



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA



Università degli Studi di Padova – Dipartimento di Ingegneria Industriale
Corso di Laurea in Ingegneria Meccanica

Relazione per la prova finale

«Effetto della temperatura e deformazione sulla ricristallizzazione
dinamica e metadinamica dell'Inconel 718»

STUDENTE:
Mirco Magrograssi 2002522

RELATRICE:
Prof. Rachele Bertolini

Padova (PD)

Anno accademico 2022/2023

INCONEL 718

Cos'è?

«Inconel», è un nome commerciale che va ad indicare una serie di **superlega** a base di **nichel** (48%-72%) e **cromo** (14%-29%) che si vanno a distinguersi in funzione delle percentuali dei diversi elementi lega in esse contenute.

Da analisi al microscopio SEM il materiale in esame ha composizione media:

Nome elemento	Peso(%)
Nichel	54,5
Cromo	18,0
Ferro	17,59
Niobio	5,38
Titanio	1,28
Alluminio	0,64

Proprietà Fisiche-Chimiche

Presenta un'elevata resistenza meccanica, termica, all'ossidazione e alla corrosione da parte di agenti esterni anche in condizioni di esercizio gravose

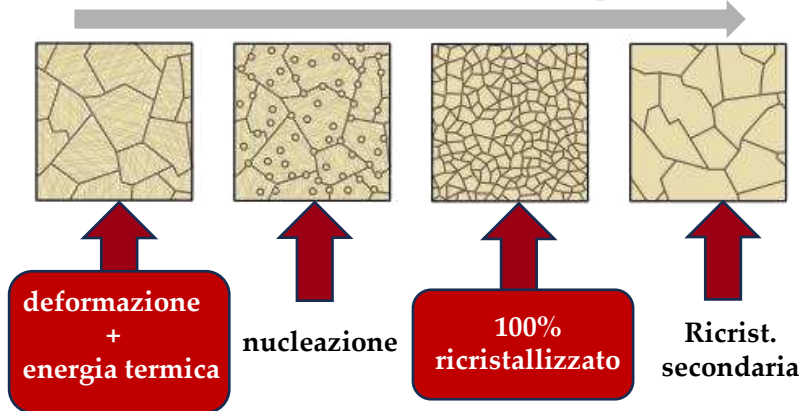
Questo grazie al fenomeno di rafforzamento per soluzione solida, particolarmente accentuato nel In. 718

Dalla reazione tra **niobio**(Nb) e **nichel**(Ni), si va a formare il composto intermetallico **Ni₃Nb** che precipita in diverse forme e fasi, ad es :(γ'' , δ , **Nb puro**)

RICRISTALLIAZZAZIONE

Cos'è?

È un meccanismo di trasformazione microstrutturale allo stato solido che interessa i materiali metallici. Tale processo richiederà il raggiungimento di due condizioni critiche per l'attivazione, ossia una certa deformazione critica ed una temperatura critica.



L'energia accumulata all'interno del materiale permetterà la formazioni di nuovi grani più regolari, i quali, sviluppandosi andranno ad annullare gli effetti dell'incrudimento.

Classificazione

Funzione dei diversi tassi di deformazione e parametri ambientali (in particolare $T = 0,4-0,7 T_{fusione} = T_{ricrist.}$):

In studio

- **ricristallizzazione dinamica DRX** : avviene solo durante il processo di deformazione plastica.
- **ricristallizzazione metadinamica MDRX** : inizia durante la deformazione e termina successivamente a seguito di una permanenza, per un tempo moderato, a temperature prossima a quella di ricristallizzazione
- **ricristallizzazione statica SDX** : avviene successivamente alla deformazione a seguito di una permanenza, per un tempo prolungato, a temperature ben al di sotto della temperatura di ricristallizzazione

L'obiettivo è quello di valutare il fenomeno di: $\left\{ \begin{array}{l} \bullet \text{ ricristallizzazione } \underline{\text{dinamica}} \\ \bullet \text{ ricristallizzazione } \underline{\text{metadinamica}} \end{array} \right.$

Su una serie di provini di **Inconel 718**, andando a determinare singolarmente le condizioni in cui esse sono più o meno favorite.

Per fare ciò, si è sottoposto un provino di materiale a diverse condizioni termiche e di deformazione ε di magnitudo via via crescente, mantenendo sempre una velocità di deformazione $\dot{\varepsilon}$ **costante**.

NELLA PRATICA:

- A tale scopo, sono state condotte una serie di prove di compressione specifiche seguite da un'analisi microstrutturale dei provini alterati.
- I dati e le immagini ottenute sono state elaborate permettendo un confronto finale dei risultati sperimentali ottenuti.

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) \quad \dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt}$$



PRIMA SERIE = Ricrist. DINAMICA		
N. test	Temp. (T) [C°]	Deform. (ϵ)
1	965	0,3
2	965	0,5
3	965	0,6
4	965	0,7
5	965	0,8
6	965	1,0
7	980	0,3
8	980	0,5
9	980	0,6
10	980	0,7
11	980	0,8
12	980	1,0

La prima serie di test è specifica per lo studio della ricristallizzazione DINAMICA; ogni prova si compone dei seguenti step :

1. Prova di compressione a caldo alla temperatura prestabilita
2. Esecuzione della tempra una volta raggiunto lo stato di deformazione prestabilito

N.B.: tutte le prove sono state eseguite con velocità di deformazione ($\dot{\epsilon}$) costante $\dot{\epsilon} = 0,005 \text{ s}^{-1}$



- La seconda serie di test è specifica per lo studio della ricristallizzazione METADINAMICA; si compone di 4 step successivi:

1. Prova di compressione a caldo alla temperatura di 980 C°
2. Esecuzione della tempra una volta raggiunto lo stato di deformazione prestabilito: (0,15 o 0,3)
3. Mantenimento in forno a 980 C° per tempo t[s] prestabilito
4. Esecuzione di una seconda tempra una volta raggiunto il tempo stabilito dal test

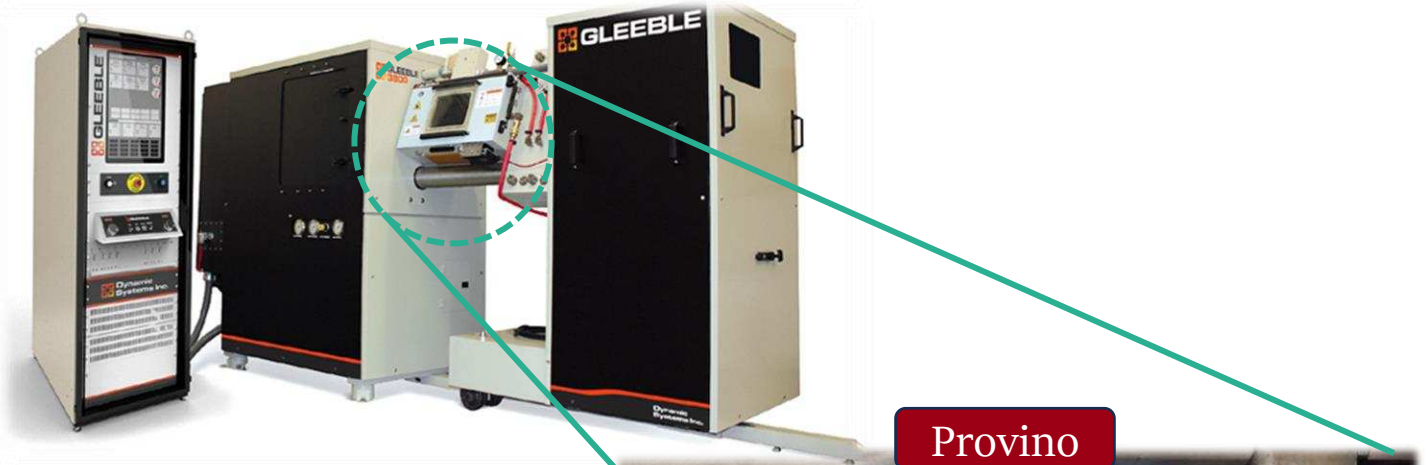
SECONDA SERIE = Ricrist. METADINAMICA			
N. test	Temp. [C°]	Deform. (ϵ)	Tempo [s]
1	980	0,15	3600
2	980	0,3	3600
3	980	0,15	5400
4	980	0,3	5400

N.B.: tutte le prove sono state eseguite con velocità di deformazione ($\dot{\epsilon}$) costante $\epsilon = 0,005 \text{ s}^{-1}$

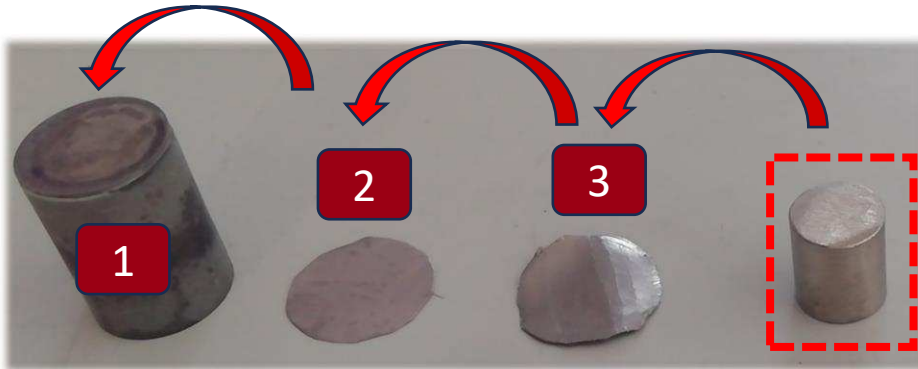
Per la prova si utilizza la seguente macchina per prove di compressione a caldo : **Gleeble 3800 System**

Caratteristiche:

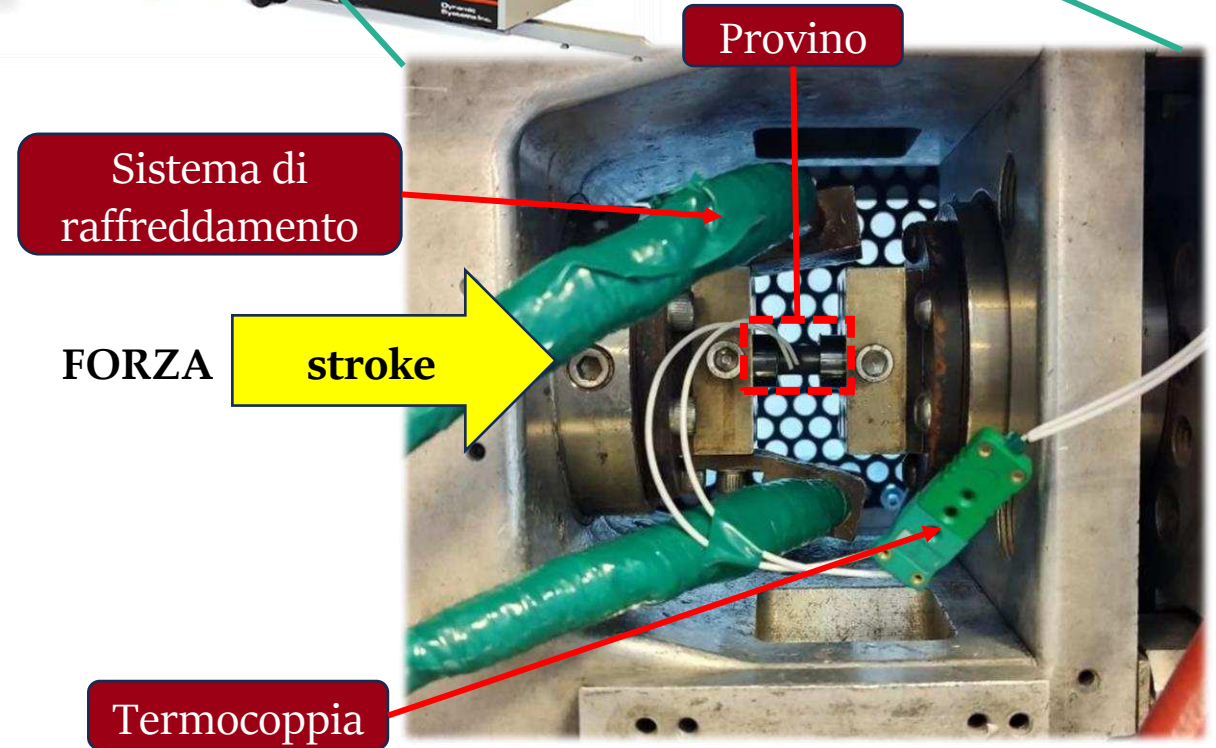
- Corsa: 125 mm
- Forza Nominale: 20 Tonnellate
- Temperatura massima: 3000 C°



Schema di funzionamento e montaggio



1. punzone in carburo di tungsteno
2. disco di Tantalio (isolante termico)
3. disco di grafite (lubrificante)

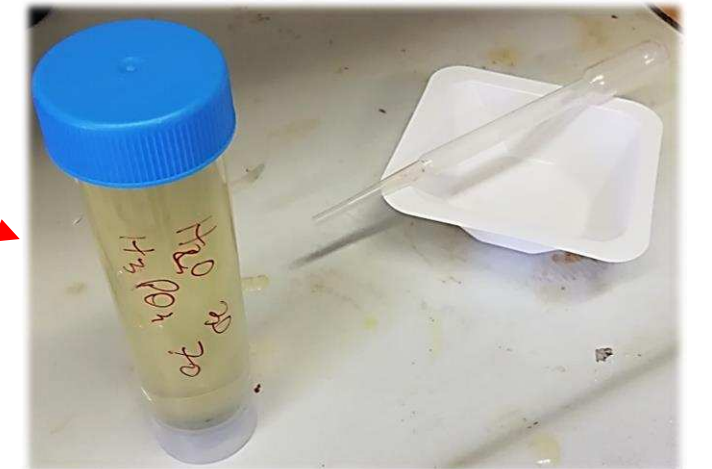


Successivamente alle diverse prove di compressione, ogni provino è stato trattato per le successive analisi :

PROCEDURA seguita per ogni campione:

1. Taglio in due semi metà;
2. Inglobato resina epossidica;
3. Lucidatura (320,500,800,1200,2400,4000) e lappatura (6 μ m, 1 μ m);
4. Attacco chimico (diverso per ogni campione):
 - Kalling's per 60 secondi; → (SOLO provino as delivered)
 - Acqua regia per 15 secondi (60mL HCL + 20mL HNO₃);
 - Attacco elettrochimico con acido fosforico per 30 s (70 mL H₃PO₄ + 30 mL H₂O);

Serie di provini inglobati



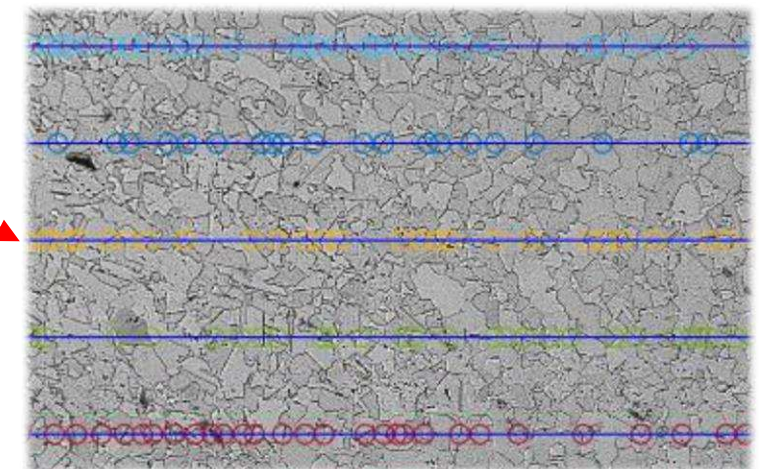
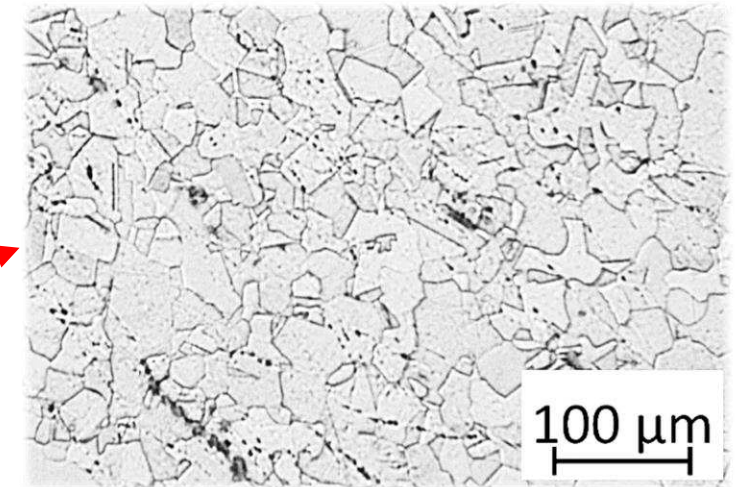
Attacco chimico

Successivamente alla procedura di preparazione ed attacco chimico dei provini si procede all'osservazione ed analisi della microstruttura ottenuta nei diversi test eseguiti:

PROCEDURA seguita per ogni campione:

1. Rilevazione di una serie di foto ad ingrandimento progressivo (ZOOM: x50, x100, x200);
2. Analisi delle immagini rilevate con l'utilizzo di un programma Matlab appositamente sviluppato;
3. Confronto grafico ed analitico tra i diversi diametri medi calcolati per determinare l'effetto di ricristallizzazione e accrescimento grano nei campioni analizzati

Esempio di ingrandimento x100



Esempio metodo grafico per determinare il diametro medio dei grani



Risultati numerici della percentuale di ricrist. ottenuti dall'analisi delle immagini:

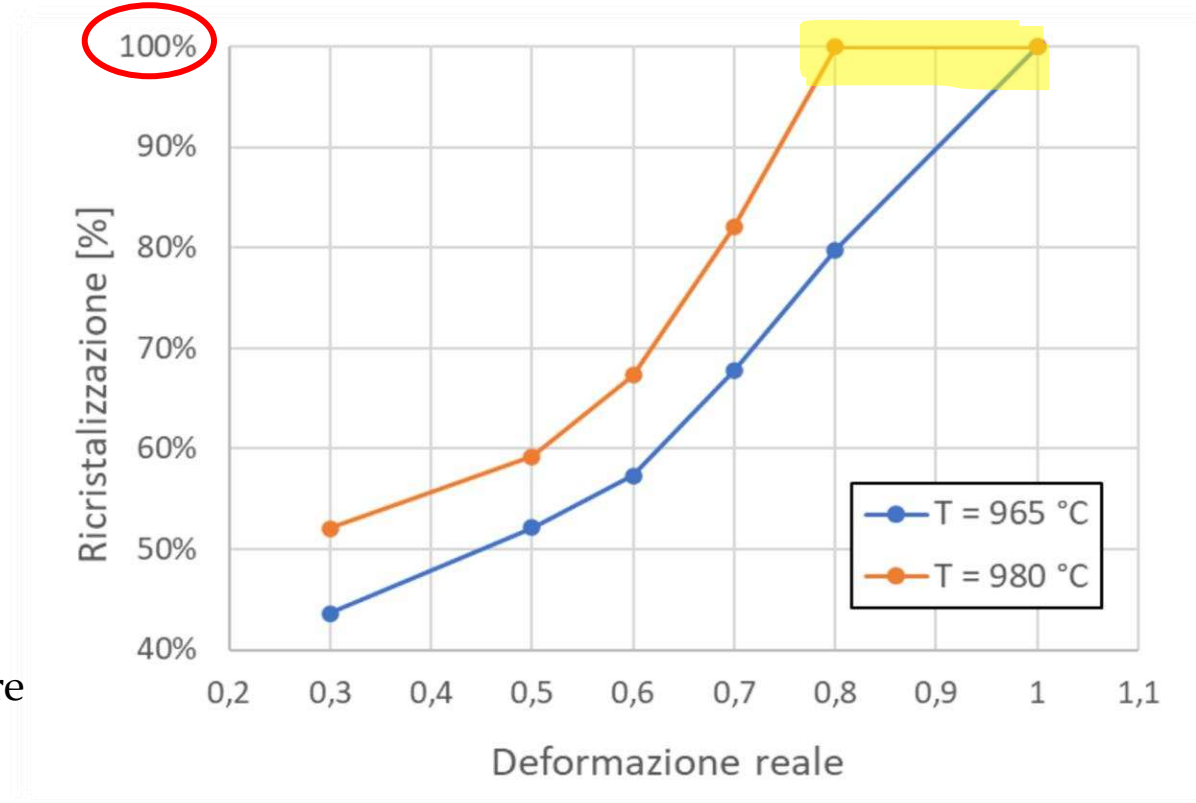
T=965 C°		T=980 C°	
ϵ	% Ricrist.	ϵ	% Ricrist.
0.3	44	0.3	52
0.5	52	0.5	59
0.6	57	0.6	67
0.7	68	0.7	82
0.8	80	0.8	100
1	100	1	100



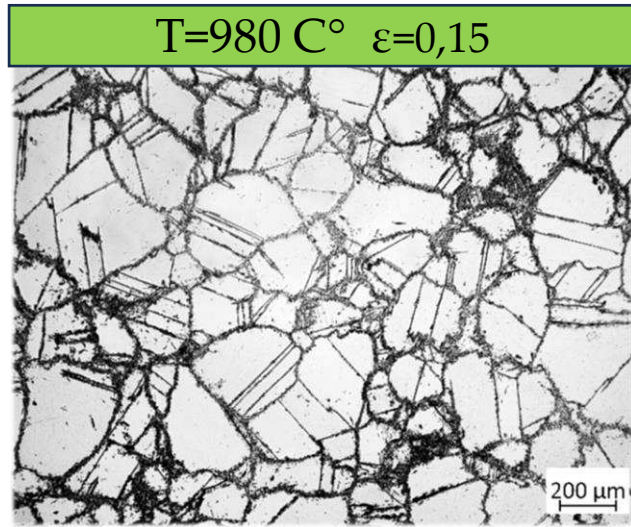
Si può notare:

- Tutte le prove presentano una certa %ricrist. , la quale aumenta all'aumentare di T ed ϵ
- ϵ elevati ($\epsilon = 0,8$ [980 C°] ed $\epsilon = 1$ [965 C°]) comportano una ricristallizzazione completa della microstruttura alterata

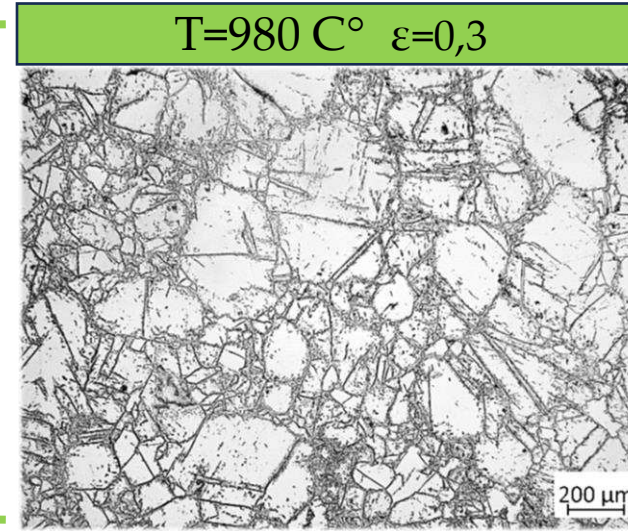
Trascrizione grafica dei dati ottenuti:



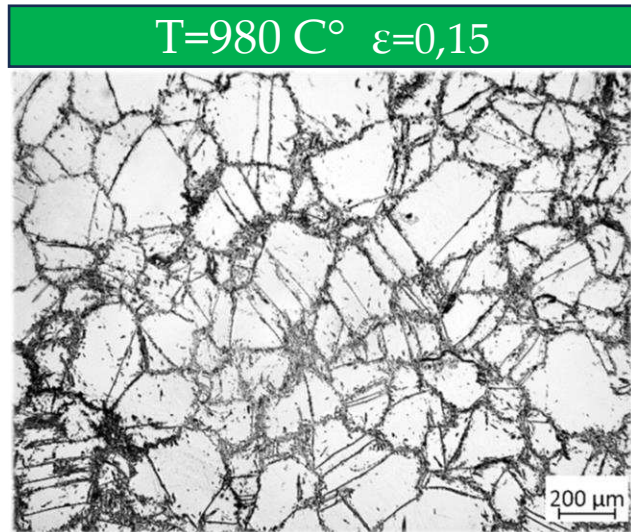
TEMPO DI PERMANENZA



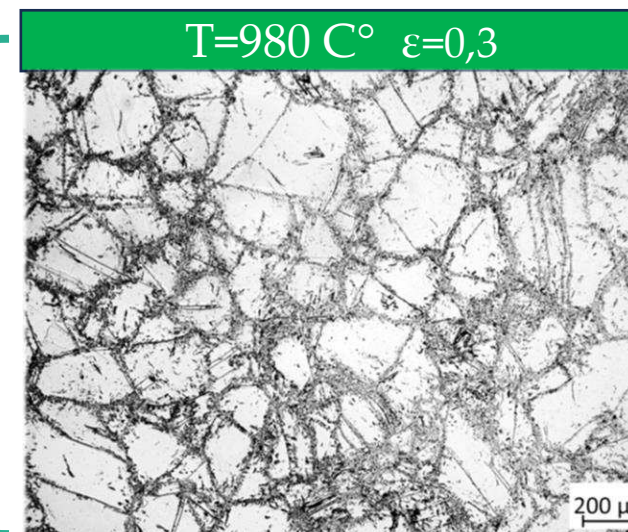
Tempo in
forno
t=3600s
(1h)



DEFORMAZIONE



Tempo in
forno
t=5400s
(1.5h)



Dati numerici associati:

T=3600s		T=5400s	
ϵ	% R	ϵ	% R
0.15	/	0.15	/
0.3	20	0.3	11

Si può notare:

- $\epsilon=0.15$ non è stato riscontrato il fenomeno della ricristallizzazione
- $\epsilon=0.3$ è stata riscontrata una certa percentuale di ricristallizzazione che diminuisce all' aumentare di tempo di permanenza

Per ricavare informazioni più precise riguardo la microstruttura è stata necessaria l'adozione di un microscopio elettronico SEM, il quale ha permesso di determinare la composizione percentuale del materiale in diverse zone.

Si può notare:

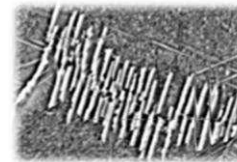
- La percentuale di Niobio (Nb) è il principale parametro che permette di distinguere le diverse fasi nel materiale.
- La fase Delta (δ) ed il Nb **puro** sono ben distinguibili, differentemente dalla fase doppia gamma primo (γ'').

Dati ricavati da analisi SEM con sensore BSED



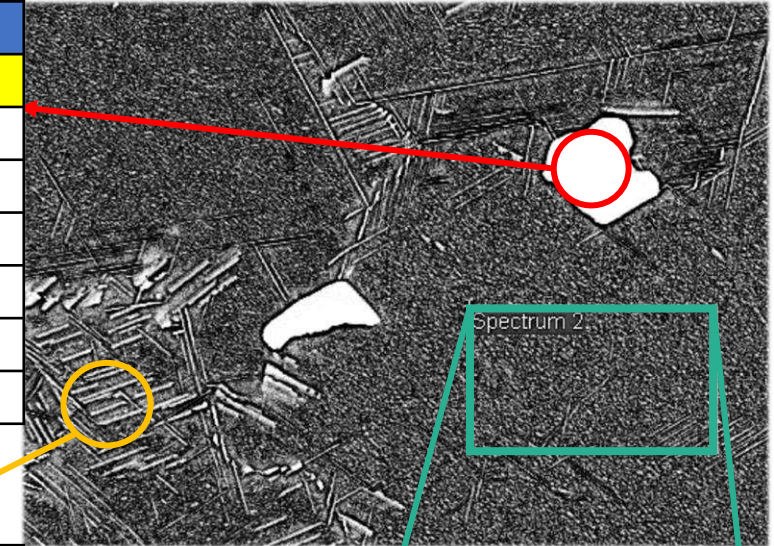
≈ Nb puro

Elemento	Peso(%)
Niobio	90.15
Cromo	6.75
Ferro	1.19
Niobio	1.11
Titanio	0.46
Alluminio	0.32
Molibdeno	0.0



Fase Delta (δ)
(Ni₃Nb)

Elemento	Peso(%)
Nichel	55.25
Cromo	14.98
Ferro	14.24
Niobio	13.37
Titanio	1.72
Alluminio	0.45
Molibdeno	0.0



Compos.
Grano
media

Elemento	Peso(%)
Nichel	54.5
Cromo	18.0
Ferro	17.59
Niobio	5.38
Molibdeno	2.82
Titanio	1.28
Alluminio	0.64



Ricristallizzazione DINAMICA

I risultati sperimentali ottenuti rispecchiano quanto riportato nella letteratura scientifica, nello specifico siamo riusciti a dimostrare, che:

- A **parità di tasso di deformazione**, la percentuale di grano ricristallizzato aumenta all'aumentare della temperatura.
- A **parità di temperatura**, la percentuale di grano ricristallizzato aumenta all'aumentare della deformazione.

Inoltre, valori di deformazioni prossimi a $\varepsilon = 1$ inducono completa ricristallizzazioni, mentre i valori di critico per lo sviluppo del fenomeno sono stati rispettivamente:

$$[\varepsilon_{CR} = 0,121 \text{ a } T = 965^{\circ}\text{C} ; \varepsilon_{CR} = 0,106 \text{ a } T = 980^{\circ}\text{C}]$$

Precipitati

L'analisi con i microscopi elettronici (SEM) ha dimostrato la presenza di diversi precipitati/fasi all'interno del materiale alterato, organizzati in diverse forme, in particolare risaltano:

- Precipitati di niobio puro (forma globulare)
- fase Delta δ (forma aciculare)

La fase doppia gamma primo (γ'') non è stata direttamente osservata, ma si presume sia comunque presente in forma più o meno diffusa in tutta la struttura alterata.

Ricristallizzazione METADINAMICA

Sono stati osservati alcuni fenomeni contrastanti:

- I provini con $\varepsilon = 0,3$ come da previsione, presentano il fenomeno di ricrist. metadinamica, infatti, si denota una diminuzione della ricrist.% rispetto al caso corrispondente della ricristallizzazione dinamica, conseguenza dell'accrescimento dei grani durante la permanenza in forno.

Il tempo di permanenza favorisce il fenomeno di accrescimento, infatti il provino dopo un $t = 5400\text{s}$ presenta una % di ricrist. minore di quello dopo $t = 3600\text{s}$

- Le nostre analisi sui provini con $\varepsilon = 0,15$ denotano come il fenomeno di ricrist. metadinamica NON sia presente, nonostante la deformazione applicata sia maggiore di quella critica ($\varepsilon_{CR} = 0.10 \pm 0.01$ a $T = 980^{\circ}\text{C}$)

Ciò è interpretabile solo ipotizzando che la deformazione subita dal provino non abbia effettivamente raggiunto il valore critico ε_{CR}