 0,1% nella concentrazione di Nichel (in peso atomico) all'interno della lega può fortemente influenzare le temperature di trasformazione (oltre i 10°C) e quindi le sue caratteristiche termomeccaniche a temperatura ambiente [26].

4.2 Analisi DSC

L'analisi DSC (calorimetria differenziale a scansione) è stata eseguita per determinare le temperature caratteristiche di trasformazione martensitica termoelastica del materiale nelle diverse condizioni, AB (non trattato termicamente), T3 e T6 (trattato termicamente).

4.2.1 Calorimetro DSC a compensazione di potenza

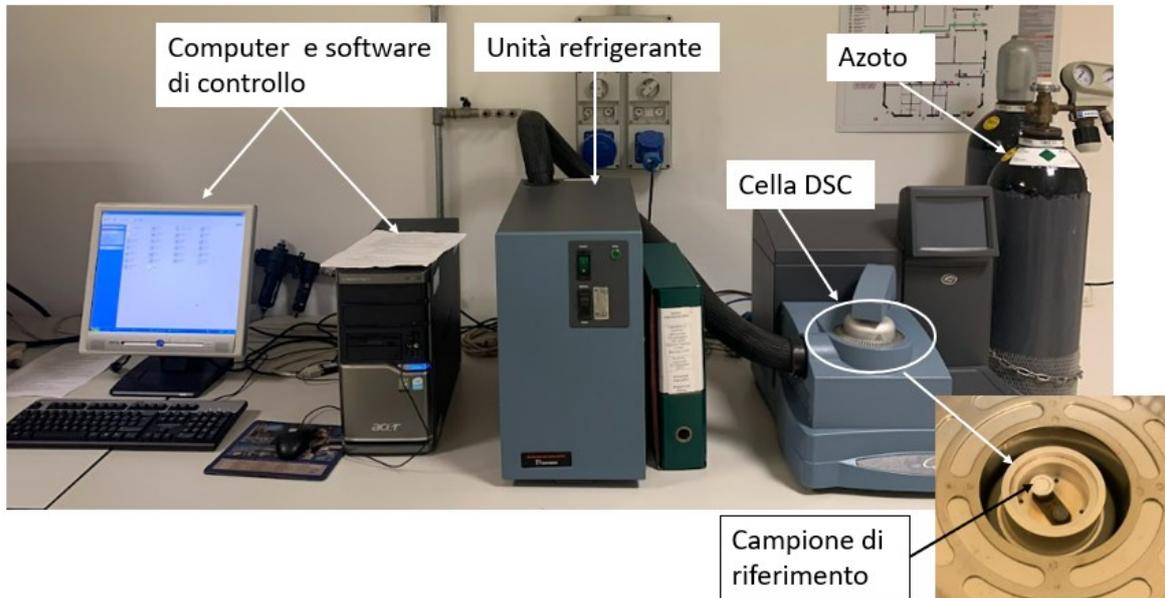


Figura 4.1: Configurazione TA Instrumet Q200 DSC.

Le prove sono state eseguite presso il laboratorio Te.Si. di Rovigo dell'Università degli studi di Padova utilizzando la macchina *TA Instrumet Q200 DSC*. È composta da un'unità principale dov'è presente la cella in cui vengono posti il campione da analizzare ed il campione di riferimento. La cella è dotata di una resistenza elettrica utilizzata per scaldare i campioni ed in grado di raggiungere i 400 °C. Collegata all'unità principale della macchina è presente l'unità refrigerante che è utilizzata durante la fase di raffreddamento dei campioni ed è in grado abbassare la temperatura all'interno della cella fino a -90 °C. Una bombola di Azoto è collegata alla macchina, e la pressione di erogazione regolata da un manometro posto in cima alla bombola. Il flusso viene erogato durante tutto il periodo di prova ed il suo scopo è quello di favorire l'omogeneità della temperatura all'interno della cella e dunque dei campioni, ed impedire che tracce di umidità possano generare condensa sulle pareti dei campioni o della cella durante la fase di raffreddamento, falsando così i dati della prova. Un computer collegato all'unità principale elabora i dati e fornisce in tempo reale il diagramma flusso di calore-temperatura. In tabella 4.1 vengono riportati i dati della macchina in termini di range di temperatura utilizzabile e velocità della rampa di

temperatura che la macchina è in grado di eseguire sia in fase di riscaldamento che in fase di raffreddamento.

Specifiche della macchina	Valore
Range di temperatura	-100 ÷ 400 °C ($\pm 0,1$ °C)
Velocità di riscaldamento/raffreddamento	Max. 20 °C/min

Tabella 4.1: Specifiche tecniche della macchina TA Instrumet Q200 DSC.

4.2.2 Procedura di prova

L'analisi DSC è stata eseguita attenendosi a quanto indicato nella normativa di riferimento ASTM F2004-17 Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys [27] by Thermal Analysis. Le diverse fasi seguite per la preparazione dei campioni e lo svolgimento vengono di seguito riassunte per punti:

1. Preparazione del campione: la normativa definisce per questo materiale un peso del campione compreso tra 25÷45 mg che è stato ricavato da una parte degli afferraggi dei provini utilizzando la micro-troncatrice di precisione descritta al paragrafo 4.5.1.1. La porzione dei campioni analizzata è stata prelevata nella zona a cuore del provino, evitando la superficie; questa, infatti, soprattutto nei provini trattati termicamente, può presentare ossido superficiale ed i risultati restituiti dall'analisi potrebbero non corrispondere a quelli cercati per il materiale di partenza (privo di ossidazioni). I parametri di taglio utilizzati per ricavare i campioni riportati in tabella 4.2 sono stati scelti per minimizzare il surriscaldamento all'interfaccia di taglio e creare il minimo effetto di deformazione meccanica sulla porzione di campione che verrà analizzato.

Parametri di taglio micro-troncatrice	Valore
N° di giri del disco	2200 giri/min
Avanzamento del pezzo	0,02 mm/s

Tabella 4.2: Parametri di taglio utilizzati per i campioni DSC.

2. Controllo del peso: per attenersi alle specifiche riportate dalla normativa di riferimento i campioni sono stati pesati utilizzando una bilancia analitica di precisione con risoluzione di 0,1 mg.

Campione	Peso (mg)
AB	37,8
T3	41,9
T6	43

Tabella 4.3: Peso in mg dei campioni utilizzati per l'analisi DSC.

3. Pulizia dei campioni: per eliminare ogni traccia residua di lubrorefrigerante utilizzato durante la troncatura o di sporco presente sulla superficie, i campioni sono stati lavati utilizzando una vasca ad ultrasuoni contenente etanolo puro al 99% per cinque minuti ed asciugati rapidamente con flusso di aria calda.
4. Incapsulamento: per essere posizionati nella cella della macchina, i campioni devono prima essere racchiusi all'interno dell'apposita capsula *T0 Aluminium Hermetic* necessariamente priva di polvere o altre sostanze contaminanti che viene sigillata con un coperchio dello stesso materiale utilizzando la pressa *Tzero press* (figura 4.2).

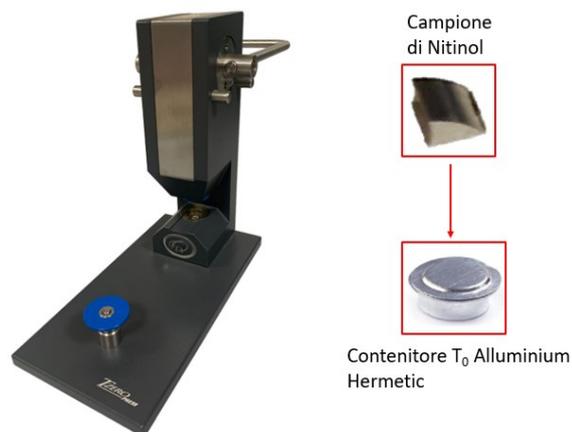


Figura 4.2: Preparazione del campione per l'analisi DSC.

5. Posizionamento del campione: la capsula contenente il campione deve essere posizionata all'interno della cella sull'apposita base presente. In questa fase è necessario assicurarsi che all'interno della cella sia presente anche il campione di riferimento composto da una capsula di alluminio vuota all'interno e sigillata.
6. Avviamento della prova: una volta che i campioni sono posizionati è possibile chiudere la copertura della cella ed aprire la bombola di azoto, regolandone il flusso a 50 mL/min. Tramite il software di controllo è necessario definire i dati di prova che comprendono: la massa del campione, T_{max} e T_{min} del ciclo da eseguire e gradiente termico da applicare durante la prova in $^{\circ}C/min$. A questo punto la prova può essere avviata. Lo schema del ciclo termico utilizzato in questa sede viene riportato in figura 4.3.



Figura 4.3: Schema del ciclo termico eseguito durante l'analisi DSC.

7. Acquisizione ed elaborazione dati: durante la prova il computer a bordo macchina acquisisce i dati relativi al flusso di calore scambiato e alla temperatura del campione ed in tempo reale elabora il grafico relativo all'andamento dei due parametri. Questi successivamente possono essere processati tramite il software *TA Universal Analysis* in grado di calcolare le temperature di cambio fase ed i valori relativi all'entalpia di trasformazione.

Le temperature dei cicli termici ed i gradienti di temperatura applicati durante le prove nei diversi campioni sono di seguito riportati in tabella 4.4.

	Rampa riscaldamento	Rampa raffreddamento	T_{max}	T_{min}
	°C/min	C/min	°C	°C
AB	10	10	150	-90
T3	10	10	170	-50
T6	10	10	170	-50

Tabella 4.4: Parametri di temperatura utilizzati per analisi DSC.

4.2.3 Software *TA Universal Analysis*

Per eseguire l'analisi dei dati ricavati dalla prova è stato utilizzato il software *TA Universal Analysis*. Il grafico che è possibile ottenere dai dati di prova è riportato in figura 4.5 in cui in ordinata viene plottato il flusso termico in W/g mentre in ascissa la temperatura in °C. Le variazioni endotermiche o esotermiche rilevate dallo strumento corrispondono ai picchi della curva e determinano il passaggio del materiale dalla fase martensitica alla fase austenitica e viceversa a causa delle variazioni di temperatura.

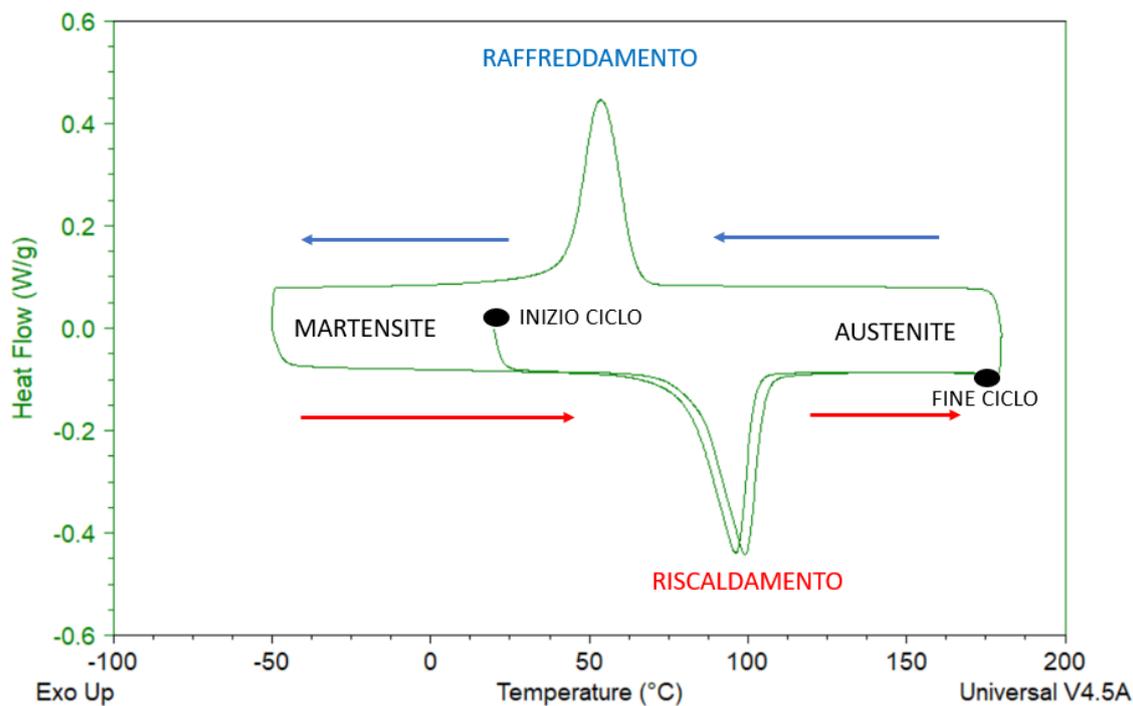


Figura 4.5: Grafico DCS ottenuto con il software Ta Universal Analysis.

Utilizzando le funzioni presenti all'interno del software è possibile ricavare le temperature di inizio e fine trasformazione martensitica e il valore dell'entalpia di trasformazione ΔH (J/g). Il parametro ΔH corrisponde all'area sottesa dal picco della curva, sia in riscaldamento che in raffreddamento e viene definito come:

$$\Delta H = KA \tag{4-1}$$

K è una costante calorimetrica ed è un parametro caratteristico della macchina utilizzata, A invece corrisponde all'area sottesa dal picco. Per calcolare ΔH è stata utilizzata la funzione *Integrate Peak/Sig Horizontal* disponibile nella libreria del software che richiede la definizione della linea di base del picco in cui vengono definiti gli estremi dell'integrale. Per identificarli è stato plottato anche il grafico della derivata della curva rispetto alla temperatura; i punti alla base del picco, in cui la derivata assume valori prossimi allo zero, sono stati scelti come estremi di integrazione in quanto corrispondono alla parte più piatta del diagramma flusso di calore - temperatura. Per calcolare le temperature di trasformazione invece è stata utilizzata la funzione

On Set Point, sempre disponibile nella libreria del software, con la quale sono state tracciate le tangenti al grafico nel punto di flesso dei picchi. L'intersezione delle tangenti con la linea di base tracciata in precedenza identificano il valore di inizio e fine trasformazione; nella parte inferiore del grafico troviamo A_s e A_f (temperature di inizio e fine trasformazione austenitica) mentre nella parte superiore troviamo M_s e M_f (temperature di inizio e fine trasformazione martensitica). Un esempio di elaborazione grafica è riportato in figura 4.6.

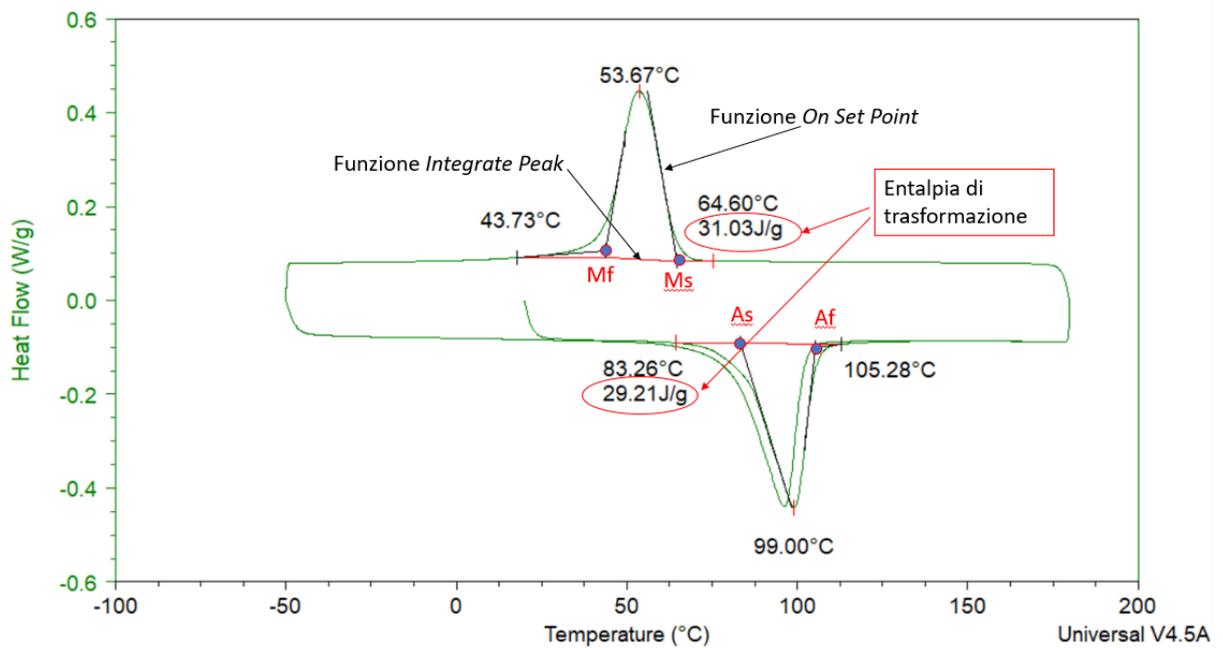


Figura 4.6: Grafico DSC con applicate le funzioni *Integrate Peak* e *On Set Point* e valori caratteristici della prova.

4.3 Risultati dell'analisi DSC

Lo scopo delle analisi DSC è quello di determinare per ogni campione analizzato le temperature di trasformazione ovvero i valori di A_s , A_f , M_s , M_f verificando la presenza o meno della fase R durante le trasformazioni e le rispettive temperature R_s e R_f . Inoltre, grazie all'elaborazione software, è possibile ricavare ulteriori parametri come l'entalpia di trasformazione utile a comprendere le differenze del comportamento in cambio fase del materiale nelle condizioni AB e dopo il trattamento termico T3, T6.

4.3.1 Temperature ed entalpia di trasformazione

In tabella 4.5 vengono riportati i valori delle temperature di trasformazione e dell'entalpia di trasformazione ricavati dall'elaborazione dei dati delle diverse prove.

Campioni	Riscaldamento				Raffreddamento			
	As (°C)	Af (°C)	ΔH (J/g)	Fase R (-)	Ms (°C)	Mf (°C)	ΔH (J/g)	Fase R (-)
AB	65	88,5	27,1	Non rilevata	57,7	31	29,17	Non rilevata
T3	80,2	102,1	29,21	Non rilevata	64,6	43,7	31,03	Non rilevata
T6	78,2	100,5	30,06	Non rilevata	64,2	44,1	31,85	Non rilevata

Tabella 4.5: Risultati analisi DSC

Il riferimento della temperatura ambiente è stato fissato a 25 °C ovvero un riferimento standard per l'ambito scientifico.

Dai dati riportati in tabella è stato possibile affermare che:

- I campioni nelle condizioni AB (as-built) e T3, T6 (trattati termicamente) sono martensitici a temperatura ambiente infatti $M_f > T_{amb}$
- I campioni T3, T6 presentano un complessivo aumento delle temperature di trasformazione sia in campo austenitico che martensitico rispetto al campione AB non trattato termicamente.
- Il campione AB presenta una temperatura di M_f pari a 31 °C poco al di sopra della temperatura ambiente. In condizioni ambientali con temperature superiori ai 25 °C, potrebbe verificarsi una trasformazione parziale in cui porzioni di fase austenitica non riescono a completare la trasformazione ed il materiale si troverebbe in una condizione instabile in cui coesistono le due fasi austenitica e martensitica.

- I trattamenti termici T3 e T6 che prevedono due diverse temperature di invecchiamento, rispettivamente 300 °C e 600 °C, hanno pressoché lo stesso effetto sulle temperature di trasformazione dei campioni (figura 4.7) ed il diagramma ottenuto dall'analisi DSC risulta praticamente sovrapposto.
- In generale nessun campione presenta la fase R durante le trasformazioni da fase martensitica a fase austenitica e viceversa (figura 4.7).
- Il parametro ΔH (area sottesa dai picchi) dei campioni T3 e T6, sia durante la trasformazione esotermica che endotermica, presenta un aumento rispetto al campione AB visibile in figura 4.7. Questa differenza può essere correlata alle tensioni residue presenti nei campioni AB. Infatti, il trattamento termico di solubilizzazione ad elevata temperatura eseguito sui campioni T3, T6, ha permesso di ridurre le tensioni residue causate dagli elevati gradienti termici del processo di stampa 3D favorendo in questo modo le trasformazioni di fase che per questo materiale sono di tipo displasivo e richiedono una distorsione del reticolo della cella. Dai dati è quindi intuibile che a fine trasformazione il volume di materiale trasformato è maggiore nei campioni trattati termicamente. In tabella viene riportato l'aumento percentuale del parametro ΔH rispetto al valore di riferimento iniziale, ovvero quello del campione AB.

	AB (riferimento)	T3	T6
$\Delta H_{\text{riscaldamento}}$ (J/g)	27,1	+ 7,78 %	+ 6,37 %
$\Delta H_{\text{raffreddamento}}$ (J/g)	29,17	+ 10,9 %	+ 9,2 %

Tabella 4.6: Aumento percentuale del parametro ΔH .

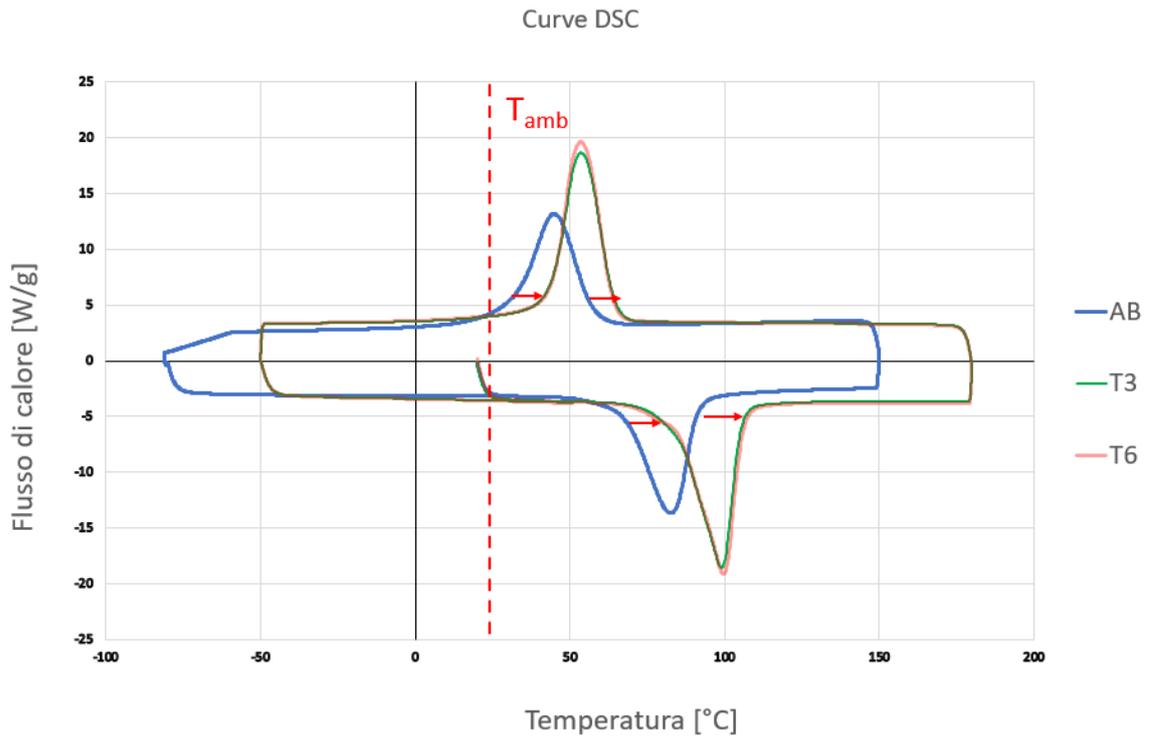


Figura 4.7: Confronto curve DSC.

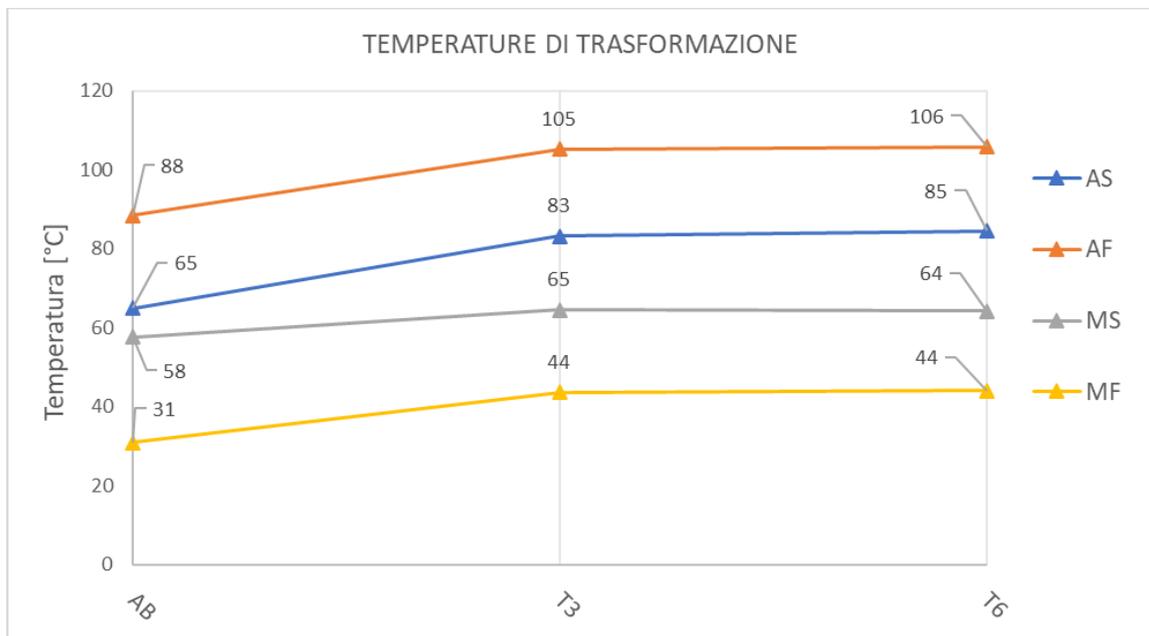


Figura 4.8: Confronto temperature DSC

4.4 Analisi EDS

L'analisi EDS è stata eseguita sia sulle polveri di Nitinol sia sui campioni stampati 3D. Lo scopo è valutare la percentuale atomica ed in peso di Nichel e Titanio quando il materiale è ancora sottoforma di polveri (prima della stampa 3D) e verificare come il processo di stampa ed i trattamenti termici possano influire sulla composizione chimica della lega variando di conseguenza le proprietà termomeccaniche del materiale alla fine del processo di produzione.

4.4.1 Microscopio a scansione elettronica SEM.

Per eseguire l'analisi è stato utilizzato il microscopio a scansione elettronica modello *FEI Quanta 450* equipaggiato con il detector per analisi EDS presente presso il laboratorio Te.Si. di Rovigo. I sistemi di spettroscopia a raggi X a dispersione di energia (EDS) sono tipicamente integrati nei microscopi a scansione elettronica SEM e comprendono un rivelatore di raggi X, un circuito di azoto liquido per il raffreddamento del rivelatore e un software per l'analisi dei dati.

I raggi X sono prodotti dall'interazione del fascio di elettroni generato dal microscopio con la superficie del campione. Il rivelatore EDS separa i raggi X caratteristici dei diversi elementi in uno spettro energetico che viene analizzato dal software EDS per determinare la presenza di elementi specifici. L'analisi EDS può essere eseguita su un punto specifico o su un'area delimitata della superficie e può determinare la composizione chimica dei materiali fino a una dimensione di pochi micron.

Un tipico spettro EDS del conteggio dei raggi X rispetto all'energia rilevata (in keV) è mostrato in figura.4.9. I picchi di energia corrispondono ai diversi elementi presenti nel campione.

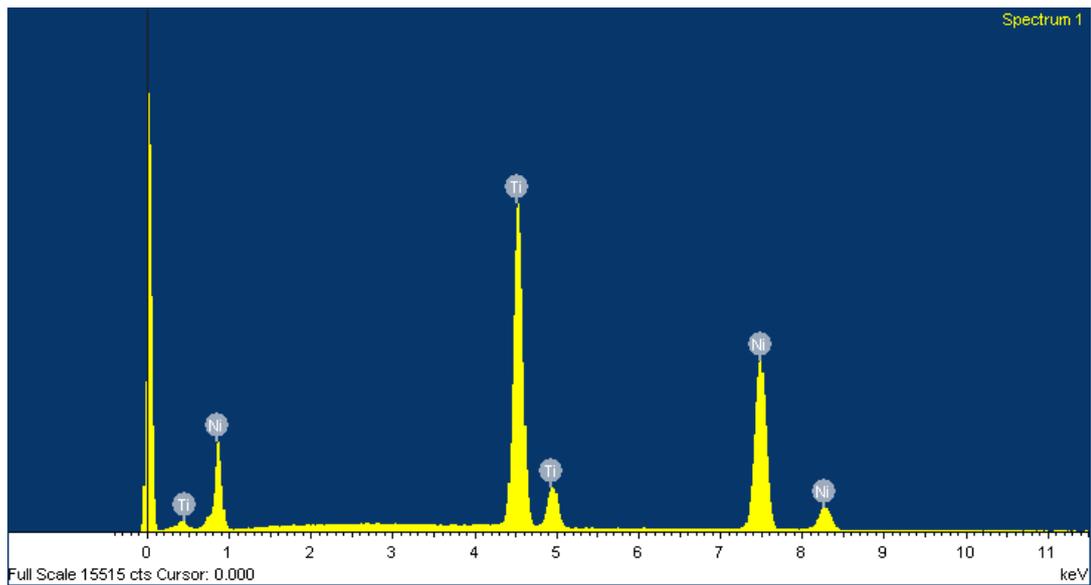


Figura 4.9: Spettro EDS.

4.4.2 Procedura di prova

La procedura utilizzata in laboratorio per preparare i campioni e condurre l'analisi EDS è riassunta nei punti che seguono:

1. Preparazione dei campioni: le polveri di Nitinol con cui sono stati stampati i provini rappresentano il primo campione analizzato. Sono composte da particelle molto piccole di forma sferoidale, presentano un'ampia superficie che a contatto con l'aria ossida molto rapidamente, è necessario quindi, limitarne l'esposizione e conservarle in un contenitore ermetico. Per preparare il campione da inserire all'interno del microscopio SEM è stato utilizzato un supporto piano di circa 100 mm² rivestito di nastro adesivo conduttivo sul quale è stato disposto un velo di polveri di Nitinol. I campioni già stampati, invece, sono stati lavati nella vasca ad ultrasuoni contenete etanolo puro al 99% per 5 minuti e successivamente asciugati con flusso d'aria calda. Non necessitano di altre preparazioni in quanto possono essere completamente inseriti all'interno della camera del microscopio.
2. Preparazione del microscopio: una volta posizionati i campioni nella piattaforma porta campioni del microscopio la camera può essere chiusa e la pompa a vuoto azionata. Il vuoto all'interno della camera viene generato prima di accendere il

fascio elettronico per evitare che questo venga disturbato dal mezzo in cui si propaga prima di collidere con la superficie da analizzare.

3. Attivazione sonda EDS: prima di attivare la sonda EDS di cui dispone il microscopio è necessario attivare il flusso di azoto liquido che la percorre necessario a mantenere il rivelatore di energia della sonda ad una temperatura inferiore ai -190 °C.
4. Selezione della zona di ispezione: l'analisi può essere condotta in specifiche zone selezionate, come ad esempio un singolo granello di polvere di Nitinol oppure in zone più ampie come una porzione di una superficie. Per le polveri sono quindi state selezionate alcune particelle su cui è stata condotta l'analisi mentre per i campioni stampati sono state selezionate porzioni di superficie.

Il software di acquisizione collegato alla sonda EDS del microscopio fornisce lo spettro degli elementi rilevati nella zona di indagine ed inoltre è in grado di restituire, per ogni parcella o porzione di superficie analizzata, i valori della percentuale atomica e la percentuale in peso degli elementi presenti. Il primo campione analizzato è quello contenente le polveri di Nitinol di cui sono state selezionate 5 particelle di materiale e per ognuna sono stati rilevati i valori della composizione. In figura 4.10 viene riportato come esempio l'analisi EDS sulla particella 1.

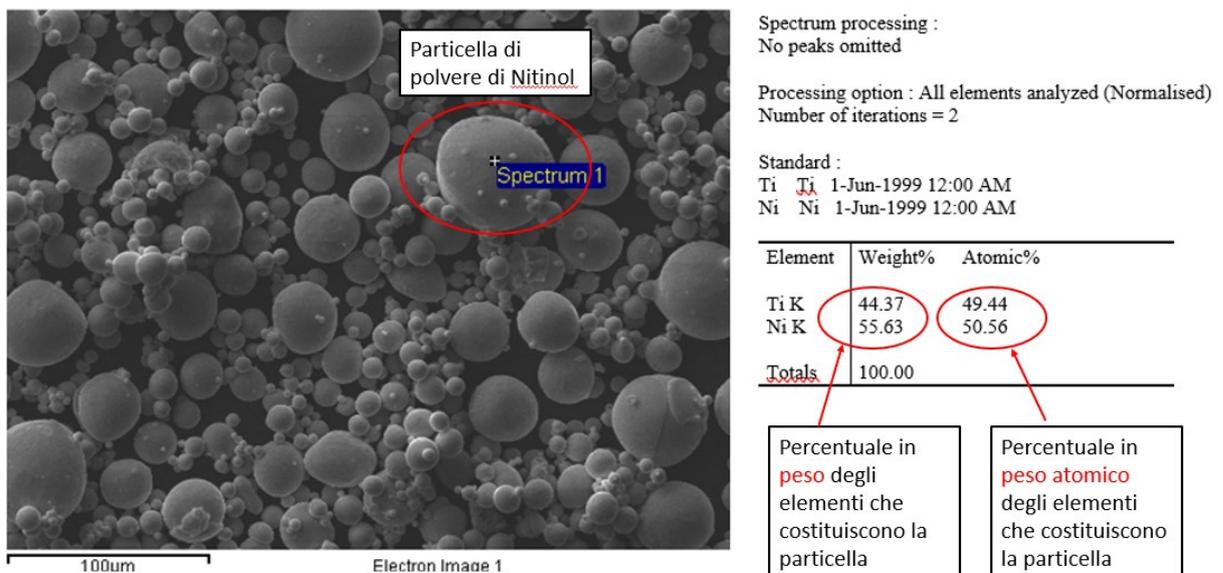


Figura 4.10: Ingrandimento delle particelle di polvere di Nitinol e valori restituiti dall'analisi EDS sulla particella selezionata.

Le successive analisi EDS, condotte sui provini AB, T3 e T6, sono state svolte su una porzione di superficie del tratto utile ed i valori della composizione chimica si riferiscono alla media dei valori rilevati all'interno dell'area di indagine selezionata.

In figura 4.11 viene riportato come esempio l'analisi EDS svolta sul campione T3 in cui è possibile notare la porzione di superficie tornita del tratto utile del provino ed i relativi dati della composizione chimica

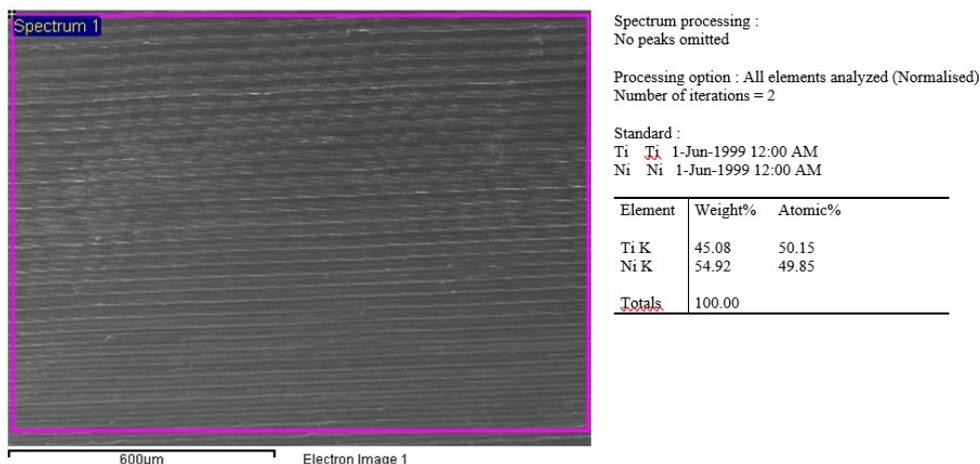


Figura 4.11: Porzione di superficie del provino T3 su cui è stata eseguita l'analisi EDS.

4.4.3 Risultati

In tabella 4.7 vengono riportati i valori dell'analisi EDS eseguita sulle polveri di Nitinol. I valori sono calcolati come la media dei valori ottenuti per ogni particella analizzata.

Polveri di Nitinol		
Elemento	Peso %	Peso atomico %
Ti	44,61	49,73
Ni	55,39	50,27
Dev. Std Ti	0,46	0,46
Dev. Std Ni	0,46	0,46

Tabella 4.7: Risultati delle analisi EDS eseguite sulle polveri di Nitinol.

Nelle tabelle di seguito elencate vengo riportati i valori dell'analisi EDS eseguita sui campioni di Nitinol stampati AB, T3, T6. I dati sono calcolati dal software di acquisizione come media dei valori ottenuti all'interno dell'area di indagine come riportato in figura 4.11. Non è dunque possibile calcolare la deviazione standard delle percentuali di Nichel e Titanio.

Provino AB		
Elemento	Peso %	Peso atomico %
Ti	45,16	50,22
Ni	54,84	49,77

Tabella 4.8: Risultati dell'analisi DSC eseguita sul provino AB.

Provino T3		
Elemento	Peso %	Peso atomico %
Ti	45.08	50.15
Ni	54.92	49.85

Tabella 4.9: Risultati dell'analisi DSC eseguita sul provino T3.

Provino T6		
Elemento	Peso %	Peso atomico %
Ti	45,13	50,21
Ni	54.86	49,79

Tabella 4.10: Risultati dell'analisi DSC eseguita sul provino T6.

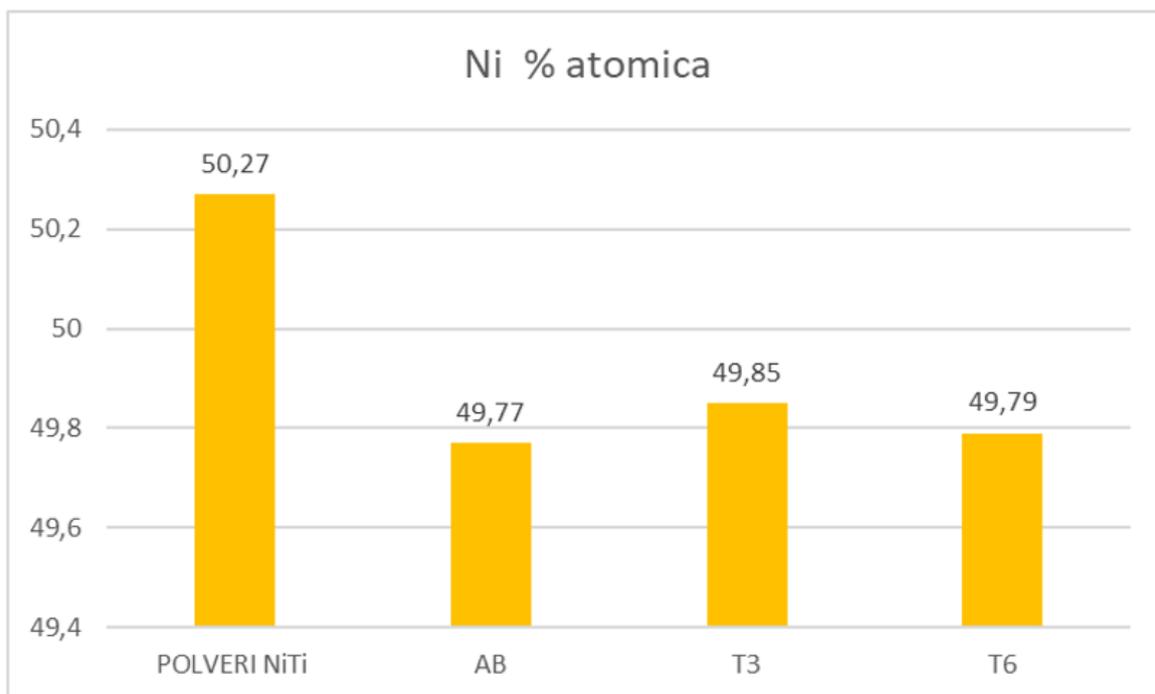


Figura 4.12: Diminuzione della percentuale atomica di Nichel.

I dati ottenuti dimostrano come il processo di stampa 3D, a causa delle elevate temperature raggiunte dal laser durante il processo di fusione delle polveri, comporti una significativa diminuzione della percentuale atomica di Nichel all'interno dei campioni stampati, questa diminuzione è dovuta ad un fenomeno di evaporazione del Nichel durante il processo di stampa [26]. Si passa, infatti, da una composizione Ni-Rich delle polveri di Nitinol di partenza ad una composizione Ti-Rich in tutte e tre le tipologie di provini stampati AB, T3, T6 in cui il titanio prevale in percentuale atomica infatti, i campioni risultano martensitici a temperatura ambiente.

I diversi trattamenti termici invece non influiscono in maniera significativa sulla composizione chimica della lega presentando in entrambi i casi, T3, T6, una percentuale atomica di Nichel circa uguale, con uno scostamento tra i due casi inferiore a 0,1%.

4.5 Analisi microstrutturale

Lo scopo dell'analisi è osservare la microstruttura dei provini di Nitinol ottenuti alla fine del processo di produzione che prevede stampa 3D, trattamento termico (solo nel caso dei provini T3, T6) e tornitura. I campioni sono stati lucidati con finitura a specchio e successivamente la superficie è stata attaccata chimicamente per corrodere in maniera selettiva i bordi grano. In questo modo è possibile osservare al microscopio ottico la microstruttura del campione in quanto le zone corrose risulteranno di colore diverso rispetto al resto della struttura non corrosa dall'attacco chimico. Per svolgere le analisi sono stati ricavati dei campioni di materiale prelevati dagli afferraggi dei provini che successivamente sono stati inglobati all'interno di una specifica resina bi-componente per costruire tutto attorno al campione un supporto che ne consenta le operazioni di lucidatura.

4.5.1 Strumentazione utilizzata

4.5.1.1 Micro troncatrice

Per ricavare i campioni cilindrici ($\varnothing = 9$ mm; $H = 4$ mm) dalla zona di afferraggio dei provini, è stata usata la micro-troncatrice da banco della ditta QATM[®] modello *Brillant 210 A* presente presso i laboratori dell'università degli studi di Padova che utilizza un disco di precisione della ditta *CT Cloeren Technology s.r.l* modello *PCut009* adatto al taglio di materiali metallici come le leghe di titanio (figura 4.13).



Figura 4.13: Microtroncatrice Brillant 210 A.

La troncatura dei campioni avviene in modo automatico ed è possibile impostare tramite il display touch screen della macchina la velocità di rotazione del disco e l'avanzamento del pezzo, i parametri utilizzati vengono riportati in tabella 4.11. Questi parametri sono di fondamentale importanza per evitare la rottura del disco e limitare il surriscaldamento all'interfaccia di taglio. In questo caso è fondamentale evitare che l'azione meccanica del disco generi un'eccessiva deformazione della superficie di taglio che si ripercuote in un'alterazione della microstruttura osservata successivamente. Per questo oltre ai parametri di taglio ottimali è stato utilizzato anche del lubrorefrigerante a base acqua durante la troncatura.

Parametri di taglio micro-troncatrice	Valore
N° di giri del disco	2300 giri/min
Avanzamento del pezzo	0,05 mm/s

Tabella 4.11: Parametri di taglio utilizzati per la troncatura.

4.5.1.2 Resina e contenitori per inglobare i campioni

I campioni di Nitinol ricavati tramite troncatura devono essere inglobati in modo da poter essere maneggiati agevolmente durante le successive fasi di lucidatura e analisi al microscopio. L'inglobatura può essere eseguita in due modi: a caldo, utilizzando resine termo indurenti che vengono sciolte e compattate da un'apposita macchina iglobatrice, oppure a freddo, come in questo caso, utilizzando una resina bi-componente che polimerizza a temperatura ambiente (tempo di polimerizzazione completa 24 h). L'inglobatura dei campioni a caldo risulta molto più rapida, ma le temperature raggiunte dalla macchina per sciogliere i granelli di resina termoindurente raggiungono i 150÷180 °C. Riscaldare i campioni di Nitinol fino a queste temperature significa percorrere un ciclo termico completo attraverso le temperature di trasformazione del materiale che potrebbe ripercuotersi in un'alterazione della microstruttura. Per questo motivo i campioni sono stati inglobati a freddo.



Figura 4.14: a) contenitori per iglobatura campioni; b) campione di Nitinol inglobato nella resina.

4.5.1.3 Levigatrice

Dopo aver inglobato i campioni, è necessario spianare la superficie e lucidarla fino ad ottenere una finitura a specchio del campione in modo da poter essere osservato al microscopio ottico. La levigatura e la lucidatura sono state eseguite utilizzando la levigatrice automatica modello *Abramin* che prevede un disco orizzontale rotante su cui vengono posizionati i fogli di carta abrasiva ed un pistone pneumatico posto in direzione ortogonale che preme il porta campioni rotante sul disco abrasivo. La posizione del porta campioni rotante è eccentrica rispetto all'asse del disco per consentirne la rotazione grazie alla forza d'attrito generata tra i campioni ed il disco abrasivo. La velocità di rotazione del disco abrasivo e la pressione esercitata dal pistone pneumatico possono essere regolate manualmente tramite il display di comando della macchina. Per levigare la superficie dei campioni di Nitinol sono state utilizzate una serie di carte abrasive con granulometria sempre più fine nella sequenza P340, P500, P800, P1200, P4000. Per la lucidatura finale dove si ottiene la finitura a specchio della superficie dei campioni, è stato sostituito il disco rotante della macchina con uno rivestito in panno che permette l'utilizzo di sospensioni abrasive con granulometria da 0,01 a 6 μm . Quella utilizzata è una soluzione composta da circa 2/3, in volume, di sospensione silicea con granulometria di 0,20 μm e 1/3 di perossido di idrogeno al 30%, tipicamente utilizzata per le leghe di titanio.

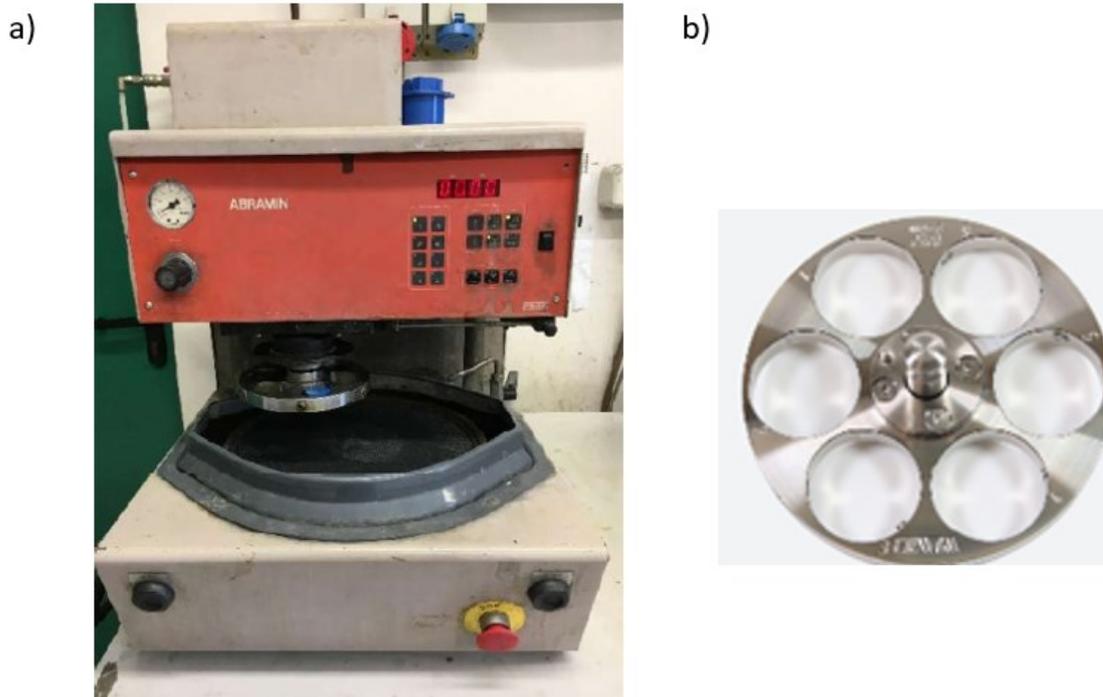


Figura 4.15: a) levigatrice Abramin; b) porta campioni rotante.

4.5.1.4 Microscopio ottico

L'analisi metallografica della superficie dei campioni è stata eseguita utilizzando un microscopio ottico, modello *DMR* della ditta *Leica*® equipaggiato con una telecamera *Zeiss AxioCam ERc5s*, collegata al computer in cui è installato il software di acquisizione *Zeiss ZEN core* che elabora le immagini durante l'utilizzo del microscopio e permette alcune operazioni come eseguire misurazioni tra due punti selezionati e regolare i parametri di luminosità e nitidezza delle immagini. È possibile ottenere diversi ingrandimenti della zona analizzata grazie a sei obiettivi di cui dispone il microscopio: 5x, 10x, 20x, 50x, 100x ed osservare la superficie del campione con luce polarizzata inserendo in serie dopo gli obiettivi un filtro polarizzatore.

4.5.2 Attacco chimico

Dopo aver lucidato a specchio i campioni di Nitinol, è necessario eseguire un attacco chimico sulla superficie per osservare la microstruttura. Lo scopo è quello di corrodere in

maniera differenziata i bordi grano o una determinata fase del materiale. La zona corrosa, infatti, quando viene osservata al microscopio, risulterà di un colore più scuro rispetto alla parte non corrosa dall'attacco chimico. In questo lavoro sono stati utilizzati due attacchi chimici differenti: il primo è una soluzione a base di acido fluoridrico (HF) e acido nitrico (HNO₃) comunemente utilizzato per la lega Nitinol. Sono stati eseguiti molteplici tentativi variando la composizione chimica dell'attacco ed il tempo di esposizione e i migliori risultati sono stati ottenuti con la soluzione 2,3 ml HF, 14,1 ml HNO₃, 82,7 ml H₂O (attacco 1) versata a gocce con una pipetta sulla superficie del campione ed un tempo di esposizione compreso tra i 40 e 50 secondi. La seconda tipologia di attacco viene denominata in letteratura come "color etching" ovvero attacco colorato. È meno comune, infatti, richiede un microscopio con luce polarizzata per osservare i grani evidenziati sulla superficie. La particolarità di questo attacco è la bassa corrosione del campione e la possibilità di distinguere sulla superficie analizzata, grani con diverso orientamento, infatti, grazie alla luce polarizzata l'immagine rilevata al microscopio presenta grani adiacenti di colori diversi e ad ogni colore corrisponde un diverso orientamento [28]. La composizione chimica dell'attacco utilizzato è la seguente 3ml HCL, 5g K₂S₂O₅, 0,4g NH₄HF₂, 24ml H₂O (attacco 2) ed il tempo di esposizione che ha permesso di ottenere i migliori risultati è compreso tra 35 e 45 secondi. Anche in questo caso la soluzione è stata versata a gocce sulla superficie del campione con l'ausilio di una pipetta.

4.5.3 Risultati microstrutture

Le immagini ottenute al microscopio ottico relative ai campioni di Nitinol AB (non trattato termicamente) e T3, T6 (trattati termicamente) dopo l'attacco chimico sulla superficie, vengono di seguito riportate. Le immagini corrispondono alla sezione trasversale del provino ovvero la sezione perpendicolare alla direzione di costruzione dei campioni ed è possibile notare come la dimensione media dei grani corrisponda alla distanza di passata del laser (hatch spacing) e sia approssimativamente 60 μm nel provino AB. Inoltre nei provini T3, T6 trattati termicamente vi è un accrescimento del grano molto ridotto e non vi è coesione dei bordi grano dimostrando una buona stabilità termica dei campioni di Nitinol [29].

Le immagini ottenute con l'attacco 1 vengono di seguito riportate:

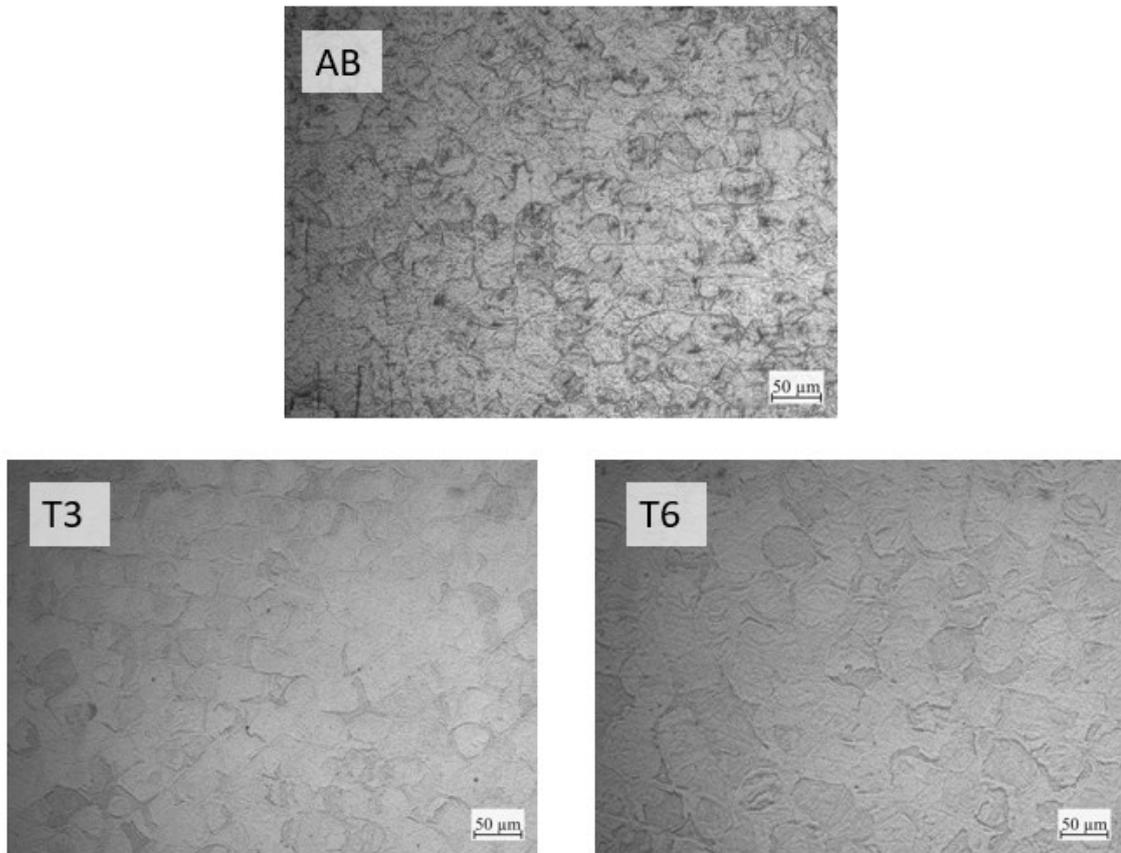


Figura 4.16: Microstrutture dei provini AB, T3, T6 ottenute con attacco 1.

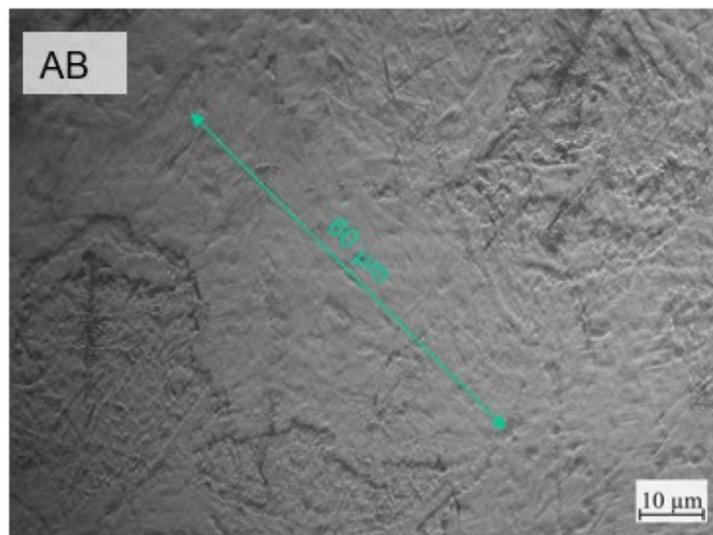


Figura 4.17: Dimensione del grano nel provino AB

Buoni risultati sono stati ottenuti con l'attacco 2 che ha permesso di definire meglio i bordi grano. Inoltre, grazie all'osservazione al microscopio con luce polarizzata, è stato possibile osservare l'orientamento dei grani nei diversi casi. Anche in questo caso si conferma la buona stabilità termica del materiale che presenta dei bordi grano ben definiti anche dopo i trattamenti termici.

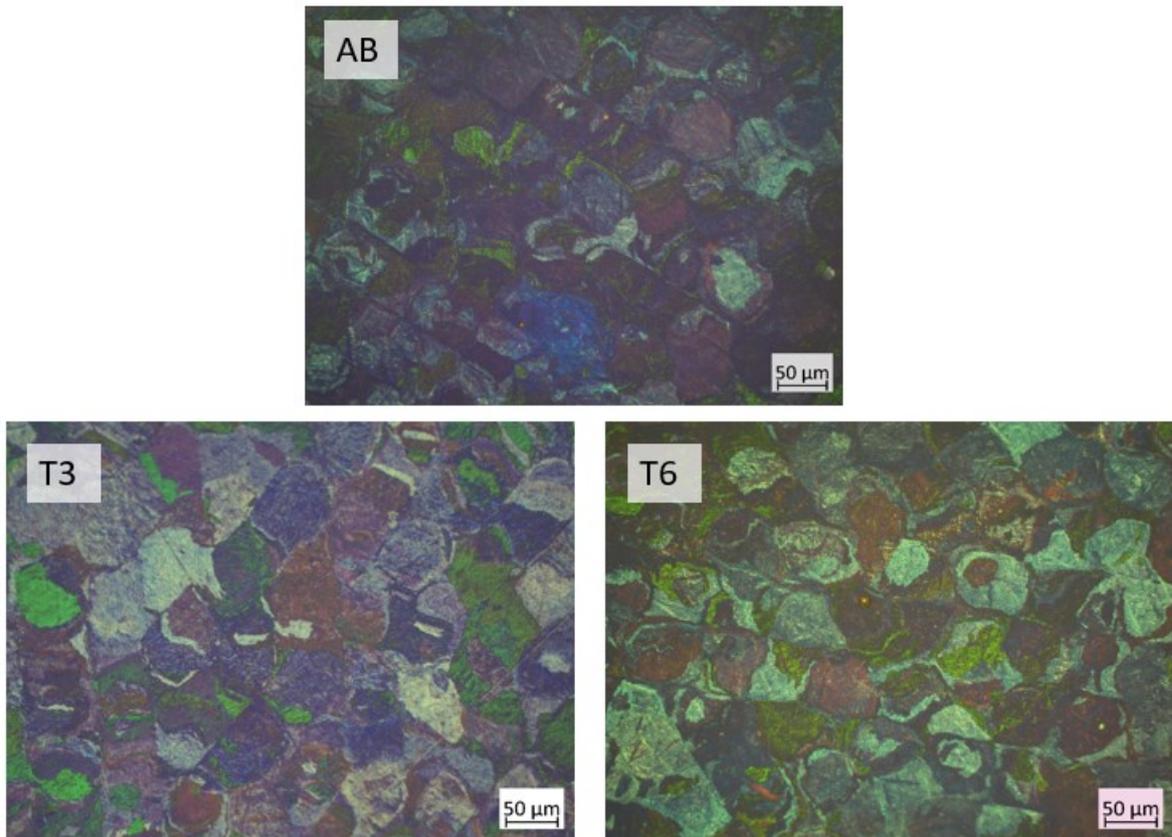


Figura 4.18: Microstrutture dei provini AB, T3, T6 ottenute con attacco 2.

CAPITOLO 5

PROVE MECCANICHE E TERMOMECCANICHE

5.1 Introduzione

Per comprendere come il processo di stampa 3D ed i diversi trattamenti termici eseguiti possano modificare le proprietà termomeccaniche della lega Nitinol in esame, sono state eseguite tre diverse tipologie di prove statiche facendo riferimento, per ognuna, alle normative di riferimento. In questo capitolo vengono descritte le macchine e gli strumenti utilizzati, le diverse configurazioni dei set-up necessari, gli step delle procedure di prova eseguite ed i risultati ottenuti.

5.2 Prova di trazione uniassiale

La prova di trazione uniassiale è un test di tipo distruttivo che consiste nel sottoporre il provino di Nitinol ad uno sforzo di trazione uniassiale inizialmente nullo fino ad un valore massimo che determina la rottura del materiale. Le prove di trazione eseguite hanno lo scopo di determinare alcune proprietà della lega $\text{Ni}_{50.1}\text{Ti}_{49.9}$, tra cui la resistenza meccanica, il modulo di elasticità e le tensioni caratteristiche della trasformazione martensitica in base alle diverse condizioni in cui si trova il materiale testato ovvero AB (non trattato termicamente) o T3, T6 (trattato termicamente). Per lo svolgimento del test, non essendo definita una normativa specifica per la prova di trazione sulle leghe nichel-titanio martensitiche a temperatura ambiente, ci si è attenuti a quanto viene riportato dalla normativa ASTM E8/E8M-22: Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Material [18]. Questa normativa fornisce informazioni di carattere generale, riguardanti, ad esempio, la geometria dei provini, le dimensioni del tratto utile, la tipologia di afferraggio ed alcune accortezze da considerare quando viene svolta la prova di trazione uniassiale come: assicurare la coassialità tra l'asse del provino e quello delle griffe di serraggio della macchina per evitare di indurre sforzi di flessione nella sezione del provino, assicurare una corretta lavorazione del tratto utile per evitare la rottura del

provino a causa della rapida propagazione di una cricca generata da un difetto ecc. Non sono presenti nella normativa alcuni parametri come la velocità di deformazione con cui eseguire le prove in quanto sono specifici del materiale che si intende testare e vengono generalmente definiti in altre normative dedicate al tipo di materiale testato.

Per la prova di trazione sulle leghe Nichel-Titanio è disponibile la normativa ASTM F 2516-22 Standard Test Method for Tension Testing of Nichel–Titanium Superelastic Materials [19] che definisce le procedure ed i parametri per la prova di trazione sulle leghe Nitinol superelastiche a temperatura ambiente. Non essendo disponibile una normativa specifica per la prova di trazione sulle leghe nichel-titanio martensitiche a temperatura ambiente, si è deciso per alcuni parametri di prova, di fare riferimento lo stesso a quelli specificati nella ASTM 2516.

5.2.1 Strumentazione utilizzata

5.2.1.1 MTS Mini Bionix II

La macchina utilizzata per eseguire le prove di trazione è la *MTS Mini Bionix II* disponibile nei laboratori dell'Università degli Studi di Padova. Tale macchina viene utilizzata per svolgere tutte le prove necessarie per la caratterizzazione di un materiale ovvero: prove di trazione, prove di compressione e prove cicliche a fatica. È dotata di due griffe a serraggio idraulico, una superiore ed una inferiore, che mantengono il provino in posizione durante la prova. All'interno delle griffe sono montati i cunei in acciaio temprato che effettuano la presa del provino e possono essere sostituiti per garantire la presa di provini piatti o a sezione circolare. La pinza superiore è mobile ed è collegata al braccio dell'attuatore idraulico la cui posizione è costantemente monitorata dal trasduttore di posizione e può imprimere spostamenti lineari controllati (o applicare forze) al provino. La pinza inferiore, invece, è fissa, ed è collegata alla cella di carico della macchina che misura i carichi applicati al provino durante la prova. Le specifiche della macchina vengono riassunte in tabella 5.1.

Caratteristiche	Valore	Campioni utilizzabili
Forza max	15 KN	
Corsa dinamica massima dell'attuatore	100 mm	Tipologia: piatti o rotondi Spessore: 0÷7 mm
Altezza massima di prova	450 mm	Diametro: 8.9÷10.9 mm
Profondità afferraggi	35/38 mm	

Tabella 5.1: Caratteristiche MTS Mini Bionix II.

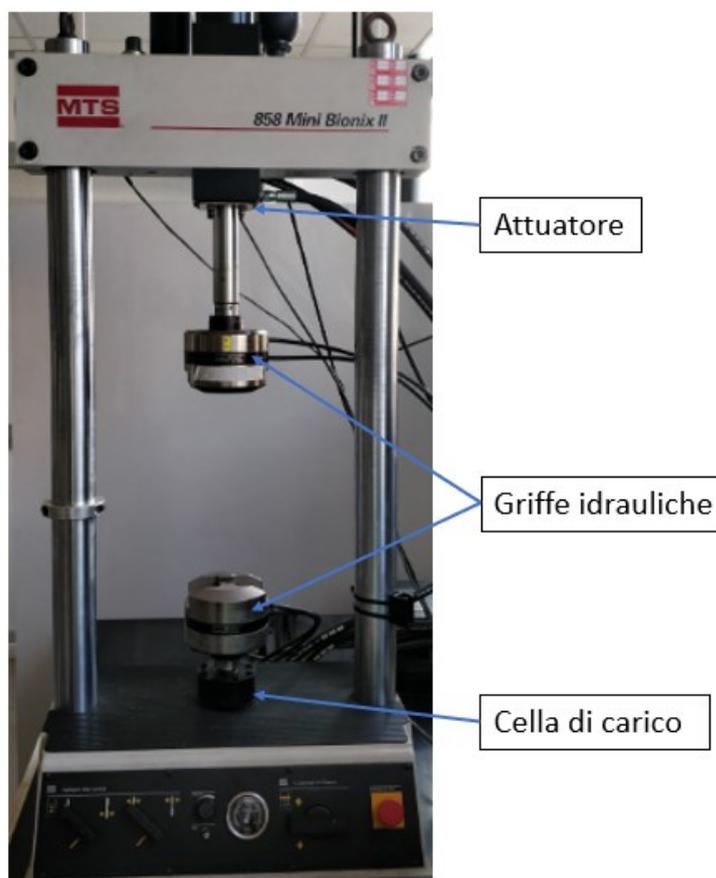


Figura 5.1: MTS Mini Bionix II.

5.2.1.2 Estensometro MTS

Per monitorare la deformazione del tratto utile dei provini di Nitinol durante la prova di trazione è stato utilizzato l'estensometro *MTS 632.13F – 20* (figura 5.2). Lo strumento permette di misurare la deformazione ingegneristica ϵ_{ing} [mm/mm] in una zona localizzata nella mezzeria del tratto utile del provino pari alla distanza dei coltelli dell'estensometro. In questo modo si ricava un dato preciso della deformazione correlata al relativo valore di tensione. Se non venisse utilizzato questo dispositivo, il dato di deformazione verrebbe ricavato a partire da quello di spostamento della griffa mobile fornito dalla macchina secondo la:

$$\epsilon_{ing} = \frac{\Delta_L}{L_0} \quad (5-1)$$

in cui il termine $\Delta_L = (L_{finale} - L_0)$ è l'allungamento del provino in mm. L_{finale} è pari alla lunghezza finale del tratto utile, mentre L_0 ne rappresenta la lunghezza iniziale.

Questo dato è meno preciso in quanto Δ_L tiene conto della deformazione di tutto il tratto di provino compreso tra i cunei di afferraggio e non di quella limitata alla zona calibrata del tratto utile.

Le caratteristiche dell'estensometro sono riportate in tabella 5.2.



Figura 5.2: Estensometro MTS 632.13F – 20.

Parametro	Valore
Distanza dei coltelli nominale	10 mm
Range di misura (% deformazione)	-15% / +15%
Resistenza nominale (a carico nullo)	350 Ohm

Tabella 5.2: Parametri estensometro MTS.

5.2.2 Procedura di prova

La geometria dei provini utilizzati per la prova di trazione uniassiale è quella riportata in figura 3.1 al paragrafo 3.2.1. ed è conforme alle specifiche riportate nella normativa di riferimento ASTM E8. La procedura utilizzata per svolgere la prova è la medesima per tutti i campioni testati e viene di seguito riassunta per punti.

1. Accendere la centralina idraulica della macchina ed aprire il rubinetto che regola il flusso d'acqua allo scambiatore per raffreddare dell'olio idraulico durante la prova.
2. Posizionare la traversa mobile della macchina ad un'altezza tale da consentire l'afferraggio del provino e bloccarla tramite l'apposito comando idraulico.
3. Impostare il controllo della macchina in controllo di spostamento in modo da poter aggiustare la distanza tra le griffe di afferraggio.
4. Posizionare il provino all'interno dei cunei della griffa inferiore fissa e serrare i cunei tramite l'apposito comando idraulico.
5. Posizionare la griffa superiore mobile ad un'altezza tale da garantire il corretto afferraggio del provino. Serrare i cunei tramite l'apposito comando idraulico e contemporaneamente impostare il controllo della macchina su controllo di carico impostando un valore pari a 0 N per evitare che durante la chiusura dei cunei vi siano forze di trazione o compressione che vanno ad agire sul provino falsando la prova.
6. Impostare la tipologia di prova da eseguire e inserire nel software di controllo i parametri. Se la prova viene svolta in controllo di spostamento, inserire la velocità in mm/min con la quale si vuole svolgere il test.

7. Collocare l'estensometro nel tratto utile del provino cercando di porre la mezzeria del tratto utile nella mezzeria dei coltelli di misura dell'estensometro.
Rimuovere il perno di bloccaggio dai coltelli dell'estensometro monitorando la deformazione che viene rilevata dallo strumento. Se durante la rimozione del perno il parametro di deformazione (teoricamente pari a 0 micro-strain in questa fase) subisce variazioni oltre i 1000 micro-strain, riposizionare il fermo, e ripetere la procedura. Un micro-strain equivale ad uno spostamento che produce una deformazione di una parte per milione.
8. Avviare la prova, ed attendere che il provino giunga a rottura. La prova è considerata valida se la rottura del provino avviene nell'intorno della mezzeria del tratto utile ed all'interno dei coltelli dell'estensometro.

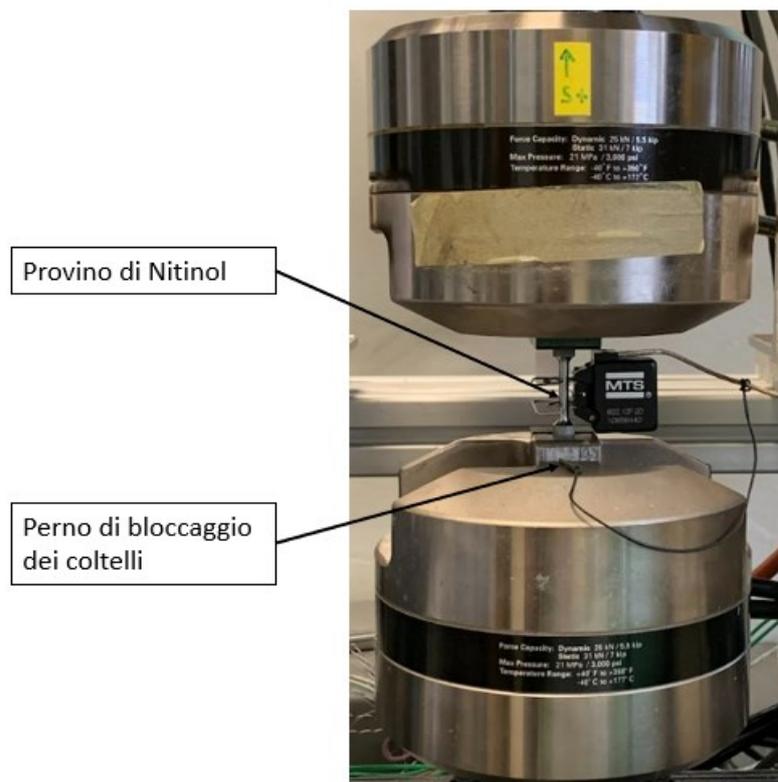


Figura 5.3: Set-up utilizzato per la prova di trazione uniaassiale.

Le prove sono state svolte in controllo di deformazione, ovvero impostando la velocità di spostamento della griffa mobile che viene mantenuta costante per tutta la prova dall'attuatore oleodinamico a cui collegata. La velocità di deformazione utilizzata è la medesima per tutti i provini ed è stata decisa attenendosi alle specifiche riportate nella normativa ASTM F2516. I parametri di prova utilizzati vengono riportati in tabella 5.3.

Campione	Velocità di deformazione
AB	0,3 mm/min
T3	0,3 mm/min
T6	0,3 mm/min

Tabella 5.3: Velocità di deformazione utilizzata durante la prova di trazione uniassiale.

5.2.3 Risultati

5.2.3.1 Curva ingegneristica

Per ricavare le curve tensione- deformazione sono stati testati due provini per tipologia: AB (non trattato termicamente), T3 e T6 (trattati termicamente). Non è stato possibile testare ulteriori campioni, in quanto i provini sono stati auto-prodotti presso i laboratori dell'Università di Padova ed il processo produttivo che prevede diversi step: stampa 3D, trattamento termico e tornitura è molto oneroso ed è stato possibile ottenere solamente 8 provini per ogni ciclo di stampa 3D a causa delle dimensioni della platform su cui vengono costruiti. Inoltre, la parte di polveri che viene recuperata dal processo di stampa 3D e riutilizzata per un successivo processo non può essere impiegata (dopo essere stata setacciata) per più di due volte dal momento che vi è una rapida degradazione delle proprietà del materiale dovuta all'ossidazione delle polveri di Nitinol ed alle elevate temperature cui sono sottoposte durante il processo.

I risultati ottenuti sono dunque presentati come media dei valori ricavati dalle singole prove.

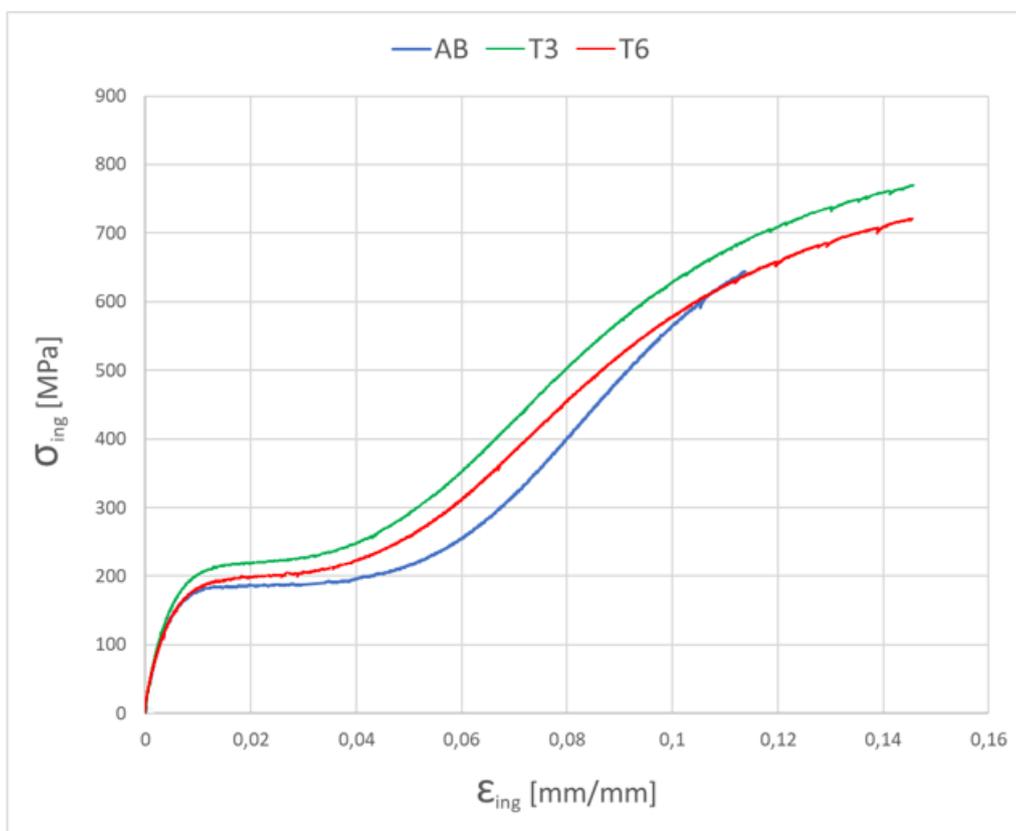


Figura 5.4: Confronto delle curve tensione-deformazione ingegneristiche ottenute dalla prova di trazione uniassiale.

Il diagramma di figura 5.4 presenta un confronto generale riguardo l'andamento delle curve tensione-deformazione ingegneristiche ottenute dalle prove di trazione eseguite sui diversi provini di Nitinol. La principale differenza che si può notare è una traslazione verticale delle curve dei provini trattati termicamente lungo l'asse delle tensioni. Prendendo come riferimento la curva del provino AB, l'effetto del trattamento termico T3 si traduce in una traslazione del grafico maggiore rispetto a quella prodotta dal trattamento termico T6.

L'andamento e le pendenze di una curva ricavata dalla prova di trazione su un provino di Nitinol, è molto diversa da quella del Titanio o di un acciaio e presenta tre diverse zone con caratteristiche differenti. La curva tensione-deformazione ingegneristiche riportata in figura 5.5, cui si fa riferimento, è quella relativa al provino T3; il comportamento e le considerazioni sono analoghe per i provini AB e T6.

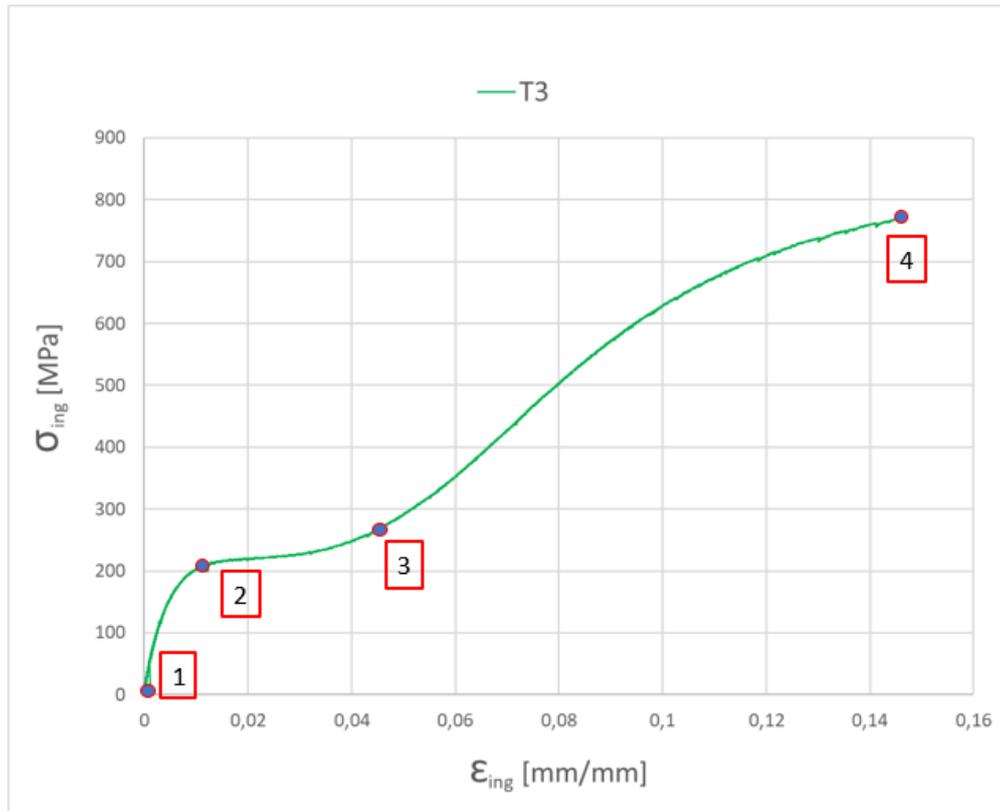


Figura 5.5: Curva tensione-deformazione ingegneristiche ricavata dal provino di Nitinol T3. (1-2) tratto elastico; (2-3) tratto plastico in cui avviene la trasformazione da martensite twinned a martensite detwinned; (3-4) tratto plastico in cui il provino giunge a rottura.

Va sottolineato che la seguente analisi fa riferimento ai provini utilizzati in questo studio che si presentano allo stato martensitico a temperatura ambiente; se i provini di partenza fossero austenitici a temperatura ambiente i diversi tratti della curva rappresenterebbero un comportamento del materiale diverso da quello che viene riportato.

Al primo tratto lineare della curva (1-2) corrisponde il comportamento elastico del materiale in cui le deformazioni imposte sono reversibili e vi è una costante di proporzionalità tra la tensione σ e la deformazione ϵ pari al modulo elastico della fase martensitica del materiale E_m :

$$\sigma = E_m \epsilon$$

(5-2)

Nel tratto di curva (2-3) a causa del carico applicato vi è una trasformazione della fase cristallina della martensite che passa dallo stato di martensite twinned a martensite detwinned secondo i meccanismi di geminazione illustrati nel capitolo 2. La trasformazione avviene a carico circa costante ed è possibile individuare in corrispondenza del punto 2 e del punto 3 rispettivamente le tensioni di inizio trasformazione σ_m^S e fine trasformazione σ_m^F . In questo tratto le deformazioni sono di tipo plastico permanente.

Nel tratto di curva (3-4) il materiale è completamente trasformato e la curva presenta un primo tratto lineare con pendenza pari al modulo elastico della martensite detwinned $E_{m,detw.}$ ed una seconda parte il cui vi è uno scostamento della linearità e la curva diminuisce la sua pendenza fino alla rottura del provino. In tutto il tratto (3-4) della curva le deformazioni subite dal materiale sono di tipo plastico permanente ma a differenza di quelle che si generano nel tratto (2-3), la componente elastica della deformazione viene recuperata seguendo la pendenza del modulo elastico $E_{m,detw.}$ più basso rispetto ad E_m del tratto iniziale della curva, dunque il recupero in termini di deformazione sarà maggiore a parità di deformazione imposta nel tratto (3-4) rispetto al tratto (2-3).

5.2.3.2 Calcolo del modulo di Young

Il modulo di Young per definizione è calcolato come:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \tag{5-3}$$

dove σ è la tensione calcolata in Mpa e ε la deformazione del provino (termine adimensionale).

A partire dalle curve sforzo-deformazione ingegneristiche, è possibile stimare il modulo elastico del Nitinol ricavando la pendenza della retta tangente al primo tratto lineare della curva.

Dal tratto di curva (1-2) è possibile stimare il modulo elastico del materiale in fase martensitica a temperatura ambiente E_m (martensite twinned), mentre dal tratto di curva (3-4) viene stimato il modulo elastico del materiale in fase martensitica a fine trasformazione $E_{m, \text{detw}}$ (martensite detwinned). In figura 5.6 viene riportato il diagramma con le rette di regressione utilizzate per il calcolo del modulo elastico del provino T3. Lo stesso procedimento è stato utilizzato per gli altri provini AB, T6.

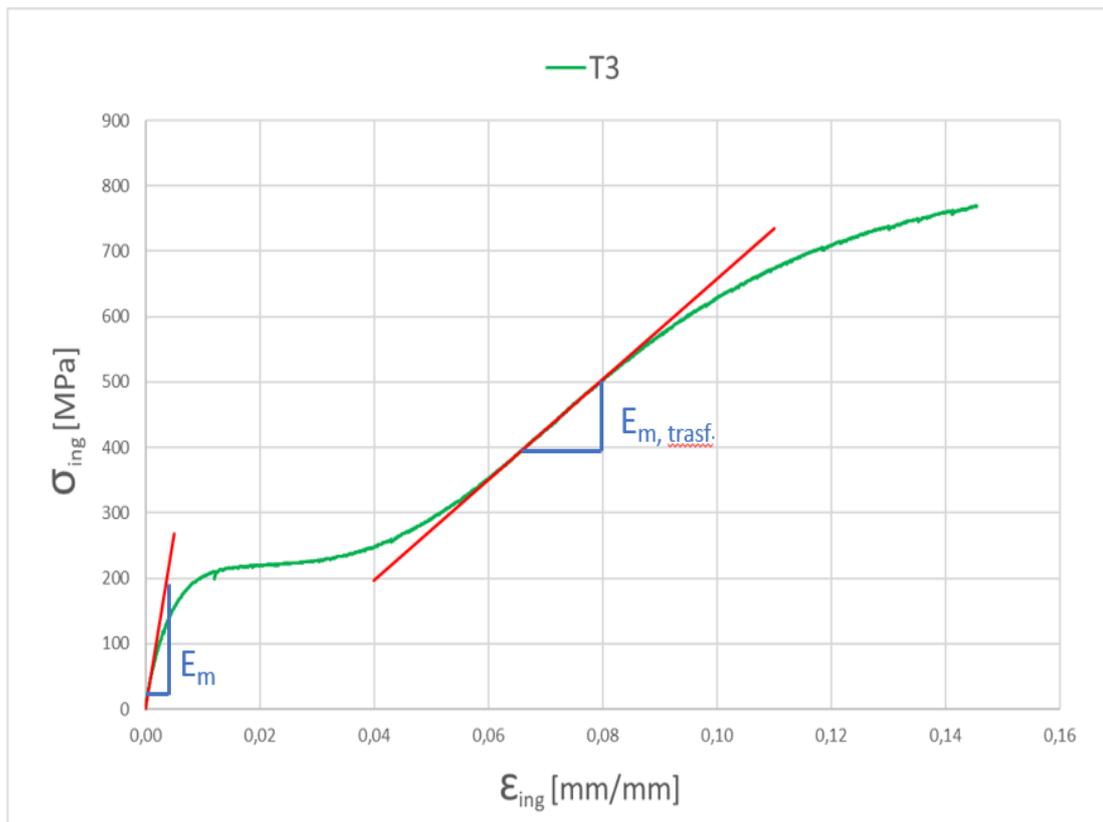


Figura 5.6: Metodo utilizzato per il calcolo del modulo elastico.

Nelle seguenti tabelle vengono riportati i valori medi dei moduli elastici ottenuti:

Campione	Modulo elastico E_m	Temperatura
AB	51,9 GPa	25 °C
T3	51,6 GPa	25 °C
T6	51,7 GPa	25 °C

Tabella 5.4: Valori medi del modulo elastico del Nitinol in fase martensitica twinned.

Campione	Modulo elastico $E_{m,detw.}$	Temperatura
AB	8,7 GPa	25 °C
T3	7,3 GPa	25 °C
T6	7,3 GPa	25 °C

Tabella 5.5: Valori medi del modulo elastico del Nitinol in fase martensitica detwinned.

Come dimostrano i dati riportati in tabella il modulo elastico E_m della fase martensitica twinned viene influenzato molto poco dal trattamento termico che ne provoca una riduzione di 300 Mpa per il provino T3 e 200 Mpa per il provino T6 rispetto al provino AB. Per quando riguarda invece il modulo elastico $E_{m,detw.}$, l'effetto del trattamento termico è più marcato, infatti, come si nota in figura 5.4, la pendenza della curva nel tratto (3-4), relativa al provino AB, è maggiore rispetto a quelle dei provini T3 e T6 che mostrano, invece, una pendenza molto tra loro (come confermano i dati in tabella 5.5).

5.2.3.3 Tensioni di trasformazione

A partire dalle curve ottenute dalle prove di trazione, è possibile stimare due valori caratteristici di tensione:

- σ_m^S valore di tensione al quale ha inizio la trasformazione da martensite twinned a martensite detwinned.
- σ_m^F valore di tensione corrispondente alla fine della trasformazione.

Entrambi questi valori di tensione si ricavano agli estremi del plateau della curva di trazione intersecando le rette che approssimano i moduli elastici con una terza retta ottenuta tramite regressione lineare che interpola i dati sperimentali della zona del plateau della curva (tratto compreso tra il punto 2 e il punto 3 della curva di figura 5.6). Un esempio del metodo applicato è riportato in figura 5.7.

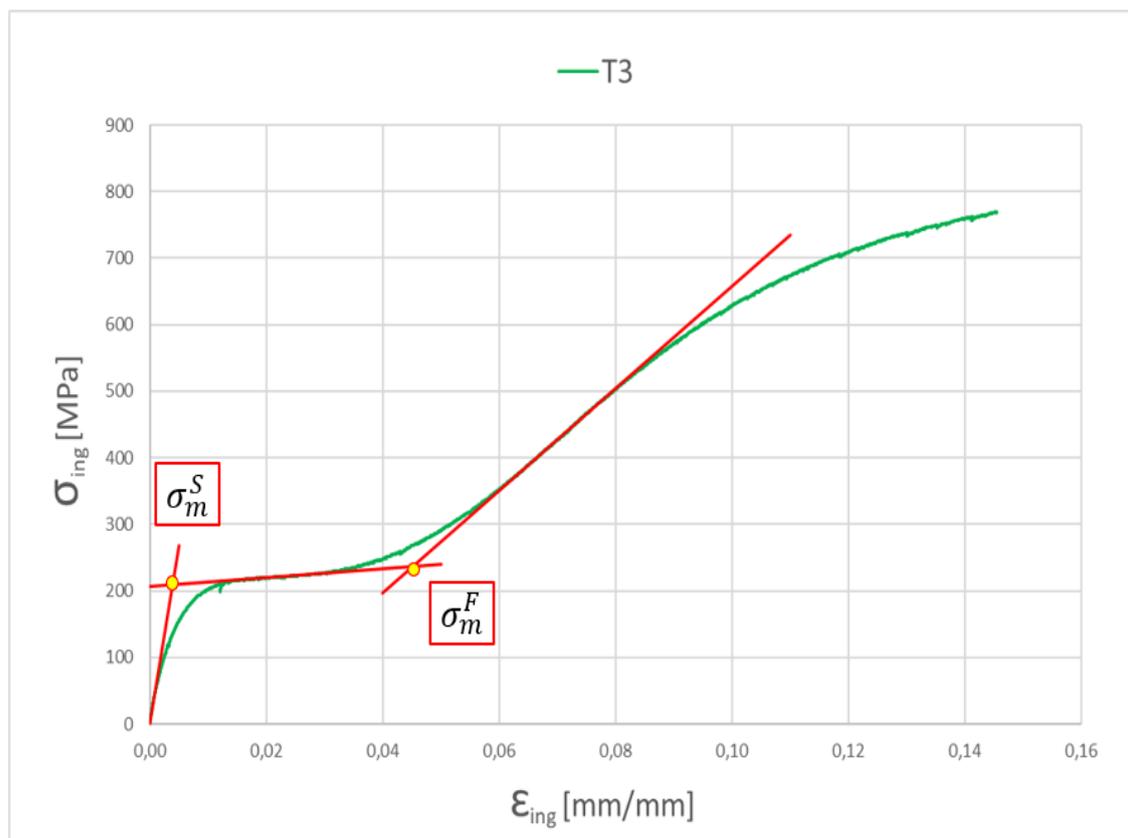


Figura 5.7: Procedura utilizzata per il calcolo delle tensioni di trasformazione σ_m^S e σ_m^F .

I valori medi delle tensioni ottenute per le diverse tipologie di provini testati vengono riportati in tabella 5.6.

Campione	σ_m^S	σ_m^F
AB	181,8 MPa	194,3 MPa
T3	204,9 MPa	238,45 MPa
T6	189,6 MPa	220 MPa

Tabella 5.6: Valori medi delle tensioni di inizio e fine trasformazione.

5.2.3.4 Tensione di rottura

Il valore di tensione di rottura σ_R è stato determinato come il massimo valore di tensione raggiunto dai provini durante la prova prima di giungere a rottura e i valori medi del parametro σ_R sono riportati in tabella 5.7.

Campione	σ_R
AB	644,7 MPa
T3	793,7 MPa
T6	786,5 MPa

Tabella 5.7: Valori medi della tensione di rottura dei provini.

Per quanto riguarda il parametro σ_R i trattamenti termici hanno un notevole effetto sui provini di Nitinol, infatti, come confermano in valori in tabella, in entrambi i provini trattati termicamente la tensione di rottura aumenta di oltre 140 Mpa.

5.2.3.5 Deformazione a rottura

Un parametro di interesse che si può ricavare dalle curve ottenute è la deformazione a rottura ϵ_R dei provini di Nitinol. A causa del limite di misura dell'estensometro utilizzato,

durante le prove è stato possibile misurare la deformazione a rottura solamente dei provini nelle condizioni AB in quanto non supera mai il 15%. I provini trattati termicamente T3, T6, invece, in ogni prova hanno superato la deformazione a rottura del 15%; ed in questi casi, quando durante prova la deformazione giunge ad un valore prossimo al 15%, è necessario rimuovere l'estensometro non ricavando così le informazioni sul dato. I valori del parametro ottenuti dalle prove vengo riportati in tabella 5.8.

Campione	ϵ_R
AB	11,4 %
T3	>14,5 %
T6	>14,5 %

Tabella 5.8: Valore medio della deformazione a rottura del provino AB e valori indicativi di riferimento per i provini T3, T6.

5.3 Prova con ciclo termico a carico uniassiale costante applicato

Questa prova è di tipo non distruttivo ed è stata eseguita seguendo la normativa di riferimento ASTM E3097-17 Standard Test Method for Mechanical Uniaxial Constant Force Thermal Cycling of Shape Memory Alloys [20]. Lo scopo della prova è determinare le temperature di trasformazione, le deformazioni relative alla trasformazione e la deformazione residua a fine prova della lega $Ni_{50,1}Ti_{49,9}$ quando viene eseguito un ciclo termico dopo aver applicato un carico costante al provino che viene mantenuto per tutta la prova. Il test deve essere svolto utilizzando una macchina per prova di trazione o compressione uniassiale e la temperatura deve essere controllata tramite l'utilizzo di una camera climatica o altri sistemi in grado di controllare i gradienti termici di riscaldamento e raffreddamento del provino.

Per questa prova si è deciso di testare solamente il materiale nelle condizioni AB (non trattato termicamente) e T3 (trattato termicamente). Non è stato invece testato il materiale con trattamento termico T6 in quanto, a seguito dei risultati ottenuti dalle prove di trazione, non è stata riscontrata una netta distinzione tra le proprietà del materiale nelle condizioni T3 e T6.

5.3.1 Strumentazione utilizzata

5.3.1.1 MTS 647

La macchina utilizzata è la *MTS 647 Hydraulic Wedge Grip* disponibile presso i laboratori dell'Università degli Studi di Padova. Tale macchina presenta le medesime caratteristiche di funzionamento della *MTS Mini Bionix II* descritta al paragrafo 5.2.1.1. Si tratta infatti di una macchina utilizzata per eseguire test di trazione, compressione o fatica sui materiali ed è dotata di due griffe a serraggio idraulico che mantengono il provino in posizione grazie ai cunei posizionati al loro interno che effettuano la presa del provino. Al contrario della macchina *MTS Mini Bionix II* la griffa inferiore è mobile ed è collegata all'attuatore oleodinamico mentre la griffa superiore è fissa ed è collegata alla cella di carico che misura le forze applicate con limite massimo di 50 KN. Le dimensioni della macchina sono tali da consentire il posizionamento della camera climatica nello spazio di lavoro compreso tra la griffa di afferraggio superiore e quella inferiore come illustrato nello schema di figura 5.8.

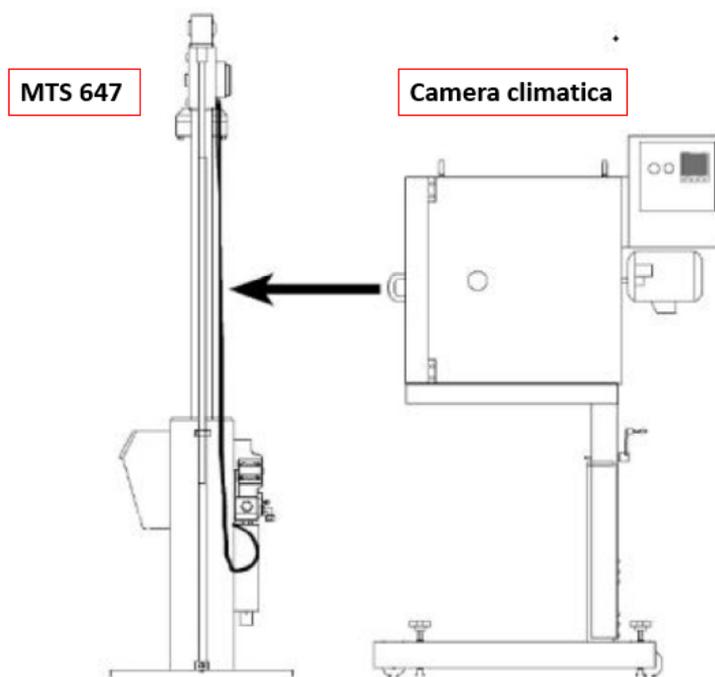


Figura 5.8: Schema di posizionamento della camera climatica.

5.3.1.2 Camera climatica MTS

Per eseguire il ciclo termico durante la prova è stata utilizzata la camera climatica modello *MTS 651.06E-03* che consente di testare i materiali in u ampia gamma temperature comprese tra: -129 °C ed i 549 °C. Il raffreddamento viene eseguito introducendo Azoto liquido nella camera, mentre il riscaldamento avviene tramite due resistenze elettriche. La temperatura all'interno della camera dev'essere uniforme, per questo il calore viene distribuito da un deflettore ed una ventola posta nel retro della camera. La temperatura all'interno viene regolata tramite la lettura di una termocoppia posta all'uscita del deflettore che rileva la temperatura di una piccola piastra in metallo con elevata conducibilità termica.

5.3.1.3 Estensometro MTS

Per misurare la deformazione nel tratto utile dei provini è stato utilizzato lo stesso estensometro impiegato durante le prove di trazione (figura 5.10). Il modello e le caratteristiche specifiche dello strumento sono le medesime riportate al paragrafo 5.2.1.2. In questo caso il provino è fissato all'interno della camera climatica utilizzata per controllare i gradienti termici in riscaldamento e raffreddamento previsti durante il ciclo termico cui i provini sono stati sottoposti. L'estensometro è tarato ed in grado sopportare temperature massime di 150 °C che durante le prove non vengono mai oltrepassate.

5.3.1.4 Set up-di prova

Per eseguire la prova il provino deve essere afferrato all'interno della camera climatica che presenta all'estremità superiore e inferiore due aperture circolari di diametro $\varnothing = 33$ mm. La dimensione delle aperture non è sufficiente a collocare le griffe idrauliche della macchina all'interno della camera ed è stato dunque necessario utilizzare due prolunghe in acciaio C45 appositamente progettate allo scopo la cui progettazione e realizzazione è ampiamente discussa al capitolo 6. Le due prolunghe vengo posizionate all'interno della camera e tramite le due aperture presenti afferrate all'interno delle griffe

idrauliche della macchina in modo da mantenerle in posizione. La loro dimensione è tale da consentire il posizionamento del provino nella parte centrale della camera climatica. Durante il montaggio del set-up è necessario garantire la coassialità delle due prolunghe per evitare sforzi al di fuori di quello assiale per questo viene utilizzato un provino pilota in acciaio che ne consente il corretto montaggio.

In figura 5.9 viene illustrata la configurazione finale di tutto il set-up montato prima di iniziare la prova ed in figura 5.10 la configurazione di montaggio del provino di Nitinol all'interno della camera climatica utilizzando le apposite griffe.

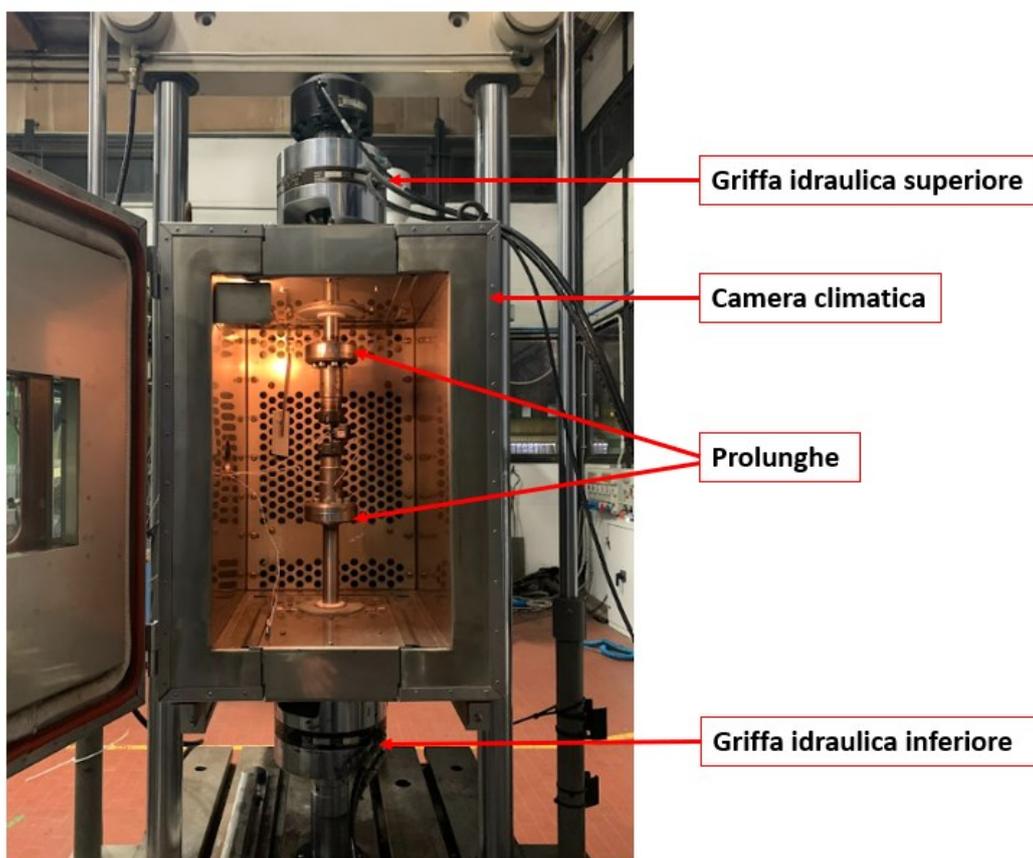


Figura 5.9: Montaggio del set-up di prova sulla macchina MTS 647.



Figura 5.10: Configurazione di afferraggio del provino di Nitinol all'interno della camera climatica e montaggio dell'estensometro nel tratto utile del provino.

5.3.2 Terminologia

I termini dei parametri utilizzati per descrivere la procedura di prova vengono di seguito riassunti e corrispondono a quelli riportati dalla normativa di riferimento ASTM E3097.

- e_i : deformazione iniziale del campione quando al punto UCT è applicato il carico.
- e_{UCT} : deformazione del campione al punto UCT dopo essere stato raffreddato fino alla temperatura LCT e riscaldato fino alla temperatura UCT con carico costante applicato.
- e_{res} : deformazione finale del campione $e_{res} = (e_{UCT} - e_i)$
- e_{LCT} : deformazione del campione al punto LCT dopo raffreddamento dalla temperatura UCT alla temperatura LCT con carico costante applicato.
- UCT: temperatura massima del ciclo termico. Viene impostata come $10 \div 100$ °C oltre la temperatura A_f

- LCT : temperatura minima del ciclo termico. Viene impostata come $10 \div 30$ °C al di sotto della temperatura M_f .
- M_s : temperatura di inizio trasformazione da fase austenitica a fase martensitica durante il raffreddamento.
- M_f : temperatura di fine trasformazione da fase austenitica a fase martensitica durante il raffreddamento.
- A_s : temperatura di inizio trasformazione da fase martensitica a fase austenitica durante il riscaldamento.
- A_f : temperatura di fine trasformazione da fase martensitica a fase austenitica durante il riscaldamento.

5.3.3 Procedura di prova

La geometria dei provini utilizzati per questa prova è quella riportata in figura 3.3 al paragrafo 3.2.2. ed è conforme alle specifiche riportate nella normativa di riferimento ASTM E8; il tratto degli afferraggi è filettato con passo metrico M8x1 appositamente pensato per fissare il provino all'interno della camera climatica utilizzando le griffe progettate allo scopo. Ad ogni provino è stata applicata tramite saldatura una termocoppia nella mezzeria del tratto utile in modo da monitorarne la temperatura durante tutta la durata della prova (figura 5.11).

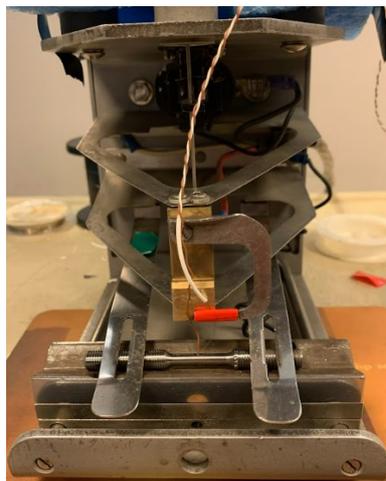


Figura 5.11: Applicazione della termocoppia al provino di Nitinol tramite saldatura.

La procedura utilizzata per svolgere la prova è la medesima per tutti i campioni testati e viene di seguito riassunta per punti facendo riferimento allo schema di figura 5.12.

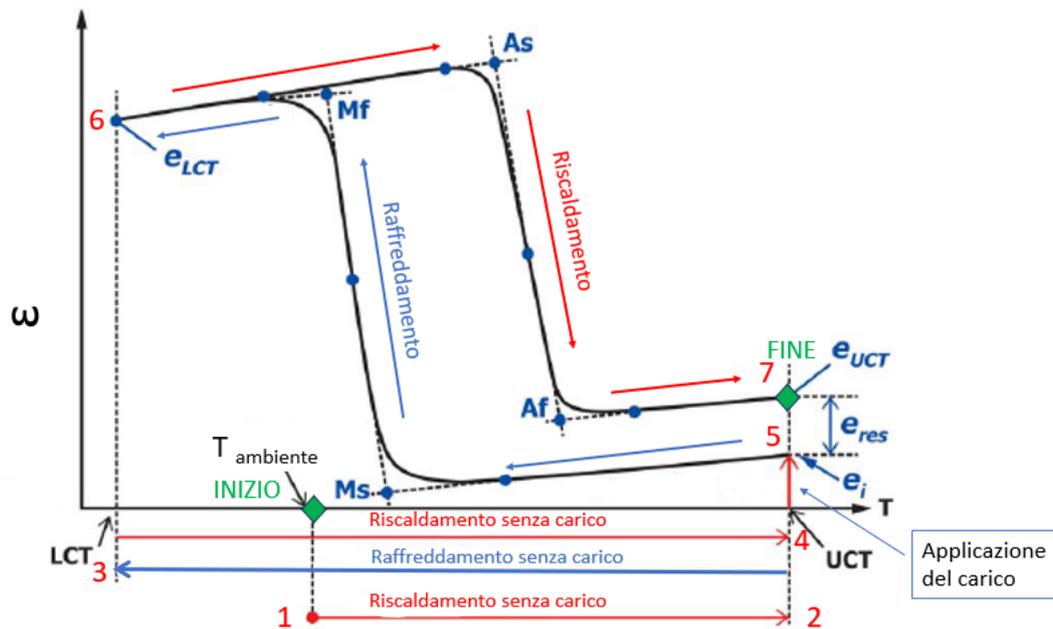


Figura 5.12: Diagramma di riferimento deformazione-temperatura.

- 1- Collocare il provino all'interno dell'apparato di prova avvitandone le estremità filettate all'interno delle griffe e serrare la ghiera di cui dispongono per assicurare la presa.
- 2- Applicare l'estensometro al provino per misurare le deformazioni ingegneristiche del tratto utile durante la prova. La procedura di applicazione è la stessa illustrata per le prove di trazione al paragrafo 5.2.2.
- 3- Ciclo di normalizzazione: impostare un carico che non ecceda la tensione di 7 MPa nella sezione del tratto utile del provino e mantenerlo per tutto il ciclo di normalizzazione. Scaldare il provino fino ad una temperatura pari ad UCT e mantenere la temperatura per un tempo necessario a raggiungere l'equilibrio termico del provino (1-2). Raffreddare il provino fino alla temperatura pari ad LCT e mantenere la temperatura per un tempo necessario all'equilibrio termico del provino (2-3). Riscaldare nuovamente fino alla temperatura UCT (3-4).

- 4- Mantenendo il provino alla temperatura UCT applicare il carico scelto (4-5). In questo è stato applicato un carico che induce una tensione di 100 MPa nella sezione ridotta del provino.
- 5- Raffreddare il provino alla temperatura LCT e mantenerla fino a che la temperatura letta dalla termocoppia applicata al provino e la deformazione non sono stabilizzate (5-6). Il gradiente termico di raffreddamento non deve eccedere i 4 °C al minuto.
- 6- Riscaldare il provino alla temperatura UCT e mantenerla fino a che la temperatura letta dalla termocoppia applicata al provino e la deformazione non sono stabilizzate (6-7). Il gradiente termico di riscaldamento non deve eccedere i 4 °C al minuto.

5.3.4 Risultati

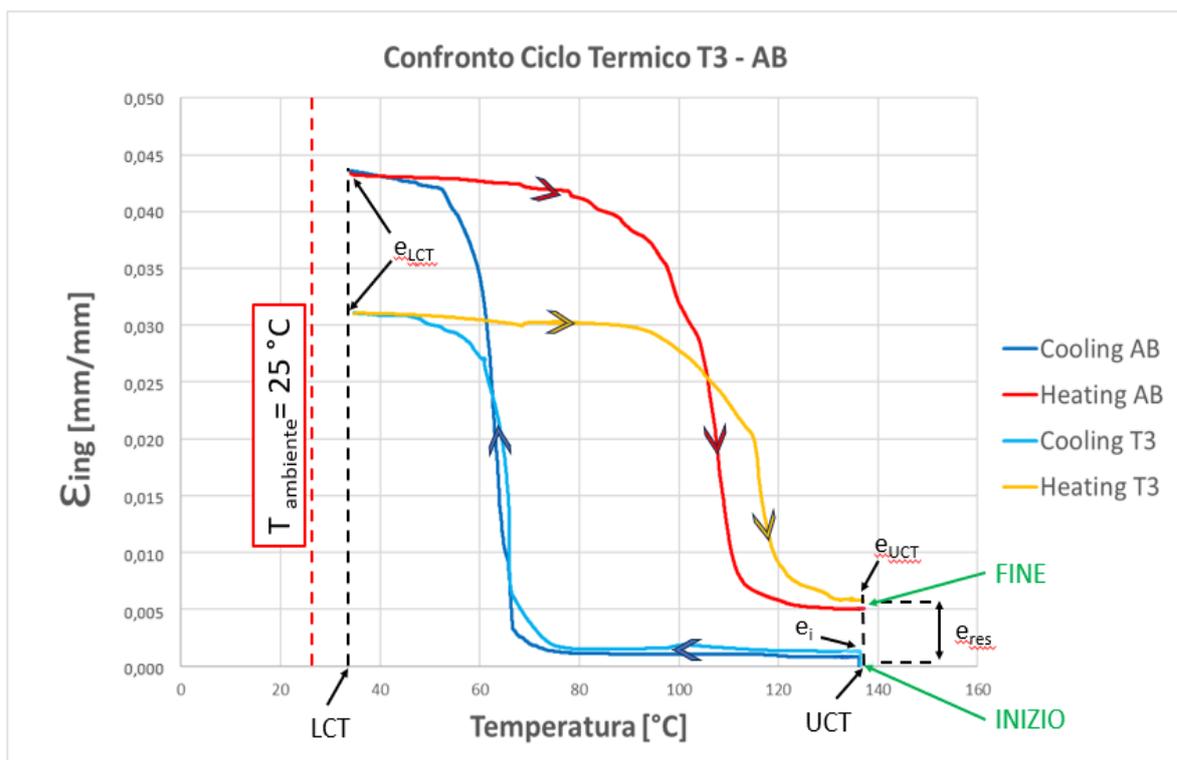


Figura 5.13: Diagramma temperatura-deformazione ingegneristica ottenuto dalle prove sul provino AB e T3.

Al termine della prova, dall'analisi dei dati ottenuti, è possibile ottenere il digramma deformazione ingegneristica in funzione della temperatura di figura 5.13.

L'intera esecuzione di una singola prova richiede una durata di diverse ore; in particolare modo, durante la fase di raffreddamento, non è stato possibile utilizzare il flusso di Azoto liquido per raffreddare l'ambiente all'interno della camera e la sua inerzia termica aggiunta a quella delle prolunghie utilizzate per mantenere il provino in posizione ostacolano il raffreddamento del provino ed il raggiungimento della temperatura LCT di fine prova può richiedere diverse ore. Per tanto, è stato testato un solo provino nelle condizioni AB ed un solo provino nelle condizioni T3.

5.3.4.1 Temperature di trasformazione con carico applicato

Uno dei parametri principali ricavati dalle prove eseguite sono le temperature di trasformazione martensitica termoelastica quando il provino è sottoposto ad un carico tale da generare una tensione di 100 MPa nella sezione del tratto utile. Durante il ciclo termico, infatti, i provini sono testati in un range di temperatura che va da LCT ($M_s - 10^\circ\text{C}$) fino ad UCT ($A_f + 30^\circ\text{C}$) e la trasformazione martensitica viene indotta termicamente; alla temperatura UCT il materiale sarà in fase austenitica, alla temperatura LCT sarà invece in fase martensitica. Il cambiamento di fase del materiale corrisponde ad una significativa variazione della deformazione che genera nel digramma temperatura-deformazione ingegneristica un repentino cambio di pendenza della curva. Prolungando le rette tangenti ai tratti lineari della curva è possibile determinare il valore delle temperature di inizio e fine trasformazione definite dai punti di intersezione delle rette (figura 5.14).

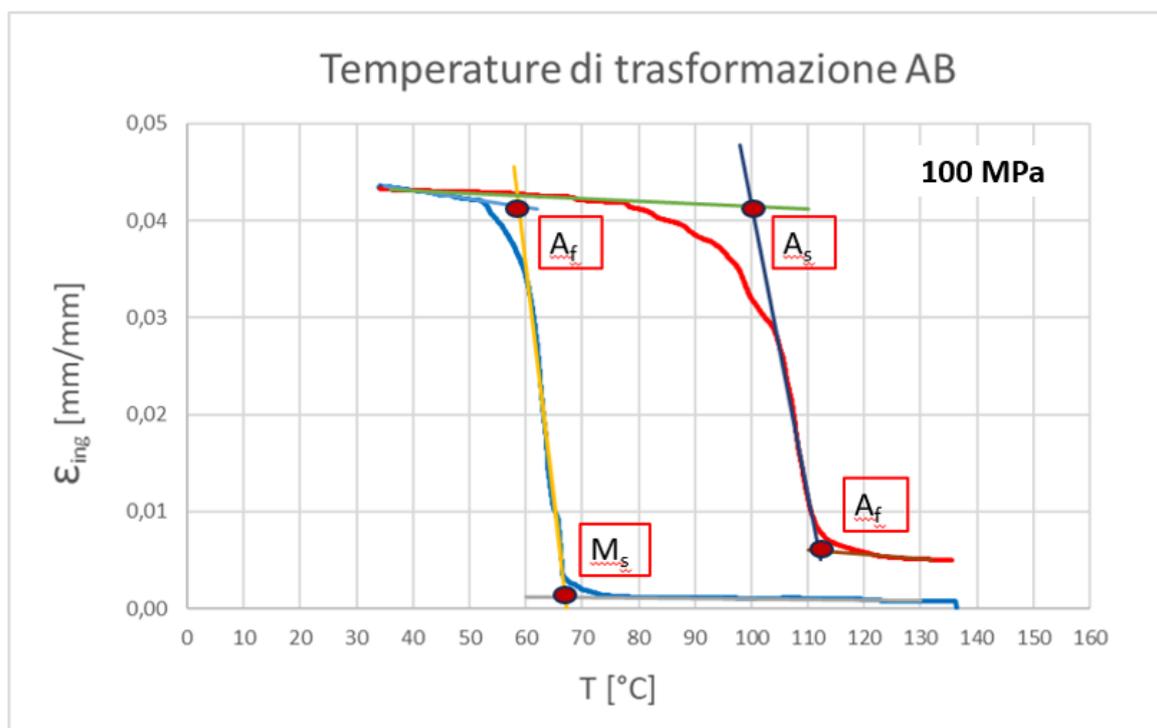


Figura 5.14: Metodo di calcolo delle temperature di trasformazione martensitica termoelastica. Ciclo termico eseguito con tensione costante sul provino pari a 100 MPa.

Il diagramma di figura 5.14 riporta il caso del provino AB ma i valori delle temperature di trasformazione sono stati ricavati in modo analogo anche per il provino T3 e vengono riassunti in tabella 5.9 confrontando i valori con i risultati delle analisi DSC.

Provino AB				
Temperature	M_s (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)
DSC	57,7	31	65	88,5
Ciclo termico	67	58,8	100	112

Tabella 5.9: Confronto delle temperature di trasformazione ottenute dall'analisi DSC e dalla prova con ciclo termico a carico costante applicato (tensione 100 MPa nella sezione del tratto utile del provino) secondo normativa ASTM E3097

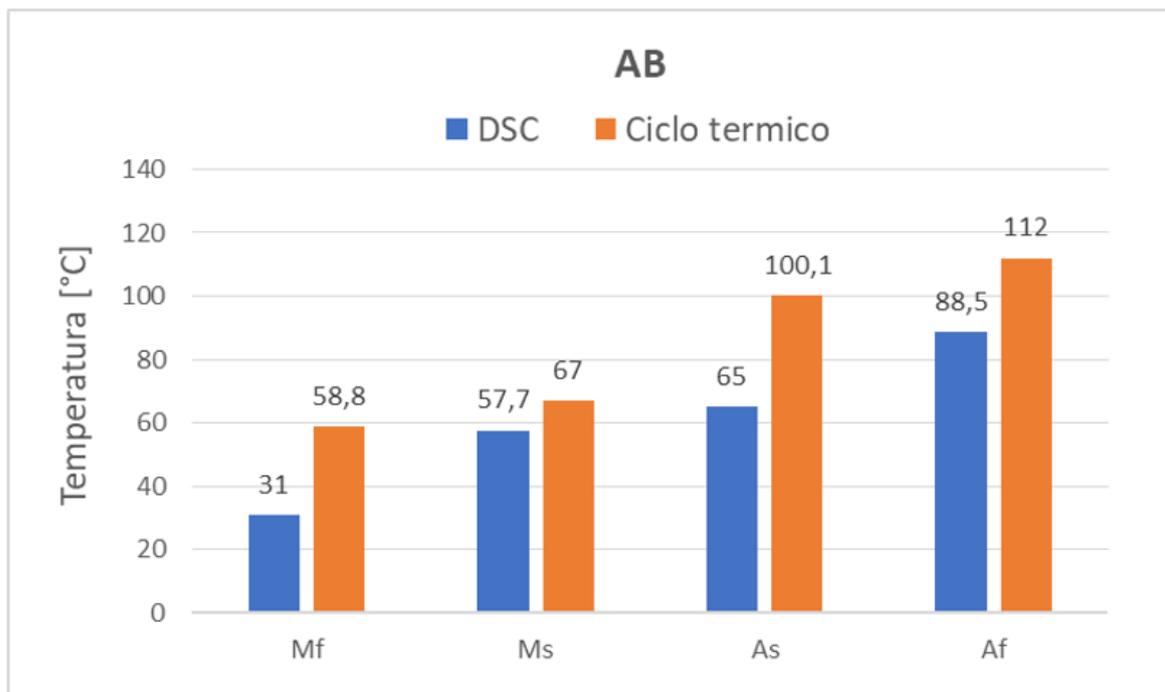


Figura 5.15: Confronto dei valori di tabella 5.9 relativi al materiale nelle condizioni AB.

Provino T3				
Temperature	M_s (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)
DSC	64,6	43,7	80,2	102
Ciclo termico	68,5	61,2	107,2	122,7

Tabella 5.10: Confronto delle temperature di trasformazione ottenute dall'analisi DSC e dalla prova con ciclo termico a carico costante applicato (tensione 100 MPa nella sezione del tratto utile del provino) secondo normativa ASTM E3097

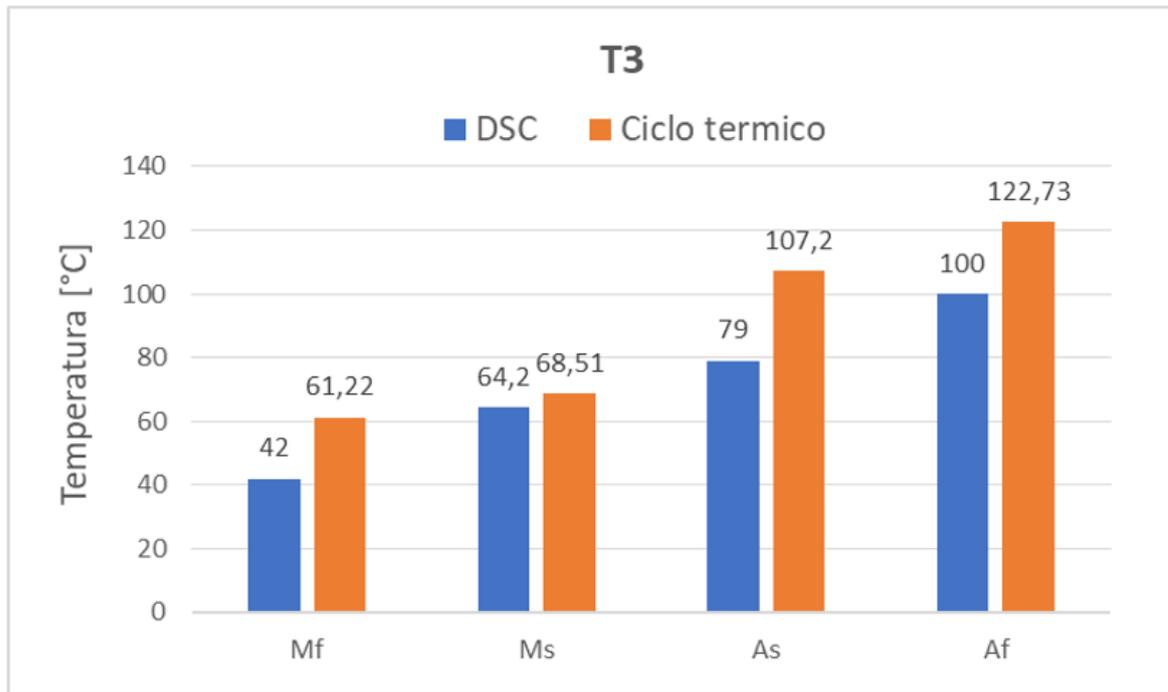


Figura 5.16: Confronto dei valori di tabella 5.10 relativi al materiale nelle condizioni T3.

Dai dati ottenuti è possibile notare come il comportamento del materiale in cambio fase venga influenzato dal carico applicato. In entrambi i provini testati la tensione di 100 MPa indotta dal carico genera un aumento complessivo delle temperature di trasformazione della lega Ni_{50,1}Ti_{49,9}.

5.3.4.2 Deformazioni indotte dalla trasformazione di fase

I diagrammi ottenuti consentono di stimare alcuni valori di deformazione significativi come la deformazione massima indotta dal ciclo di temperatura e_{LCT} e la deformazione residua a fine prova $e_{res} = (e_{UCT} - e_i)$; i valori dei parametri, espressi come deformazione percentuale del tratto utile del provino compreso all'interno dei coltelli dell'estensometro vengono riportati in tabella 5.11.

	e_{LCT} (%)	e_i (%)	e_{UCT} (%)	e_{res} (%)
AB	4,35	0,08	0,5	0,42
T3	3,1	0,12	0,57	0,45

Tabella 5.11: Valori di deformazione ottenuti dall'analisi dei dati delle prove.

Il trattamento termico T3 ha come effetto più evidente la riduzione della deformazione massima indotta dalla trasformazione di fase del Nitinol raggiunta nel punto e_{LCT} alla temperatura LCT che è inferiore del 40,3 % rispetto a quella ottenuta con il provino AB. La deformazione residua e_{res} , pari alla deformazione iniziale del provino dopo aver applicato il carico e_i e la deformazione ultima a fine ciclo termico e_{UCT} , non viene particolarmente influenzata dal trattamento termico con un aumento pari al 7,2 % del valore e_{res} nel caso del provino T3 rispetto al provino AB.

La deformazione e_{UCT} alla temperatura UCT a fine prova, prima, di rimuovere il carico, è il 14 % superiore nel caso del provino T3 rispetto al provino AB.

5.4 Prova con pre-deformazione e recupero termico libero

La prova è di tipo non distruttivo ed è stata eseguita seguendo la normativa di riferimento ASTM E3098-17 Standard Test Method for Mechanical Uniaxial Pre-strain and Free Recovery of Shape Memory Alloys [21]. Lo scopo della prova è determinare la deformazione residua dopo aver deformato plasticamente il provino fino ad un valore di deformazione imposto, la quantità di deformazione recuperata dopo aver scaldato il provino e la deformazione residua dopo aver raffreddato il provino fino alla temperatura iniziale della prova. Il test deve essere svolto utilizzando una macchina per prova di trazione o compressione uniassiale e la temperatura deve essere controllata tramite l'utilizzo di una camera climatica per regolare la temperatura del provino durante la prova. Anche in questo caso, sono stati testati solamente due provini, uno nelle condizioni AB (non trattato termicamente) ed uno nelle condizioni T3 (trattato termicamente).

5.4.1 Strumentazione utilizzata

Le macchine ed il set-up utilizzato per svolgere questa tipologia di prova corrisponde a quelli utilizzati per svolgere il test con ciclo termico a carico uniassiale costante. Pertanto, la lettura è riportata al paragrafo 5.3.1 e relativi sottoparagrafi, in cui le macchine e gli strumenti utilizzati sono ampiamente descritti.

5.4.2 Terminologia

I termini ed i simboli relativi ai parametri utilizzati per descrivere la procedura di prova vengo di seguito elencati e corrisponde a quelli riportati nella normativa di riferimento ASTM E3098.

- e_0 : deformazione del campione alla temperatura LCT dopo normalizzazione, prima di applicare la deformazione imposta.
- e_i : deformazione massima del campione durante la deformazione imposta alla temperatura LCT.
- e_u : deformazione del campione alla temperatura LCT dopo deformazione imposta e rimozione del carico, prima di eseguire il ciclo termico.
- e_{UCT} : deformazione del campione alla temperatura UCT dopo deformazione imposta alla temperatura LCT e rimozione del carico e dopo essere stato riscaldato fino alla temperatura UCT.
- e_{LCT} : deformazione del campione alla temperatura LCT dopo deformazione imposta alla temperatura LCT e rimozione del carico e dopo essere stato riscaldato alla temperatura UCT e raffreddato alla temperatura LCT.
- e_{rec} : deformazione recuperata a fine prova $e_{rec} = (e_u - e_{LCT})$
- UCT : temperatura massima del ciclo termico. Viene impostata come $10 \div 100$ °C oltre la temperatura A_f
- LCT : temperatura minima del ciclo termico. Viene impostata come $10 \div 30$ °C al di sotto della temperatura M_f .

- M_s : temperatura di inizio trasformazione da fase austenitica a fase martensitica durante il raffreddamento.
- M_f : temperatura di fine trasformazione da fase austenitica a fase martensitica durante il raffreddamento.
- A_s : temperatura di inizio trasformazione da fase martensitica a fase austenitica durante il riscaldamento.
- A_f : temperatura di fine trasformazione da fase martensitica a fase austenitica durante il riscaldamento.

5.4.3 Procedura di prova

La geometria dei provini utilizzati in questa prova è quella riportata in figura 3.3 al paragrafo 3.2.2. ed è conforme alle specifiche riportate nella normativa di riferimento ASTM E8. I tratti di afferraggio del provino sono filettati con passo metrico fine M8x1 e consentono di effettuare la presa all'interno della camera climatica tramite le apposite griffe. Prima di eseguire la prova, ad entrambi i provini testati, è stata applicata tramite saldatura una termocoppia nel mezzo del tratto utile, necessaria a monitorare la temperatura del provino durante le fasi di riscaldamento e raffreddamento previste dalla prova.

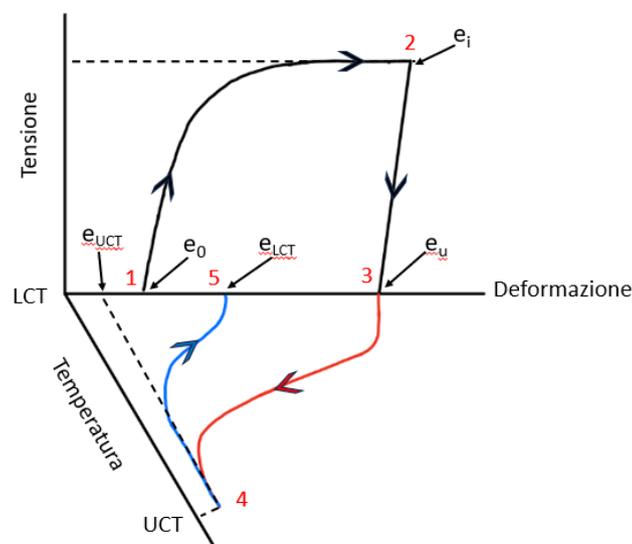


Figura 5.17: Diagramma di riferimento tensione deformazione temperatura.

La procedura utilizzata per svolgere il test è la medesima per entrambi i campioni e viene di seguito riassunta per punti facendo riferimento ai tratti della curva schematizzata in figura 5.17.

- 1- Collocare il provino all'interno dell'apparato di prova avvitandone le estremità filettate all'interno delle griffe e serrare la ghiera di cui dispongono per assicurare la presa del provino.
- 2- Applicare l'estensometro al provino per misurare le deformazioni ingegneristiche del tratto utile durante la prova. La procedura di applicazione è la stessa illustrata per le prove di trazione al paragrafo 5.2.2.
- 3- Ciclo di normalizzazione: impostare un carico che non ecceda la tensione di 7 MPa nella sezione del tratto utile del provino e mantenerlo per tutto il ciclo di normalizzazione. Scaldare il provino fino alla temperatura UCT e mantenere la temperatura per un tempo necessario a raggiungere l'equilibrio termico del provino. Raffreddare il provino fino alla temperatura LCT e mantenere la temperatura per un tempo necessario all'equilibrio termico del provino.
- 4- Applicare una deformazione al provino fino ad un valore imposto (1-2), scelto in base al tipo di applicazione. In questo caso è stata impostata una deformazione pari al 3%, applicata con una velocità di deformazione di 0,3 mm/min.
- 5- Rimuovere il carico applicato (2-3); la tensione generata dal carico in questa fase deve essere inferiore a 7 MPa fino a che il valore di deformazione non è stabilizzato.
- 6- Scaldare il provino fino alla temperatura UCT (3-4) e mantenerla fino a che la temperatura letta dalla termocoppia applicata al provino e la deformazione non sono stabilizzate. Il gradiente termico di riscaldamento non deve eccedere i 4°C/min.
- 7- Raffreddare il provino fino alla temperatura LCT (4-5) e mantenerla fino a che la temperatura letta dalla termocoppia applicata al provino e la deformazione non sono stabilizzate. Il gradiente termico di raffreddamento non deve eccedere i 4°C/min.

5.4.4 Risultati

I dati ottenuti dalle prove consentono di ottenere un grafico a tre assi tensione-deformazione-temperatura, che dimostra la straordinaria proprietà di memoria di forma del Nitinol attraverso la quale parte della deformazione cui sono stati sottoposti inizialmente i provini viene recuperata a seguito dell'aumento della temperatura. Dal confronto dei dati ottenuti è possibile valutare l'effetto del trattamento termico in termini di deformazioni massime e residue ottenute nei due diversi casi AB (materiale non trattato termicamente), T3 (trattato termicamente).

Le figure 5.18 e 5.19 mostrano i diagrammi ottenuti dalle due prove.

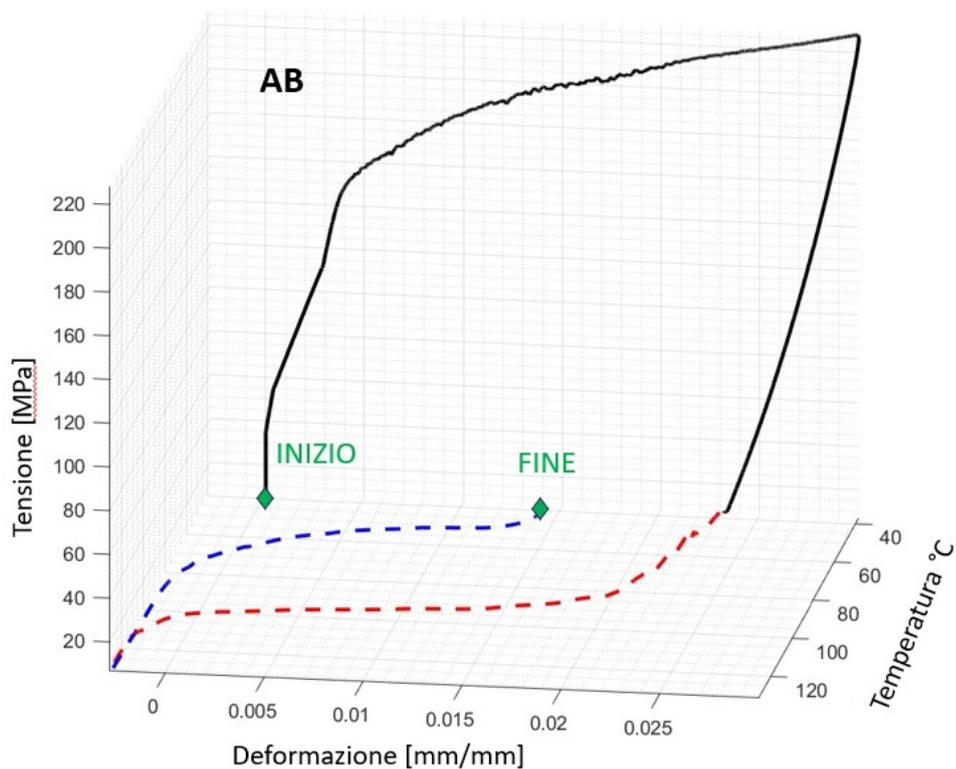


Figura 5.18: Diagramma tensione-deformazione-temperatura ottenuto dal materiale nelle condizioni AB.

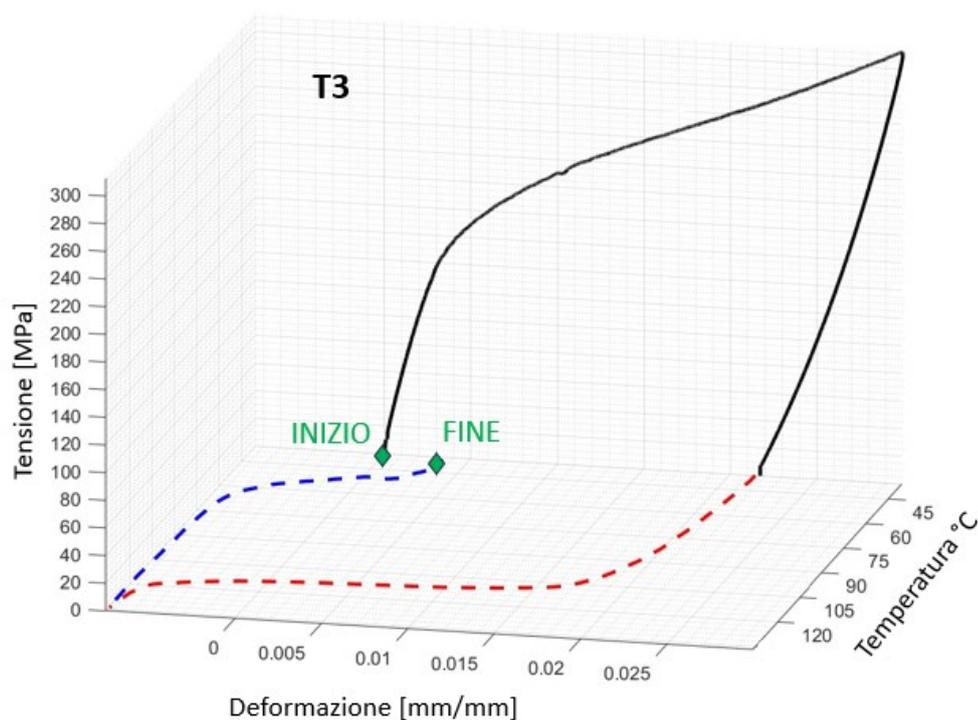


Figura 5.19: Diagramma tensione-deformazione-temperatura ottenuto dal materiale trattato termicamente T3.

In tabella 5.12 vengono riassunti i valori delle deformazioni determinate durante le prove che permettono di valutare l'effetto di memoria di forma del materiale nei due diversi casi analizzati. I valori sono espressi come deformazione percentuale della lunghezza iniziale del tratto utile del provino compresa all'interno dei coltelli dell'estensometro.

	ϵ_0 (%)	ϵ_u (%)	ϵ_{UCT} (%)	ϵ_{LCT} (%)	ϵ_{rec} (%)
AB	0	2,34	-0,27	1,41	0,93
T3	0	2,19	-0,75	0,40	1,79

Tabella 5.12: Valori di deformazione caratteristici della prova con pre-deformazione e recupero termico libero.

La deformazione e_0 , ovvero la deformazione iniziale dopo aver eseguito il ciclo termico di normalizzazione è stata ritenuta trascurabile in entrambe le prove in quanto il valore rilevato dall'estensometro è inferiore allo 0,001%.

La deformazione e_u , pari alla deformazione del provino dopo essere stato deformato alla temperatura LCT e dopo aver rimosso il carico è maggiore del 6.8 % nel provino AB che infatti presenta un modulo elastico E di poco superiore a quello del provino T3.

La deformazione e_{UCT} pari alla deformazione massima recuperata dal provino durante la fase di riscaldamento, in cui il materiale passa dalla fase martensitica a quella austenitica, è maggiore del 177,8 % nel provino T3 rispetto al provino AB e rappresenta la memoria di forma ad una via del materiale. Il valore di deformazione negativo è dovuto al fatto che durante il passaggio dalla fase martensitica alla fase austenitica vi è una contrazione del materiale.

La deformazione e_{LCT} , pari alla deformazione del provino una volta terminata la prova ed aver raffreddato il provino fino alla temperatura LCT è decisamente maggiore nel provino AB. In questo caso il trattamento termico ha come effetto sul materiale, l'aumento della memoria di forma in quanto il provino T3 recupera una quantità maggiore della deformazione impressa ad inizio prova rispetto al provino AB.

La deformazione e_{rec} , è pari alla differenza tra e_u e e_{LCT} e determina la deformazione massima recuperata dal provino a fine prova che risulta maggiore nel caso del provino T3, confermando che l'effetto di memoria di forma della lega Nitinol utilizzata durante le prove viene enfatizzato dal trattamento termico.

CAPITOLO 6

PROGETTAZIONE E REALIZZAZIONE DEL SET-UP PER LE PROVE TERMOMECCANICHE

6.1 Vincolo iniziale

Le prove meccaniche di cui si è ampiamente discusso ai paragrafi 5.3 e 5.4 prevedono l'utilizzo della macchina *MTS 647 Hydraulic Wedge Grip* e della camera climatica *MTS 651.06E-03* per eseguire le prove mantenendo controllata la temperatura del provino all'interno. Durante lo svolgimento della prova il provino deve essere afferrato all'interno della camera climatica che dispone all'estremità superiore e inferiore di due aperture circolari di diametro $\varnothing = 32$ mm. Le griffe idrauliche della macchina e l'attuatore oleodinamico cui è collegata la griffa mobile hanno un diametro ben più elevato rispetto alle aperture della camera climatica e perciò non è possibile in alcun modo riuscire ad introdurle all'interno per afferrare il provino. Sono quindi state pensate, progettate e realizzate due griffe con prolunga in acciaio C45 tali da poter essere inserite all'interno della camera climatica e scorrere senza attrito attraverso le due aperture poste alle estremità.

6.2 Componenti

6.2.1 Griffe di afferraggio

Le griffe con prolunga utilizzate nelle prove sono composte da diversi elementi, alcuni di questi sono stati progettati e realizzati presso l'officina presente all'interno dei laboratori dell'Università degli Studi Di Padova mentre altri erano già disponibili in laboratorio e sono solamente stati adattati allo scopo.

Il primo componente è la griffa che afferra il provino e lo mantiene in posizione durante la prova ed è illustrato in figura 6.1. La trattazione fa riferimento per semplicità ad una

sola griffa, ma il progetto ha richiesto l'utilizzo di due griffe identiche che sono state realizzate seguendo gli stessi procedimenti.

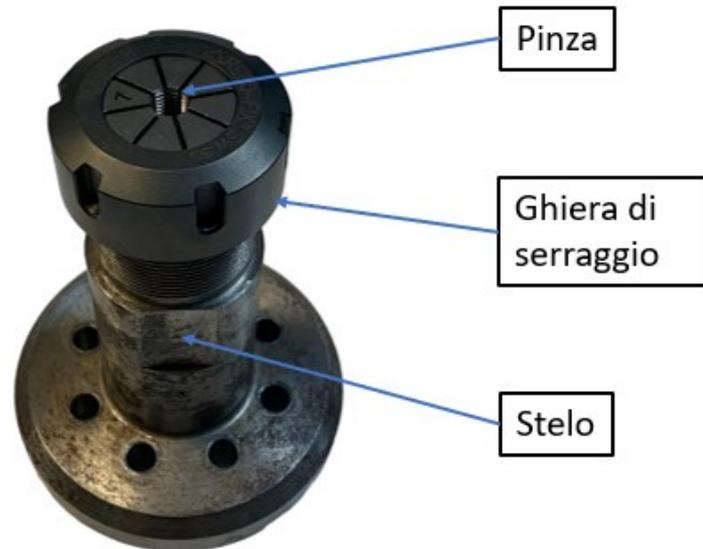


Figura 6.1: Griffa di serraggio

In questo caso il componente era già disponibile in laboratorio, ed è composto da uno stelo in acciaio C45 che presenta all'estremità inferiore una flangia forata con un pattern di otto fori $\varnothing = 8,5$ mm utilizzati per il fissaggio ad altri componenti o macchinari tramite viti M8. All'estremità superiore, invece, è fissata tramite una ghiera filettata, una pinza porta utensili in acciaio temprato modello *H-Q/ER 32* della ditta REGO-FIX[®], comunemente impiegata nelle macchine utensili per serrare frese o punte per foratura. Il funzionamento di questo sistema è basato sulla conicità della pinza; essa, infatti, è alloggiata all'interno dello stelo che a sua volta presenta una sede rettificata con la stessa conicità della pinza. Serrando la ghiera filettata, la pinza che presenta delle scanalature lungo tutta la superficie, a causa delle forze che si generano grazie alle superfici coniche, si strige attorno all'asse centrale effettuando così la presa. In figura 6.2 vengono illustrate la pinza e la ghiera una volta estratte dalla griffa mentre la figura 6.3 riporta lo schema quotato della pinza fornito nel datasheet della ditta REGO-FIX[®].

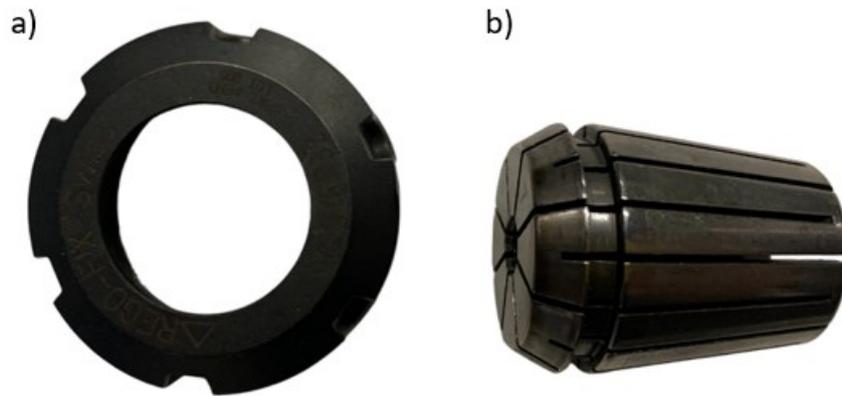


Figura 6.2: Ghiera di serraggio a) e pinza conica b).

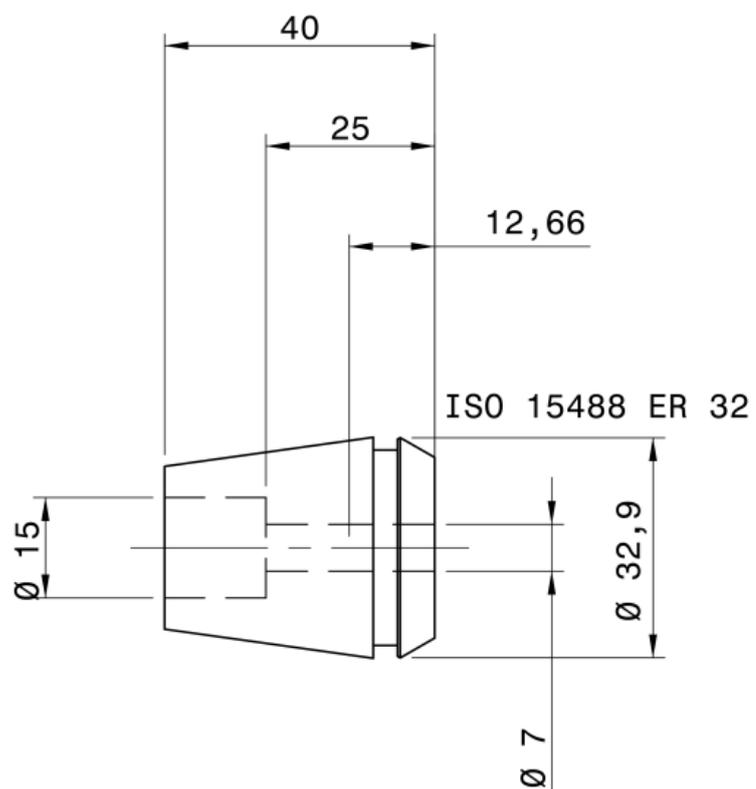


Figura 6.3: Schema quotato della pinza H-Q/ER 32 [30]

Per la corretta esecuzione delle prove, è necessario che non vi siano scorrimenti del provino una volta serrato all'interno della pinza. Per questo motivo le pinze sono state filettate internamente con passo metrico fine M8x1 ed allo stesso modo anche gli afferraggi dei provini sono stati filettati con il medesimo passo metrico; la geometria dei provini utilizzati è quella riportata in figura 3.3 al paragrafo 3.2.2 e la loro realizzazione è stata ampiamente discussa nel capitolo 3.

In questo modo il provino può essere avvitato all'interno della pinza ed una volta posizionato la ghiera può essere serrata assicurando così, oltre alla tenuta dei filetti, anche una forza di serraggio data dalla pinza.

La figura 6.4 mostra l'operazione di filettatura della pinza eseguita in officina utilizzando un tornio parallelo manuale per assicurare la coassialità della filettatura con l'asse dell'intera griffa.

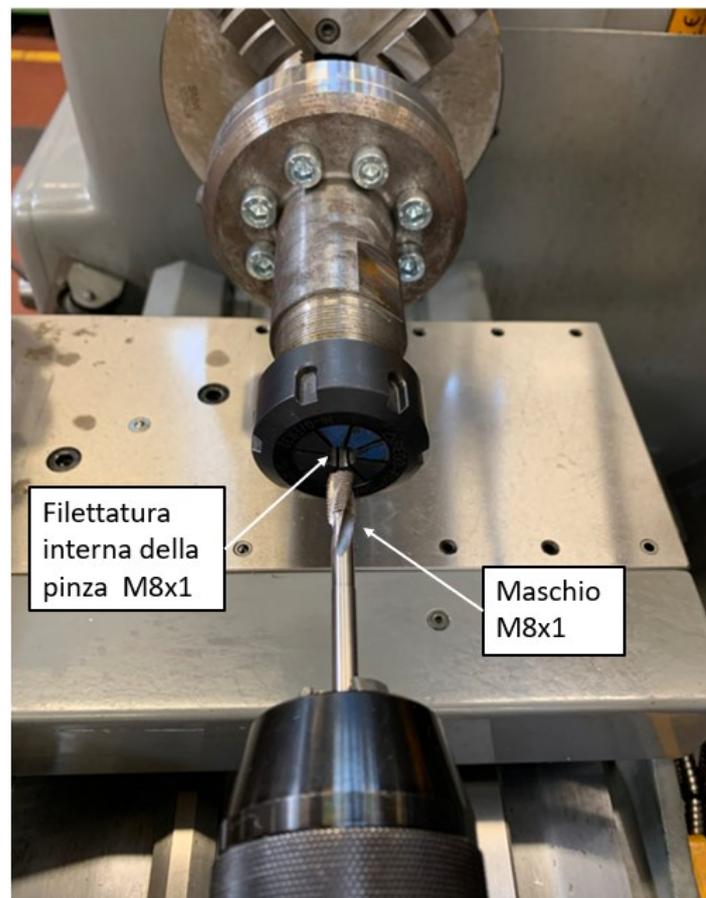


Figura 6.4: Operazione di filettatura del foro interno della pinza con passo M8x1.

6.2.2 Prolunghe

Il secondo componente (progettato e interamente realizzato presso l'officina dell'Università di Padova) sono due prolunghe in acciaio C45 che vengono collegate alle griffe illustrate nel precedente paragrafo tramite otto viti M8 (figura 6.5).

Per semplicità, di seguito, si farà riferimento ad una sola prolunga.

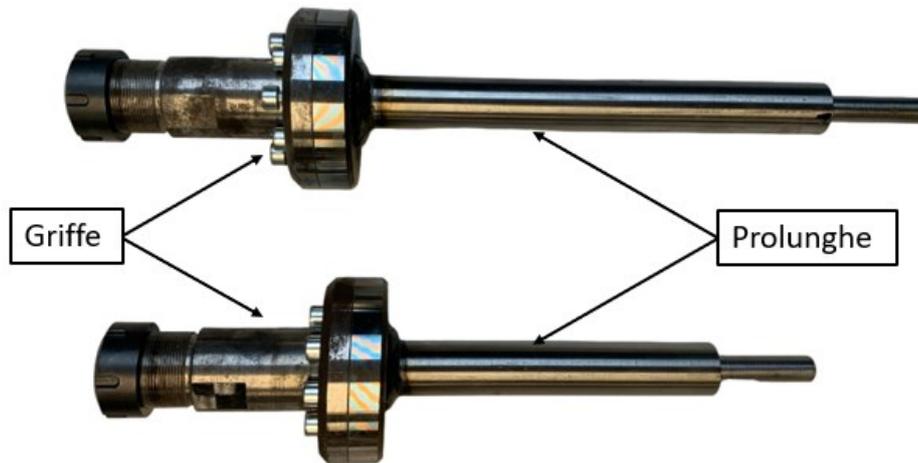


Figura 6.5: Prolunghe in acciaio C45 collegate alle griffe tramite viti M8.

È composta da uno stelo di diametro $\varnothing = 30$ mm con all'estremità un codolo di diametro $\varnothing = 15$ mm necessario per essere afferrata dalle griffe idrauliche della macchina *MTS 647 Hydraulic Wedge Grip*. All'estremità opposta è saldata una flangia con 8 fori filettati con passo metrico M8 alla quale viene fissata la griffa illustrata in figura 6.1. Lo scopo è riuscire ad afferrare il provino all'interno della camera climatica sfruttando le due aperture circolari che presenta alle estremità superiore ed inferiore. Il diametro dello stelo delle prolunghe, infatti, consente il passaggio attraverso le due aperture e la diversa lunghezza dello stelo permette di afferrare il provino nella parte centrale della camera climatica. La configurazione finale del set up completo montato sulla macchina utilizzata durante le prove viene riportata in figura 6.6, in cui si possono vedere le prolunghe posizionate all'interno della camera climatica, il provino serrato all'interno delle pinze filettate e le prolunghe collegate alle griffe idrauliche della macchina.

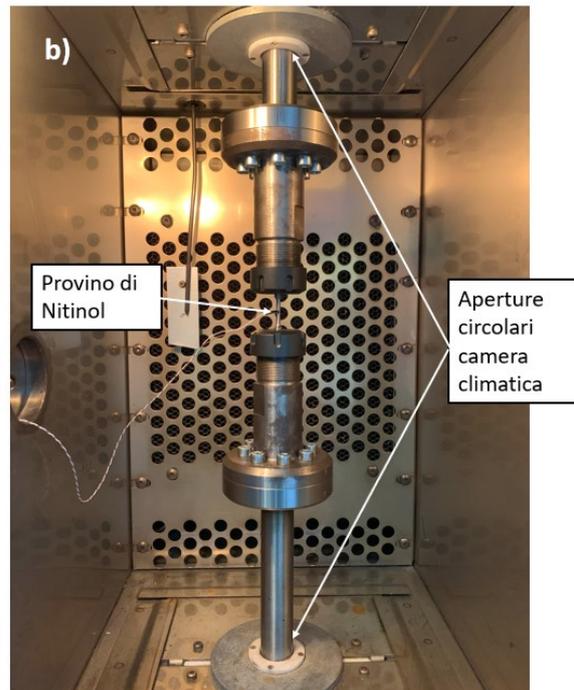
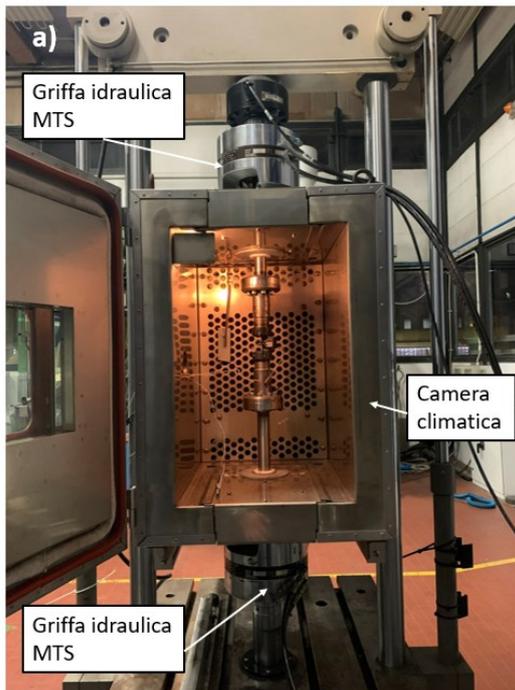


Figura 6.6: Prolunghe montate all'interno della camera climatica e collegate alle griffe idrauliche della macchina MTS 647 Hydraulic Wedge Grip a), provino di Nitinol fissato all'interno della camera climatica utilizzando le prolunghe e le griffe realizzate b).

CAPITOLO 7

CONCLUSIONI

L'obiettivo di questo lavoro è analizzare come il trattamento termico modifichi le proprietà termomeccaniche di una lega nichel-titanio ($\text{Ni}_{50.1}\text{Ti}_{49.9}$) ottenuta tramite manifattura additiva che a temperatura ambiente presenta la tipica caratteristica di memoria di forma.

In letteratura sono disponibili studi limitati riguardo la produzione tramite stampa 3D di componenti in Nitinol che presentano a temperatura ambiente la memoria di forma, mentre è molto più approfondito lo studio di componenti che presentano questa caratteristica ma ottenuti tramite processi produttivi tradizionali come la forgiatura.

I risultati ottenuti e presentati nei precedenti capitoli dimostrano come la tecnologia LPBF (Laser Powder Bed Fusion), utilizzata in questo studio, sia una valida soluzione per ottenere componenti in Nitinol dalle geometrie anche complesse spesso richieste dalle applicazioni industriali di questa lega.

Per valutare l'effetto del trattamento termico sulle proprietà termomeccaniche e sulla memoria di forma della lega sono state eseguite una serie di analisi e prove mirate a valutare specifici parametri.

Le analisi DSC hanno permesso di valutare le temperature di trasformazione della lega in esame. I risultati ottenuti di mostrano come a seguito dei trattamenti termici vi sia un aumento delle temperature di trasformazione sia nel passaggio dalla fase austenitica alla fase martensitiche che nel passaggio opposto ovvero dalla fase martensitica alla fase austenitica. Questa variazione è dovuta alla formazione di precipitati indotti dal trattamento termico di invecchiamento. Nonostante il trattamento termico T6 preveda una temperatura di invecchiamento di 600 °C ed il trattamento termico T3 di 300 °C l'effetto sulla variazione delle temperature di trasformazione è il medesimo il che lascia intuire una quantità e dimensione dei precipitati simili nei due casi.

Le analisi microstrutturali hanno permesso di indagare l'effetto del trattamento termico sulla microstruttura del materiale, in particolare sono state valutate le dimensioni dei grani e l'integrità dei bordi grano. Dai risultati ottenuti, è possibile notare come il

materiale abbia una buona stabilità termica e se riscaldato ad elevate temperature (come durante il trattamento di solubilizzazione a 1060°) le dimensioni dei grani rimangono pressoché invariate nei campioni T3 e T6 rispetto al campione AB (non trattato termicamente) e non vi è coalescenza dei bordi grano.

Le prove meccaniche hanno permesso di determinare le proprietà termomeccaniche e l'effetto di memoria di forma della lega NiTi valutando come il trattamento termico le modifichi.

La prova di trazione uniassiale ha permesso di determinare le proprietà meccaniche statiche della lega come il modulo elastico, la tensione di rottura, le tensioni corrispondenti al cambio fase e la deformazione massima raggiunta dal provino. I risultati ottenuti mostrano come effetto macroscopico dovuto al trattamento termico l'aumento della tensione di rottura e della deformazione massima raggiunta dai provini T3, T6. Si nota infatti, come nel campione AB (non trattato termicamente) i valori di tensione e deformazione raggiunti a rottura siano significativamente inferiori. Questo fenomeno può essere collegato allo stato di tensione interna del provino AB. Il Nitinol, infatti, è un materiale che possiede una bassa conducibilità termica il che non permette un corretto smaltimento del calore durante il processo di stampa 3D con conseguente formazione di tensioni residue all'interno del componente stampato che nel caso dei campioni T3, T6 vengono distese dal trattamento termico di solubilizzazione ad elevata temperatura.

I dati ottenuti di prova hanno inoltre permesso di valutare come le curve tensione-deformazione ottenute per i provini T3 e T6 non si discostino molto l'una dall'altra dimostrando come i due diversi trattamenti termici abbiano lo stesso effetto sul materiale confermando i risultati ottenuti dalle analisi microstrutturali.

La prova con ciclo termico a carico uniassiale costante ha come obiettivo determinare come variano le temperature di trasformazione quando il materiale è soggetto ad un carico che induce uno stato di tensione del materiale. I grafici e i dati ottenuti dalle prove dimostrano che l'applicazione del carico aumenta le temperature di trasformazione del materiale in quanto i meccanismi di deformazione alla base della trasformazione martensitica termoelastica sono ostacolati dallo stato di tensione applicato al materiale che induce la formazione di martensite orientata in direzioni preferenziali. Inoltre, come notato dai risultati delle analisi DSC, anche in questo caso le temperature di trasformazione del provino trattato termicamente T3 sono più elevate rispetto a quelle

del provino AB confermando che il trattamento termico induce la precipitazione di precipitati.

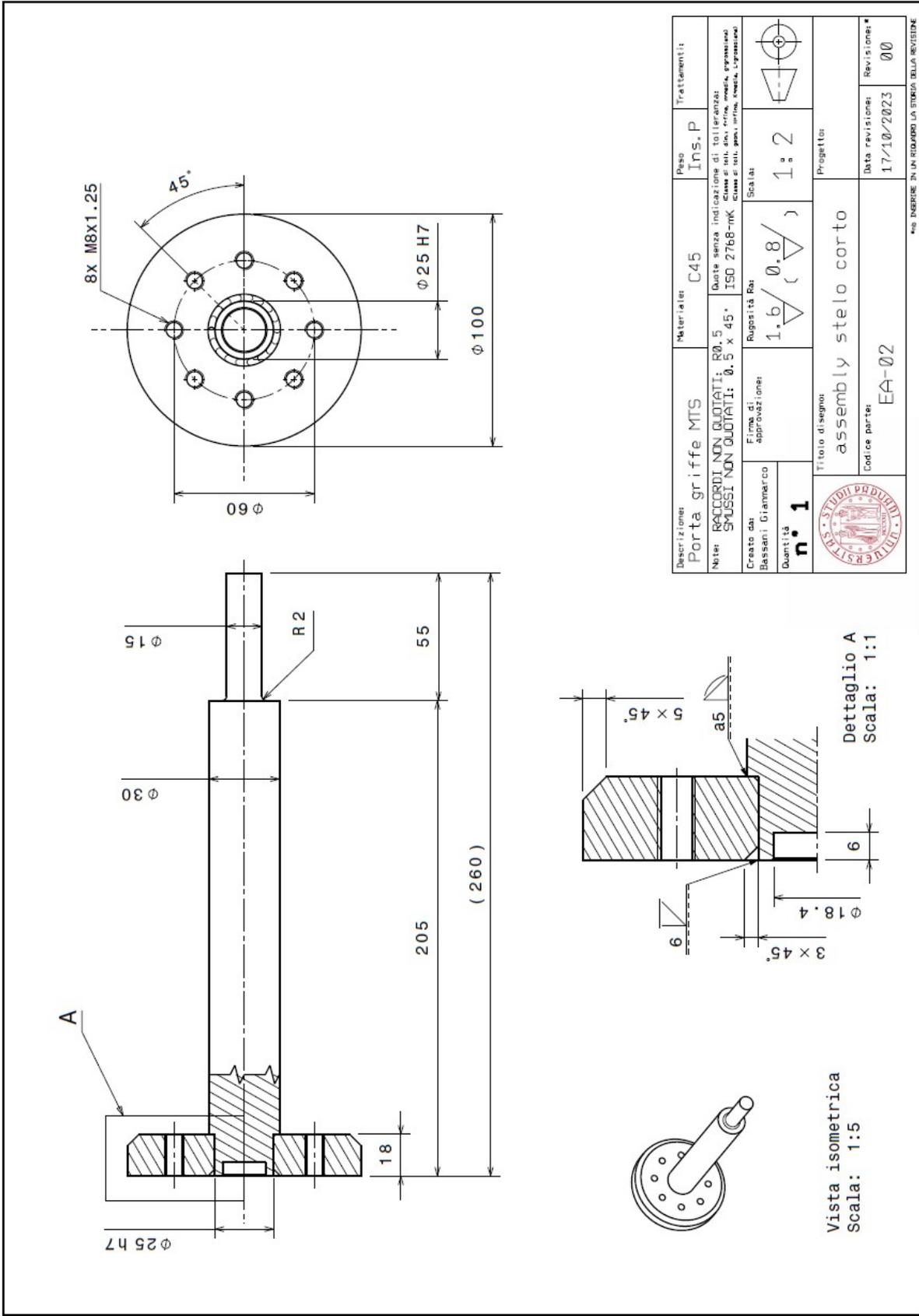
La prova con pre-deformazione e recupero termico libero ha come obiettivo valutare la memoria di forma della lega analizzata. La lega $\text{Ni}_{50.1}\text{Ti}_{49.9}$ risulta infatti martensitica a temperatura ambiente e presenta questa particolare caratteristica. La prova è stata svolta deformando i campioni fino ad un valore di deformazione pari al 3% e successivamente tramite l'aumento della temperatura si è analizzato il recupero della geometria iniziale del provino. I risultati ottenuti mostrano come, a parità di deformazione iniziale, il provino T3 trattato termicamente recuperi quasi tutta la deformazione impressa dimostrando un'ottima memoria di forma del materiale mentre il provino AB non trattato termicamente presenta un recupero della geometria iniziale ridotto ed un'elevata deformazione residua al termine della prova. Il trattamento termico è quindi uno strumento essenziale per aumentare la memoria di forma delle leghe Nitinol martensitiche ottenute tramite manifattura additiva.

Tra gli obiettivi futuri del presente lavoro di tesi vi è sicuramente la caratterizzazione della tipologia dei precipitati che si formano a seguito del trattamento termico per capire come geometria e dimensione dei precipitati possa influenzare in diverso modo la memoria di forma del materiale e le sue proprietà termomeccaniche. Inoltre, verranno eseguite delle prove cicliche per testare la degradazione progressiva della memoria di forma del materiale all'aumentare del numero di cicli e al variare della tipologia di trattamento termico.

APPENDICE A

TAVOLE DI DISEGNO

Nelle pagine seguenti vengono riportate le tavole relative alla progettazione del set-up per la conduzione delle prove termomeccaniche nella macchina MTS 647 *Hydraulic Wedge Grip* presente nel laboratorio dell'Università degli Studi di Padova.



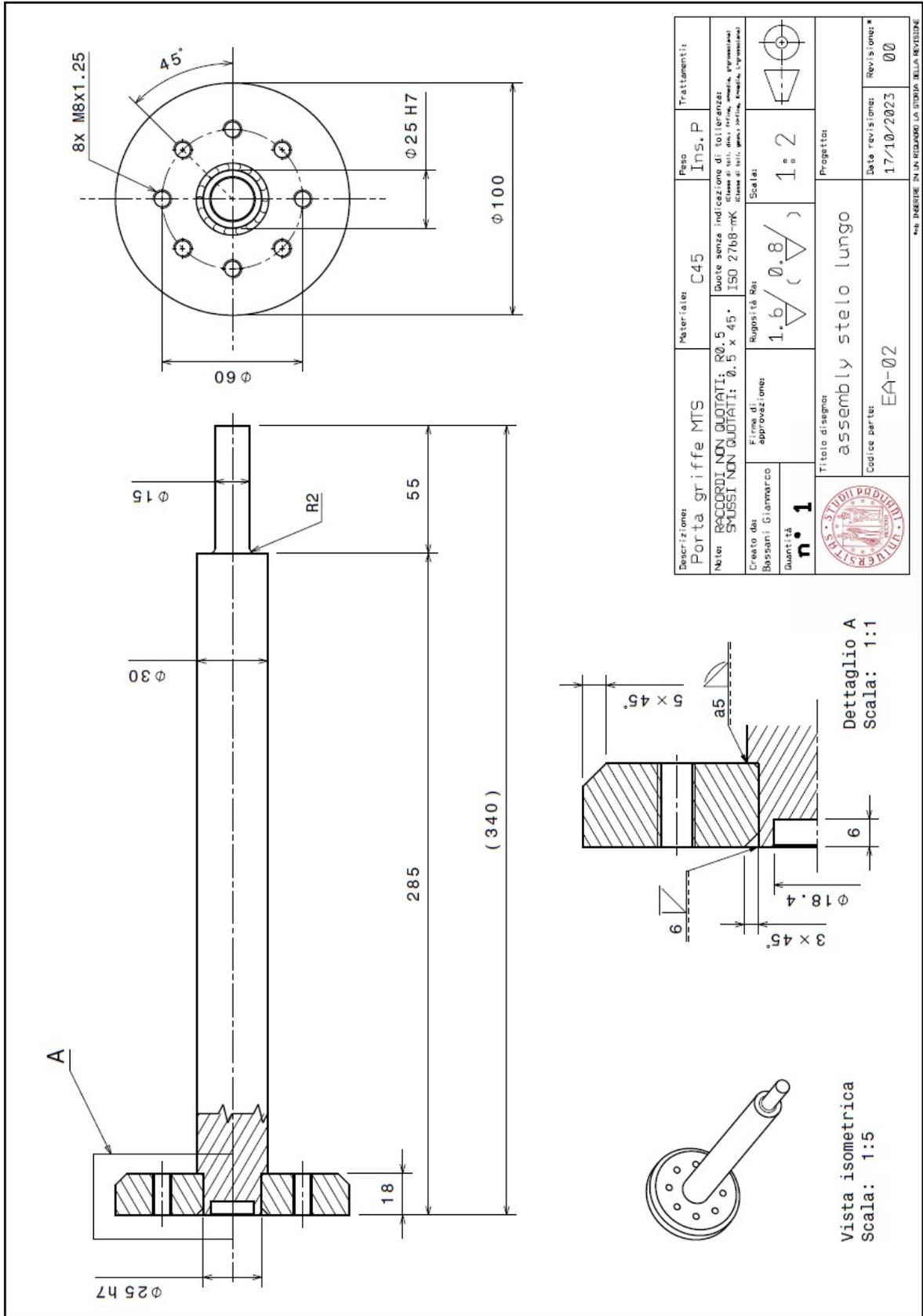
Descrizione: Porta griffe MTS		Materiale: C45	Peso: Ins. P	Trattamenti:
Note: RACCORDI NON QUOTATI: R0.5 SPUSI NON QUOTATI: 0.5 x 45° ISO 2768-mK Cura di tutti gli spigoli, angoli, lappature		Rugosità Ra: $1.6 / (0.8 / \sqrt{\quad})$	Scale: 1:2	
Creata da: Bassani Giannarco	Firma di approvazione:	Progetto:		
Quantità: n° 1	Titolo di disegno: assembly stelo corto			
Codice parte: EA-02		Data revisione: 17/10/2023		Revisione: 00



Vista isometrica
Scala: 1:5

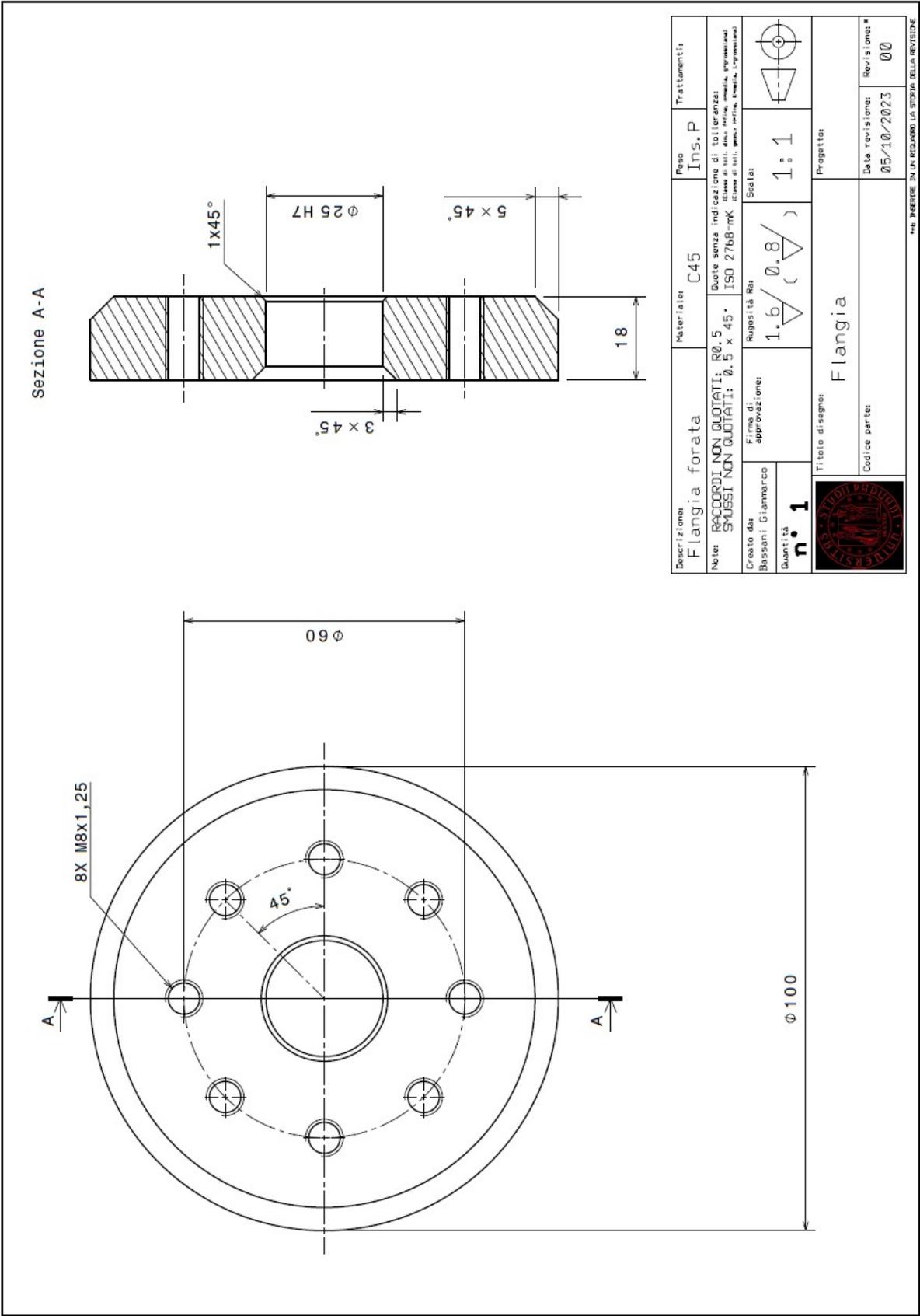
Dettaglio A
Scala: 1:1

ING. PIERRE LUIGI RIGAUDO LA TORRE DELLA SCIVOLE



Descrizione: Porta griffe MTS		Materiale: C45	Peso: Ins. P	Trattamenti:
Note: ACCORDI NON QUOTATI: R0.5 SROSSI NON QUOTATI: R0.5 x 45.		Boote senza indicazioni di tolleranza	Classe di tolleranza: 2768-mK	
Creato da: Bassani: Gianmarco		Rugginita Res:	Scalati:	
Firma di approvazione:		1.6 / $\sqrt{0.8}$ (∇)	1:2	
Quantità: n. 1		Progetto:		
Titolo disegno: assembly stelo lungo		Data revisione: 17/10/2023		
Codice parte: EA-02		Revisione: 00		

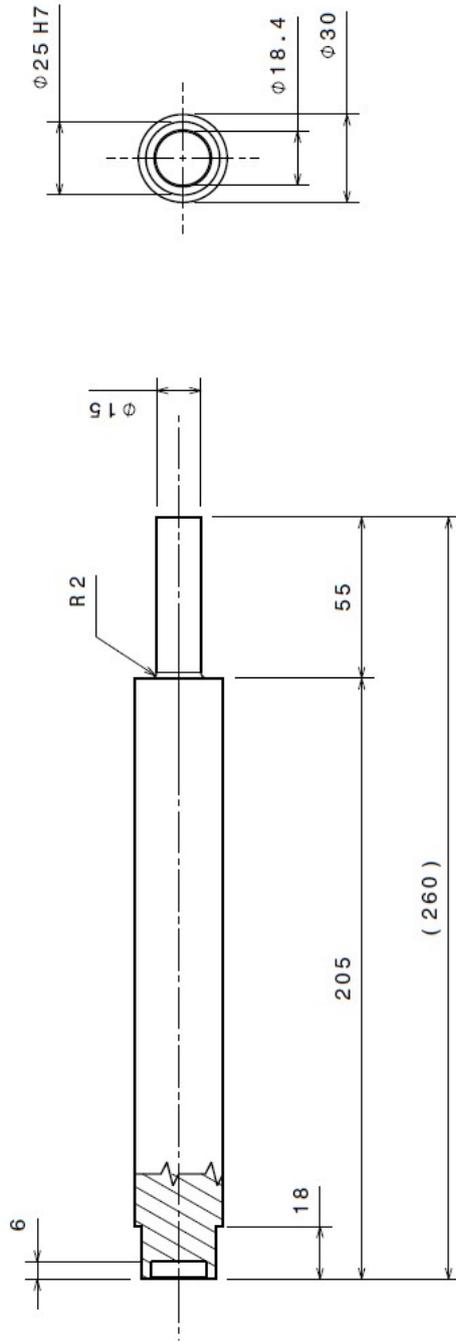
ING. INGENIERE IN LA ROMANO LA STUDIO DELLA VELOCITÀ



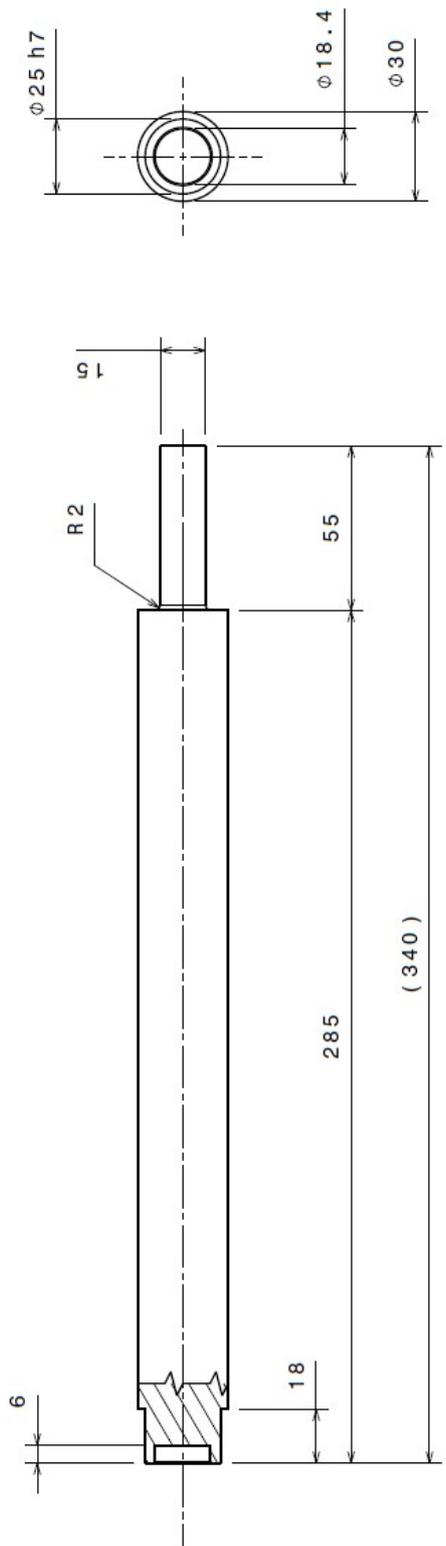
Sezione A-A

Descrizione:		Materiale:		Raso:		Trattamenti:	
Flangia forata		C45		Ins. P			
Note:		Quote senza indicazione di tolleranze:		classi di tolleranze:		classi di tolleranze:	
RACCORDI NON QUOTATI: R0.5		ISO 2768-mK		ISO 2768-mK		ISO 2768-mK	
SVUSSI NON QUOTATI: 0.5 x 45°		Rugosità Ra		Scala:		1:1	
Crea da:		Firma di:		Firma di:		Firma di:	
Bassani Giannarco		Approvazione:		Approvazione:		Approvazione:	
Quantità:		Rugosità Ra		Scala:		1:1	
n° 1		1.6/0.8		1:1		1:1	
		Titolo disegno:		Progetto:		Data revisione:	
		Flangia		Flangia		05/10/2023	
		Codice parte:		Revisione:		00	

44 - INGERIRE IN UN REDDITTO LA STORIA DELLA REVISIONE



Descrizione: Stelo prolungamento a ferraggi MS		Materiale: C45	Peso: Ins. P	Trattamenti:
Note: RACCORDI NON QUOTATI: R0.5 SMUSSI NON QUOTATI: 0.5 x 45.		Quote senza indicazione di tolleranze: classe di tol. acc. norme, acciaio, pressatura classe 2 tol. per i fori, Engela, 3° precisione.		
Creata da: Bassani Gianmarco	Stato di approvazione	Rugosità Ra: 1.6 / 0.8 / ()	Scala: 1:2	
Quantità: n. 1	Titolo disegno: Stelo mod. corto		Progetto:	
		Codice parte: /	Data revisione: 05/10/2023	Revisione: 00



Descrizione: Prolungamento per griffe MTS		Materiale: C45	Peso: Ins., P	Trattamenti:
Note: RACCORDI NON QUOTATI: R0.5 SMUSI NON QUOTATI: 0.5 x 45		Quote senza indicazione di tolleranza: Stato di fin. att. criv. media, prerompi- stato di fin. att. criv. fine, l. s. s. s. s. s. s.		
Creato da: Bassani Gianmarco	Firma di approvazione:	Rugosità Ra: 1.6 / 0.8 / ()	Scala: 1:2	
Quantità: n° 1	Titolo disegno: Stelo mod. lungo		Progettato:	
Codice parte:		Data revisione: 05/10/23	Revisione:	00

INVIARE IN UN RIGUARDO LA STORIA DELLA REVISIONE

BIBLIOGRAFIA

- [1] A. Concilio, V. Antonucci, F. Auricchio, L. Lecce, e E. Sacco, A c. di, *Shape memory alloy engineering: for aerospace, structural, and biomedical applications*, Second edition. Amsterdam: Butterworth-Heinemann, 2021.
- [2] T. W. Duerig, *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann, 2013.
- [3] A. Ölander, «AN ELECTROCHEMICAL INVESTIGATION OF SOLID CADMIUM-GOLD ALLOYS», *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 54, fasc. 10, pp. 3819–3833, ott. 1932, doi: 10.1021/ja01349a004.
- [4] J. Mohd Jani, M. Leary, A. Subic, e M. A. Gibson, «A review of shape memory alloy research, applications and opportunities», *Mater. Des. 1980-2015*, vol. 56, pp. 1078–1113, apr. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.11.084.
- [5] W. J. Buehler, J. V. Gilfrich, e R. C. Wiley, «Effect of Low-Temperature Phase Changes on the Mechanical Properties of Alloys near Composition TiNi», *J. Appl. Phys.*, vol. 34, fasc. 5, pp. 1475–1477, giu. 2004, doi: 10.1063/1.1729603.
- [6] G. B. KAUFFMAN e I. MAYO, «The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications», *Chem. Educ.*, vol. 2, fasc. 2, pp. 1–21, giu. 1997, doi: 10.1007/s00897970111a.
- [7] M. H. Wu e L. M. Schetky, «Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, Pacific Grove, California, P.171-182 (2000).».
- [8] K. E. Wilkes, P. K. Liaw, e K. E. Wilkes, «The fatigue behavior of shape-memory alloys», *JOM*, vol. 52, fasc. 10, pp. 45–51, ott. 2000, doi: 10.1007/s11837-000-0083-3.
- [9] J. Cederström e J. V. Humbeeck, «Relationship Between Shape Memory Material Properties and Applications», *J. Phys. IV*, vol. 05, fasc. C2, pp. C2-341, feb. 1995, doi: 10.1051/jp4:1995251.
- [10] G. Berselli, R. Vertechy, e G. Vassura, *Smart Actuation and Sensing Systems: Recent Advances and Future Challenges*. BoD – Books on Demand, 2012.
- [11] P. Šittner, M. Landa, P. Lukáš, e V. Novák, «R-phase transformation phenomena in thermomechanically loaded NiTi polycrystals», *Mech. Mater.*, vol. 38, fasc. 5–6, pp. 475–492, mag. 2006, doi: 10.1016/j.mechmat.2005.05.025.
- [12] R. F. Hamilton, H. Sehitoglu, Y. Chumlyakov, e H. J. Maier, «Stress dependence of the hysteresis in single crystal NiTi alloys», *Acta Mater.*, vol. 52, fasc. 11, pp. 3383–3402, giu. 2004, doi: 10.1016/j.actamat.2004.03.038.

- [13] M. H. Wu, «Fabrication of Nitinol Materials and Components», *Mater. Sci. Forum*, vol. 394–395, pp. 285–292, 2002, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.394-395.285.
- [14] M. Bram, A. Ahmad-Khanlou, A. Heckmann, B. Fuchs, H. P. Buchkremer, e D. Stöver, «Powder metallurgical fabrication processes for NiTi shape memory alloy parts», *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 337, fasc. 1–2, pp. 254–263, nov. 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00028-X.
- [15] G. F. Bastin e G. D. Rieck, «Diffusion in the titanium-nickel system: I. occurrence and growth of the various intermetallic compounds», *Metall. Trans.*, vol. 5, fasc. 8, pp. 1817–1826, ago. 1974, doi: 10.1007/BF02644146.
- [16] K. N. Melton, *Ni-Ti based Shape Memory Alloys, Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*. Butterworth-Heinemann, 1990.
- [17] S. M. Russell, *SMST-2000: Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*. ASM International, 2001.
- [18] «ASTM E8/E8M-22: Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials».
- [19] «ASTM F2516-22: Standard Test Method for Tension Testing of Nickel-Titanium Superelastic Materials».
- [20] «ASTM E3097-17: Standard Test Method for Mechanical Uniaxial Constant Force Thermal Cycling of Shape Memory Alloy».
- [21] «ASTM E3098-17: Standard Test Method for Mechanical Uniaxial Pre-strain and Thermal Free Recovery of Shape Memory Alloys».
- [22] S. Khademzadeh, F. Zanini, J. Rocco, K. Brunelli, P. F. Bariani, e S. Carmignato, «Quality enhancement of microstructure and surface topography of NiTi parts produced by laser powder bed fusion», *CIRP J. Manuf. Sci. Technol.*, vol. 31, pp. 575–582, nov. 2020, doi: 10.1016/j.cirpj.2020.08.009.
- [23] «VCET 11 03 01-UM 1115», Sandvik Coromant. Consultato: 18 novembre 2023. [Online]. Disponibile su: <https://www.sandvik.coromant.com/it-it/product-details?c=VCET%2011%2003%2001-UM%20%20%20%201115&m=5755936>
- [24] «Tornitura esterna», Sandvik Coromant. Consultato: 20 novembre 2023. [Online]. Disponibile su: <https://www.sandvik.coromant.com/it-it/tools/turning-tools/external-turning-tools>
- [25] «CoroThread® 266», Sandvik Coromant. Consultato: 22 novembre 2023. [Online]. Disponibile su: <https://www.sandvik.coromant.com/it-it/tools/threading-tools/thread-turning-tools/corothread-266>
- [26] C. Haberland, M. Elahinia, J. M. Walker, H. Meier, e J. Frenzel, «On the development of high quality NiTi shape memory and pseudoelastic parts by

- additive manufacturing», *Smart Mater. Struct.*, vol. 23, fasc. 10, p. 104002, ott. 2014, doi: 10.1088/0964-1726/23/10/104002.
- [27] «ASTM F2004-17: Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis».
- [28] T. Bormann, B. Müller, M. Schinhammer, A. Kessler, P. Thalmann, e M. de Wild, «Microstructure of selective laser melted nickel–titanium», *Mater. Charact.*, vol. 94, pp. 189–202, ago. 2014, doi: 10.1016/j.matchar.2014.05.017.
- [29] J.-N. Zhu *et al.*, «Effect of heat treatment on microstructure and functional properties of additively manufactured NiTi shape memory alloys», *J. Alloys Compd.*, vol. 967, p. 171740, dic. 2023, doi: 10.1016/j.jallcom.2023.171740.
- [30] «Standard | REGO-FIX». Consultato: 8 dicembre 2023. [Online]. Disponibile su: <https://it.rego-fix.com/it/products/collets/standard?system=ER>