



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA
Dipartimento di Ingegneria Industriale DII
Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Aerospaziale

Effetto dei parametri di processo sulla forgiatura a caldo della superlega
base nichel Inconel 706

(The effect of process parameters on the hot forging process of nickel alloy – Inconel 706)

Relatrice:
Prof.ssa Stefania Bruschi

Correlatrice:
Ing. Rachele Bertolini

Laureanda: Elisa Trobbiani
1197628

Anno Accademico 2021/2022

Riassunto

Il presente lavoro di tesi si propone di valutare l'effetto dei parametri di processo nella forgiatura a caldo della lega superlega a base nichel Inconel 706, confrontando sia le prestazioni di diversi lubrificanti utilizzati in ambito industriale, sia le variazioni microstrutturali ottenibili durante la lavorazione. Per la conduzione delle prove di attrito sono state utilizzate diverse tecniche di deposizione del lubrificante, valutandone anche la ripetibilità in ambito industriale. I risultati dei test hanno evidenziato che i lubrificanti più efficaci sono quelli liquidi a base grafite e quelli solidi di natura vetrosa, che però hanno lo svantaggio di non essere facili da applicare.

Le valutazioni delle caratteristiche microstrutturali sono state valutate per alcuni parametri di processo fissati e hanno lo scopo di fornire dati di input implementabili in software di simulazione della forgiatura a caldo sulla lega in esame.

Indice

Introduzione	13
1 Le superleghe a base nichel.....	15
1.1 I materiali aerospaziali	15
1.2 Le superleghe	16
1.2.1 Le principali proprietà delle superleghe a base nichel.....	19
1.2.2 Le leghe ferro nichel.....	23
1.3 Cenni sugli acciai per la forgiatura a caldo delle superleghe a base nichel	28
2 La forgiatura	30
2.1 Generalità sul processo.....	30
2.2 Tipi di forgiatura	33
2.2.1 La forgiatura in stampo aperto.....	35
2.3 Le macchine da forgiatura.....	38
2.3.1 Le presse	40
2.3.2 I magli.....	41
2.4 Proprietà dei prodotti finiti.....	42
2.4.1 Processi di recupero della microstruttura	42
3 Tribologia e lubrificazione	51
3.1 La tribologia	51
3.2 L'attrito.....	54
3.3 La lubrificazione.....	56
3.3.1 Le funzioni del lubrificante	56
3.3.2 I fattori di influenza della lubrificazione	58
3.3.3 Difetti di forgiatura e prove di lubrificazione.....	60
3.3.4 Lubrificanti da forgiatura.....	62
4 Prove di attrito	69
4.1 Conduzione delle prove di attrito	69
4.2 Apparato sperimentale.....	70
4.3 Lubrificazione degli stampi.....	74

4.3.1	Lubrificanti liquidi.....	74
4.3.2	Lubrificanti solidi	77
4.4	Procedura sperimentale	81
5	Prove microstrutturali.....	85
5.1	Generalità sulle prove di compressione in Gleeble 3800	85
5.2	Procedura sperimentale	90
5.2.1	Il microscopio ottico e a scansione elettronica (SEM)	92
5.2.2	Test di microdurezza.....	94
5.3	Calcolo della frazione di grano ricristallizzato.....	95
6	Risultati delle prove di attrito.....	98
6.1	Prove preliminari.....	98
6.2	Prove di attrito.....	102
7	Risultati delle prove di ricristallizzazione	109
7.1	Ricristallizzazione dinamica, DRX	109
7.1.1	Calcolo della dimensione massima di grano ricristallizzato alla temperatura di 950°C	113
7.1.2	Calcolo della dimensione massima di grano ricristallizzato alla temperatura di 950°C	114
7.1.3	Curve di ricristallizzazione dinamica alle temperature di 950°C e 970°C	114
7.2	Ricristallizzazione statica, SRX	117
7.3	Ricristallizzazione meta-dinamica	126
8	Conclusioni	128
	Bibliografia	130

Elenco delle tabelle

Tabella 1.1. <i>Composizione media delle superleghe base nichel [2].</i>	21
Tabella 1.2. <i>Funzione degli elementi alliganti nelle superleghe a base nichel [2].</i>	21
Tabella 1.3. <i>Fasi principali e temperature di esercizio per varie leghe resistenti al calore.</i>	21
Tabella 1.4. <i>Temperature di fusione e di precipitazione per alcune leghe a base nichel [4].</i>	22
Tabella 1.5. <i>Range delle temperature di forgiatura per diverse leghe a base nichel in commercio. [4]</i> 22	
Tabella 1.6. <i>Pressioni di forgiatura a caldo per diverse leghe a base nichel in commercio.</i>	23
Tabella 1.7. <i>Composizione delle principali superleghe ferro-nichel.</i>	24
Tabella 1.8. <i>Confronto delle composizioni di Inconel 718 e Inconel 706.</i>	25
Tabella 1.9. <i>Costanti fisiche dell'Inconel 706.</i>	27
Tabella 1.10. <i>Modulo elastico dell'Inconel 706 al variare della temperatura.</i>	27
Tabella 1.11. <i>Proprietà termiche dell'Inconel 706.</i>	28
Tabella 1.12. <i>Composizione nominale dei principali acciai da stampaggio a caldo.</i>	29
Tabella 2.1. <i>Classificazione dei materiali in base alla loro caratteristica di forgiabilità [6].</i>	33
Tabella 2.2. <i>Velocità tipiche delle presse da forgiatura.</i>	39
Tabella 2.3. <i>Significato delle costanti nelle leggi per la ricristallizzazione (2.8) – (2.15).</i>	49
Tabella 2.4. <i>Influenza dei parametri di deformazione, velocità di deformazione e tempo di ricottura nei processi di ricristallizzazione dinamica (DRX), statica (SRX) e meta-dinamica (MDRX).</i>	50
Tabella 2.5. <i>Dipendenze dalla deformazione e dal tempo nei processi di ricristallizzazione dinamica (DRX), statica (SRX) e meta-dinamica (MDRX).</i>	50
Tabella 3.1. <i>Coefficienti di attrito secondo Coulomb nei processi di lavorazione dei metalli.</i>	56
Tabella 3.2. <i>Effetto sul coefficiente di scambio termico della pressione di contatto per le condizioni di secco, grafite in soluzione acquosa, grafite in olio.</i>	64
Tabella 3.3. <i>Composizioni e range di temperature per vetri speciali (dati da Corning Glass Co.)</i>	65
Tabella 3.4. <i>Lubrificanti da forgiatura raccomandati per vari tipi di materiali.</i>	68
Tabella 4.1. <i>Principali caratteristiche della Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System.</i>	70
Tabella 4.2. <i>Risultati di deposizione dei lubrificanti testati.</i>	75
Tabella 4.3. <i>Risultato dell'applicazione del lubrificante solido PROVA 46/p.</i>	79
Tabella 5.1. <i>Principali caratteristiche del simulatore termo-meccanico Gleeble 3800.</i>	85
Tabella 5.2. <i>Prove di ricristallizzazione dinamica DRX.</i>	88
Tabella 5.3. <i>Prove di ricristallizzazione statica, SRX.</i>	89
Tabella 5.4. <i>Prove di ricristallizzazione meta-dinamica, MDRX.</i>	89
Tabella 5.5. <i>Composizione chimica della soluzione Kalling n°2.</i>	91

Tabella 6.1. <i>Ipotesi alla base delle prove di attrito preliminari.</i>	100
Tabella 6.2. <i>Forza max per i test 1 (velocità di prova 0.4mm/s), test 2 (velocità di prova 4mm/s)</i>	101
Tabella 7.1. <i>Valori delle deformazioni critiche per le temperature di 950°C e 970°C.</i>	110
Tabella 7.2. <i>Risultati delle misure effettuate sul campione di IN706 sottoposto a deformazione 0.3 alla temperatura di 950°C.</i>	113
Tabella 7.3. <i>Risultato delle misure sul campione di Inconel 706 nella condizione "as built".</i>	114
Tabella 7.4. <i>Risultati dei calcoli di ricristallizzazione dinamica.</i>	115
Tabella 7.5. <i>Tabella riassuntiva dei risultati di ricristallizzazione statica delle prove svolte.</i>	126
Tabella 7.6. <i>Risultati delle prove di ricristallizzazione meta-dinamica.</i>	127

Elenco delle figure

Figura 1.1. <i>Materiali impiegati nei principali componenti dei motori a getto [2].</i>	18
Figura 1.2. <i>Esempio di diagramma TTT per la lega Inconel 706 con contenuto di silicio inferiore allo 0.07%, ricotta a 1093°C e invecchiata [5].</i>	26
Figura 2.1. <i>Orientazione della grana cristallina a seguito di processi di colata (a), asportazione di truciolo dopo laminazione (b) e forgiatura (c) [6].</i>	31
Figura 2.2. <i>Fenomeno del barrelling nei processi di forgiatura in stampo aperto.</i>	36
Figura 2.3. <i>Metodo dello slab applicato alla sezione di billetta cilindrica.</i>	37
Figura 2.4. <i>Grafico per i colpi medi per minuto/capacità in energia delle varie presse.</i>	39
Figura 2.5. <i>Schematizzazione, da sinistra, di una pressa a vite, un maglio, una pressa oleodinamica e di una pressa a eccentrico.</i>	41
Figura 2.6. <i>Macrostruttura in sezione di un componente forgiato.</i>	42
Figura 2.7. <i>Effetto della temperatura di ricottura sul recovery, la ricristallizzazione e la crescita del grano. I grani nella regione di recovery sono ancora deformati, mentre quelli ricristallizzati risultano indeformati. [6].</i>	45
Figura 2.8. <i>Schema dei fenomeni di recovery, ricristallizzazione dinamica e meta-dinamica.</i>	45
Figura 2.9. <i>Grafico che mostra gli andamenti previsti dalla legge di Avrami per la frazione di ricristallizzato e la velocità di ricristallizzazione [8].</i>	46
Figura 3.1. <i>Illustrazione schematica dell'interfaccia tra due corpi in contatto, che mostra l'area reale di contatto tra le asperità. Il rapporto tra l'area di contatto apparente e quella reale è di 4 – 5 ordini di grandezza.</i>	52
Figura 3.2. <i>Relazione tra carico normale N e carico di taglio F e intervalli di azione dei vari processi di formatura.</i>	53
Figura 3.3. <i>Distribuzione delle tensioni normali per compressione senza attrito (a) e con attrito (b).</i> .	54
Figura 3.4. <i>Strutture cristalline di alcuni lubrificanti solidi: grafite (a), nitruro di boro esagonale (b), disolfuro di molibdeno (c), acido borico (d).</i>	60
Figura 3.5. <i>Differenze tra un processo di forgiatura in stampo aperto senza attrito (a sinistra) e con attrito (a destra).</i>	62
Figura 3.6. <i>Variazione della viscosità in funzione della temperatura per alcuni vetri delle composizioni mostrate in Tabella 3.3.</i>	66
Figura 4.1. <i>Pressa idraulica Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System.</i>	71
Figura 4.2. <i>Billetta di IN706 utilizzata per le prove di attrito in Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System.</i>	72
Figura 4.3. <i>Inserto rappresentativo dello stampo da forgiatura a caldo in acciaio H13, Ra 3.2 μm.</i>	72

Figura 4.4. Equipaggiamento per la conduzione delle prove di stampaggio a caldo, (a) gruppo stampo inferiore, (b) set-up di prova montato.	73
Figura 4.5. Resistenza ROTFIL UTXMO15621.	73
Figura 4.6. Superficie lubrificata ottenuta con 3 metodi di deposizione: 20 passate di pennello monodirezionale, 20 passate in più direzioni e aerografo.	74
Figura 4.7. Aerografo (a) e pressostato (b) utilizzati per la deposizione dei lubrificanti liquidi.	75
Figura 4.8. Set-up correttamente montato in posizione di prova.	77
Figura 4.9. Applicazione del lubrificante solido PROVA 46/P dopo preriscaldamento degli stampi a 450°C per 10 minuti e successiva pressione degli stampi sulla polvere.	78
Figura 4.10. Applicazione del lubrificante solido PROVA 46/P dopo preriscaldamento degli stampi a 1120°C per 5 minuti e successiva pressione degli stampi sulla polvere.	78
Figura 4.11. Applicazione del lubrificante solido PROVA 46/P sulle facce piane della billetta dopo preriscaldamento a 1120°C per 13 minuti e successiva pressione degli stampi sulla polvere.	79
Figura 4.12. Porzione di strato isolante opportunamente tagliato per rivestire lo stampo inferiore (a sinistra) e superiore (a destra).	80
Figura 4.13. Set-up di prova con lo strato isolante fissato allo stampo superiore mediante fil di ferro.	80
Figura 4.14. Billetta di prova prima e dopo la compressione. L'altezza si riduce da 35 mm a 17 mm.	81
Figura 4.15. Schema delle fasi principali di ciascuna prova e della loro durata temporale.	82
Figura 4.16. Schematizzazione della corsa di avvicinamento con successiva compressione per le prove senza strato isolante.	82
Figura 4.17. a) andamento della temperatura in funzione del tempo durante il riscaldamento in forno a 1120°C per la billetta di Inconel 706; b) andamento della temperatura in funzione del tempo durante il raffreddamento in aria per la billetta di Inconel 706.	83
Figura 4.18. Esempio profilo di temperatura per gli stampi superiore e inferiore durante la prova.	84
Figura 5.1. Simulatore termo-meccanico Gleeble 3800.	86
Figura 5.2. Provino utilizzato nelle prove di compressione in Gleeble 3800.	86
Figura 5.3. Dettaglio del simulatore Gleeble adibito a prove di compressione a caldo, comprensivo del sistema di misura della temperatura e del sistema di raffreddamento.	87
Figura 5.4. Schematizzazione delle condizioni di deformazione dei campioni analizzati per le prove di ricristallizzazione dinamica nelle prove di compressione alle temperature di 950°C e 970°C.	88
Figura 5.5. Campione di IN706 tagliato lungo l'asse di compressione. La superficie di taglio risulta molto scabra.	90
Figura 5.6. Campioni inglobati in resina epossidica, con attacco chimico eseguito su metà della superficie. Si noti che la porzione del campione attaccata chimicamente risulta opaca.	91
Figura 5.7. a) microscopio ottico. b) microscopio a scansione elettronica.	93
Figura 5.8. Instron Wilson Rockwell 2000, Rockwell hardness tester.	95
Figura 5.9. Selezione dei punti di intersezione tra le 5 linee orizzontali di misura e i bordi di grano, per il calcolo delle distribuzioni cumulative della dimensione di grano.	97
Figura 5.10. Curva di distribuzione cumulativa per il calcolo della frazione di ricristallizzato.	97

Figura 6.1. <i>Andamento della temperatura in funzione del tempo durante il raffreddamento in aria per la billetta di Inconel 706 dalla temperatura di 1120°C.</i>	99
Figura 6.2. <i>Frame dei test di compressione nel momento di massima deformazione, per il test 1 (velocità di prova 0.4 mm/s) e il test 2 (velocità di prova di 4 mm/s).</i>	101
Figura 6.3. <i>Grafico forza-corsa per i test preliminari 1, 2 svolti con due diverse velocità di prova. Test 1: velocità di prova di 0.4 mm/s. Test 2: velocità di prova di 4 mm/s.</i>	101
Figura 6.4. <i>Grafico forza-corsa per i tre test relativi al lubrificante B-TECH FORGE 16.</i>	103
Figura 6.5. <i>Confronto forze massime di forgiatura per i lubrificanti della prima campagna prove. ...</i>	103
Figura 6.6. <i>Confronto del diametro equatoriale della billetta compressa in stampo aperto con diversi lubrificanti.</i>	105
Figura 6.7. <i>Confronto delle forze massime del processo per i lubrificanti più prestazionali.</i>	106
Figura 6.8. <i>Confronto dei diametri equatoriali della billetta forgiata utilizzando i lubrificanti più prestazionali.</i>	107
Figura 6.9. <i>Confronto delle forze massime e del diametro equatoriale per le prove svolte utilizzando i lubrificanti B-TECH FORGE 16, PROVA 78 assieme al tessuto isolante.</i>	107
Figura 7.1. <i>Prova di compressione a caldo con tempra in acqua. Il grafico mostra l'andamento della temperatura misurata dalla termocoppia e l'andamento della forza di compressione misurato dalla cella di carico.</i>	110
Figura 7.2. <i>Curve tensione-deformazione per i test di compressione a caldo eseguiti alle temperature di 950°C e 970°C.</i>	111
Figura 7.3. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione crescente alla temperatura di 950°C. Ingrandimento 100x.</i>	112
Figura 7.4. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione crescente alla temperatura di 970°C. Ingrandimento 100x.</i>	112
Figura 7.5. <i>Evoluzione della ricristallizzazione dinamica secondo il processo a collana. I nuovi grani iniziano a crescere lungo i bordi dei grani originari, formando una collana di nuovi grani. [22]</i>	115
Figura 7.6. <i>Curve di ricristallizzazione dinamica per le temperature di 970°C e 950°C.</i>	116
Figura 7.7. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a una deformazione di 0.15 e a trattamento termico di ricottura a 950°C e a 970°C, per tempi da 60 secondi a 600 secondi. Ingrandimento 100x.</i>	117
Figura 7.8. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a una deformazione di 0.15 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C e a 970°C, per tempi di 30 e 60 minuti. Ingrandimento 100x.</i>	118
Figura 7.9. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a deformazioni di 0.20 e 0.25 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per tempi di 30 e 60 minuti. Ingrandimento 100x.</i>	119
Figura 7.10. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 30 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.</i>	120
Figura 7.11. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 60 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.</i>	120
Figura 7.12. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 120 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.</i>	121
Figura 7.13. <i>Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 180 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.</i>	121

Figura 7.14. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 30 minuti.....	122
Figura 7.15. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 60 minuti.....	122
Figura 7.16. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 120 minuti.....	123
Figura 7.17. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 180 minuti.....	123
Figura 7.18. Curva di ricristallizzazione statica per il campione sottoposto a deformazione pari a 0.3 alla temperatura di 950°C, per diverse durate del trattamento termico di ricottura.....	124
Figura 7.19. Curve di ricristallizzazione per la deformazione di 0.3 a 950°C e per tempi di ricottura crescenti ottenuta a partire da osservazioni al microscopio ottico e con misure di microdurezza.....	125
Figura 7.20. Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 980°C per 1, 5 e 15 minuti. Ingrandimento di 100x.....	127

Introduzione

Le superleghe a base nichel sono uno dei materiali maggiormente impiegati in ambito aerospaziale, in tutti quei componenti che operano ad alta temperatura (quali turbine, compressori e postbruciatori). Per la loro messa in opera, essi devono soddisfare dei requisiti stringenti di qualità che coinvolgono anche attente valutazioni delle caratteristiche microstrutturali dei materiali in cui sono realizzati [1]. Infatti, le caratteristiche desiderabili di questi componenti (in primo luogo la resistenza meccanica, la resistenza a creep e quella a corrosione) discendono dalla loro microstruttura. A questo scopo è necessario valutare l'effetto dei parametri di processo nelle lavorazioni che interessano questi tipi di materiali.

Il presente lavoro è stato realizzato in collaborazione con l'azienda *Forgiatura A. Vienna*, che si occupa della laminazione e della forgiatura a caldo in stampo aperto di componenti di grandi dimensioni in Inconel 706 non solo per il settore aerospaziale, ma anche per il settore petrolchimico, *oil&gas* e nucleare.



Figura I.1. Billetta impiegata nello stampaggio a caldo di componenti di grandi dimensioni mediante la pressa "Tyson" da 100'000 tonnellate presso l'azienda Forgiatura A. Vienna.

Lo studio dei parametri di processo della forgiatura a caldo della superlega a base nichel Inconel 706 condotto in questo lavoro si articola in due fasi distinte. Nella prima fase sono state condotte prove di attrito che hanno permesso la valutazione delle prestazioni di vari lubrificanti industriali. Il principale parametro valutato in questa fase è il tasso di riduzione delle forze di forgiatura allo scopo di determinare il lubrificante più prestazionale. Sebbene le prove svolte siano state condotte su piccola scala, dei risultati

di riduzione delle forze richieste per la forgiatura anche modesti portano a notevoli benefici in ambito industriale, quando le dimensioni delle billette sono considerevolmente maggiori di quelle su cui sono state effettuate le prove (Figura I.1). Nella seconda parte di questo studio si valutano i cambiamenti microstrutturali subiti dal materiale quando sottoposto alle lavorazioni di forgiatura a caldo. Per opportune condizioni di processo, quali il tasso di deformazione, la velocità di deformazione e la temperatura, si sono osservati tutti e tre i tipi di ricristallizzazione dinamica, statica e meta-dinamica. In questo ambito è stato inoltre proposto un metodo di indagine della ricristallizzazione alternativo alla più comune *EBSD*, basato sulle osservazioni al microscopio ottico e quindi di facile applicazione pratica in quanto non necessita di strumenti sofisticati come il microscopio elettronico a scansione (*SEM*). Tutte le prove di ricristallizzazione sono state condotte a velocità di deformazione molto basse (0.005 s^{-1}) poiché nelle lavorazioni a caldo la velocità di deformazione determina le forze di forgiatura e per componenti di grandi dimensioni non è possibile imporre una velocità di deformazione troppo alta per via del possibile superamento del tonnellaggio delle presse impiegate. Data la scarsità in letteratura di studi sulla ricristallizzazione della superlega Inconel 706 deformata a velocità così basse si è reso necessario realizzare uno studio di ricristallizzazione che mantenesse una velocità di deformazione bassa e costante in tutte le condizioni di processo. I risultati microstrutturali ottenuti per diversi tassi di deformazione e temperature, con velocità di deformazione fissata, sono i dati di input da implementare nelle simulazioni agli elementi finiti della forgiatura a caldo che tengano conto anche dei cambiamenti microstrutturali che si verificano durante la lavorazione.

Capitolo 1

Le superleghe a base nichel

In questo capitolo vengono mostrate le caratteristiche e gli impieghi principali delle superleghe a base Nichel nell'ambito aerospaziale, concentrandosi in particolare sulla lega Inconel 706.

1.1 I materiali aerospaziali

La scelta dei materiali usati nelle strutture aerospaziali e nei componenti dei motori è un aspetto critico della progettazione e che influisce sull'intero ciclo di vita del velivolo, dalle fasi preliminari della stessa progettazione, alle successive fasi di costruzione, certificazione e messa in opera.

Gli aspetti influenzati dal materiale utilizzato nei velivoli sono:

- il costo del velivolo e delle sue modifiche migliorative;
- le opzioni di progettazione della struttura del velivolo, dei componenti e dei motori;
- il consumo di carburante;
- la potenza e l'efficienza dei motori;
- le performance operative, come velocità, range e carico pagante (*payload*);
- la manutenzione della struttura e dei motori;
- la sicurezza, l'affidabilità e la vita operativa, oltre che lo smaltimento e il riciclo del velivolo.

Accanto ai materiali con cui vengono realizzate le strutture portanti del velivolo (ali, fusoliera, impennaggi e carrello di atterraggio), occorre porre grande attenzione sui materiali da utilizzarsi nei componenti dei motori, in particolare le pale di turbina, che sono altresì importanti per la sicurezza e le performance del velivolo. La ricerca di materiali aerospaziali avanzati ha un impatto diretto nel miglioramento dell'efficienza strutturale e propulsiva dei motori a getto (*jet engines*). Le proprietà di tali materiali rilevanti in questo ambito sono le proprietà fisiche (prime fra tutte la densità, che ha un diretto impatto sul peso), le proprietà meccaniche come rigidità, resistenza e tenacità, le proprietà chimiche di resistenza alla corrosione e all'ossidazione, le proprietà di capacità termica e infine la conducibilità termica ed elettrica.

La comprensione di queste proprietà è stata il fattore essenziale che ha permesso il rapidissimo avanzamento tecnologico del settore aerospaziale nell'ultimo secolo.

La scienza dei materiali e la tecnologia meccanica sono un campo interdisciplinare che coinvolge la chimica, la fisica della materia solida, la metallurgia, e l'ingegneria meccanica: lo studio congiunto di queste materie permette di comprendere la composizione chimica (i.e. i tipi e la concentrazione di elementi alliganti da utilizzare) e la struttura dei materiali, dando la possibilità di controllarne le proprietà. È fondamentale avere un'accurata conoscenza della struttura dei materiali sia a livello atomico, sia a livello di componente finale in quanto la struttura a livello atomico, la struttura cristallina e la presenza di difetti microscopici di un materiale influenzano le proprietà di rigidità e resistenza. Le principali caratteristiche microstrutturali del materiale coprono la scala 1 - 1000 micron e sono essenzialmente la dimensione di grano e la sua struttura, la presenza di precipitati e i difetti (vuoti, inclusioni fragili). La scienza dei materiali permette di modificare le proprietà del materiale allo scopo di raggiungere alcune performance prestabilite di un componente, semplicemente agendo sulle caratteristiche di cui sopra.

Anche il processo produttivo del componente ha una notevole influenza sulle sue proprietà finali, influenzando anche le proprietà macro-strutturali. Lo studio congiunto del materiale e dei processi produttivi permettono di ottenere delle proprietà caratteristiche non presenti nel materiale iniziale, di cui le principali sono la facoltà di sopportare gli stress senza deformarsi eccessivamente oppure rompersi (pur mantenendo pesi limitati), la capacità di resistere a corrosione e ossidazione e infine la possibilità di lavorare ad alte temperature senza indebolimento.

I principali materiali utilizzati in ambito aerospaziale sono le leghe di alluminio, le leghe di titanio, alcuni acciai e i materiali compositi. Particolare importanza rivestono le superleghe base nichel (*nickel based alloys*), fondamentali componenti strutturali dei motori a getto.

In questa tesi verranno approfonditi alcuni aspetti della scienza dei materiali e della tecnologia meccanica allo scopo di comprendere il comportamento della superlega a base nichel Inconel 706 quando viene sottoposta a processi di forgiatura a caldo.

1.2 Le superleghe

Il termine "superlega" indica un gruppo di leghe nichel, ferro-nichel e cobalto contenenti un'alta percentuale di elementi alliganti (dal 40 al 60%) e costituiti da una matrice austenitica indurita per precipitazione. A seconda dell'elemento dominante, le superleghe si suddividono in tre classi principali:

- 1) superleghe a base nichel, che contengono almeno il 50% in peso di nichel;

- 2) superleghe a base ferro-nichel, con il 15 - 60% di ferro e il 24 - 45% di nichel;
- 3) superleghe a base cobalto, con percentuale di cobalto dal 30 al 60%;

Molte superleghe contengono più di 10 tipi di elementi alliganti, come ad esempio grandi quantità di cromo (10 - 20%), alluminio e titanio (fino all'8%, combinato) e cobalto (5 - 15%) assieme a piccole quantità di molibdeno, tungsteno e carbonio. Questa composizione permette di ottenere caratteristiche che le leghe convenzionali non possiedono, specie per le proprietà ad alte temperature. Infatti, la maggior parte dei materiali subisce il *creep* quando si trova a temperature pari al 30 - 40% della temperatura di fusione, mentre le superleghe a base nichel possono operare a temperatura pari al 70% della loro temperatura di fusione (1280°C), attorno agli 850°C.

La resistenza al *creep* è la principale caratteristica delle superleghe che le rende particolarmente adatte all'impiego nei componenti più caldi dei motori a getto moderni, come ad esempio le pale di turbina negli stadi di alta pressione, nei dischi di compressore e turbina, negli alberi, in camera di combustione, nei postbruciatori e negli inversori di spinta, oltre che in alcune parti dei motori a razzo.

In generale, le superleghe base nichel vengono usate nei componenti di motore che operano a temperature maggiori di 550°C, fino a 800°C: esse possono operare per lunghi periodi a temperature di 800 - 1000°C (fino a range di 950 - 1300°C) in ambienti critici, in condizioni di grande stress senza che il componente subisca distorsione permanente e snervamento quando soggetto a carichi elastici. Specie nei motori a turbina, questi effetti vanno assolutamente evitati per non causare il grippaggio e il fallimento delle parti rotanti del motore (come ordine di grandezza le turbine di alta pressione realizzate in superlega possono supportare carichi di circa 137 MPa per 1000 ore). Questi metalli hanno eccellenti proprietà di resistenza al calore e possono resistere a temperature fino a 1300°C, mantenendo la loro rigidità, resistenza, tenacità e stabilità dimensionale a temperature molto più alte di quelle che consentirebbero gli altri materiali aerospaziali, consentendo di aumentare la temperatura massima di ciclo del 50% e avviando la cosiddetta "era moderna" dei motori a getto.

Sono fondamentali anche le caratteristiche di resistenza a corrosione e ad ossidazione alle alte temperature che causerebbero il rapido deterioramento delle proprietà della maggior parte degli altri materiali metallici. Queste caratteristiche forniscono alle superleghe un'alta stabilità chimica e fisica superficiali.

Riassumendo, le principali proprietà delle superleghe sono:

- alta resistenza (*high strength*);
- lunga vita a fatica;
- tenacità a frattura (*fracture toughness*);

- resistenza a *creep*;
- resistenza alla rottura sotto sforzo alle alte temperature.

È grazie all'impiego delle superleghe che è stato possibile il progresso dell'aviazione dal 1950 ad oggi. Infatti, il modo più efficace di aumentare la spinta dei motori a getto è innalzare la massima temperatura operativa di ciclo, ma questa esigenza si scontra con le caratteristiche di resistenza in temperatura dei materiali di cui è costituito il motore (che non deve distorcersi, indebolirsi, subire *creep*, ossidarsi e corrodarsi). Senza la possibilità di innalzare la temperatura massima del ciclo Brayton-Joule impiegato nei motori a getto permessa da questi materiali con eccellenti caratteristiche in temperatura, gli aerei avrebbero volato a velocità e a potenze molto minori di quelle attuali. Negli ultimi 20 anni la spinta dei motori a getto è aumentata del 60% e i consumi sono scesi del 15 - 20%. Tali miglioramenti della potenza del motore e dell'efficienza dei consumi sono stati raggiunti migliorando la durabilità del materiale nelle sezioni più calde del motore, in particolare nelle pale degli stadi di alta pressione della turbina.

Lo svantaggio principale delle superleghe è però la loro alta densità, pari a $8 - 9 \text{ g/cm}^3$, che è circa due volte quella del titanio e tre volte quella dell'alluminio. Le leghe di titanio vengono usate per ridurre il peso del motore, ma il loro uso è possibile solo per il fan e per le zone di compressore aventi temperature inferiori a 550°C . Inoltre, il titanio viene usato nei bordi d'attacco delle pale dei fan realizzate in fibra di carbonio.

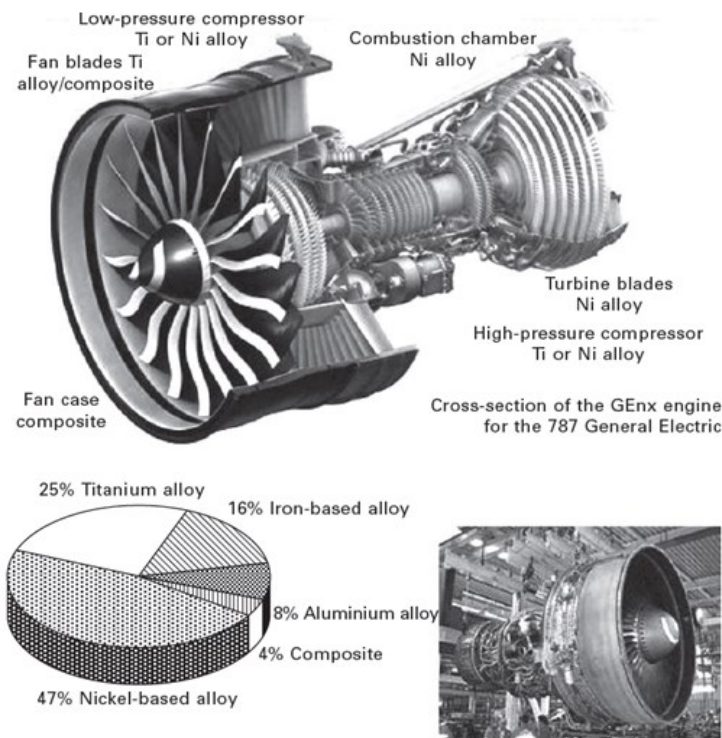


Figura 1.1. Materiali impiegati nei principali componenti dei motori a getto [2].

1.2.1 Le principali proprietà delle superleghe a base nichel

L'elemento principale delle superleghe a base nichel, come suggerisce il nome, è il nichel. Questo elemento è un metallo di transizione, appartenente al gruppo del ferro (10° gruppo), duro ma al contempo malleabile e duttile. Ha un punto di fusione di 1453°C e ha conducibilità termiche ed elettriche relativamente basse. Il nichel presenta un sistema cristallino cubico a facce centrate, ma la caratteristica che lo rende più interessante per la costituzione di leghe speciali è la sua grande capacità di solubilizzare metalli in lega senza instabilità di fase. Inoltre, con l'aggiunta di Cr_2O_3 il nichel è in grado di formare uno strato protettivo che impedisce la diffusione di elementi aggressivi verso l'interno e degli elementi metallici in soluzione verso l'esterno. Il nichel, ad alte temperature, ha la tendenza a formare uno strato superficiale di Al_2O_3 che protegge contro l'ossidazione.

Il nome "superlega" indica una lega con un'alta concentrazione di elementi alliganti e la distinzione tra i vari tipi di superleghe dipende dal tipo di elementi alliganti e dalla loro concentrazione. Nelle superleghe a base nichel, gli elementi alliganti aumentano le proprietà di resistenza attraverso processi di indurimento per soluzione solida (nel caso di elementi come il molibdeno, il cromo, cobalto e tungsteno). Altre possibilità di aumentare la resistenza mediante alligazione prevedono di effettuare trattamenti di indurimento per precipitazione, inserendo elementi quali l'alluminio, il titanio, il carbonio, il tantalio e/o il niobio: questi elementi possono reagire con il nichel durante il trattamento termico per formare una dispersione fine di precipitati intermetallici in grado di bloccare il moto delle dislocazioni e quindi di aumentare la resistenza. Il cromo, invece, migliora le proprietà di resistenza a ossidazione e a corrosione a caldo del nichel perché forma di una superficie di ossido protettivo composto da Cr_2O_3 o NiCr_2O_4 .

Come anticipato, i metodi principali di rafforzamento della lega sono l'indurimento per soluzione solida e l'indurimento per precipitazione. Il prevalere dell'uno o dell'altro metodo conferisce proprietà diverse alle superleghe a base nichel.

L'indurimento per soluzione solida richiede l'uso di elementi sostitutivi forti come il molibdeno e il tungsteno, che forniscono alla lega una buona resistenza a corrosione. Tuttavia, le proprietà meccaniche ad alta temperatura sono peggiori di quelle che si ottengono nella lega indurita per precipitazione.

Le superleghe base nichel indurite per precipitazione hanno migliori proprietà alle alte temperature rispetto alle precedenti, per questo sono usate nei dischi di turbina. Contengono alluminio, titanio, tantalio e/o niobio. Questi elementi, interagendo con il nichel durante i trattamenti termici, formano una dispersione fine di precipitati intermetallici duri.

I precipitati si trovano sottoforma delle seguenti fasi:

- fase γ' , con reticolo cubico a facce centrate: è la fase preponderante (superiore al 50%) delle superleghe base nichel. La fase γ' consiste nei composti di Ni_3Al , Ni_3Ti e $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, che hanno eccellente stabilità termica a lungo termine, quindi forniscono resistenza e impediscono il creep ad alta temperatura. I precipitati di tipo γ' si formano con un trattamento termico in soluzione (a temperature di 980 - 1230°C), seguito da invecchiamento a 800 - 1000°C per tempi da 4 a 32 ore che serve a dissolvere gli elementi alligati in soluzione solida. Temperatura e tempo di invecchiamento limitati producono precipitati γ' più fini e sono impiegati nelle parti di motore che necessitano della maggiore resistenza a fatica. Invece, l'invecchiamento ad alte temperature crea una fase γ' più grossolana, che conferisce maggiore resistenza al creep e alla rottura sotto sforzo, utile nei materiali di cui sono costituite le pale di turbina.
- fase γ'' , con reticolo tetragonale a corpo centrato, in cui il titanio, il niobio (e in misura minore anche l'alluminio) si combinano con il nichel. Il niobio è un importante elemento alligante della superlega a base nichel più usata, l'Inconel 718, che viene rafforzata principalmente usando precipitati di niobio di tipo Ni_3Nb .

Altre fasi sono:

- fase η , con reticolo esagonale ad alto impacchettamento, tipico delle superleghe a base nichel ricche in titanio (ad esempio l'Incoloy 901) [3].

I precipitati si possono trovare anche sottoforma di carburi. I carburi più comuni sono TiC , NbC , Cr_{23}C_6 , M_6C e M_7C_3 (M indica il generico elemento alligante). Le principali funzioni dei carburi sono quella di prevenire e rallentare lo scivolamento dei bordi di grano che causa il creep e di aumentare la resistenza a trazione. Inoltre, questi carburi reagiscono con altri elementi che altrimenti promuovrebbero l'instabilità termica durante il servizio.

Alcuni elementi che si usano come alliganti perché si combinano con altri elementi per bloccare i bordi di grano e limitare i fenomeni di creep sono il boro, l'afnio e lo zirconio. Sempre a questo scopo, nelle nuove superleghe a base nichel si aggiungono l'ittrio e il cerio in concentrazioni dal 2,5 al 6%. Il problema di questi elementi è il loro alto costo, l'aumento di densità della superlega e l'introduzione di difetti nei processi di colata. Per superare quest'ultimo problema si stanno svolgendo delle sperimentazioni con il rutenio al posto dell'ittrio e del cerio.

Tabella 1.1. *Composizione media delle superleghe base nichel [2].*

Alloy	Composition									
	Ni	Fe	Cr	Mo	W	Co	Nb	Al	C	Other
Astroloy	55.0	–	15.0	5.3		17.0	–	4.0	0.06	
Hastelloy X	49.0	18.5	22.0	9.0	0.6	1.5	3.6	2.0	0.1	
Inconel 625	61.0	2.5	21.5	9.0	–	–	–	0.2	0.15	<0.25 Cu
Nimonic 75	75.0	2.5	19.5	–	–	–	–	0.15	<0.08	1 V
Inconel 100	60.0	<0.6	10.0	3.0	–	15.0	–	5.5	<0.08	2.9 (Nb+Ta)
Inconel 706	41.5	37.5	16.0	–	–	–	5.1	0.2	0.12	<0.15 Cu
Inconel 716	52.5	18.5	19.0	3.0	–	–	5.2	0.5	0.05	0.1 Zr
Inconel 792	61.0	3.5	12.4	1.9	3.8	9.0	–	3.5	0.04	
Inconel 901	42.7	34	13.5	6.2	–	–	–	0.2	0.16	0.3 V
Discaloy	26.0	55	13.5	2.9	–	–	3.5	0.2	0.15	0.5 Zr
Rene 95	61.0	<0.3	14.0	3.5	3.5	8.0	–	3.5	0.14	
Rene 104	52.0	–	13.1	3.8	1.9	182	1.4	3.5	0.03	2.7 Ta
SX PWA1480	64.0	–	10.0	–	4.0	5.0	–	5.0		2 Hf
DS PWA1422	60.0	–	10.0	–	12.5	10.0	–	5.0		

Tabella 1.2. *Funzione degli elementi alliganti nelle superleghe a base nichel [2].*

Alloying element	Function
Chromium	Solid solution strengthening; corrosion resistance
Molybdenum	Solid solution strengthening; creep resistance
Tungsten	Solid solution strengthening; creep resistance
Cobalt	Solid solution strengthening
Niobium	Precipitation hardening; creep resistance
Aluminium	Precipitation hardening; creep resistance
Carbon	Carbide hardening; creep resistance

Tabella 1.3. *Fasi principali e temperature di esercizio per varie leghe resistenti al calore.*

Alloy	UNS No.	Phases for structure control	Working temperature range	
			°C	°F
Nickel-base alloys				
Alloy 720	...	Gamma-prime (Ni ₃ (Al,Ti))	1050–1165	1922–2129
Astroloy	N13017	Gamma-prime (Ni ₃ (Al,Ti))	1093–1157	2000–2115
IN-100	...	Gamma-prime (Ni ₃ (Al,Ti))	1040–1157	1900–2115
René 95	...	Gamma-prime (Ni ₃ (Al,Ti))	1065–1121	1950–2050
Waspaloy	N07001	Gamma-prime (Ni ₃ (Al,Ti))	982–1093	1800–2000
Nickel-iron-base alloys				
Alloy 718	N07718	Delta (Ni ₃ Nb)	915–995	1675–1825
Alloy 901	N09901	Eta (Ni ₃ Ti)	940–995	1725–1825
Pyromet CTX- 1	...	Eta (Ni ₃ Ti), Delta (Ni ₃ Nb) or both	855–915	1575–1675

Source: Ref 7, 8

Tabella 1.4. *Temperature di fusione e di precipitazione per alcune leghe a base nichel [4].*

Alloy	UNS No.	Solidus temperature		Precipitation temperature	
		°C	°F	°C	°F
Alloy R-235	...	1260	2300	1040	1900
Alloy X	N06002	1260	2300	760	1400
Alloy X-750	N07750	1290	2350	955	1750
Alloy 718	N07718	1260	2300	845	1550
Alloy 720	...	1200	2200	1135	2075
Alloy 901	N09901	1200	2200	980	1800
Astroloy	N13017	1230	2250	1120	2050
M-252	N07252	1200	2200	1010	1850
René 41	N07041	1230	2250	1065	1950
U500	N07500	1230	2250	1095	2000
Udimet 700	...	1230	2250	1120	2050
Waspaloy	N07001	1230	2250	980	1800

Source: Ref 1-3

Altre caratteristiche delle superleghe utili per le lavorazioni manifatturiere (e in particolare per la forgiatura a caldo) e le fasi principali di ciascuna lega sono riportate nelle Tabelle 1.5 e 1.6 [3].

Tabella 1.5. *Range delle temperature di forgiatura per diverse leghe a base nichel in commercio. [4]*

Alloy	Minimum forging temperature		Maximum forging temperature		Alloy	Minimum forging temperature		Maximum forging temperature	
	°C	°F	°C	°F		°C	°F	°C	°F
AF2-1DA	1065	1950	1177	2150	Astroloy	1093	2000	1190	2175
Alloy K-500	871	1600	1149	2100	Hastelloy C	1010	1850	1232	2250
Alloy 200	871	1600	1232	2250	Hastelloy W	1038	1900	1204	2200
Alloy 301	871	1600	1232	2250	Hastelloy X	843	1550	1218	2225
Alloy 400	649	1200	1177	2150	M-252	968	1775	1177	2150
Alloy R-235	1010	1850	1204	2200	Mar-M-421	1038	1900	1149	2100
Alloy X-750	1010	1850	1204	2200	Nimonic 90	1010	1850	1149	2100
Alloy 600	1038	1900	1232	2250	Nimonic 115	1093	2000	1177	2150
Alloy 625	1000	1832	1177	2150	René 41	1024	1875	1190	2175
Alloy 718	899	1650	1149	2100	René 95	1065	1950	1121	2050
Alloy 720	1050	1922	1165	2129	Udimet 500	1052	1925	1204	2200
Alloy 722	982	1800	1204	2200	Udimet 700	1038	1900	1163	2125
Alloy 800	1000	1832	1204	2200	Udimet 710	1065	1950	1177	2150
Alloy 825	1000	1832	1177	2150	Waspaloy	982	1800	1177	2150
Alloy 901	982	1800	1177	2150					

Tabella 1.6. Pressioni di forgiatura a caldo per diverse leghe a base nichel in commercio.

Alloy	UNS No.	Pressure developed at working temperature(a)							
		At 870 °C (1800 °F)		At 1040 °C (1900 °F)		At 1095 °C (2000 °F)		At 1150 °C (2100 °F)	
		MPa	ksi	MPa	ksi	MPa	ksi	MPa	ksi
Alloy 400	N04400	124	18	106	15.3	83	12	68	9.8
Alloy 600	N00600	281	40.8	239	34.6	195	28.3	154	22.3
Alloy 625	N06625	463	67.2	379	55	297	43	214	31
Alloy 718	N07718	437	63.3	385	55.8	333	48.3	283	41
X-750	N07750	335	48.6	299	43.3	265	38.4	230	33.3
1020 steel	G10200	154	22.4	126	18.3	99	14.3	71	10.3
Type 302 stainless steel	S30200	192	27.8	168	24.3	148	21.4	124	18

(a) Pressure developed in the roll gap at 20% reduction in hot rolling

1.2.2 Le leghe ferro nichel

Le leghe ferro-nichel contengono 15 - 60% di ferro e il 24 - 45% di nichel; sono rafforzate per soluzione solida e per precipitazione. Tra queste leghe quelle di maggior qualità sono quelle costituite da una matrice cubica a facce centrate (CFC), poiché è un reticolo compatto e dunque più resistente ai processi di deformazione dipendenti dal tempo.

L'alluminio, il niobio e il carbonio vengono usati come elementi alliganti per promuovere la formazione di precipitati intermetallici duri o carburi che sono stabili ad alta temperatura. I precipitati sono simili a quelli delle superleghe base nichel e includono fasi γ' (ordinata CFC) con $Ni_3(Al,Ti)$ e γ'' (ordinata TCC) con Ni_3Nb . Come nelle altre superleghe, il cromo e il ferro possono entrare in γ' e γ'' : il cromo viene usato per formare una superficie di ossido che protegge il metallo dai gas caldi corrosivi e dall'ossidazione, mentre il carbonio (assieme ad azoto e fosforo) serve a formare carburi che induriscono la lega per precipitazione, aumentano la resistenza a creep e la tensione di rottura ad alta temperatura.

Queste leghe possono essere suscettibili alla precipitazione di una o più fasi secondarie del tipo η , δ , μ , o fasi di Laves che possono essere benefiche o dannose a seconda della morfologia. La precipitazione di fasi diverse da γ' e γ'' può essere usata per il controllo di struttura e proprietà.

Tabella 1.7. *Composizione delle principali superleghe ferro-nichel.*

Alloy	Composition (%)									
	Fe	Ni	Cr	Mo	W	Co	Nb	Al	C	Other
Solid solution-hardened alloys										
Haynes 556	29.0	21.0	22.0	3.0	2.5	20.0	0.1	0.3	0.1	0.5 Ta
Incoloy	44.8	32.5	21.0	-	-	-	-	0.6	0.36	
Precipitation-hardened alloys										
A-286	55.2	26.0	15.0	1.25	-	-	-	0.2	0.04	0.3 V
Incoloy 903	41.0	38.0	<0.1	0.1	-	15.0	3.0	0.7	0.04	

Le leghe ferro-nichel vengono usate nei motori a gas per le loro caratteristiche strutturali e il basso coefficiente di dilatazione termica ad alta temperatura, che le rende adatte a componenti del motore con tolleranze strette (in relazione al gioco nelle parti rotanti del motore). Per via di tale caratteristica, gli usi principali di queste leghe sono nelle pale, nei dischi e nei *casing* dei motori a getto.

Inoltre, rispetto alle superleghe nichel-cobalto, sono anche meno costose: si ottengono in questo modo prestazioni simili ma fino a temperature minori rispetto alle altre superleghe a base nichel. L'estremo superiore della maggior parte di queste leghe appartiene all'intervallo di temperatura compreso tra i 700 e gli 850°C. I tipi più comuni di leghe ferro-nichel sono l'Inconel 718 e l'Inconel 706.

1.2.2.1 Inconel 706

Tra le leghe ferro-nichel, la lega Inconel 706 è una lega derivata dalla più famosa Inconel 718. L'Inconel 706 (IN706) viene impiegato in forgiati di grandi dimensioni (anche oltre 13600 Kg [5]) che vengono usati in applicazioni "critiche" come quelle per la produzione energetica, per le lavorazioni chimiche e, in ambito aerospaziale, per i componenti di turbina su larga scala.

Grazie alla ridotta propensione alla segregazione in confronto alla lega Inconel 718, è possibile ottenere lingotti di grandi dimensioni. La possibilità ridotta di segregazione è legata ad un minore contenuto di elementi indurenti che nella lega Inconel 718 si trovano in composizione maggiore. In particolare, nella lega IN706 si hanno:

- una concentrazione nominale di niobio (Nb, elemento indurente primario) pari al 2.9% contro il 5.25% della lega IN718;
- un massimo contenuto di alluminio pari allo 0.4% contro quello nominale dello 0.6% della lega IN718.

Per compensare la riduzione dei precedenti elementi indurenti e mantenere comunque delle buone proprietà di resistenza, nella lega IN706 si ha un contenuto di titanio maggiore rispetto alla IN718 (valore nominale di 1.75% contro lo 0.9%). Inoltre, in confronto alla lega IN718, viene eliminato il molibdeno (Mo), che è l'elemento in soluzione che ha l'effetto rafforzante principale. L'eliminazione del molibdeno permette di aumentare la lavorabilità.

Per esigenze di standardizzazione, le fasi e i precipitati tipici della lega IN706 sono:

- fase γ' , $Ni_3(Ti,Al)$, reticolo cubico a faccia centrata (FCC);
- fase γ'' , $Ni_3(Nb,Ti)$, reticolo tetragonale a corpo centrato (BCT);
- fase δ , Ni_3Nb , reticolo ortorombico;
- fase η , $Ni_3(Ti,Nb)$, reticolo esagonale ad alto impaccamento (HCP)

La lavorabilità a caldo della lega IN706 è molto buona, estendendosi su un range di temperature da 925°C a 1150°C [5], più ampio di quello delle altre leghe a base nichel indicato in Tabella 1.6. Ciò consente di lavorare lingotti relativamente grandi e realizzare forgiati di grandi dimensioni. Soprattutto per le applicazioni su larga scala, è fondamentale effettuare un controllo rigoroso delle caratteristiche microstrutturali e meccaniche del materiale di cui è costituito il forgiato: la speciale composizione della lega e alcuni trattamenti termici effettuati su di essa le forniscono un'eccellente combinazione di proprietà per parti sottoposte a grandi stress, inclusi i componenti rotanti, ad elevate temperature o in ambienti corrosivi.

Tabella 1.8. Confronto delle composizioni di Inconel 718 e Inconel 706.

	Inconel 718	Inconel 706
Elemento	Composizione (w/%)	Composizione (w/%)
Ni	52.5	41.5
Fe	18.5	37.5
Cr	19.0	16.0
Mo	3.0	-
W	-	-
Co	-	-
Nb	5.1	5.1
Al	0.5	0.2
Ti	0.9	-
C	0.8 max	0.12
Other	-	<0.15 Cu

Sulla lega IN706 viene effettuato un trattamento termico in 3 fasi, che consiste prima in un trattamento in soluzione, seguito da tempra e da un periodo di doppio invecchiamento. La progettazione e l'esecuzione di trattamenti termici post-fabbricazione (TMP *post-fabrication thermal treatments*) è un aspetto su cui va posta particolare attenzione specie per parti di grandi dimensioni, in modo da ottenere una dimensione di grano e delle microstrutture accettabili, che forniscono le proprietà desiderate di:

- bassa conducibilità termica;
- resistenza a temperatura ambiente e, soprattutto, ad alta temperatura;
- resistenza agli urti;
- resistenza a fatica;
- duttilità.

Per progettare adeguatamente i trattamenti termici TMP da effettuare sulla lega IN706 allo scopo di controllarne le proprietà legate alla struttura, sono disponibili dei diagrammi approssimati TTT, mostrati in Figura 1.2.

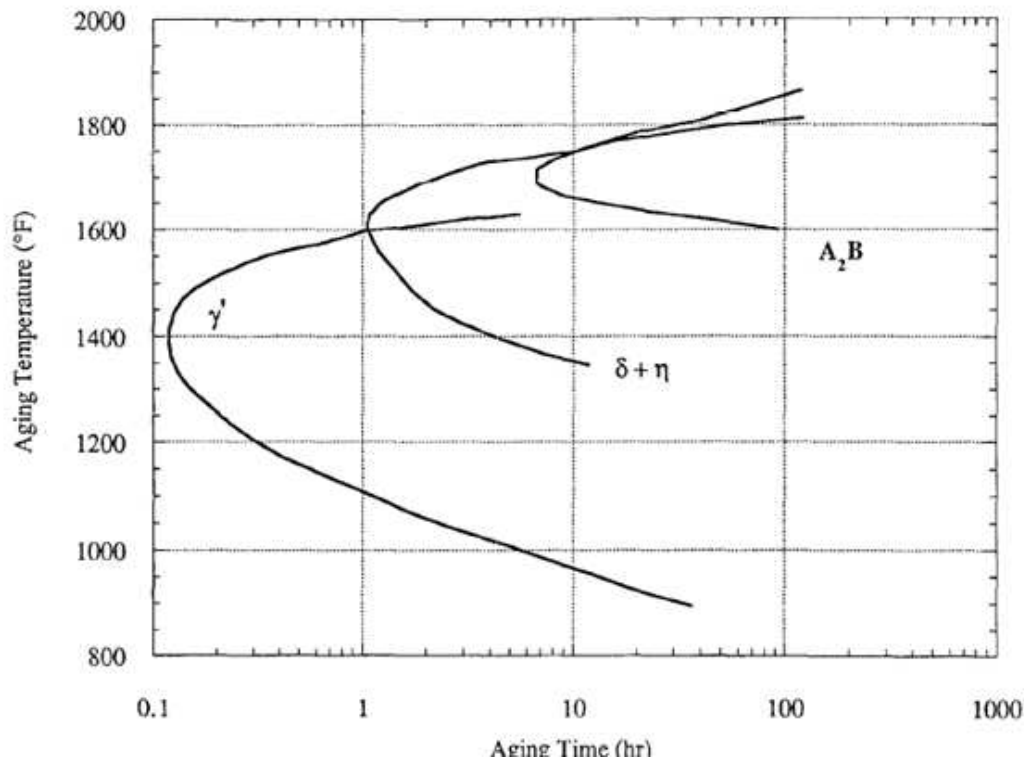


Figura 1.2. Esempio di diagramma TTT per la lega Inconel 706 con contenuto di silicio inferiore allo 0.07%, ricotta a 1093°C e invecchiata [5].

Il diagramma TTT per la lega IN706 mostra che, a causa delle diverse velocità di formazione delle varie fasi, la particolare microstruttura della lega Inconel 706 dipende sia dalle condizioni di equilibrio termodinamico, sia dal particolare trattamento termico effettuato.

Per esempio, per migliorare la resistenza a rottura per creep si può eseguire un trattamento termico stabilizzante nell'intervallo 820 - 850°C seguito da doppio invecchiamento, che permettono la creazione di precipitati a base Ni₃Ti (che altrimenti non apparirebbero dopo il trattamento diretto di invecchiamento). Questi precipitati si possono formare sia presso i bordi grano o all'interno del grano. Ottime proprietà per quanto riguarda la rottura per creep sono state raggiunte in seguito a un'ulteriore lieve modifica dei cicli di trattamento termico di stabilizzazione.

Tabella 1.9. Costanti fisiche dell'Inconel 706.

Costanti fisiche	
Densità [Mg/m ³]	
Ricotto	8.05
Indurito per precipitazione	8.08
Intervallo di fusione [°C]	1334 – 1371
Calore specifico a 21°C [J/kg*°C]	444
Permeabilità a 15.9 kA/m	
Ricotto	
23°C	1.011
-78°C	1.020
-196°C	Magnetico
Indurito per precipitazione	
23°C	1.010
-78°C	1.040
-196°C	Magnetico
Temperatura di Curie [°C]	< -78

Tabella 1.10. Modulo elastico dell'Inconel 706 al variare della temperatura.

Modulo elastico			
Temperatura [°C]	Modulo elastico [GPa]	Modulo di taglio [GPa]	Rapporto di Poisson
-196	218	80	0.362
20	210	76	0.382
100	206	74	0.389
200	200	72	0.389
300	194	70	0.392
400	188	67	0.405
500	181	65	0.404
600	174	63	0.395
700	166	58	0.415

Tabella 1.11. *Proprietà termiche dell'Inconel 706.*

Proprietà termiche				
Temperatura	Resistività elettrica	Conducibilità termica	Coefficiente di dilatazione	Calore specifico
°C	$\mu\Omega\cdot m$	$W/m\cdot^{\circ}C$	$\mu m/m/^{\circ}C$	$J/kg\cdot^{\circ}C$
-196	0.876	7.9	-	-
20	0.985	12.5	-	444
100	1.015	14.0	13.46	461
150	1.035	14.8	14.11	473
200	1.055	15.9	14.53	490
250	1.075	16.7	14.85	502
300	1.090	17.6	15.08	515
350	1.110	18.5	15.25	528
400	1.130	19.2	15.39	536
450	1.145	19.9	15.50	553
500	1.160	20.6	15.59	565
550	1.180	21.3	15.79	582
600	1.195	22.1	15.97	595
650	-	-	16.20	607
700	-	-	16.42	620

1.3 Cenni sugli acciai per la forgiatura a caldo delle superleghe a base nichel

La forgiatura di componenti in superlega base nichel IN706 deve essere necessariamente un processo a caldo, date le caratteristiche alto-resistenziali del materiale e le grandi dimensioni caratteristiche dei componenti realizzati (che necessariamente richiederanno grandi forze di forgiatura). Per queste ragioni i materiali impiegati per gli stampi devono presentare elevata resistenza meccanica e tenacità ad alte temperature, temprabilità, resistenza agli shock meccanici e termici e resistenza all'usura (in particolare a usura abrasiva per la presenza di scaglia nei materiali riscaldati). Oltre a queste caratteristiche indispensabili, nella scelta dei materiali da stampo occorre considerare anche la dimensione dello stampo stesso, le proprietà del componente, la complessità della forma del componente, la temperatura di forgiatura, la tipologia di operazione da eseguire, il costo del materiale, il volume del lotto di produzione, le proprietà di conduzione termica dello stampo e la stabilità dimensionale dei materiali ad alte temperature. I principali materiali che incontrano tutte queste necessità sono gli acciai da utensili e da stampi contenenti cromo, molibdeno e vanadio.

Tipicamente gli acciai da stampi si distinguono in base ai trattamenti termici subiti che prevedono la sequenza di processi di austenitizzazione, tempra per la formazione di martensite, e uno o più cicli di rinvenimento. In base al trattamento termico subito, gli acciai possono essere suddivisi in tre gruppi principali:

- 1) acciai rapidi
- 2) acciai per lavorazioni a freddo
- 3) acciai per lavorazioni a caldo

Nello studio dei parametri di processo per la forgiatura a caldo della superlega IN706, il tipo di acciaio scelto per la realizzazione degli inserti è un acciaio per lavorazioni a caldo, in particolare un H13.

Gli acciai da lavorazione a caldo sono utilizzati in processi di stampaggio, estrusione, fusione o pressocolata, lavorazioni che richiedono temperature piuttosto elevate; pertanto gli acciai devono essere dotati di buona resistenza all'usura a caldo, resistenza al rinvenimento e all'ossidazione, insensibilità agli sbalzi di temperatura e non ultima di una buona tenacità a caldo a causa della necessità di resistere a urti e alle fortissime pressioni specifiche che si riscontrano durante le lavorazioni. Invece, di una certa insensibilità agli sbalzi di temperatura e alla fragilità da rinvenimento.

Il trattamento termico si compone di stabilizzazione (ricottura prolungata a circa 700°C seguita da raffreddamento lentissimo in forno), tempra e rinvenimento.

È necessario anche tenere conto delle proprietà del materiale degli stampi per una corretta scelta del lubrificante da adottare per i processi di forgiatura a caldo, con particolare attenzione alla compatibilità dei lubrificanti con gli stampi. Gli inserti di prova sono realizzati in acciaio H13 di composizione teorica riportata in tabella e presentano una rugosità fissa di 3.2µm.

Tabella 1.12. *Composizione nominale dei principali acciai da stampaggio a caldo.*

Composizione % teorica						
Acciaio	C	Mn	Si	Cr	V	Mo
H11	0.37	0.30	1.00	5.00	0.40	1.35
H13	0.40	0.30	1.00	5.00	1.00	1.35

Capitolo 2

La forgiatura

Nel presente capitolo si richiamano le caratteristiche generali del processo di forgiatura, le attrezzature e le caratteristiche microstrutturali ottenibili in questo processo.

2.1 Generalità sul processo

Uno dei metodi principali con cui è possibile realizzare componenti in superlega è la forgiatura. Questo processo prevede la deformazione plastica massiva di un semilavorato di partenza (chiamato “billetta”) di geometria semplice, tipicamente cilindrica, da cui è possibile ottenere una geometria di maggiore complessità attuando una opportuna sequenza di operazioni.

Rispetto ad altri processi di lavorazione meccanica (ad esempio i processi di fusione, lavorazioni di asportazione di truciolo etc.), la forgiatura ha il vantaggio di permettere un maggiore controllo della microstruttura e della macrostruttura del componente finale: regolando il flusso del materiale negli stampi è possibile orientare le fibre dello stesso secondo la geometria del componente da realizzare, senza discontinuità nella macrostruttura. Ciò garantisce migliori proprietà meccaniche di resistenza e tenacità nei componenti forgiati rispetto a componenti ottenuti con altri processi (a parità di materiale e geometria):

- nei processi di colata la solidificazione del componente segue cammini di raffreddamento che dipendono dalle caratteristiche di scambio termico degli stampi e non dalla effettiva geometria del componente da realizzare. Inoltre, il materiale solidificato può risultare poroso a causa di bolle di aria intrappolata durante la solidificazione;
- nei processi di asportazione di truciolo le fibre del materiale sono tagliate rispetto alla superficie del componente.

In Figura 2.1 viene mostrata una rappresentazione schematica della macrostruttura di un componente ottenuto con 3 diversi processi manifatturieri.

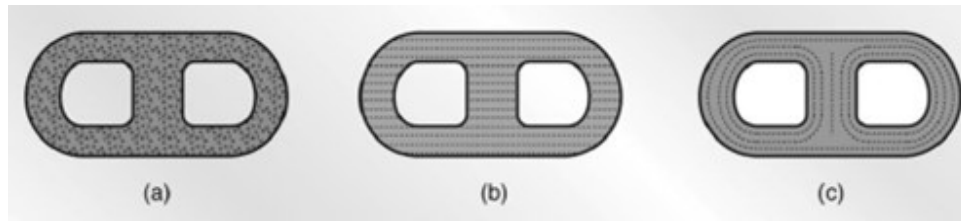


Figura 2.1. Orientazione della grana cristallina a seguito di processi di colata (a), asportazione di truciolo dopo laminazione (b) e forgiatura (c) [6].

Oltre a consentire il controllo dell'orientazione delle fibre del materiale, la forgiatura consente anche di ottenere la microstruttura desiderata agendo sui tre principali parametri di processo per questa lavorazione, che sono la deformazione imposta, la velocità di deformazione e la temperatura a cui viene eseguita.

A seconda del materiale da lavorare, della dimensione della billetta e della complessità geometrica da ottenere la forgiatura può essere eseguita sia a caldo che a freddo. Se eseguita a freddo, permette di ottenere componenti *net-shape*; tuttavia, questo vantaggio non può essere sfruttato nella produzione di componenti di grandi dimensioni realizzati in superlega, che devono essere necessariamente lavorati a caldo per via della loro alta resistenza. Questa necessità implica uno dei limiti principali della forgiatura nelle temperature del caldo che consiste nell'ottenimento di componenti solo *near-net-shape*, sia a causa della formazione di uno strato di ossido sulla superficie a seguito del riscaldamento del componente in atmosfera non controllata, sia a causa della inevitabile formazione della bava nei processi di forgiatura in stampo chiuso, per ottenere dei componenti ad elevata complessità geometrica. Va precisato che sebbene le leghe base nichel abbiano una tendenza alla formazione di ossido alle temperature del caldo minore di quelle degli acciai, esse sono maggiormente suscettibili agli attacchi dei solfuri durante il riscaldamento e tale esposizione andrebbe evitata perché il materiale può risultare meccanicamente indebolito ai bordi grano, provocando fratture durante la forgiatura. Quest'ossido può produrre un grave difetto nel forgiato. Il problema dell'aspetto bruciato della superficie del materiale attaccato dallo zolfo è solo un problema secondario in questo tipo di lavorazioni. [3]

Anche nel caso in cui venga realizzato un componente *near-net-shape* in cui parte del materiale di partenza va a costituire la bava, il processo di forgiatura ha un basso *buy-to-fly ratio* che consente di minimizzare lo scarto di materiale (che in alcuni casi può essere addirittura nullo) e ciò può rivelarsi molto vantaggioso nella formatura di materiali di partenza costosi come le superleghe.

Altri aspetti economici che rendono il processo di forgiatura industrialmente appetibile sono i tempi di realizzazione molto contenuti anche per componenti di geometria complessa rispetto ad altri tipi di lavorazioni, prime fra tutte le lavorazioni alle macchine utensili. Il livello di complessità dei componenti forgiati è limitato solo dalla possibilità di estrarli dagli stampi, che devono essere realizzati in materiale dalle ottime caratteristiche meccaniche perché non devono deformarsi plasticamente quando sono soggetti alle forze di forgiatura.

Di contro, la forgiatura è un processo vantaggioso solo per grandi lotti produttivi sia per il costo degli stampi in sé, che per la progettazione del processo inteso come la scelta della sequenza degli step di forgiatura più opportuna per ottimizzare il flusso di materiale nello stampo. Vanno impiegati opportuni software di simulazione agli elementi finiti per progettare l'evoluzione della deformazione e i corrispondenti cambi microstrutturali, ma anche per simulare l'attrito tra il pezzo e lo stampo a seconda del tipo di lubrificante utilizzato, la temperatura del componente e degli stampi, il flusso di calore tra pezzo e stampo. Un software molto usato per questo tipo di simulazioni è FORGE®, da integrare con prove sperimentali di attrito e osservazioni microstrutturali svolte sul materiale da forgiare. Pertanto è chiaro che il maggiore fattore di costo della forgiatura è proprio nell'ingegnerizzazione del processo.

Un altro limite del processo di forgiatura è la sua non-applicabilità a tutti i tipi di materiali. Alcuni materiali si prestano meglio di altri a subire una deformazione plastica senza incorrere in difetti nei processi di forgiatura. Questa caratteristica viene detta "forgiabilità" e non è direttamente quantificabile, ma può essere valutata in maniera molto qualitativa e comparativa attraverso prove sperimentali di compressione e torsione a caldo. I range tipici di temperature di formabilità a caldo per vari materiali, ottenuti dalle suddette prove sperimentali sono riportati nella Tabella 2.1. Va notato che il range di temperature di formabilità per le superleghe a base nichel è molto ristretto, pari a solo 50°C.

Tabella 2.1. *Classificazione dei materiali in base alla loro caratteristica di forgiabilità [6].*

Classification of Metals in Decreasing Order of Forgeability	
Metal or alloy	Approximate range of hot-forging temperatures (°C)
Aluminum alloys	400-550
Magnesium alloys	250-350
Copper alloys	600-900
Carbon- and low-alloy steels	850-1150
Martensitic stainless steels	1100-1250
Austenitic stainless steels	1100-1250
Titanium alloys	700-950
Iron-based superalloys	1050-1180
Cobalt-based superalloys	1180-1250
Tantalum alloys	1050-1350
Molybdenum alloys	1150-1350
Nickel-based superalloys	1050-1200
Tungsten alloys	1200-1300

2.2 Tipi di forgiatura

Con il termine “forgiatura” vengono identificati molteplici processi che dipendono dalla temperatura di esecuzione, dal tipo di stampi usati (quindi della geometria finale del prodotto) e delle attrezzature impiegate.

In relazione alla temperatura di processo, i 3 tipi principali di forgiatura sono:

- 1) forgiatura a freddo: quando la temperatura omologa, ovvero il rapporto tra la temperatura a cui viene eseguita la lavorazione e la temperatura di fusione del materiale utilizzato, è minore di 0.3. In questi processi è possibile aumentare la velocità di deformazione senza effetti negativi sulle forze in gioco, per cui è un processo ad alta produttività. Permette di ottenere componenti *net-shape* con eccellente precisione dimensionale e qualità superficiale, limitando anche gli sprechi di materia prima. Il limite principale del processo è che non consente la ricristallizzazione e il materiale risulta molto incrudito;
- 2) forgiatura a tiepido, quando la temperatura omologa è compresa tra 0.3 e 0.5. Lavorare a temperature superiori consente di limitare le forze di forgiatura, ma con lo svantaggio che in queste operazioni la ricristallizzazione risulta incompleta, ossia non avviene nell'intero volume del forgiato;
- 3) forgiatura a caldo, nel caso in cui la temperatura omologa sia maggiore o uguale di 0.6. Per questo tipo di processi occorre limitare la velocità di deformazione onde evitare che la forza necessaria

a comprimere la billetta non superi la taglia dell'impianto. Ciò si traduce in una minore produttività del processo, ma a caldo è possibile ottenere componenti di forma più complessa mediante lavorazioni di forgiatura a impronta (e a stampo chiuso). Non si riescono a ottenere componenti *net-shape* sia per finitura e tolleranze geometrico-dimensionali, sia per la formazione della bava durante il processo (che andrà eliminata mediante lavorazioni alle macchine utensili), nonché per via della formazione di ossido superficiale. Tuttavia, a caldo è possibile ottenere la completa ricristallizzazione della microstruttura, affinando la struttura dei grani, che consente di migliorar la resistenza meccanica del materiale di partenza. La durezza di un materiale dipende dalla dimensione del grano secondo la legge di Hall Petch per l'affinamento del grano cristallino:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (2.1)$$

in cui σ_y è la tensione di snervamento, σ_0 è una costante del materiale per la tensione di inizio movimento delle dislocazioni, k_y è il tasso di incrudimento e d è il diametro medio del grano.

Una classificazione più interessante dei processi di forgiatura dipende dal tipo di stampo impiegato:

- 1) forgiatura in stampo aperto (*open die forging*) in cui il pezzo è compresso tra due stampi e il cui prodotto finale è di geometria semplice. Spesso questo processo serve solo a redistribuire la massa della billetta per i successivi step di forgiatura e, se le presse lo consentono, può essere eseguito anche su billette di grosse dimensioni (fino a 35 tonnellate). A differenza degli altri processi di forgiatura è molto economico perché gli stampi piani sono molto meno costosi degli stampi a impronta;
- 2) forgiatura ad impronta (*impression die forging*), nella quale lo stampo ha una cavità la cui geometria è quella del componente da ottenere. In questo caso gli stampi sono molto costosi sia per la necessità di utilizzare materiali molto resistenti (acciai per stampi a freddo e a caldo, eventualmente con inserti di carburo di tungsteno), sia per la loro realizzazione che avviene con processi di asportazione di truciolo. Inoltre, per completare un processo di forgiatura ad impronta servono più coppie di stampi di geometria via via più complessa. Il processo può essere eseguito a freddo utilizzando materiali da stampi più prestazionali a causa delle maggiori forze in gioco e con la finitura superficiale del componente da realizzare. Per l'esecuzione di una forgiatura ad impronta a caldo è necessario tenere conto dell'inevitabile formazione della bava, che evita il contatto tra gli stampi e blocca il flusso di materiale verso l'esterno;
- 3) forgiatura in stampo chiuso (*closed die forging*), che è simile alla forgiatura ad impronta ma non prevede la fuoriuscita di materiale, richiede sforzi inferiori e si raggiungono maggiori precisioni

sui pezzi, rientrando nei processi *near-net shape*. È un tipo di forgiatura ampiamente usato per le leghe termo-resistenti [3].

Nei tipi di forgiatura semichiusa (*upsetting, flattening* etc) gli stampi non vengono lubrificati a causa del semplice flusso del materiale che viene deformato [7].

Tra i processi di forgiatura a caldo è particolarmente degna di nota la forgiatura isoterma, in cui pezzo e stampo devono essere alla stessa temperatura. Questo processo è economicamente molto dispendioso per via delle alte temperature e viene utilizzato solo in settori di nicchia, per componenti di alto valore aggiunto (in Ti6Al4V) e per materiali con ridotto range di temperature di forgiabilità.

Altri processi di forgiatura (a freddo) da menzionare sono:

- la forgiatura di precisione o coniatura: è un processo a freddo ad elevate pressioni di contatto che richiede stampi con caratteristiche meccaniche elevate;
- l'intestatura (*heading*), processo di forgiatura a freddo utilizzato per realizzare la testa delle viti, nella produzione di massa di componenti *net-shape*;
- la laminazione per singoli componenti circolari, quando il processo fornisce parti discrete (e non continue come nella laminazione convenzionale);
- la forgiatura incrementale: nei processi di questo tipo la deformazione plastica è graduale e ciò aumenta la forgiabilità del materiale, permettendo di ottenere componenti geometricamente più complessi;

2.2.1 La forgiatura in stampo aperto

È il processo di forgiatura più semplice ed economico che viene effettuato mediante stampi piani ed aperti. Spesso è solo il primo step di una sequenza di forgiatura più complessa in quanto permette di redistribuire la massa della billetta di partenza.

La grande convenienza economica del processo deriva proprio dalla geometria semplice degli stampi rispetto agli stampi ad impronta; inoltre, si possono creare molte forme con gli stessi stampi variando la forma della billetta di partenza. Sempre grazie alla semplicità degli stampi, è possibile eseguire questo processo anche su billette di grosse dimensioni (dell'ordine delle 35 tonnellate).

Uno dei vantaggi del processo è che è direttamente replicabile mediante una prova di compressione, pertanto una forgiatura in stampo aperto effettuata su una billetta di dimensioni ridotte può dare molte informazioni sull'applicabilità del processo a billette di grosse dimensioni (senza la necessità di svolgere simulazioni numeriche), semplicemente riscaldando il processo [3].

Nella forgiatura in stampo aperto l'entità degli scorrimenti relativi tra billetta e piani degli stampi è rilevante, per cui una corretta esecuzione del processo non prescinde da un'attenta indagine delle condizioni tribologiche. Questo processo, infatti, in nessun caso può essere eseguito a secco sia per evitare il superamento del tonnellaggio della macchina, sia per evitare il fenomeno di *barrelling* della sezione equatoriale (che si deforma molto di più delle facce della billetta a contatto con gli stampi); durante la compressione della billetta si può sviluppare uno stato di tensione secondaria di trazione nella zona meridiana in grado di innescare una frattura se si supera il limite di resistenza a trazione del materiale. La cricca da *barrelling* è una frattura passante che permane anche durante gli step successivi di lavorazione e può essere eliminata solo tramite processi di asportazione (con conseguente consumo di materiale e aumento dei tempi di produzione). L'insorgenza del fenomeno di *barrelling* è il principale svantaggio del processo di forgiatura in stampo aperto.

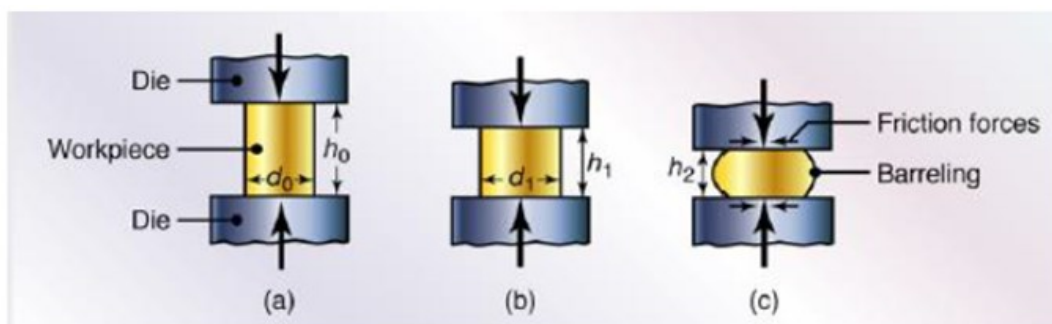


Figura 2.2. Fenomeno del *barrelling* nei processi di forgiatura in stampo aperto.

2.2.1.1 Forza di forgiatura in stampo aperto

Per il processo di forgiatura a caldo in stampo aperto sono disponibili delle relazioni che permettono di prevedere le forze necessarie allo stampaggio in presenza di attrito, in modo da scegliere la taglia della pressa da forgiatura per eseguire la lavorazione.

Infatti, durante la compressione esercitata degli stampi il campione si riduce in altezza e di conseguenza si allarga lateralmente, determinando un movimento all'interfaccia stampo-pezzo in cui sono necessariamente presenti delle forze di attrito che ostacolano la libera espansione laterale del materiale. In letteratura sono disponibili diverse relazioni analitiche per il calcolo della forza che differiscono principalmente per il modello d'attrito implementato. Di seguito viene richiamato il “modello Kalpakjian” per il calcolo della forza di ricalcatura di una billetta cilindrica, in cui l'attrito è modellizzato secondo Coulomb.

La formulazione dell'attrito secondo Coulomb esprime la tensione tangenziale di attrito come è direttamente proporzionale alla pressione:

$$\tau = \mu \sigma_y \quad (2.2)$$

con τ tensione tangenziale di attrito, μ coefficiente di attrito secondo Coulomb, σ_y pressione normale esercitata dagli stampi.

Si consideri una billetta cilindrica caratterizzata dalle dimensioni r raggio e h altezza che viene compressa tra due stampi piani. Essendo in condizioni di simmetria cilindrica, si passa alle coordinate radiali e si considerano gli sforzi agenti su un elemento radiale dx di un solo spicchio di materiale di angolo $d\theta$ (Figura 2.3).

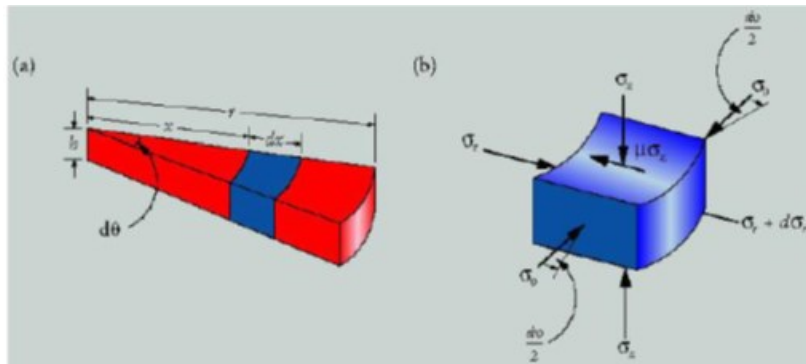


Figura 2.3. Metodo dello slab applicato alla sezione di billetta cilindrica.

Applicando il metodo dello slab e il criterio di Von Mises in campo plastico (2.2):

$$(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 = 2 \sigma_{flusso}^2 \quad (2.3)$$

con $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ le tensioni nelle tre direzioni del sistema di riferimento e σ_{flusso} la tensione di flusso del materiale per la lavorazione, è possibile ottenere un'espressione per la pressione esercitata dagli stampi p espressa in funzione del raggio x :

$$p = \sigma_{flusso} e^{\frac{2\mu(r-x)}{h}} \quad (2.4)$$

con σ_{flusso} tensione di flusso plastico del materiale, μ coefficiente di attrito secondo Coulomb, r, h caratteristiche geometriche della billetta cilindrica.

A caldo, la tensione di flusso del materiale si esprime come:

$$\sigma_{flusso} = C \dot{\epsilon}_f^m \quad (2.5)$$

con $\dot{\epsilon}_f$ velocità di deformazione, m esponente di sensibilità alla velocità di deformazione e C coefficiente di resistenza (dipendente dalla temperatura).

La forza massima necessaria allo stampaggio è proporzionale alla pressione nelle condizioni finali.

Poiché l'integrazione della curva di pressione (2.3) può risultare poco pratica, il metodo suggerisce di usare un'espressione approssimata della pressione media agente all'interfaccia stampo-campione. Tale pressione media per una billetta cilindrica è:

$$p_{av} \approx \sigma_{flusso} \left(1 + \frac{2 \mu r}{3 h} \right) \quad (2.6)$$

e permette di calcolare la forza di forgiatura secondo la seguente formulazione:

$$F = p_{av}(\pi r^2) \quad (2.7)$$

La forza richiesta cresce con l'aumentare della deformazione plastica indotta e il valore massimo si ottiene in corrispondenza dello schiacciamento maggiore, per cui il valore di raggio da adottare per conoscere la forza massima del processo è il raggio finale.

2.3 Le macchine da forgiatura

Essenzialmente è la forza di forgiatura che determina il tipo di macchinario da impiegare nel processo. I macchinari da forgiatura vengono distinti in magli e presse a seconda del sistema di movimentazione, della velocità di discesa dello stampo superiore e del tipo di energia utilizzata.

Nello stampaggio e fucinatura di pezzi di piccole e medie dimensioni è conveniente adoperare il maglio, mentre per pezzi di grandi dimensioni che richiedono forze generalmente superiori si adopera la pressa.

In base ai range di velocità di discesa dello stampo superiore i macchinari possono essere di 4 tipologie principali:

- 1) presse meccaniche;
- 2) presse idrauliche;
- 3) presse a vite;
- 4) i magli o presse ad energia;
 - 4.1 maglio a semplice effetto;
 - 4.2 maglio a doppio effetto;
 - 4.3 maglio a contraccolpo.

Le velocità di discesa dello stampo superiore hanno un impatto diretto sul tempo necessario per forgiare ciascun componente, quindi sulla produttività del processo e sull'eventuale raffreddamento del materiale durante la lavorazione (quest'ultimo aspetto ha notevole influenza nelle forze di forgiatura, come verrà valutato sperimentalmente nei capitoli successivi).

Generalmente le presse eseguono un singolo step di forgiatura in tempi dell'ordine di alcuni minuti, mentre un maglio può impiegare addirittura dei centesimi di secondo.

Tabella 2.2. *Velocità tipiche delle presse da forgiatura.*

Typical Speed Ranges of Forging Equipment	
Equipment	m/s
Hydraulic press	0.06-0.30
Mechanical press	0.06-1.5
Screw press	0.6-1.2
Gravity drop hammer	3.6-4.8
Power drop hammer	3.0-9.0
Counterblow hammer	4.5-9.0

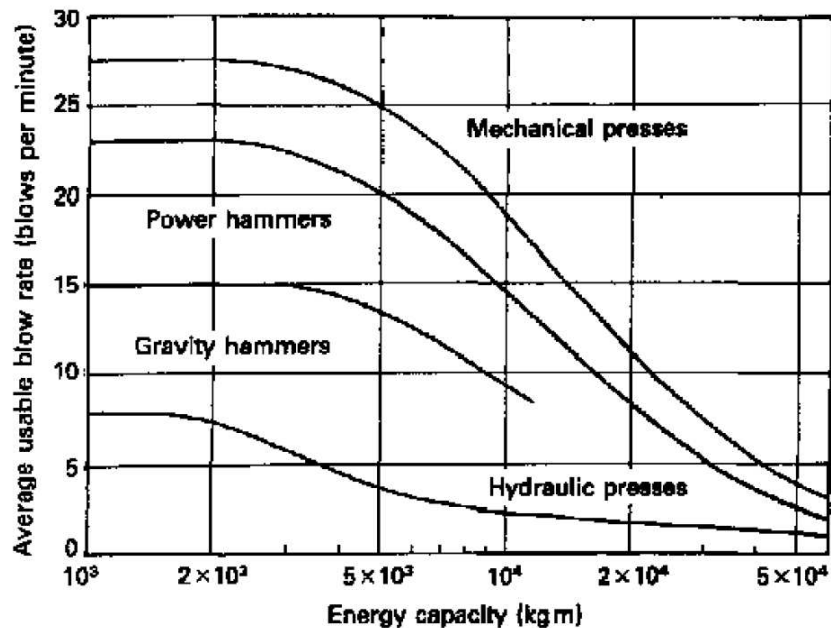


Figura 2.4. *Grafico per i colpi medi per minuto/capacità in energia delle varie presse.*

2.3.1 Le presse

Le presse costituiscono la tipologia di macchinario che accomuna le lavorazioni di estrusione e forgiatura e garantiscono una velocità di processo costante ma limitata rispetto ai magli e richiedono maggiori tempi di produzione. Consentono maggiori forze di forgiatura: per esse, infatti, la forza massima è disponibile in tutta la corsa della slitta. Il controllo risulta inoltre molto più preciso in quanto vi è la possibilità di limitare la forza e variare la velocità della slitta con una buona precisione e rapidità.

Vengono distinte in base alla forza disponibile e al loro meccanismo di movimentazione in:

- presse meccaniche, utilizzabili sia a caldo che a freddo e di tonnellaggio medio (12000 - 15000 tonnellate). Sono movimentate mediante un cinematismo di tipo biella-manovella che converte il moto di rotazione di un volano in moto lineare della slitta a cui è collegato lo stampo superiore. Per via del cinematismo utilizzato queste presse sono *limitate in corsa* e quindi anche nella massima deformazione che possono. La forza disponibile dipende dalla posizione del manovellismo e diventa massima in prossimità del punto morto superiore.
- presse idrauliche, utilizzate principalmente nelle lavorazioni a caldo e di tonnellaggio molto alto (fino a 80000 tonnellate), limitato dalla pressione che può esplicare il circuito idraulico di movimentazione della slitta superiore: per questo motivo le presse idrauliche sono presse *limitate in carico*. Sono caratterizzate da una velocità di discesa dello stampo superiore che è inferiore a quella delle presse meccaniche, ma costante; sono anche in grado di esercitare una forza costante per corse molto lunghe, e risultano adatte sia a operazioni di forgiatura in stampo aperto che in stampo chiuso. Hanno il vantaggio di avere bisogno di meno manutenzione rispetto alle presse meccaniche..
- presse a vite, da utilizzare esclusivamente per le lavorazioni a caldo e con tonnellaggio intermedio (al massimo di 32000 tonnellate). Tra le varie presse, queste hanno la massima velocità di discesa dello stampo superiore, quindi sono adatte a forgiare componenti *aerospace* in materiali con un range di temperatura di forgiatura molto ristretto e bassa inerzia termica. Come i magli, anche queste presse sono limitate in energia. Infatti, l'energia che movimenta lo stampo superiore deriva dalla rotazione di un volano mantenuto in movimento e che determina lo spostamento della vite alla quale è ancorata la slitta. La corsa dello stampo superiore termina quando il volano ha ceduto tutta la sua energia alla vite; pertanto, non si ha un modo diretto per controllare la corsa di deformazione della pressa. Sono adatte a piccoli lotti produttivi e garantiscono un'elevata precisione dimensionale.

2.3.2 I magli

Il maglio viene impiegato per la forgiatura a caldo e può essere definito una “pressa ad energia” perché converte l’energia potenziale della slitta a cui è ancorato lo stampo superiore in energia cinetica per deformare la billetta tramite urto, quindi il trasferimento di energia è praticamente istantaneo. Riesce a dare alte velocità di deformazione, quindi si adatta particolarmente bene a processi veloci e a materiali forgiabili a caldo in finestre di forgiatura ristrette come quelle tipiche delle leghe *aerospace* (vedi Tabella 1.5 nel paragrafo § 1.2.1). L’energia potenziale del maglio deriva dal sollevamento di una mazza, poi accelerata in diversi modi: essendo determinati il peso della mazza e l’altezza massima da essa raggiungibile, i magli sono macchinari limitati in energia. Hanno impieghi simili a quelli delle presse a vite, ma con un costo capitale iniziale e di manutenzione molto minori.

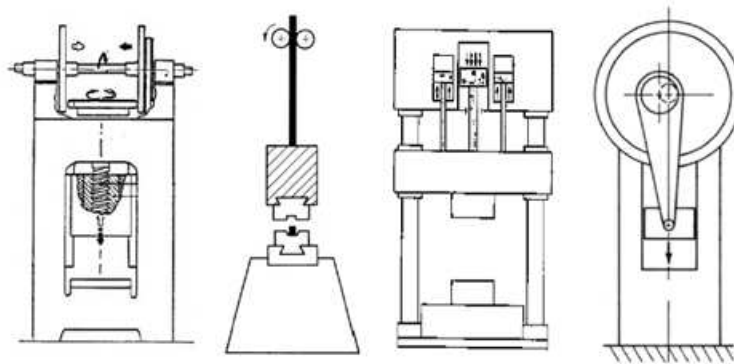


Figura 2.5. Schematizzazione, da sinistra, di una pressa a vite, un maglio, una pressa oleodinamica e di una pressa a eccentrico.

La velocità di deformazione è un importante parametro di forgiatura perché al suo variare si ottengono diverse risposte del materiale. Se si aumenta la velocità di deformazione il materiale subisce un aumento di rigidità, con una conseguente riduzione del coefficiente di incrudimento n e un incremento dell’energia necessaria per essere deformato. L’effetto globale è analogo a quello di una riduzione della temperatura: risulta vantaggioso scegliere velocità di deformazione minori per forgiare materiali inclini all’incrudimento, in modo da rallentare i fenomeni incrudenti e sfruttare la maggiore duttilità.

Per le leghe a base nichel avere grandi velocità di deformazione in forgiatura spesso causa variazioni delle proprietà meccaniche, una dimensione del grano ricristallizzato non uniforme e un aumento del calore dovuto alla deformazione (*deformation heating*). Infine, velocità di deformazione più basse forniscono minore *heat buildup*, ma richiedono tempi di contatto più lunghi e quindi un maggiore raffreddamento degli stampi.

2.4 Proprietà dei prodotti finiti

L'effetto macro-strutturale preponderante della forgiatura, sia a caldo che a freddo, è l'allineamento delle fibre del materiale con la geometria dello stampo e quindi anche con quella del componente da realizzare: questa peculiarità del processo permette di ottimizzare le caratteristiche meccaniche del componente. In generale, i pezzi ottenuti per stampaggio a freddo godono di buone proprietà meccaniche ed elevata precisione geometrica, ma è possibile influenzare la microstruttura e quindi migliorare il prodotto finale solo in maniera limitata.

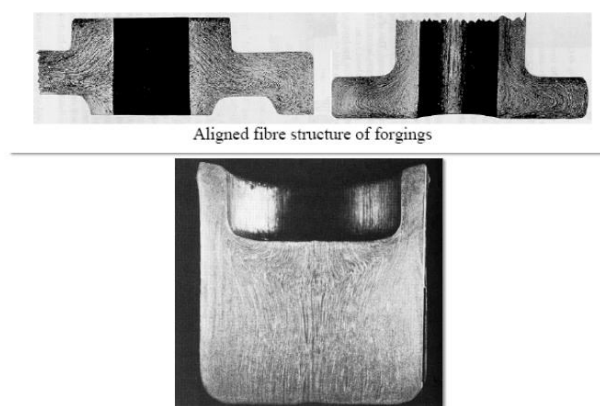


Figura 2.6. Macrostruttura in sezione di un componente forgiato.

Oltre a questo effetto di allineamento delle fibre, se la forgiatura viene eseguita nelle temperature del caldo, si ha anche il beneficio di ricristallizzare la microstruttura e di ottenere dei grani cristallini più sottili, con conseguente miglioramento anche della resistenza meccanica a temperatura ambiente. In generale si può dire che il metodo della lavorazione a caldo fornisce una microstruttura finale migliore e evita le rotture causate dai vuoti presenti nelle condizioni grezze di colata attraverso la sinterizzazione per diffusione.

2.4.1 Processi di recupero della microstruttura

L'espressione "processi di recupero della microstruttura" (*restoration processes*) indica tre fenomeni microstrutturali distinti che permettono di ripristinare la configurazione microstrutturale a un livello energetico inferiore. I fenomeni di recupero (*recovery*), ricristallizzazione e crescita del avvengono durante una lavorazione a caldo o durante la fase di ricottura dopo un processo di deformazione plastica a freddo e sono di importanza cruciale nella lavorazione di metalli e leghe per due ragioni fondamentali.

La prima ragione è insita nella necessità di restituire duttilità al materiale in modo da poter continuare la lavorazione. La seconda ragione discende dalla necessità di controllare la dimensione del grano del prodotto finito da cui dipendono molte proprietà meccaniche, come resistenza, durezza e duttilità.

La ricristallizzazione è il processo grazie al quale si formano nuovi grani non deformati in sostituzione dei grani deformati durante la lavorazione. Il fenomeno è possibile solo a temperature maggiori di $0.6 T_m$, dove T_m è la temperatura di fusione della lega. La ricristallizzazione ha alcuni effetti principali e generali, comuni anche ad altri processi produttivi svolti nelle temperature del caldo:

- provoca la diminuzione di densità delle dislocazioni prodotte durante la deformazione e conseguentemente l'incrudimento del materiale;
- ripara i danni strutturali causati dalla deformazione meccanica;
- aumenta la duttilità.

Il fenomeno di ricristallizzazione richiede alte temperature, per questo è possibile solo nelle temperature del caldo. Con una temperatura relativamente bassa non è possibile ottenere una ricristallizzazione completa del materiale a prescindere dalla deformazione impartita. In quest'ottica risulta utile definire la *temperatura di ricristallizzazione* come la temperatura alla quale avviene una completa ricristallizzazione nel tempo di un'ora. Se la temperatura di processo è diversa dalla temperatura di ricristallizzazione si assiste a due fenomeni:

- a temperature inferiori avviene il fenomeno del *riassetto* a seguito del quale le tensioni nelle zone altamente deformate vengono rilasciate ed il numero delle dislocazioni mobili viene ridotto. In questa fase non si ha una variazione apprezzabile delle proprietà meccaniche quali durezza e resistenza, però aumenta la duttilità del materiale.
- a temperature superiori a quelle di ricristallizzazione il grano continua a crescere e la sua dimensione supera quella di partenza, andando a peggiorare le caratteristiche meccaniche.

Concentrandosi solo sul fenomeno di ricristallizzazione, va notato che oltre all'apporto termico è necessario anche fornire energia meccanica di deformazione plastica: una piccola porzione dell'energia meccanica spesa per deformare il metallo viene conservata nel campione sotto forma di difetti puntuali (vacanze e difetti interstiziali), dislocazioni e difetti di impilaggio (*stacking faults*) [3].

La deformazione plastica, infatti, è una delle principali *driving force* che guidano il processo di ricristallizzazione. Può essere eseguita sia a caldo che a freddo, a seconda del tipo di ricristallizzazione che si vuole osservare. Più è elevato l'incrudimento, più è bassa la temperatura alla quale inizia la ricristallizzazione perché se ci sono più dislocazioni, c'è più energia disponibile all'interno del materiale che favorisce il fenomeno. Maggiore è la deformazione impartita, più fini saranno i grani dopo la

ricristallizzazione poiché la grande quantità di dislocazioni fornisce un numero maggiore di siti di nucleazione per i nuovi grani.

Un altro fattore che interviene nella ricristallizzazione (di tipo statico e meta-dinamico) è il tempo di permanenza in temperatura del materiale. Per assistere a questi fenomeni la lega deformata deve essere riscaldata o, più precisamente, ricotta. Durante la ricottura il materiale passa attraverso due processi distinti: il *recovery* e la ricristallizzazione statica.

Il *recovery* prepara la strada alla ricristallizzazione: in questa fase i cristalli deformati mantengono la loro identità, ma ha luogo un riassetto delle dislocazioni in configurazioni a minore contenuto energetico. Nelle deformazioni a caldo l'incrudimento tende ad essere bilanciato dal processo di *recovery*; se il *recovery* bilancia completamente l'incrudimento, si raggiunge uno stato stazionario. Qualora fosse possibile mantenere lo stato stazionario è consentita una grande deformazione prima che si verifichi la rottura del materiale. Tuttavia in alcuni metalli o leghe il processo di *recovery* potrebbe essere meno rapido e determinate condizioni di sforzo, deformazione e temperatura possono dare luogo all'accumulo di differenze locali nella densità delle dislocazioni, tali da nucleare la ricristallizzazione (dinamica, se avviene durante la deformazione oppure statica se avviene successivamente).

Durante la successiva ricristallizzazione cambia l'orientamento cristallino di ogni regione nella lega deformata, anche più di una volta. Viene nucleata una popolazione di nuovi grani, a spese della struttura deformata, fino a quando quest'ultima è completamente consumata dal processo.

I fenomeni di *recovery*, ricristallizzazione ma anche di crescita del grano coinvolgono la diffusione e quindi dipendono dall'attivazione termica in quanto essa causa un riarrangiamento delle dislocazioni e dei bordi di grano. L'effetto di diffusione – e quindi di movimento e scambio di atomi tra i grani – preponderante nella ricristallizzazione dipende primariamente dal tempo di permanenza di temperatura. Per diminuire il tempo necessario a provocare la ricristallizzazione statica è possibile aumentare sia la temperatura di ricottura, sia la deformazione precedente alla ricottura.

I cambiamenti microstrutturali dovuti ai vari fenomeni del processo di recupero della microstruttura sono riportati nella Figura 2.7, che mostra come la deformazione a caldo o a freddo e i tempi di ricottura siano parametri fondamentali nella produzione di componenti con alcune proprietà desiderate.

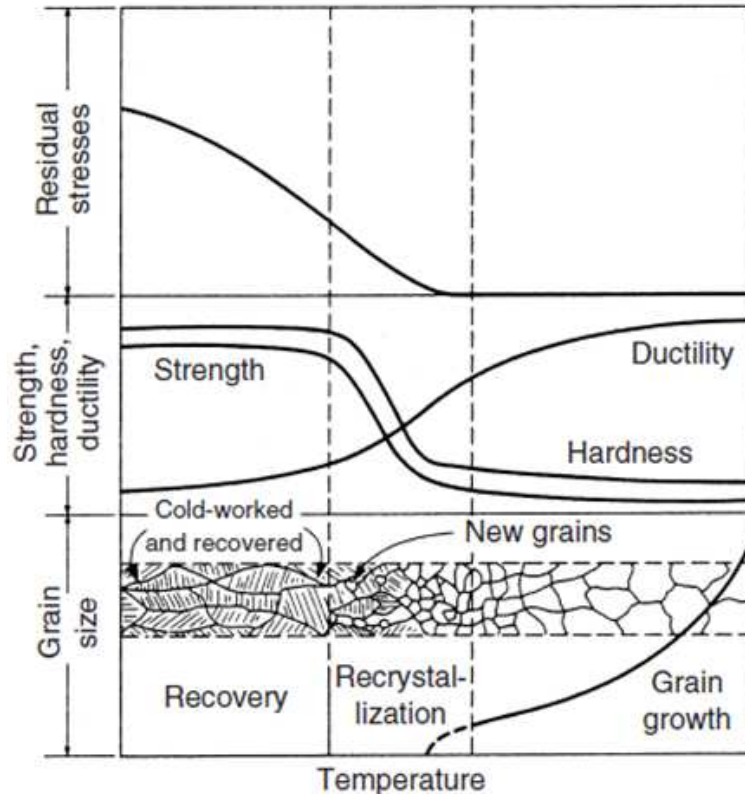


Figura 2.7. Effetto della temperatura di ricottura sul recovery, la ricristallizzazione e la crescita del grano. I grani nella regione di recovery sono ancora deformati, mentre quelli ricristallizzati risultano indeformati. [6].

Si distinguono tre tipi di ricristallizzazione:

- 1) dinamica: il processo inizia e finisce durante la deformazione;
- 2) statica: la ricristallizzazione inizia e finisce dopo la deformazione;
- 3) meta-dinamica: il processo inizia durante la deformazione e finisce successivamente:

Una schematizzazione semplificata dei tre processi di ricristallizzazione nelle lavorazioni a caldo è riportata nella Figura 2.8.

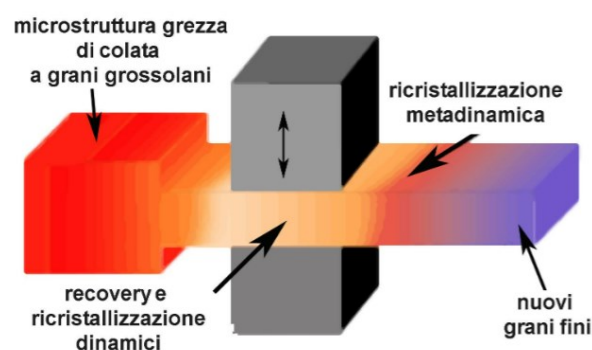


Figura 2.8. Schematizzazione dei fenomeni di recovery, ricristallizzazione dinamica e meta-dinamica.

Vi sono alcune leggi che descrivono il fenomeno della ricristallizzazione, tra le quali le più importanti sono:

- è necessaria una deformazione critica minima affinché la ricristallizzazione possa verificarsi;
- più piccolo è il grado di deformazione, più alta sarà la temperatura richiesta per la ricristallizzazione;
- aumentando il tempo di ricottura, diminuisce la temperatura richiesta per la ricristallizzazione;
- la dimensione del grano dopo la ricottura dipende dal grado di deformazione e, in minor misura, dalla temperatura di ricottura.

Il progredire della ricristallizzazione segue il tipico andamento sigmoidale suggerito dalla legge di Avrami; a seconda del tipo di ricristallizzazione, se dinamica o statica, in ascissa si avranno rispettivamente la deformazione imposta o il tempo di ricottura. Al procedere della ricristallizzazione, la velocità con cui avviene il fenomeno decresce.

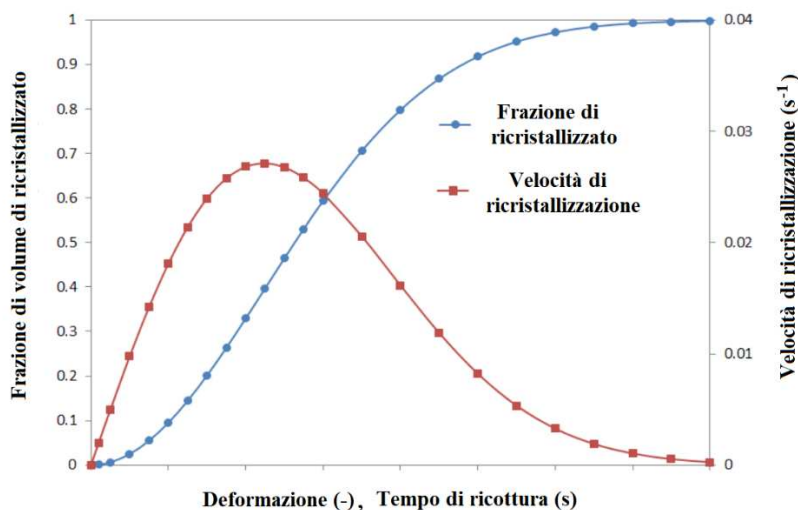


Figura 2.9. Grafico che mostra gli andamenti previsti dalla legge di Avrami per la frazione di ricristallizzato e la velocità di ricristallizzazione [8].

2.4.1.1 La ricristallizzazione dinamica DRX

La ricristallizzazione dinamica è il tipo di ricristallizzazione che avviene durante la deformazione a caldo del materiale con tassi di deformazione superiori alla deformazione critica (che è la deformazione in corrispondenza del picco delle curve tensione-deformazione a caldo). È un processo complesso dovuto alla simultanea generazione delle dislocazioni e alla loro annichilazione tramite ricristallizzazione.

In letteratura sono reperibili vari modelli matematici per il calcolo della deformazione critica [9]:

$$\varepsilon_P = a_1 d_0^{n_1} \dot{\varepsilon}^{m_1} \exp\left(\frac{Q_1}{RT}\right) + c_1 \quad (2.8)$$

$$\varepsilon_C = a_2 \varepsilon_P . \quad (2.9)$$

La ricristallizzazione dinamica viene modellata come una funzione della deformazione a temperatura e velocità di deformazioni fissata, secondo la legge di Avrami che esprime la relazione tra la frazione di volume di materiale ricristallizzato dinamicamente e la deformazione effettiva applicata:

$$X_{DRX} = 1 - \exp\left[-\beta_d \left(\frac{\varepsilon - a_{10} \varepsilon_P}{\varepsilon_{0.5}}\right)^{k_d}\right] \quad (2.10)$$

$$\varepsilon_{0.5} = a_5 d_0^{n_5} \dot{\varepsilon}^{m_5} \exp\left(\frac{Q_5}{RT}\right) + c_5 . \quad (2.11)$$

In cui $\varepsilon_{0.5}$ denota la deformazione necessaria per ottenere una frazione di ricristallizzato dinamicamente X_{DRX} del 50%.

La dimensione di grano ricristallizzata dinamicamente è data dalla relazione:

$$d_{DRX} = a_8 d_0^{h_8} \varepsilon^{n_8} \dot{\varepsilon}^{m_8} \exp\left(\frac{Q_8}{RT}\right) + c_8 \quad (2.12)$$

$$se\ d_{DRX} > d_o, allora\ d_{DRX} = d_o$$

Dal punto di vista della modellazione, è molto difficile stimare il comportamento di ricristallizzazione dinamica durante la simulazione di un processo di formatura a caldo, quindi la DRX viene effettivamente calcolata dopo un incremento di deformazione usando come input la temperatura e la velocità di deformazione medi durante il tempo di deformazione.

Le costanti delle leggi precedenti dipendono dal tipo di materiale in esame, e sono riassunte nella Tabella 2.3. È possibile enunciare alcune leggi qualitative che consentono di interpretare il fenomeno della ricristallizzazione dinamica:

- la ricristallizzazione dinamica inizia quando si raggiunge una deformazione critica ad alta temperatura (all'incirca sopra il 50% della temperatura di fusione) e a temperature relativamente inferiori a quelle associate alla ricristallizzazione statica. Questa deformazione critica è solitamente maggiore di quella necessaria ad iniziare la ricristallizzazione statica.
- La ricristallizzazione dinamica ha una natura ripetitiva e continua: durante lo stato stazionario vi saranno grani che si sono appena ricristallizzati, grani che hanno appena subito deformazione e che stanno per subire ricristallizzazione e uno spettro di grani che si situano tra queste due situazioni limite.

- La dimensione del grano ricristallizzato è determinata dagli sforzi applicati ed è molto sensibile alla velocità di deformazione, mentre è meno influenzata dalla temperatura di deformazione.
- Se la deformazione viene arrestata ma il materiale non viene prontamente raffreddato, la ricristallizzazione non si ferma immediatamente e procede con una velocità che decresce nel tempo (ricristallizzazione meta-dinamica).

2.4.1.2 La ricristallizzazione statica SRX

La ricristallizzazione statica è il tipo di ricristallizzazione che avviene dopo la fase di deformazione, attraverso il trattamento termico di ricottura. Anche se la deformazione critica per iniziare la ricristallizzazione statica è inferiore a quella necessaria per la ricristallizzazione dinamica, occorre comunque applicare un certo tasso di deformazione in modo da conferire al materiale la *driving force* sufficiente per innescare il fenomeno. La temperatura di ricottura deve essere generalmente superiore alle temperature tipiche della ricristallizzazione dinamica.

Nella ricristallizzazione statica, inoltre, l'effetto della velocità di deformazione è trascurabile data sia la modesta entità della deformazione, sia dei tempi di ricottura più o meno prolungati. Come suggerito da Huang, Lambert e Semiantin [9], la deformazione critica per la ricristallizzazione statica è data dalla (2.7).

La legge di Avrami per la frazione di ricristallizzato staticamente:

$$X_{SRX} = 1 - \exp \left[-\beta_s \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)^{k_s} \right] \quad (2.13)$$

$$t_{0.5} = a_3 d^{h_3} \varepsilon^{n_3} \dot{\varepsilon}^{m_3} \exp \left(\frac{Q_3}{RT} \right) \quad (2.14)$$

con $t_{0.5}$ tempo necessario per ottenere il 50% del volume totale ricristallizzato, alle condizioni di temperatura e deformazioni imposte. Va notato che in queste relazioni l'esponente m che esprime la dipendenza dalla velocità di deformazione m_3 viene posto pari a 0 in quanto la ricristallizzazione statica non dipende dalla velocità di deformazione.

Infine, la dimensione di grano ricristallizzato staticamente è data dalla relazione:

$$d_{DRX} = a_6 d_0^{h_6} \varepsilon^{n_6} \dot{\varepsilon}^{m_6} \exp \left(\frac{Q_6}{RT} \right) + c_6 \quad (2.15)$$

$$\text{se } d_{SRX} > d_0, \text{ allora } d_{SRX} = d_0.$$

2.4.1.3 La ricristallizzazione meta-dinamica MDRX

La ricristallizzazione meta-dinamica è un tipo di ricristallizzazione che ha caratteristiche intermedie tra quella statica e quella dinamica. Infatti, inizia durante il processo di deformazione (come la DRX) e viene ultimata durante il trattamento termico (come la SRX). Similmente alla ricristallizzazione dinamica, ha bisogno di una deformazione superiore alla deformazione critica per poter avvenire; come la ricristallizzazione statica, è un processo che viene ultimato solo dopo la deformazione, grazie al trattamento termico di ricottura. La velocità di ricristallizzazione meta-dinamica è molto alta all'inizio del fenomeno, ossia durante la deformazione a caldo, ma decresce nel tempo, man mano che aumenta la frazione di ricristallizzato. Anche questo comportamento è consistente con la caratteristica curva sigmoidale tipica del fenomeno di ricristallizzazione, data dalla relazione (2.13). La deformazione critica per il fenomeno, invece, è quella prevista dalla (2.8).

Tabella 2.3. *Significato delle costanti nelle leggi per la ricristallizzazione (2.8) – (2.15).*

Nomenclature

T	Absolute temperature
R	Gas constant
t	Time
d_0	Initial grain size before recrystallization or growth
$X_{SRX}, X_{MRX}, X_{DRX}$	Recrystallized volume fraction for SRX, MRX, and DRX.
$d_{SRX}, d_{MRX}, d_{DRX}$	Recrystallized grain size for SRX, MRX, and DRX
d_{gg}	Grain size after growth
ε	Effective strain
ε_c	Critical strain
ε_p	Strain at stress maximum
$\varepsilon_{0.5}$	Strain for 50 percent recrystallization
$\dot{\varepsilon}$	Effective strain rate
$t_{0.5}$	Time for 50 percent recrystallization
a_{1-10}	Material coefficient
b_{1-8}	Material coefficient
c_{1-8}	Material coefficient
n_{1-8}	Material coefficient
m_{1-8}	Material coefficient
Q_{1-9}	Material coefficient
$\beta_d, \beta_m, \beta_s$	Material coefficient
k_d, k_m, k_s	Material coefficient

2.4.1.4 Confronto tra i parametri di influenza nei vari tipi di ricristallizzazione

Di seguito vengono mostrate delle tabelle riassuntive delle caratteristiche e dei principali parametri di dipendenza dei 3 tipi di ricristallizzazione dinamica, statica e meta-dinamica [10].

Tabella 2.4. *Influenza dei parametri di deformazione, velocità di deformazione e tempo di ricottura nei processi di ricristallizzazione dinamica (DRX), statica (SRX) e meta-dinamica (MDRX).*

PARAMETRO	DRX	SRX	MDRX
Deformazione ε	dipendenza FORTE	dipendenza FORTE	dipendenza DEBOLE
Velocità di deformazione $\dot{\varepsilon}$	dipendenza FORTE	Dipendenza DEBOLE	dipendenza FORTE
Temperatura T	dipendenza FORTE	dipendenza FORTE	dipendenza FORTE
Tempo di mantenimento in temperatura t	-	dipendenza FORTE	Dipendenza FORTE

Tabella 2.5. *Dipendenze dalla deformazione e dal tempo nei processi di ricristallizzazione dinamica (DRX), statica (SRX) e meta-dinamica (MDRX).*

	DRX	SRX	MDRX
Deformazione ε	SUPERIORE alla deformazione critica	INFERIORE alla deformazione critica	SUPERIORE alla deformazione critica
Momento in cui avviene il processo	Avviene DURANTE la deformazione	Avviene DOPO la deformazione	Inizia durante la deformazione e viene completata nel successivo trattamento termico

Capitolo 3

Tribologia e lubrificazione

Nei processi di deformazione massiva si imprime la forma ad un materiale grazie all'azione di un'altra superficie deformante, pertanto i due attori del processo - materiale da deformare e utensile o stampo - sono due corpi in mutuo scorrimento, la cui interazione viene studiata dalla tribologia.

3.1 La tribologia

La tribologia è la scienza che studia l'interazione tra due corpi in mutuo scorrimento sottoposti a un carico, concentrandosi in particolare sui fenomeni di attrito, sulla lubrificazione e sull'usura. Gli attori principali di un sistema tribologico sono:

- il materiale da deformare;
- l'utensile o lo stampo che esercitano una forza normale N sul materiale;
- un terzo corpo, tipicamente il lubrificante o lo strato limite costituito da depositi ambientali, sporco e grasso presenti sulle superfici dei metalli.

Questa interazione prevede due tipi di forze:

- 1) una forza tangenziale di attrito F che si instaura quando c'è un movimento relativo tra i due corpi, diretta parallelamente alla superficie di contatto;
- 2) una forza normale N che garantisce il contatto tra le superfici del corpo deformante e del pezzo. Può essere data sia dal peso dell'utensile, sia da forze esterne e deve essere di entità sufficiente a imprimere una deformazione plastica durante la lavorazione.

La forza normale che mette in contatto le due superfici determina l'estensione dell'area reale di contatto tra i due corpi, minore dell'area nominale di contatto (che è semplicemente la zona di contatto "apparente"). Infatti, ogni superficie è caratterizzata da una micro-rugosità espressa in micron e il contatto tra due corpi avviene mediante queste asperità. Come suggerisce l'intuizione, superfici con rugosità più alta hanno una minore area reale di contatto. Nel caso delle deformazioni plastiche la forza normale N è abbastanza grande da plasticizzare i materiali e da creare microsaldature tra le asperità: la forte pressione genera un legame adesivo che coinvolge molteplici fenomeni, quali interazioni atomiche,

solubilità reciproca e diffusione. Alcune asperità vengono deformate rimanendo in campo elastico, altre in campo plastico. Il fenomeno dell'adesione non è spiegabile univocamente, ma coinvolge molteplici aspetti: interazioni atomiche all'interno di una superficie e tra superfici, solubilità reciproca dei due materiali ed eventuali fenomeni diffusivi. Le forze di legame dipendono dalle proprietà meccaniche e fisiche dei due materiali a contatto e di conseguenza dalla temperatura di processo, dalle pressioni, dallo spessore degli ossidi superficiali e da eventuali contaminanti presenti all'interfaccia.

Se la forza di pressione tra le superfici è di modesta entità, l'area reale di contatto è molto minore dell'area nominale di contatto. Aumentando di molto la pressione i profili di rugosità vengono appiattiti ancora di più e ciò crea un maggior numero di microsaldature, così che l'estensione dell'area reale di contatto sarà via via più vicina all'area nominale di contatto.

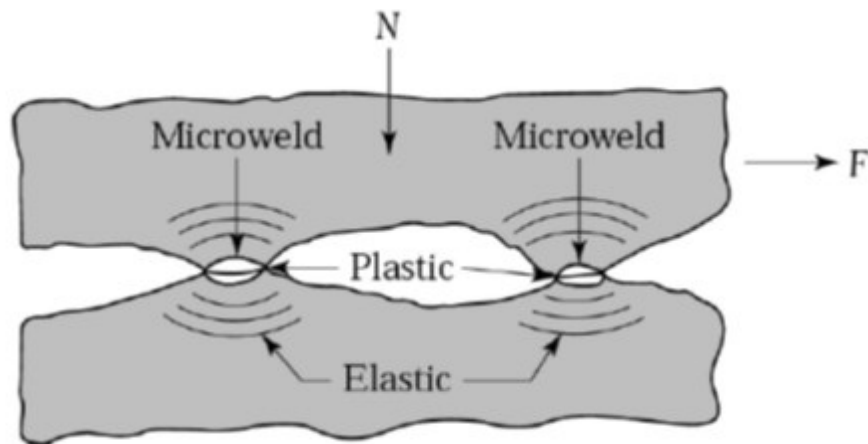


Figura 3.1. *Illustrazione schematica dell'interfaccia tra due corpi in contatto, che mostra l'area reale di contatto tra le asperità. Il rapporto tra l'area di contatto apparente e quella reale è di 4 – 5 ordini di grandezza.*

Per mettere in movimento relativo le due superfici andrà applicata una forza tangenziale, detta “forza tangenziale di attrito” che sia in grado di rompere le microsaldature create dalla forza normale N . All'aumentare dell'estensione dell'area reale di contatto dovuta a una maggiore forza normale, viene richiesta anche una maggiore forza tangenziale fino al raggiungimento di un valore asintotico di quest'ultima per forze normali crescenti.

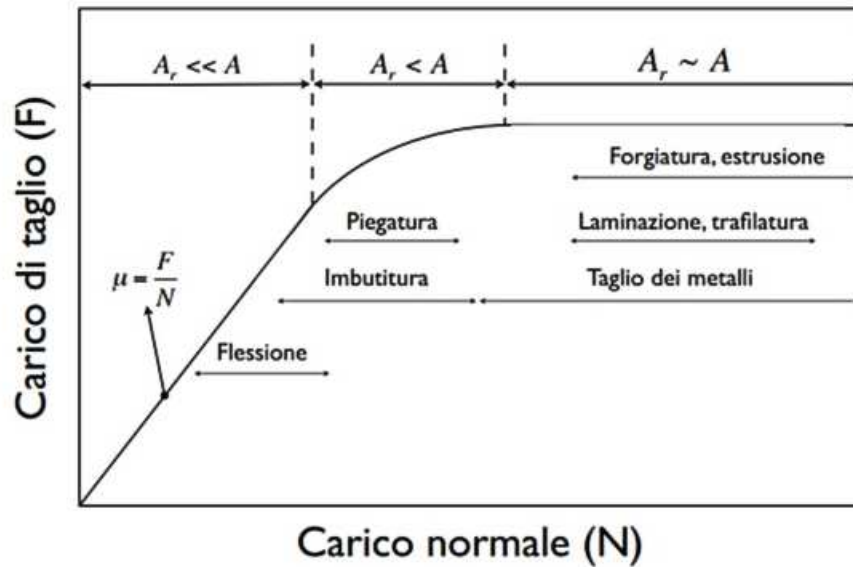


Figura 3.2. Relazione tra carico normale N e carico di taglio F e intervalli di azione dei vari processi di formatura.

Il diagramma precedente si divide in tre porzioni, di cui quelle interessate dai processi di lavorazione meccanica sono la prima e la terza (a seconda dell'entità della forza normale che il processo è in grado di applicare):

- 1) zona di proporzionalità lineare tra il carico di taglio (o forza di attrito) F e il carico normale N , per carichi normali di modesta entità che producono un'area reale di contatto molto minore dell'area nominale. La prima zona è tipica delle lavorazioni su componenti lamiera (non massivi) per cui sono richieste forze normali N ridotte. In questa zona, l'attrito segue il modello di Coulomb;
- 2) zona di transizione tra la dipendenza lineare della forza di attrito F dal carico normale N alla zona in cui F è indipendente da N . Questa zona interessa solo marginalmente i processi di lavorazione meccanica indagati in questo lavoro;
- 3) zona in cui la Forza di attrito è indipendente dal carico normale applicato: quando le forze normali N sono di grossa entità l'area reale di contatto è circa uguale a quella nominale (quasi la totalità della superficie di contatto risulta micro-saldata). In questa condizione, indipendentemente da N , è necessaria la stessa forza tangenziale per rompere le microsaldature. Tale comportamento si registra nei processi massivi che per essere eseguiti hanno bisogno di forze normali N molto alte. Il modello di attrito è quello secondo Tresca.

3.2 L'attrito

La forza tangenziale per mettere in mutuo scorrimento le superfici micro-saldate messe in contatto mediante una forza normale N viene anche definita “forza di attrito”. Questa forza è parallela al piano di scorrimento tra le superfici e alla direzione del moto, ma con verso opposto. La definizione di attrito è la “resistenza al moto relativo tra due corpi in contatto tra loro sotto l’azione di una forza esterna” [11], [3]. L’attrito è un fenomeno che dissipa energia in modo irreversibile sotto forma di calore, aumentando localmente la temperatura del pezzo. L’effetto di surriscaldamento locale può essere dannoso per le lavorazioni in quanto causa cricche e altre degradazioni della superficie. Dal punto di vista del processo, il surriscaldamento per attrito può ulteriormente ostacolare lo scorrimento relativo all’interfaccia di utensili, stampi e pezzi, il che può condizionare fortemente la deformazione e il flusso dei materiali all’interno dello stampo (con conseguenze sulla struttura e sull’insorgenza di difetti nel componente). L’esempio principale di questo fenomeno è il *barrelling* che si osserva nei processi di compressione in stampo aperto. In una compressione ideale senza attrito la deformazione della billetta cilindrica è uniforme e la tensione normale σ_n risulta costante su tutta la superficie del pezzo. Invece, nel caso con attrito si instaurano delle tensioni tangenziali τ all’interfaccia che determinano la tipica forma a botte della billetta cilindrica e un gradiente di tensione normale che aumenta dal diametro esterno verso il centro del pezzo. La Figura 3.3 mostra la distribuzione delle tensioni normali nei casi con e senza attrito.

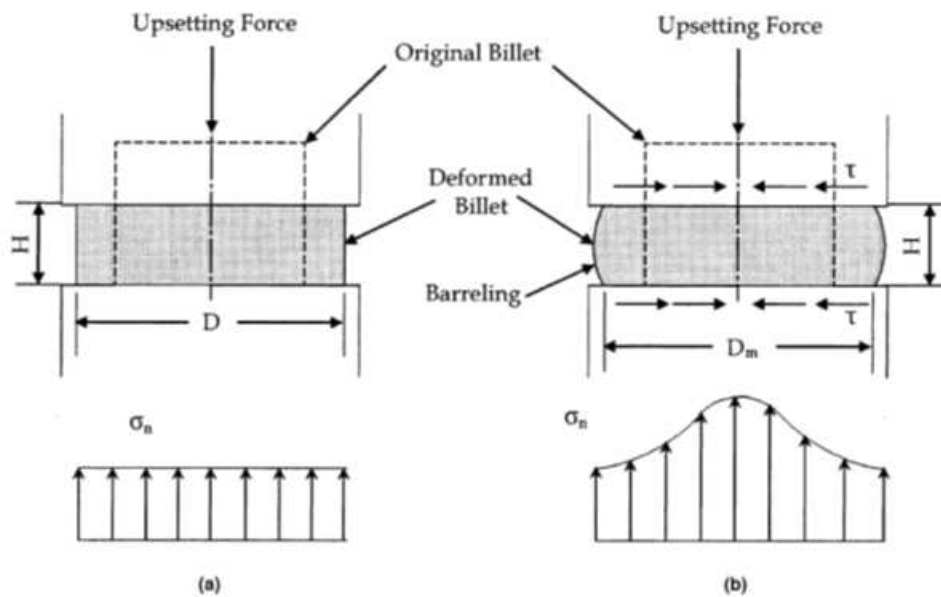


Figura 3.3. Distribuzione delle tensioni normali nei casi di compressione senza attrito (a) e con attrito (b).

A seconda dell'entità della forza normale N che preme i due corpi uno sull'altro vengono dati due modelli di attrito elementari, entrambi basati sull'insorgenza delle microsaldature tra le asperità dei due materiali di stampo e pezzo messi in contatto:

- 1) il modello di attrito secondo Coulomb, nel caso di valori modesti della forza normale per cui l'area reale di contatto A_r è minore dell'area nominale A_n

$$\tau = \mu \sigma_n \quad (3.1)$$

con τ tensione tangenziale di attrito, μ coefficiente di attrito secondo Coulomb (con valore compreso tra 0 e 1) e σ_n tensione normale. In questa formulazione il coefficiente di attrito è il coefficiente angolare della retta τ vs σ_n e può essere formulato richiamando l'area reale di contatto A_r come segue:

$$\mu = \frac{F}{N} = \frac{\tau A_r}{\sigma_n A_r} = \frac{\tau}{\sigma_n} \quad (3.2)$$

in cui N è il carico Normale, F è la Forza da applicare per avere moto relativo, τ è la resistenza al taglio della giunzione e σ_n è la tensione normale. Inoltre, si può osservare che aumentando la durezza H delle superfici (e quindi diminuendo la loro propensione a formare microsaldature), si riduce la tensione di taglio necessaria a mettere in moto relativo le superfici, con conseguente diminuzione anche del coefficiente di attrito μ . Poiché le asperità sono circondate dal materiale stesso, lo sforzo di snervamento al quale si passa da regime elastico a regime plastico equivale alla durezza del materiale [12]:

$$\mu = \frac{\tau}{H} \quad (3.3)$$

Si può quindi notare che μ può essere ridotto sia diminuendo la resistenza a taglio, sia aumentando la durezza dei materiali in contatto.

Il coefficiente di attrito secondo Coulomb dipende dalle caratteristiche del materiale, dalle caratteristiche del terzo corpo (lubrificante) interposto tra le superfici in mutuo scorrimento e anche dal tipo di lavorazione effettuata (come mostrato nella Tabella 3.1).

Tabella 3.1. Coefficienti di attrito secondo Coulomb nei processi di lavorazione dei metalli.

Processo	Coefficiente d'attrito (μ)	
	A freddo	A caldo
Laminazione	0.05 – 0.1	0.2 – 0.7
Forgiatura	0.05 – 0.1	0.1 – 0.2
Trafilatura	0.03 – 0.1	-
Formatura della lamiera	0.05 – 0.1	0.1 – 0.2
Lavorazione con utensili da taglio	0.5 - 2	-

- 2) il modello di attrito secondo Tresca vale per alte forze di contatto N per cui l'area reale di contatto è circa uguale all'area nominale $A_r \approx A_n$ e le tensioni tangenziali di attrito τ risultano indipendenti dalla tensione normale σ_n applicata:

$$\tau = \bar{m} k \quad (3.4)$$

con k (Mpa) tensione tangenziale di snervamento del materiale meno resistente in scorrimento relativo, \bar{m} fattore di attrito secondo Tresca compreso tra 0 e 1. Come il coefficiente di attrito secondo Coulomb, il coefficiente di attrito secondo Tresca dipende sia dalle caratteristiche dei materiali in scorrimento, che dal lubrificante ma non dipende dalla forza e dalla tensione normale. Nonostante alcuni processi come la forgiatura, l'estrusione, la laminazione etc. siano da modellare con l'attrito secondo Tresca, nella pratica industriale l'attrito viene sempre modellato secondo Coulomb perché permette un calcolo delle forze di attrito in favore di sicurezza per i casi di forza normale N alta.

3.3 La lubrificazione

3.3.1 Le funzioni del lubrificante

Le funzioni dei lubrificanti comuni alla maggior parte delle applicazioni e dei processi industriali sono:

- la funzione tribologica di riduzione dell'attrito;
- l'ottimizzazione del flusso di materiale all'interno dello stampo;
- facilitare il rilascio del componente forgiato dagli stampi;
- la protezione dal calore;

La principale funzione del lubrificante è quella tribologica: il lubrificante interviene nel coefficiente di attrito (sia esso quello della formulazione secondo Coulomb o secondo Tresca) che determina la forza

necessaria a mettere in mutuo scorrimento due superfici (tipicamente stampo/utensile e materiale). Anche nelle relazioni per la forza di forgiatura in stampo piano ricavate nel paragrafo § 2.2.1.1 era evidente il ruolo del coefficiente di attrito secondo Coulomb che interveniva nella pressione di contatto media all'interfaccia stampo-billetta.

Richiamando le relazioni principali per la forza di forgiatura in stampo aperto di una billetta cilindrica:

$$F = p_{av}(\pi r^2) \quad (3.5)$$

e della pressione di contatto media all'interfaccia stampo-billetta:

$$p_{av} \approx \sigma_{flusso} \left(1 + \frac{2\mu r}{3h} \right) \quad (3.6)$$

appare evidente l'apporto del coefficiente di attrito secondo Coulomb μ , che va abbassato tramite un'appropriata lubrificazione in modo da ridurre le pressioni di interfaccia e quindi la forza necessaria ad eseguire il processo di forgiatura. La riduzione delle pressioni di interfaccia, inoltre, dà benefici anche nell'aumento della vita dell'utensile (specie per le applicazioni *net-shape*).

Un'altra importante funzione del lubrificante è quella di ottimizzare il flusso di materiale all'interno degli stampi da forgiatura e di facilitare l'accurato riempimento delle cavità. Infatti, i difetti interni di forgiatura (ad esempio pieghe e *buckling* di sezioni sottili del componente, ricircoli di materiale e presenza di inclusioni fragili di ossido nel cuore del forgiato) sono dovuti a errori di progettazione del corretto riempimento degli stampi. Tale aspetto è di secondaria importanza nei processi di forgiatura in stampo aperto, ma diventa molto rilevante nella forgiatura a freddo di precisione, in cui servono rivestimenti duri per gli utensili per prevenire il fallimento della lubrificazione e l'adesione di materiale [3].

Il lubrificante è fondamentale anche nelle fasi finali della forgiatura sia a caldo che a freddo perché permette il rilascio del pezzo dallo stampo e previene i fenomeni di adesione (*sticking*). La funzione di separazione del lubrificante è coadiuvata dal cosiddetto "*propellant effect*" o "*effetto dieseling*", in cui fenomeni di pirolisi del lubrificante portano ad avere gas ad alta pressione nello stampo che facilita la separazione meccanica del materiale caldo dallo stampo. Di contro, la creazione di gas in pressione può avere anche effetti negativi sugli stampi, provocandone la cavitazione e le cricche (specie nelle cavità più profonde e negli spigoli vivi dello stampo).

Infine, il lubrificante deve anche svolgere una funzione di protezione dal calore e ridurre gli abbassamenti di temperatura degli stampi. L'effetto di isolante termico dello strato di lubrificante è auspicabile per ridurre i trasferimenti di calore durante il posizionamento della billetta sullo stampo, durante il processo di deformazione vero e proprio, durante i trasferimenti tra stampi di step di forgiatura diversi e durante

l'eiezione del componente forgiato. Nella forgiatura a caldo, per mantenere limitate le forze di forgiatura, è fondamentale mantenere costante la temperatura della billetta e un buon lubrificante deve essere in grado di ridurre gli scambi termici tra billetta e stampo, specie per i materiali aerospaziali con ridotto range di temperature di forgiabilità.

L'effetto di protezione dal calore ha anche benefici sulla vita dell'utensile e sulla sua integrità; infatti, stampi sottoposti a ripetuti cicli termici possono sviluppare fenomeni di fatica termica, cricche e cambi nelle proprietà fisico-meccaniche dello strato superficiale dell'utensile.[7]

3.3.2 I fattori di influenza della lubrificazione

Un lubrificante per stampi da forgiatura è un composto chimico avente una formulazione che rende possibile la conduzione dei processi di forgiatura all'interno di limiti e di parametri industriali tipici come la taglia del sistema o tonnellaggio della pressa. [13]

La lubrificazione nei processi di forgiatura a caldo è l'elemento chiave per ottenere componenti di buona qualità e buona produttività. Tuttavia la lubrificazione è un aspetto critico ed è molto influenzata sia dalla scelta del tipo di lubrificante e della sua applicazione (soprattutto in termini di ripetibilità della deposizione del lubrificante), nonché dell'esperienza dell'operatore, anche nel caso di sistemi completamente automatizzati.

I principali parametri che influenzano la lubrificazione sono:

- le proprietà del materiale di stampo e pezzo, i quali influiscono sul modo in cui il lubrificante reagisce con le superfici;
- la finitura superficiale di utensile e pezzo: a seconda della finitura superficiale va regolato lo spessore del film di lubrificante fluido;
- la geometria degli stampi per come il lubrificante deve essere introdotto nel processo;
- le pressioni di interfaccia, che determinano lo spessore del film di lubrificante e conseguentemente le caratteristiche di scambio termico del lubrificante;
- la velocità di scorrimento;
- le temperature del processo: il diverso comportamento del lubrificante a seconda delle temperature di stampo e pezzo e la sua reazione con la presenza di scaglie di ossido sulle superfici. Le scaglie stesse possono fungere da lubrificante se morbide e duttili, o interferire con lo scorrimento relativo e usurare se dure e fragili.
- la viscosità del lubrificante.

Esistono quattro tipi di lubrificazione fluida a seconda della quantità di lubrificante utilizzato:

- 1) Lubrificazione fluida con meato spesso, costituita da un film fluido di spessore maggiore di almeno un ordine di grandezza rispetto alla rugosità dei due corpi in mutuo scorrimento, pertanto non c'è contatto tra i due corpi. È il tipo di lubrificazione più semplice, che può essere applicato mediante dei sistemi di lubrificazione a rulli ricoperti di feltro imbevuto di lubrificante oppure con più sofisticati sistemi di lubrificazione a spruzzo (con ugelli o bombolette già pronte all'uso).
- 2) Lubrificazione fluida con meato sottile (*boundary lubrication*): lo spessore del film è pari a 3 - 10 volte quello della rugosità superficiale e possono verificarsi i primi contatti tra le asperità più alte provocando un inizio di usura. È il tipo di lubrificazione preferibile anche dal punto di vista della sostenibilità ambientale perché segue l'approccio della lubrificazione minimale MQL (*Minimum Quantity Lubrication*). La deposizione del quantitativo minimo di lubrificante avviene mediante delle micro-pompe, in grado di regolare accuratamente il dosaggio.
- 3) Lubrificazione mista: il lubrificante potrebbe trovarsi solo in alcune zone della superficie di contatto tra utensile e pezzo, mentre altre zone sono a secco. Il film di lubrificante è circa tre volte inferiore rispetto alla rugosità superficiale. Lo spessore è quello minimo che permette di creare uno strato limite di lubrificante fortemente aderente che previene il contatto e riduce l'usura. Un metodo di applicazione per la lubrificazione mista prevede l'utilizzo di tecniche di deposizione PVD. Esse sono processi di deposizione atomica in cui la sostanza lubrificante viene fatta evaporare da una sorgente solida o liquida. Successivamente il lubrificante, in forma di atomi o molecole, viene trasportato fino alla superficie da lubrificare in fase vapore attraverso un ambiente sottovuoto: ciò permette di creare film molto sottili, dell'ordine di poche decine o centinaia di nanometri.
- 4) Lavorazione a secco: non viene interposto alcun terzo corpo tra utensile e pezzo, quindi la lubrificazione viene svolta soltanto dallo strato limite tra i due corpi costituito da sporco, grasso e depositi ambientali vari (in nessun caso si ha il contatto metallo-metallo).

Un'altra classe di lubrificanti comunemente adottata nelle lavorazioni metallurgiche è quella dei lubrificanti solidi. Essi devono le loro proprietà alla struttura lamellare o a cristalli a strati. La struttura lamellare ha gli atomi su uno stesso piano collegati tra loro in maglie esagonali molto forti, mentre gli atomi su piani diversi sono legati tra loro da legami di tipo debole che consentono un facile scorrimento tra i vari strati di lubrificante e quindi bassi coefficienti di attrito. I lubrificanti solidi più usati sono il disolfuro di molibdeno, la grafite, l'acido borico, il nitrato di boro. Le loro strutture sono riportate in Figura 3.4.

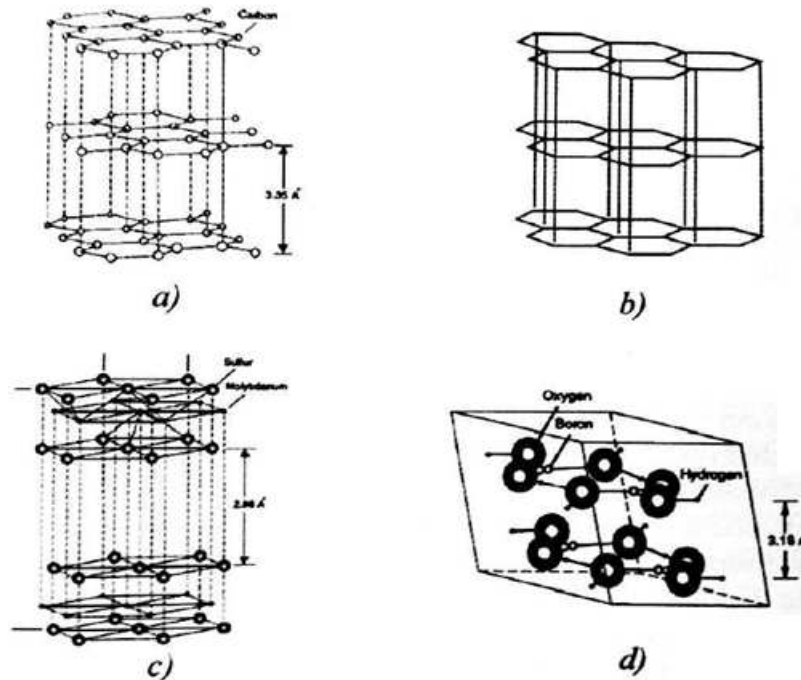


Figura 3.4. Strutture cristalline di alcuni lubrificanti solidi: grafite (a), nitruro di boro esagonale (b), disolfuro di molibdeno (c), acido borico (d).

I lubrificanti solidi vengono applicati alle superfici con opportuni adesivi e resine epossidiche per garantire una vita più lunga ad usura, ma possono anche essere sfregati o spruzzati (dopo averli miscelati a dei gas). Attualmente vengono preferite le nuove tecniche di deposizione PVD e CVD rispetto all'applicazione di polveri perché le prime consentono la formazione di un film.

Il problema principale dei lubrificanti solidi è che sono cattivi conduttori termici; pertanto, non sono in grado di dissipare efficacemente il calore generato nello sfregamento dei corpi a contatto. Inoltre hanno una vita di utilizzo limitata e il rivestimento lubrificante può ossidarsi o comunque degradarsi dopo un certo periodo di tempo. Sono anche di difficile applicazione industriale perché il processo di lubrificazione è generalmente più complesso rispetto ad un lubrificante liquido.

3.3.3 Difetti di forgiatura e prove di lubrificazione

La lubrificazione nei processi di forgiatura a caldo è un fattore critico per l'ottenimento di una buona qualità del componente forgiato. Nelle forgiature a caldo ed isoterma con stampi di forma complessa qualsiasi accumulo del lubrificante nella cavità dello stampo porta all'incompleto riempimento dello stampo, con conseguenti problemi di *buckling* e pieghe delle sezioni più sottili del forgiato. Per evitare

questo problema il lubrificante deve essere applicato solo sul pezzo da lavorare sotto forma di rivestimento sottile.

Nella forgiatura in stampo aperto, data la semplicità del processo e della geometria degli stampi, non si verifica l'insorgenza dei difetti interni del forgiato influenzati dalla lubrificazione e presentati nel paragrafo § 3.3.1. Il principale difetto correlato alla lubrificazione che può essere osservato in un componente sottoposto a un processo di forgiatura in stampo aperto è la presenza di cricche superficiali al piano equatoriale. Questo è il principale difetto superficiale del componente forgiato e si riscontra qualora vengano superati i limiti di forgiabilità del materiale. È una conseguenza del fenomeno di *barrelling* che si verifica durante la compressione del semilavorato in assenza di un'adeguata lubrificazione.

Non è possibile quantificare la caratteristica di “forgiabilità” di un materiale, tuttavia è possibile confrontare la predisposizione di diversi materiali a subire un processo di forgiatura attraverso due tipi di prove:

- 1) prova di compressione di un provino cilindrico in assenza di lubrificazione: si comprime un provino cilindrico a elevati tassi di riduzione analizzando eventuali cricche dovute al *barrelling*. È una prova comparativa perché permette di confrontare la forgiabilità di due diversi materiali sottoponendoli alla stessa deformazione;
- 2) prova di torsione a caldo, che consiste nella torsione di un provino cilindrico fino a rottura, valutando le rotazioni complete che il provino riesce a fare intorno al proprio asse e fornendo così un indice di duttilità. Questa prova fornisce la forgiabilità in termini assoluti grazie alla teoria di Fields Backhofen che correla il numero di giri a rottura e la deformazione massima che il metallo riesce a sopportare senza rompersi.

In linea generale un metallo è più forgiabile a caldo che a freddo. Nelle temperature del caldo, inoltre, la forgiabilità è influenzata anche dalla velocità di deformazione mentre nelle lavorazioni a freddo non si osserva questa dipendenza.

3.3.3.1 Barrel compression test

La prova di compressione a caldo in stampo aperto è quella che replica meglio le condizioni di processo in forgiatura e permette di verificare il *barrelling* del provino e la non idealità della deformazione causata dall'attrito inevitabile che si sviluppa all'interfaccia tra billetta e stampi.

In un processo ideale la billetta manterrebbe inalterata la forma circolare della sua sezione, deformandosi omogeneamente in altezza e diametro. Tuttavia, a causa degli attriti che si verificano nello scorrimento relativo tra billetta e stampi la parte centrale si deforma maggiormente rispetto alle estremità superiore e inferiore della billetta, risultando in una deformazione disomogenea “a botte”.

Il *barrelling* è correlato all’instaurarsi di una tensione secondaria di trazione nella zona meridiana che potrebbe provocare delle cricche nel forgiato se vengono superati i limiti di resistenza a trazione del materiale. La cricca è una frattura passante che persiste anche nei successivi step di forgiatura e nelle lavorazioni successive; idealmente è possibile eliminarla tramite lavorazioni alle macchine utensili, ma non è economicamente conveniente sia per lo spreco di materiale che per l’aumento dei tempi di produzione. Pertanto è necessario l’utilizzo di un lubrificante prestazionale che oltre a diminuire le forze in gioco, limiti anche questo fenomeno e ritardi l’insorgenza di difetti nel forgiato.

La lubrificazione è quindi un aspetto critico nella forgiatura perché contribuisce direttamente alla qualità del componente finale e va valutata in maniera preliminare attraverso opportuni test di compressione.

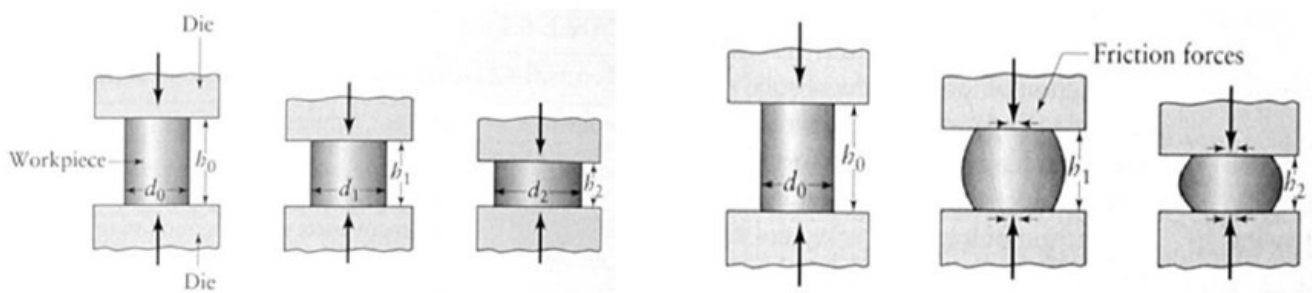


Figura 3.5. Differenze tra un processo di forgiatura in stampo aperto senza attrito (a sinistra) e con attrito (a destra).

3.3.4 Lubrificanti da forgiatura

I requisiti funzionali presentati nel paragrafo § 3.3.1 possono essere soddisfatti da un gran numero di lubrificanti, ma i lubrificanti da adibire ai processi di forgiatura a caldo sono un numero piuttosto ristretto di questi. I lubrificanti più comuni sono composti stearati e disolfuro di molibdeno per la forgiatura a freddo, lubrificanti a base olio, film di olio o lubrificanti a base polimerica e il disolfuro di molibdeno per le applicazioni nelle temperature del tiepido. Per la forgiatura a caldo di acciai si utilizzano sospensioni di grafite in olio o in acqua, mentre per la forgiatura a caldo di titanio e superleghe sono preferibili film di vetro oppure lubrificanti a base grafite.

Dati gli scopi di questo lavoro, vengono introdotti solo i lubrificanti da forgiatura a caldo che trovano maggiore impiego nel settore aerospaziale:

- grafite colloidale in sospensione in acqua;
- lubrificanti vetrosi:

3.3.4.1 Grafite colloidale in sospensione in acqua

La grafite ha una struttura esagonale lamellare con i singoli strati tenuti assieme da legami deboli di Van der Waals. Questo particolare legame le conferisce un basso coefficiente di attrito e stabilità termica a temperature molto alte (2000°C e oltre), anche se nello stampaggio a caldo i range di temperatura sono generalmente limitati a 500 - 600°C in modo da evitare l'ossidazione. Se la grafite si presenta in scaglie, il processo di forgiatura risulta più pulito perché limita la penetrazione di ossido nel forgiato.

La grafite si presta particolarmente bene per la lubrificazione in atmosfera non protetta a temperature minori di 538°C perché in queste condizioni assorbe il vapore acqueo presente nell'aria e ciò indebolisce i legami di Van der Waals nel film di lubrificante, con conseguente riduzione della sua resistenza a taglio. Diversamente, se la temperatura è più alta di 538°C la grafite si ossida e il coefficiente di attrito potrebbe aumentare rapidamente perché in ambiente secco la grafite può addirittura risultare abrasiva.

I lubrificanti a base grafite sono molto sensibili ad alcune condizioni di processo, ad esempio alla temperatura degli stampi, alla velocità del punzone o dello stampo e all'ossidazione della billetta. Quando l'ossidazione è leggera, la temperatura degli stampi è bassa e la velocità dei punzoni è alta (con valori compatibili con quelli dei magli), la grafite acquosa può subire il cosiddetto “*squeeze-film effect*” che contribuisce ad abbassare il coefficiente di attrito.

Di contro i lubrificanti a base grafite hanno anche il limite di degradarsi precocemente nelle lavorazioni di *upsetting* in condizioni di grande deformazione (e con grande tempo di contatto) a causa del grande scorrimento relativo tra stampo e billetta associato a un considerevole aumento dell'estensione della superficie di contatto relativo tra i due attori del processo. Infatti, con l'aumento dei tempi di contatto, l'attrito alle interfacce inizia ad aumentare anche a temperature più basse e ciò produce una globale degradazione delle prestazioni dei lubrificanti a base grafite. Per i processi di forgiatura in cui sono richieste grandi deformazioni e tempi di contatto prolungati sono preferibili film di nitruro di boro che sono molto stabili fino a temperature più alte di quelle della grafite.

A differenza di altre tipologie di lubrificante, i lubrificanti a base grafite hanno delle caratteristiche di scambio termico – importanti negli effetti di raffreddamento degli stampi (*die chill*) – poco influenzate dalla pressione di interfaccia. In Tabella 3.2 vengono mostrati i coefficienti di scambio termico per diverse configurazioni di lubrificante: grafite in acqua (Renite S28), grafite in olio (Wynn 880N), confrontate con il caso in assenza di lubrificante, a diverse pressioni.

Tabella 3.2. Effetto sul coefficiente di scambio termico della pressione di contatto per le condizioni di secco, grafite in soluzione acquosa, grafite in olio.

Heat transfer coefficients measured in "two-die" experiments		Pressure, MPa (ksi)	Heat transfer coefficient (h_0), kW/m ² K
Pressure, MPa (ksi)	Heat transfer coefficient (h_0), kW/m ² K		
No lubricant			
0 (0)	0.4		
0.03 (0.005)	0.75		
0.85 (0.12)	1.5		
14 (2)	4.0		
85 (12)	7.5		
150 (22)	7.5		
		Graphite-in-water lubricant(a)	
		0 (0)	0.5
		0.03 (0.005)	0.9
		0.85 (0.12)	4.0
		14 (2)	6.5
		85 (12)	7.5
		150 (22)	7.5
		Graphite-in-oil lubricant(b)	
		0 (0)	0.4
		0.03 (0.005)	1.9
		0.85 (0.12)	4.0
		14 (2)	7.0
		85 (12)	7.5
		150 (22)	7.5

(a) Renite S28. (b) Wynn 880N. Source: Ref 6

I coefficienti di scambio termico sia per la grafite in acqua che per quella in olio sono molto vicini al caso non lubrificato (solo contatto metallo-metallo): si può concludere che il contributo di resistenza termica tra lo stampo e la billetta calda proviene principalmente dal film di ossido che copre la superficie calda della billetta. La rottura di questo film di ossido (dovuta alla deformazione, allo scorrimento e alla pressione) provoca un aumento nel trasferimento di calore.

Nonostante la stabilità chimica e termica della sola grafite, a temperature troppo alte un lubrificante a base grafite può degradarsi a causa dell'ossidazione e della decomposizione termica del vettore e in generale degli altri componenti del lubrificante. Inoltre, il tempo trascorso tra l'applicazione del lubrificante e il contatto con il pezzo gioca un ruolo decisivo nell'evaporazione del vettore, specie se esso è di natura acquosa. Anche l'aumento della temperatura di interfaccia contribuisce all'evaporazione del vettore e ciò potrebbe danneggiare il film di lubrificante, aumentando l'attrito. Questo effetto è stato studiato nel caso del vettore-olio minerale: in alcuni casi la degradazione dell'olio minerale sembra

interferire con l'azione lubrificante della grafite, presumibilmente impedendo l'allineamento delle piastrine di grafite. [14]

3.3.4.2 Lubrificanti a base vetrosa

I lubrificanti a base vetrosa sono l'altra classe di lubrificanti impiegati nella forgiatura a caldo grazie alle loro ottime capacità di isolamento termico e alle maggiori temperature operative consentite rispetto ai lubrificanti a base grafite. Il vetro è un materiale amorfo, con struttura disordinata e rigida, composta da atomi legati con legame covalente. I vetri possono essere ottenuti attraverso un rapido raffreddamento di soluzioni liquide che non dia il tempo di formarsi alle strutture cristalline: raffreddando velocemente si può fare in modo che il vetro si comporti come un solido, pur non acquistando una struttura cristallina. È comunque possibile creare una struttura ordinata nel vetro mantenendolo ad alta temperatura per un tempo prolungato. Questa caratteristica non è auspicabile durante le lavorazioni dei metalli, ma lo diventa nella fase di rimozione dello strato di vetro lubrificante a fine lavorazione. [15] Ci sono molteplici materiali vetrificabili ma i più utilizzati per i lubrificanti a base vetrosa sono l'ossido di silicio (SiO_2), l'anidride borica (B_2O_3) e l'anidride fosforica (P_2O_5). Vengono aggiunti degli additivi (Na_2O , K_2O , Li_2O , CaO e MgO) per rendere il lubrificante meno viscoso; alcuni ossidi, principalmente l'allumina (Al_2O_3) e in misura minore (a causa della sua tossicità) anche PbO agiscono sia come leganti, sia come additivi in quanto hanno il compito di aumentare la bagnabilità. Un modo più pratico per migliorare la bagnabilità è tramite una opportuna preparazione della superficie da lubrificare [16]. Le composizioni di alcuni vetri sono date in tabella e le viscosità sono presentate in Tabella 3.3.

Tabella 3.3. *Composizioni e range di temperature per vetri speciali (dati da Corning Glass Co.)*

No.(a)	Glass type	Approximate composition, %	Suggested temperature range, °C (°F)
8363	Lead borate	10 B_2O_3 , 82 PbO , 5 SiO_2 , 3 Al_2O_3	530 (990)
9772	Borate	...	870 (1600)
8871	Potash lead	35 SiO_2 , 7.2 K_2O , 58 PbO	870–1090 (1600–1990)
0010	Potash-soda-lead	63 SiO_2 , 7.6 Na_2O , 6 K_2O , 0.3 CaO , 3.6 MgO , 21 PbO , 1 Al_2O_3	1090–1430 (1990–2600)
7052	Borosilicate	70 SiO_2 , 0.5 K_2O , 1.2 PbO , 28 B_2O_3 , 1.1 Al_2O_3	1260–1730 (2300–3150)
7740	Borosilicate	81 SiO_2 , 4 Na_2O , 0.5 K_2O , 13 B_2O_3 , 2 Al_2O_3	1540–2100 (2800–3810)
7900	Silica	96+ SiO_2	2210 (4010)

(a) Corning Glass designation

I vetri non hanno proprietà di *boundary-lubrication* (§ 3.3.2), perciò la loro proprietà più importante è la viscosità. In generale, i vetri silicati vengono usati per le temperature più alte, i vetri borosilicati per le temperature intermedie e i vetri fosfati per le temperature più basse.

La pendenza della curva viscosità-temperatura (Figura 3.6) può essere modificata con una scelta attenta degli additivi. Un leggero aumento della viscosità con l'aumento della pressione è stato trovato per i vetri borosilicati [17], ma non per gli altri due vetri usati nelle lavorazioni metallurgiche.

La viscosità ottima per i processi metallurgici è una funzione della pressione di interfaccia, della geometria del processo e della temperatura.

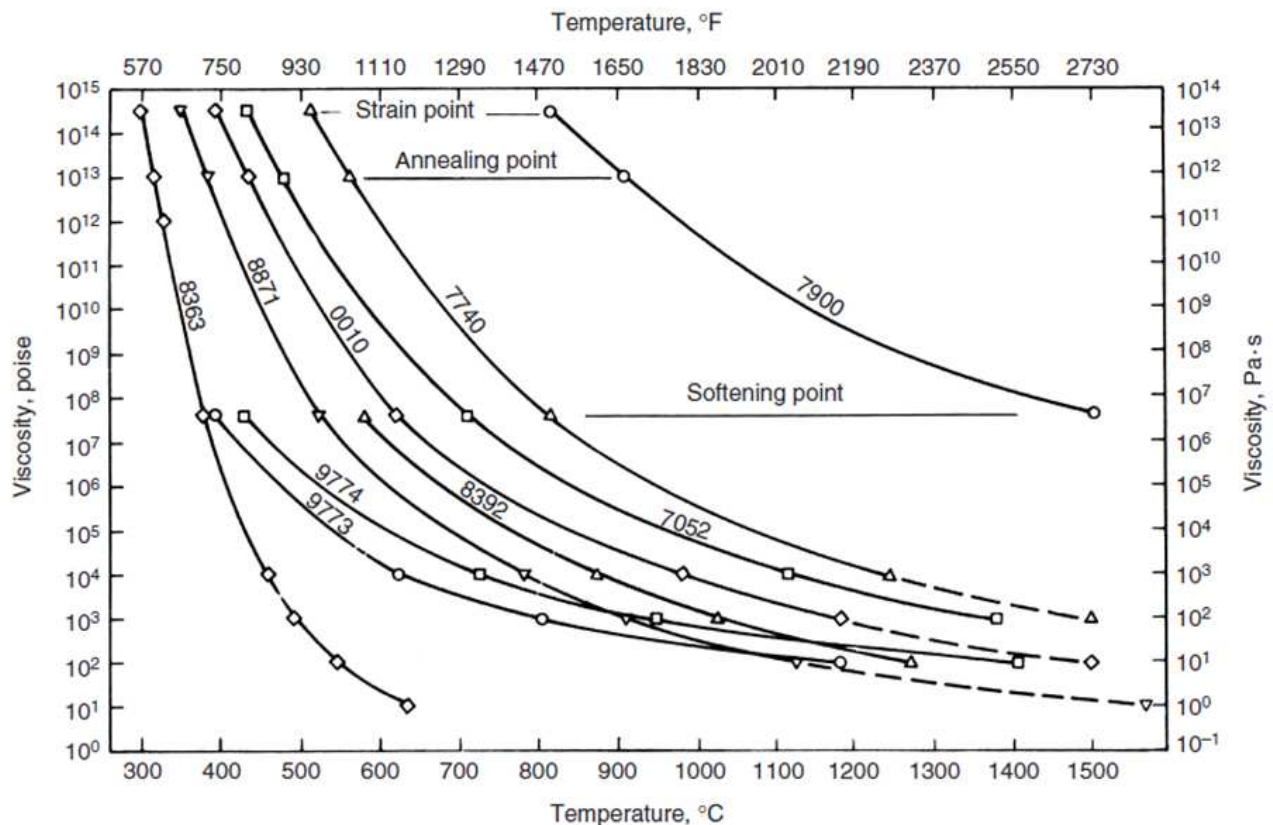


Figura 3.6. *Variazione della viscosità in funzione della temperatura per alcuni vetri delle composizioni mostrate in Tabella 3.3.*

Una proprietà da tenere in particolare considerazione nei lubrificanti a base vetrosa è l'adesione: siccome i vetri non hanno proprietà di *boundary-lubrication*, il film deve essere perfettamente continuo con il vetro che aderisce alla superficie del pezzo da lavorare. Infatti, per ridurre la velocità di raffreddamento del materiale da forgiare durante il suo trasferimento dalla fornace si stende sul pezzo uno spesso strato di lubrificante che funge da isolante termico [18].

Si sfruttano quindi le proprietà di adesione del lubrificante a base vetrosa per ottenere la bagnatura completa del lubrificante sul pezzo, ma esso non deve attaccarsi al materiale dello stampo.

Da questo punto di vista, meritano particolare attenzione le procedure di applicazione e di rimozione di questo tipo di lubrificanti.

Per assicurare uno strato di vetro continuo sono stati sviluppati diversi metodi di applicazione (Ref 34):

- tecnica del *dip-coating* il pezzo viene preriscaldato alla temperatura operativa e poi immerso o fatto rotolare in una polvere o in fibre di vetro. Grazie alla fusione si forma un film liscio e regolare (a patto che non ci siano ossidi liberi sulla superficie). Questa tecnica è adatta alla maggior parte dei metalli, eccetto per gli acciai scaldati lentamente in un'atmosfera ossidante;
- l'applicazione a temperatura ambiente è possibile se viene fornito un legante temporaneo che crei degli *slurries* di polvere di vetro, con leganti polimerici. I lubrificanti vetrosi in forma di *slurries* possono essere applicati per spruzzatura, per immersione o semplicemente spennellati sul pezzo. Successivamente si riscalda l'insieme lubrificante-pezzo, il polimero si cura o si fonde e permette di ottenere un rivestimento liscio. Come ultima fase, si aumenta ulteriormente la temperatura per far bruciare il polimero e formare il film di vetro che protegge anche dall'ossidazione.

Per la rimozione del lubrificante vetroso è possibile sfruttare il fatto che il coefficiente di dilatazione termica del vetro è solitamente di un ordine di grandezza minore di quello dei metalli: questa mancata corrispondenza non crea problemi durante il riscaldamento, quando il vetro è in uno stato viscoso, ma è utile dopo il raffreddamento perché facilita la rimozione del vetro.

Per rimuovere lo strato di lubrificante vetroso è anche possibile effettuare una tempra del pezzo caldo in acqua in modo da fratturare il vetro (e successivamente soffiare via). Altre tecniche di rimozione sono la pallinatura o *shot blasting*, il decapaggio o *pickling* con una soluzione di HF dal 5 al 10% (previo utilizzo di cappe aspiranti) o con l'idruro di sodio fuso ad alta temperatura (con maggiore costo di installazione).

In conclusione viene riportata la Tabella 3.4 che riporta i lubrificanti raccomandati per vari tipi di metalli. Anticipando i risultati sperimentali di questo lavoro, i lubrificanti più prestazionali per la forgiatura a caldo di superleghe base nichel sono i lubrificanti vetrosi e a base grafite.

Tabella 3.4. *Lubrificanti da forgiatura raccomandati per vari tipi di materiali.*

Material	Pigment	Carrier	% of pigment
Aluminum	Graphite	Oil solvent, water	5-15%
Aluminum, brass	Graphite	Solvent, light oil, water	2-8%
Aluminum, brass, carbon steels	Graphite or other pigment	Water, solvent, oil	2-8%
Carbon steels, high-strength alloys	Graphite	Water, oil	2-8%, also 2-12%
Superalloys, titanium	Glass (ceramic) and graphite	Alcohol, water, other solvents	Graphite 2-8% Ceramic used as-received

Source: Ref 67

Capitolo 4

Prove di attrito

In questa parte della tesi viene illustrata la procedura sperimentale e i macchinari impiegati per la valutazione delle prestazioni di sette tipi di lubrificanti da forgiatura a caldo e della loro azione assieme ad un tessuto isolante di natura vetrosa.

4.1 Conduzione delle prove di attrito

L'attività di ricerca descritta in questo paragrafo riguarda la progettazione e la conduzione di prove di stampaggio a caldo che hanno lo scopo di riprodurre il processo industriale di forgiatura a caldo in stampo piano. In particolare viene descritta la procedura di realizzazione e conduzione delle prove di attrito.

Si vogliono confrontare le prestazioni di diversi tipi di lubrificante a parità di materiale, rugosità e temperatura degli stampi durante la forgiatura a caldo della lega IN706. In tutte le prove la temperatura nominale degli inserti è 450°C e il materiale è un acciaio H13 di rugosità fissa pari a 3.2 µm. Il principale obiettivo dei lubrificanti è quello di diminuire le forze durante la formatura a caldo, quindi sono oggetto di valutazione solo le forze di forgiatura nei vari casi.

Sono stati studiati sette diversi tipi di lubrificanti:

- 1) B-TECH FORGE 16, lubrificante a base grafite in soluzione al 30% con acqua;
- 2) B-TECH FORGE 12 diluizione al 30% con acqua;
- 3) PROVA 57, diluizione al 60% con acqua;
- 4) PROVA 63, diluizione al 60% con acqua;
- 5) PROVA 65, diluizione al 60% con acqua;
- 6) PROVA 46/P, lubrificante solido a base vetrosa;
- 7) PROVA 78, lubrificante di natura vetrosa disciolto in soluzione acquosa;

Per i lubrificanti 2, 3, 4 e 5 non è disponibile la composizione essendo coperta da segreto aziendale.

Oltre ai semplici lubrificanti sono stati eseguiti anche altri test in cui alcuni dei lubrificanti vengono implementati in sinergia con lo strato di isolante termico costituito da fibra di vetro, chiamato per

semplicità *retina*. Viene inoltre eseguita anche una prova “comparativa” a secco come ulteriore termine di confronto delle prestazioni dei lubrificanti:

- 8) prova con isolante termico e grafite;
- 9) prova con isolante termico e PROVA 78;
- 10) test a secco.

Per ciascun lubrificante e ciascuna condizione (8, 9) vengono effettuate 3 prove, mantenendo inalterati tutti gli altri parametri di processo (i.e. temperatura degli stampi e della billetta di IN706, materiale e rugosità degli stampi).

4.2 Apparato sperimentale

L'attività sperimentale è stata condotta sulla pressa idraulica *Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System* (Figura 4.1), locata nel dipartimento di Ingegneria industriale dell'Università di Padova.

La pressa idraulica Instron Wolpert è un sistema multifunzione che permette di eseguire prove di trazione, compressione, flessione e taglio in scala reale di componenti strutturali realizzati con materiali diversi come metalli, legni e calcestruzzo. La macchina è dotata di cunei idraulici in grado di bloccare anche gli stampi permettendo la simulazione di veri e propri processi industriali di stampaggio a caldo e a freddo. In Tabella 4.1 vengono riportate le principali caratteristiche della macchina.

Tabella 4.1. *Principali caratteristiche del sistema Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System.*

Forza nominale	Corsa	Massima velocità di test
1000 kN/ 100 t	610 mm	203 mm/min

Tale pressa è stata equipaggiata con un apparato sperimentale opportunamente progettato per la conduzione di un processo di forgiatura a caldo con stampi piani, costituito da:

- gruppo stampi per alloggiamento degli inserti di prova;
- sistema di riscaldamento;
- sistema di acquisizione delle forze;
- sistema di acquisizione della posizione;

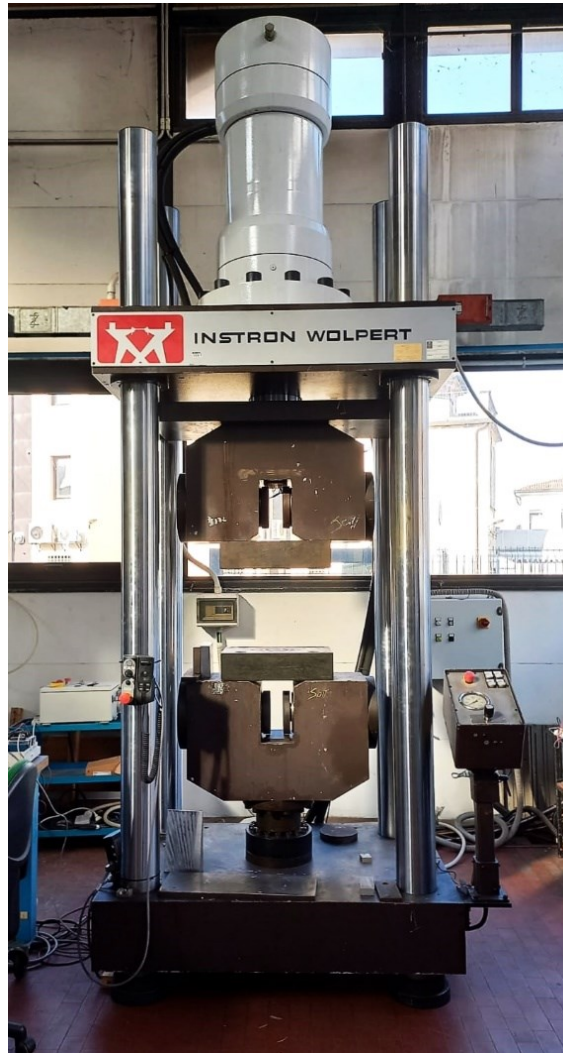


Figura 4.1. *Pressa idraulica Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System.*

Vengono di seguito descritti i principali componenti utilizzati durante l'esecuzione delle prove:

- 1) Billetta: billetta cilindrica in materiale Inconel 706, caratterizzata da un'altezza iniziale pari a $h_0=35$ mm (Figura 4.2);
- 2) Inserti: campioni di geometria semplificata che rappresentano gli stampi (Figura 4.3). Sulla superficie laterale sono dotati di un foro per l'inserimento di una termocoppia atta a controllare la temperatura durante il processo. Gli inserti totali utilizzati per ogni singolo processo sono due, uno utilizzato per lo stampo superiore e l'altro utilizzato per lo stampo inferiore;

- 3) Gruppo-stampo: un opportuno stampo viene realizzato al fine di poter alloggiare gli inserti. Questi ultimi vengono fissati tramite l'utilizzo di viti. In Figura 4.4 viene mostrato solo il gruppo stampo inferiore (il gruppo stampo superiore è perfettamente speculare);
- 4) Sistema di riscaldamento: sei resistenze del tipo ROTFIL UTXMO15621 (Figura 4.5) sono infilate all'interno del gruppo stampo per permetter il riscaldamento dei portastampi e, per conduzione, degli inserti alla temperatura di processo di 450°C; Per assicurare un riscaldamento ottimale il gruppo portastampi è stato rivestito con un sistema isolante in lana di roccia e fibra di vetro in grado di sopportare temperature dell'ordine dei 500°C. Il riscaldamento è gestito tramite computer.



Figura 4.2. Billetta di IN706 utilizzata per le prove di attrito in Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System.



Figura 4.3. Inserto rappresentativo dello stampo da forgiatura a caldo in acciaio H13, rugosità 3.2 μm .



Figura 4.4. Equipaggiamento per la conduzione delle prove di stampaggio a caldo, (a) gruppo stampo inferiore, (b) set-up di prova montato.



Figura 4.5. Resistenza ROTFIL UTXMO15621.

La gestione dei dati, sia a livello di temperatura che di acquisizione della forza, è avvenuta mediante un programma realizzato in Labview™. Il controllo della temperatura è avvenuto mediante quattro termocoppie posizionate rispettivamente all'interno degli inserti (negli appositi fori praticati sulla superficie laterale) e nel gruppo stampo.

Il riscaldamento della billetta è avvenuto tramite l'utilizzo di un forno a muffola che permette il raggiungimento di temperature fino ai 1200°C. Il limite principale di questo strumento è che non permette

di avere un riscaldamento in atmosfera controllata, tuttavia in questa fase viene trascurato il problema dell'ossidazione della billetta, essendo interessati solo alla riduzione delle forze di forgiatura data dal solo lubrificante.

4.3 Lubrificazione degli stampi

4.3.1 Lubrificanti liquidi

Per ottenere una corretta lubrificazione degli stampi vanno effettuate alcune operazioni preliminari, come la sgrassatura delle superfici tramite alcool isopropilico e il successivo preriscaldamento degli stampi a 1120 °C per circa 30 secondi.

L'applicazione del lubrificante avviene a caldo ed è una fase critica del processo poiché ha una diretta influenza sulle prestazioni del lubrificante stesso. Pertanto vengono effettuate diverse prove di applicazione a caldo del lubrificante allo scopo di ottenere uno strato omogeneo e ottimale:

- applicazione del lubrificante con 20 passate monodirezionali di pennello;
- applicazione con 20 passate di pennello, divise equamente in più direzioni;
- applicazione mediante aerografo fino a coprire completamente la superficie.

Solamente tramite aerografo la stesura è risultata uniforme e ripetibile, indipendentemente dal numero di deposizioni.

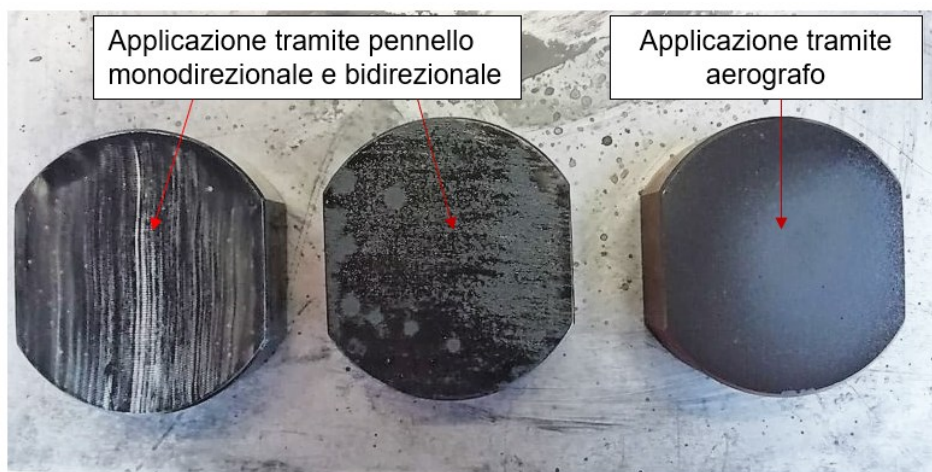


Figura 4.6. Superficie lubrificata ottenuta con 3 metodi di deposizione: 20 passate di pennello monodirezionale, 20 passate in più direzioni e aerografo.

Il metodo di applicazione del lubrificante liquido si effettua mediante l'aerografo collegato ad un compressore da 20 bar. La pressione di erogazione del lubrificante viene però ridotta a ca. 4 bar, mediante pressostato.

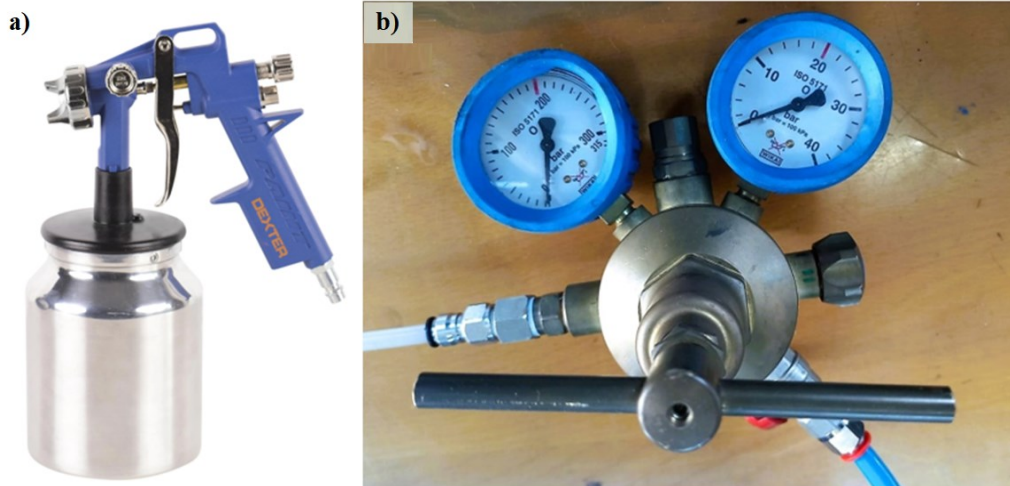


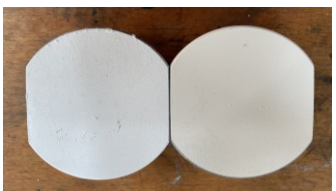


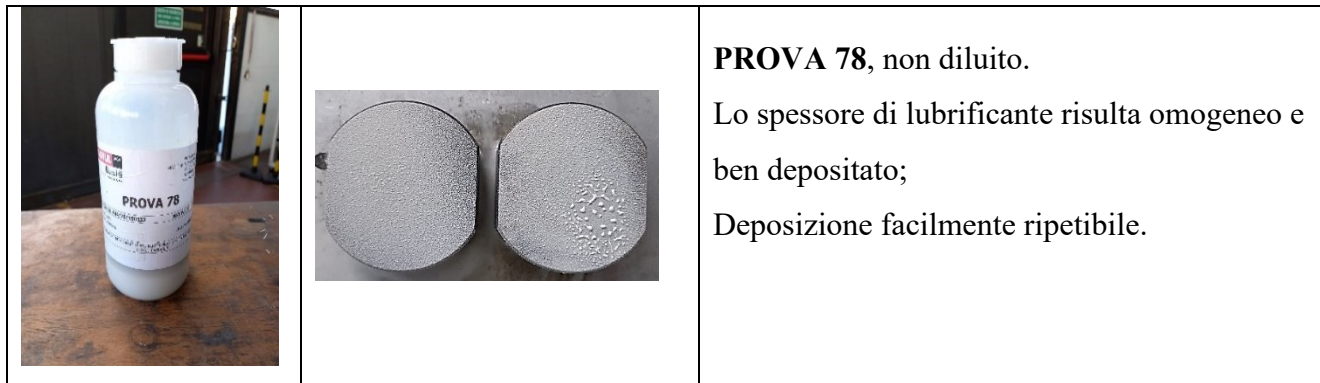
Figura 4.7. Aerografo (a) e pressostato (b) utilizzati per la deposizione dei lubrificanti liquidi.

Nella Tabella 4.2 vengono mostrati i lubrificanti liquidi utilizzati nelle prove di attrito, i risultati di deposizione sugli inserti e alcune considerazioni riguardanti l'applicabilità industriale di ciascuno dei lubrificanti in esame.

Tabella 4.2. Risultati di deposizione dei lubrificanti testati.

		<p>B-TECH FORGE 16, diluizione al 30% con acqua.</p> <p>Lo spessore di lubrificante risulta omogeneo ed indipendente dal numero di spruzzate di aerografo. Risulta quindi ripetibile durante i diversi test.</p>
--	--	---

		<p>B-TECH FORGE 12, diluizione al 30% con acqua.</p> <p>Lo spessore non risulta omogeneo, presentando zone non coperte e zone con eccessi di lubrificante: risulta quindi impossibile da replicare durante le prove.</p> <p>Inoltre, tende ad infiammarsi a contatto con oggetti ad alte temperature.</p>
		<p>PROVA 57, diluizione al 60% con acqua.</p> <p>Lo spessore risulta omogeneo ed indipendente dal numero di spruzzate di aerografo.</p> <p>Risulta quindi ripetibile durante i test.</p>
		<p>PROVA 63, diluizione al 60% con acqua.</p> <p>Lo spessore di lubrificante risulta omogeneo e ben depositato.</p> <p>Deposizione facilmente ripetibile.</p>
		<p>PROVA 65, diluizione al 60% con acqua.</p> <p>Lo spessore di lubrificante risulta omogeneo e ben depositato.</p> <p>Deposizione facilmente ripetibile.</p>



Infine, gli stampi opportunamente lubrificanti vanno installati negli appositi portastampi e solo successivamente vengono riscaldati. In Figura 4.8 viene mostrato il setup sperimentale, con gli stampi lubrificati in posizione per eseguire la prova.

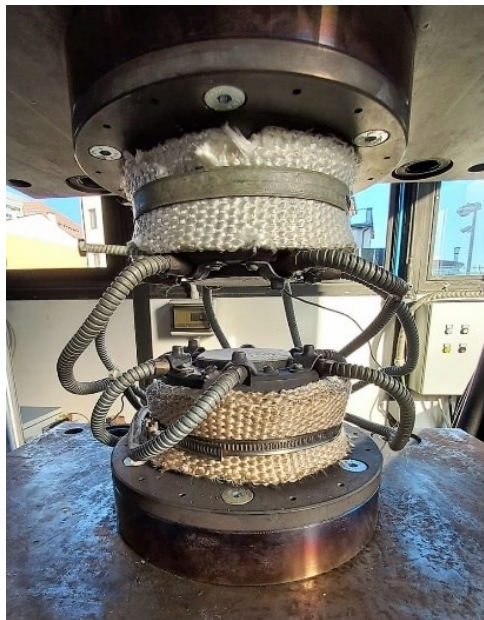


Figura 4.8. *Set-up correttamente montato in posizione di prova.*

4.3.2 Lubrificanti solidi

L'applicazione del lubrificante in polvere vetrosa (PROVA 46/p) ha richiesto un approccio diverso dai precedenti a causa del problema di far aderire la polvere agli stampi oppure alla billetta.

Dopo aver sgrassato le superfici mediante diluente nitro, sono state eseguite diverse prove di applicazione di questo lubrificante a diverse temperature, applicandolo sia sulla billetta, sia sugli stampi:

- gli stampi sono stati preriscaldati a 450°C per 10 minuti e successivamente pressati su uno spesso strato di polvere lubrificante. Solo poche particelle di lubrificante restano adese allo stampo; la differenza rispetto allo stampo vergine non è apprezzabile a occhio nudo.

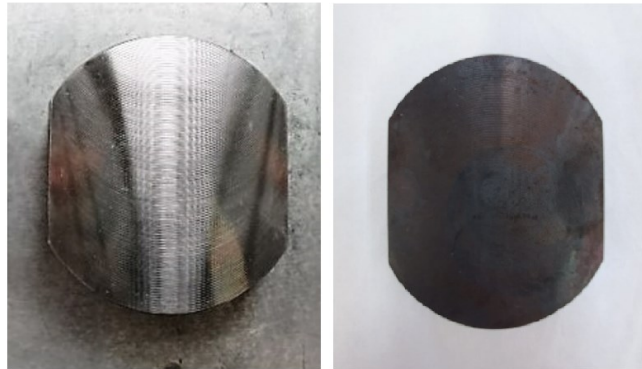


Figura 4.9. *Applicazione del lubrificante solido PROVA 46/P dopo preriscaldamento degli stampi a 450°C per 10 minuti e successiva pressione degli stampi sulla polvere.*

- gli stampi sono stati preriscaldati a 1120°C per 5 minuti e successivamente pressati su uno spesso strato di polvere lubrificante. È possibile notare la formazione di uno strato di lubrificante, apprezzabile anche ad occhio nudo.

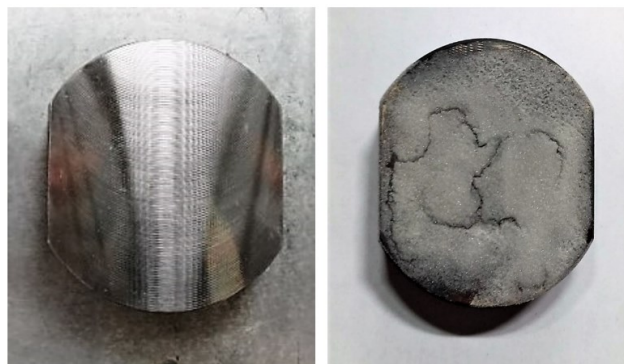


Figura 4.10. *Applicazione del lubrificante solido PROVA 46/P dopo preriscaldamento degli stampi a 1120°C per 5 minuti e successiva pressione degli stampi sulla polvere.*

- applicazione del lubrificante sulle facce piane della billetta riscaldata a 1120°C per 13 minuti e successivamente pressata sullo strato di polvere lubrificante. È possibile notare la formazione di uno strato di lubrificante apprezzabile anche ad occhio nudo, similmente a quanto visto per la prova precedente.



Figura 4.11. Applicazione del lubrificante solido PROVA 46/P sulle facce piane della billetta dopo preriscaldamento a 1120°C per 13 minuti e successiva pressione degli stampi sulla polvere.

Il lubrificante solido per essere depositato efficacemente necessita di temperature elevate, maggiori di quelle che si possono raggiungere scaldando gli stampi. Nel caso in cui si vogliamo valutare le prestazioni del lubrificante solido è possibile dunque rivestire o la billetta, o gli stampi (dopo un riscaldamento a temperature maggiori di 450 C°). Tuttavia, in entrambi i casi, si perde l'applicabilità in sede industriale. Al fine di trovare una soluzione al problema di deposizione che sia industrialmente applicabile è stato depositato il lubrificante mediante l'utilizzo di acqua come legante. L'applicazione del lubrificante sulle facce piane dello stampo avviene mediante sospensione del solido in soluzione acquosa. Il processo è avvenuto a freddo e gli stampi sono stati scaldati in seguito come da prassi. È possibile notare la formazione di uno spesso strato di lubrificante, apprezzabile anche ad occhio nudo

Tabella 4.3. Risultato dell'applicazione del lubrificante solido PROVA 46/p.

		<p>PROVA 46/p Non ripetibile. Metodo di deposizione basato sull'utilizzo di acqua come legante.</p>
--	--	--

Infine, nelle prove in cui è presente lo strato di isolante deve essere predisposto un opportuno sistema di sostegno dello strato per lo stampo superiore. Dopo aver ritagliato una porzione di isolante sufficiente a

rivestire gli inserti (Figura 4.12) la retina viene assicurata al portastampo superiore mediante fil di ferro. Questo sistema di fissaggio permette di lasciare uno spazio sufficiente tra retina e inserto, in modo che essa non risulti a contatto con lo stampo durante tutto il tempo di riscaldamento degli stampi, così da non degradarne le caratteristiche di isolante termico. Il posizionamento della retina sull'inserto inferiore è meno critico e viene effettuato immediatamente prima della prova.

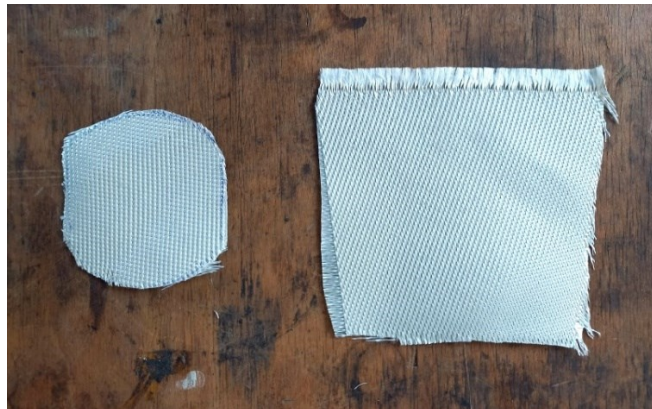


Figura 4.12. *Porzione di strato isolante opportunamente tagliato per rivestire lo stampo inferiore (a sinistra) e superiore (a destra).*

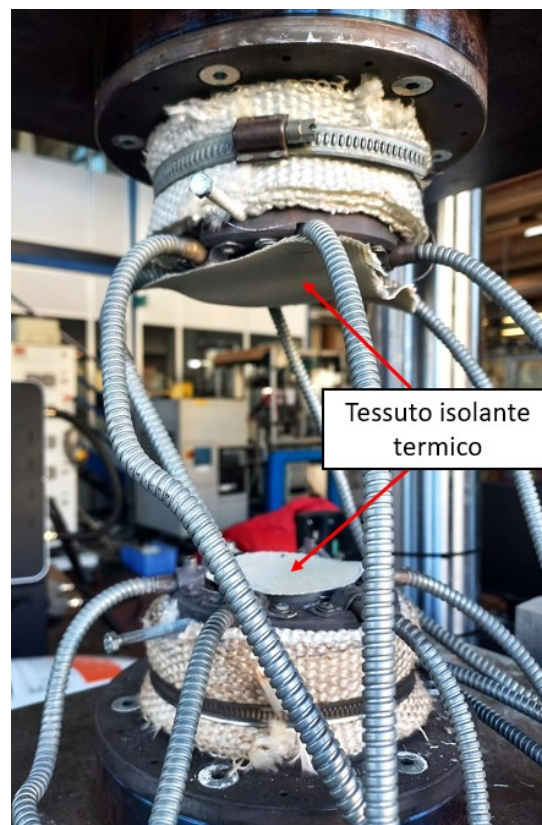


Figura 4.13. *Set-up di prova con lo strato isolante fissato allo stampo superiore mediante fil di ferro.*

4.4 Procedura sperimentale

Viene di seguito descritta la procedura sperimentale adottata per l'esecuzione dei test:

- 1) riscaldamento del forno sino ad una temperatura di 1120°C;
- 2) lubrificazione degli inserti (procedura descritta nel paragrafo precedente § 4.3);
- 3) posizionamento degli inserti nel gruppo stampo;
 - 3.b posizionamento della retina afferente allo stampo superiore (nelle prove 8, 9);
- 4) accensione del sistema di riscaldamento sino al raggiungimento della temperatura di prova di 450°C (la durata di questa fase è di circa 30 minuti);
- 5) riscaldamento della billetta in forno per 13 minuti;
- 6) posizionamento della billetta sulla superficie dell'inserto inferiore;
 - 6.b nelle prove in cui viene usata la retina, prima viene posta la retina a contatto con l'inserto inferiore e solo in seguito viene appoggiata la billetta;
- 7) esecuzione del test;
- 8) elaborazione dei dati.

Il test di compressione a caldo prevede di ridurre l'altezza iniziale della billetta da 35 mm a 17 mm finali in un tempo di 5 secondi (la velocità di deformazione è stata scelta mediante delle prove preliminari descritte nel paragrafo § 6.1).



Figura 4.14. *Billetta di prova prima e dopo la compressione. L'altezza viene ridotta da 35 mm a 17 mm.*

Nella Figura 4.15 si riporta uno schema delle fasi principali di ciascuna prova. Il tempo necessario a estrarre la billetta dal forno e a posizionarla sull'inserto inferiore dipende dall'abilità dell'operatore; per la procedura in esame è pari a circa 7 secondi. La durata della fase di compressione viene considerata costante, ma può essere variata entro certi limiti agendo sulla velocità di discesa dello stampo superiore. Uno dei parametri di scelta della velocità della fase di avvicinamento dello stampo alla billetta dipende dall'estensione dello spazio tra gli stampi in cui l'operatore deve inserire la billetta nei tempi prestabiliti di circa 7 secondi. Per le prove in cui è stato testato il solo lubrificante lo spazio libero totale è pari a 45

mm, la corsa di avvicinamento dello stampo superiore è di lunghezza 8 mm e di velocità pari a 8 mm/s. Al termine della corsa di avvicinamento, la deformazione vera e propria viene effettuata con una velocità di discesa dello stampo superiore di 4 mm/s, che permette di ottenere la riduzione di altezza desiderata da 35 mm a 17 mm in 5 secondi.

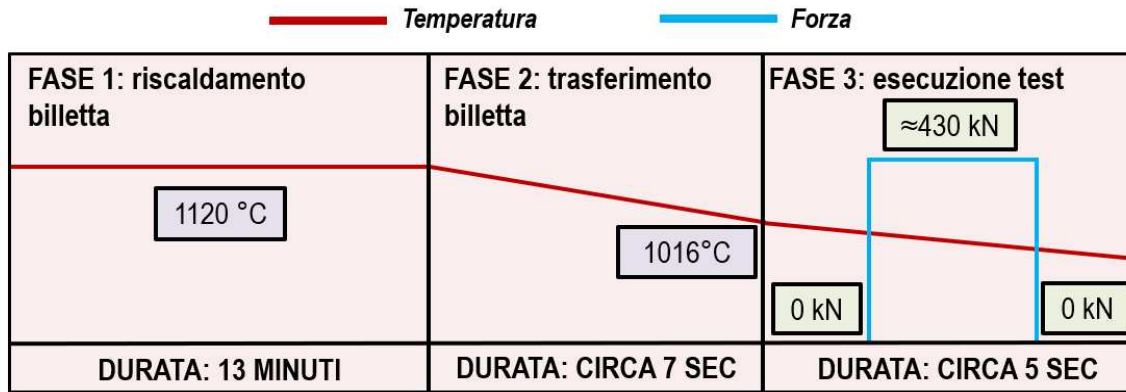


Figura 4.15. Schema delle fasi principali di ciascuna prova e della loro durata temporale.

Invece, nelle prove in presenza della retina è stato necessario aumentare lo spazio libero per permettere un agevole posizionamento della billetta da parte dell'operatore a causa dell'ingombro prodotto da questo ulteriore strato isolante. La corsa di avvicinamento viene raddoppiata a 16 mm ed effettuata a velocità 16 mm/s in modo da mantenere inalterato il tempo di avvicinamento. La fase di deformazione della billetta viene mantenuta inalterata. La schematizzazione della corsa di avvicinamento dello stampo superiore viene mostrata in Figura 4.16.

Per ciascuna condizione di prova (i. e ciascun lubrificante) vengono svolti 3 test, per cui i risultati ottenuti sono la media dei 3 valori con la relativa deviazione standard.

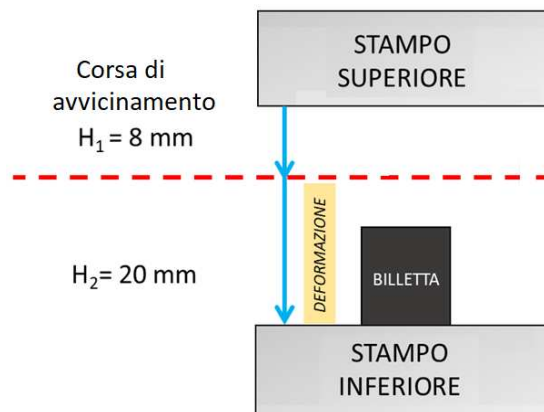


Figura 4.16. Schematizzazione della corsa di avvicinamento con successiva compressione per le prove senza strato isolante.

Si precisa che sia la temperatura del forno, sia il tempo di permanenza della billetta all'interno di esso (13 minuti) sono stati definiti tramite prove sperimentali preliminari. Nei test condotti si è monitorato l'andamento della temperatura in funzione del tempo sia in fase di riscaldamento nel forno alla temperatura di 1120°C, sia nella fase di raffreddamento in aria (Figura 4.17). I risultati sperimentali hanno evidenziato che un intervallo di tempo pari a 13 minuti è sufficiente affinché sia il cuore che la pelle della billetta raggiungano una temperatura al momento della formatura pari a poco meno di 1000°C (983 °C ca. per la pelle e 973°C ca. per il cuore). Tale valore contempla anche l'inevitabile raffreddamento in aria conseguente al posizionamento della billetta nella pressa per l'esecuzione della prova.

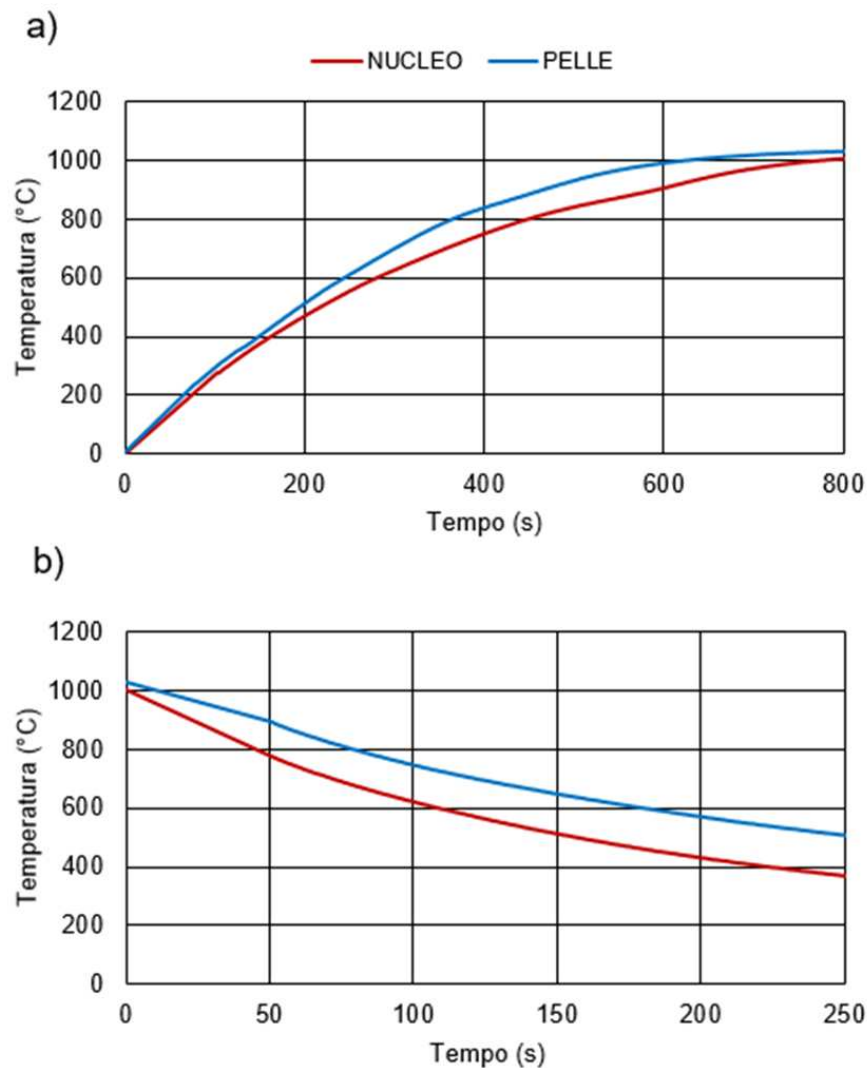


Figura 4.17. a) andamento della temperatura in funzione del tempo durante il riscaldamento in forno a 1120°C per la billetta di Inconel 706; b) andamento della temperatura in funzione del tempo durante il raffreddamento in aria per la billetta di Inconel 706.

Durante la prova gli stampi dovrebbero mantenere la temperatura teorica costante di 450 °C, ma dal monitoraggio della loro temperatura attraverso termocoppie si rilevano dei profili di temperatura diversi tra gli stampi. In nessun caso il sistema di riscaldamento costituito dalle 12 resistenze ROTFIL UTXMO15621 inserite nei portastampi ha consentito di ottenere una temperatura esattamente di 450°C per entrambi gli stampi. Ciò è imputabile al fatto che non è possibile impiegare una camera climatica nell'apparato di prova che isoli il sistema dalle correnti d'aria e dallo scambio termico con l'ambiente esterno. In tutte le prove lo stampo superiore si trova a temperatura di circa 10°C maggiore rispetto allo stampo inferiore a causa degli scambi termici convettivi dovuti all'aria riscaldata dallo stampo inferiore. Nonostante questo limite dell'apparato di prova, la differenza di temperatura tra gli stampi viene considerata accettabile.

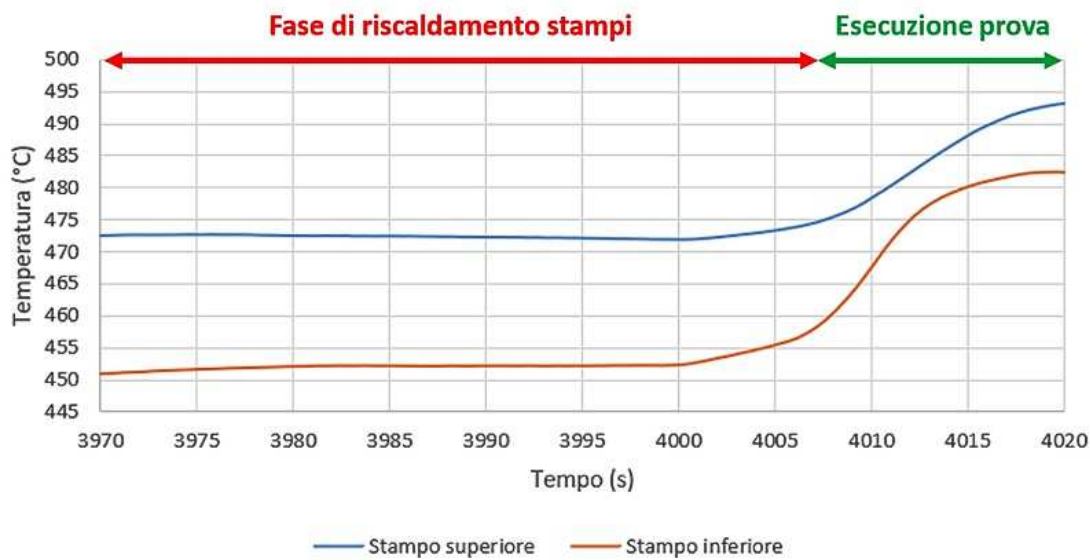


Figura 4.18. Esempio del profilo di temperatura per gli stampi superiore e inferiore durante la prova.

Capitolo 5

Prove microstrutturali

Il processo di forgiatura a caldo prevede diversi step con calde intermedie, di conseguenza la microstruttura che si ottiene è dipendente dalla catena di processo ed è indispensabile per conoscere le proprietà del materiale in vita di esercizio. A questo scopo è stata eseguita una ulteriore campagna di prove sperimentali in *Gleeble 3800* con lo scopo di simulare la microstruttura che si realizza nei diversi step di processo.

5.1 Generalità sulle prove di compressione in Gleeble 3800

Per la valutazione della ricristallizzazione sono state eseguite prove di compressione mediante il simulatore termo-meccanico *Gleeble 3800 System* e successivamente sono state osservate le microstrutture prodotte nei campioni deformati e trattati termicamente.

Il *Gleeble 3800* è un sistema di test termico e meccanico con controllo digitale a circuito chiuso completamente integrato. Il servosistema è di tipo idraulico completo ed è in grado di esercitare sia la compressione che la tensione. Sono possibili anche simulazioni a temperatura controllata che sfruttano il sistema di riscaldamento a resistenza diretta del *Gleeble 3800*, permettendo sia di fornire altissime velocità di riscaldamento dei campioni (fino a 2000°C/s), sia di mantenere costanti temperature molto alte. Inoltre, le griffe ad alta conducibilità termica sono in grado di trattenere il campione e di abbassarne la temperatura ad elevate velocità di raffreddamento.

Tabella 5.1. *Principali caratteristiche del simulatore termo-meccanico Gleeble 3800.*

Velocità di riscaldamento e raffreddamento	Tensione di trazione	Velocità di spostamento
Fino a 2000°C/s	Fino a 100 kN	Fino a 2000 mm/s



Figura 5.1. *Simulatore termo-meccanico Gleeble 3800.*

I provini utilizzati per le prove di compressione in *Gleeble* hanno dimensioni h_0 14 mm, diametro d_0 12 mm.



Figura 5.2. *Provino utilizzato nelle prove di compressione in Gleeble 3800.*

Il campione (Figura 5.3) viene inserito nell'apparato di prova mostrato in Figura 5.3, comprensivo del sistema di misura della temperatura mediante termocoppie e del sistema di raffreddamento utilizzato nelle prove di ricristallizzazione dinamica in cui è prevista la tempra ad acqua alla fine della deformazione.

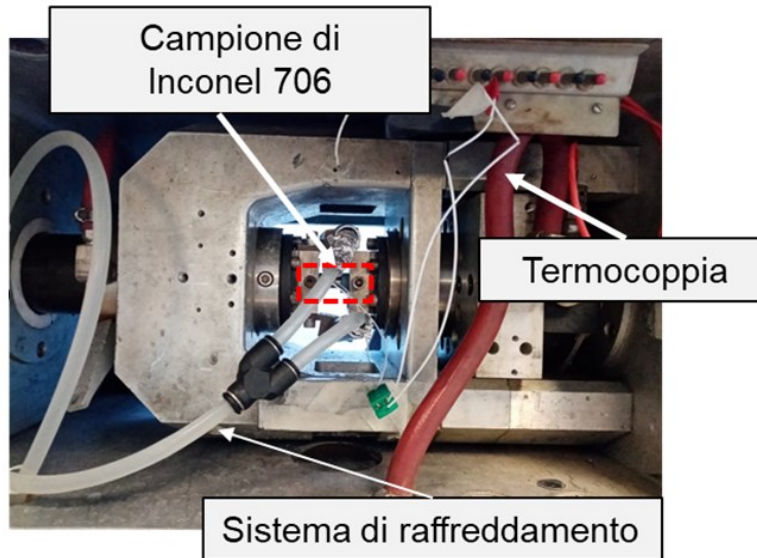


Figura 5.3. Dettaglio del simulatore Gleeble adibito a prove di compressione a caldo, comprensivo del sistema di misura della temperatura e del sistema di raffreddamento.

Vengono eseguite prove di compressione interrotte a diversi tassi di deformazione e a diverse temperature (950°C, 970°C, 980°C) con velocità di deformazione costante pari a 0.005 s⁻¹.

A condizioni microstrutturali iniziali del materiale fissate, le deformazioni imposte dipendono dal tipo di ricristallizzazione che si vuole osservare, in particolare:

- DRX, per cui si osservano 6 tassi di deformazione per ciascuna temperatura di 950°C, 970°C (Tabella 5.2);
- SRX, per 4 tassi di deformazione alla temperatura di 950°C e 970°C, con tempi di ricottura variabili da 1 minuto a 3 ore (Tabella 5.3);
- MDRX: si osserva il solo tasso di deformazione $\epsilon=0.3$ alla temperatura di 980°C, per tempi di ricottura da 1 minuto a 2 ore (Tabella 5.4);

I campioni sottoposti a prova di compressione vengono poi analizzati al microscopio ottico dopo opportuna preparazione metallografica per determinare la frazione di ricristallizzato al variare del tasso di deformazione imposta. Per valutare la frazione di ricristallizzato viene imposta una condizione sulla dimensione di grano massimo da considerare come ricristallizzato, effettuando le misure secondo la normativa ASTM E112-13(2021). Il calcolo della dimensione di grano e le relative curve di distribuzione cumulativa vengono eseguiti in MATLAB, mediante il tool “Linecut”. Informazioni ulteriori sui metodi di misura del grano ricristallizzato verranno fornite nel paragrafo § 5.3.

Tabella 5.2. Prove di ricristallizzazione dinamica DRX.

Ricristallizzazione dinamica, DRX			
T=950°C		T=970°C	
TEST ID	Deformazione ϵ	TEST ID	Deformazione ϵ
#3	1	#4	1
#5	0.6	#6	0.6
#7	0.8	#8	0.8
#10	0.3	#9	0.4
#11	0.7	#12	0.7
#13	0.5	#14	0.5

Questi campioni sono rappresentativi dei punti delle curve tensione-deformazione per ciascuna prova a caldo indicati in Figura 5.4.

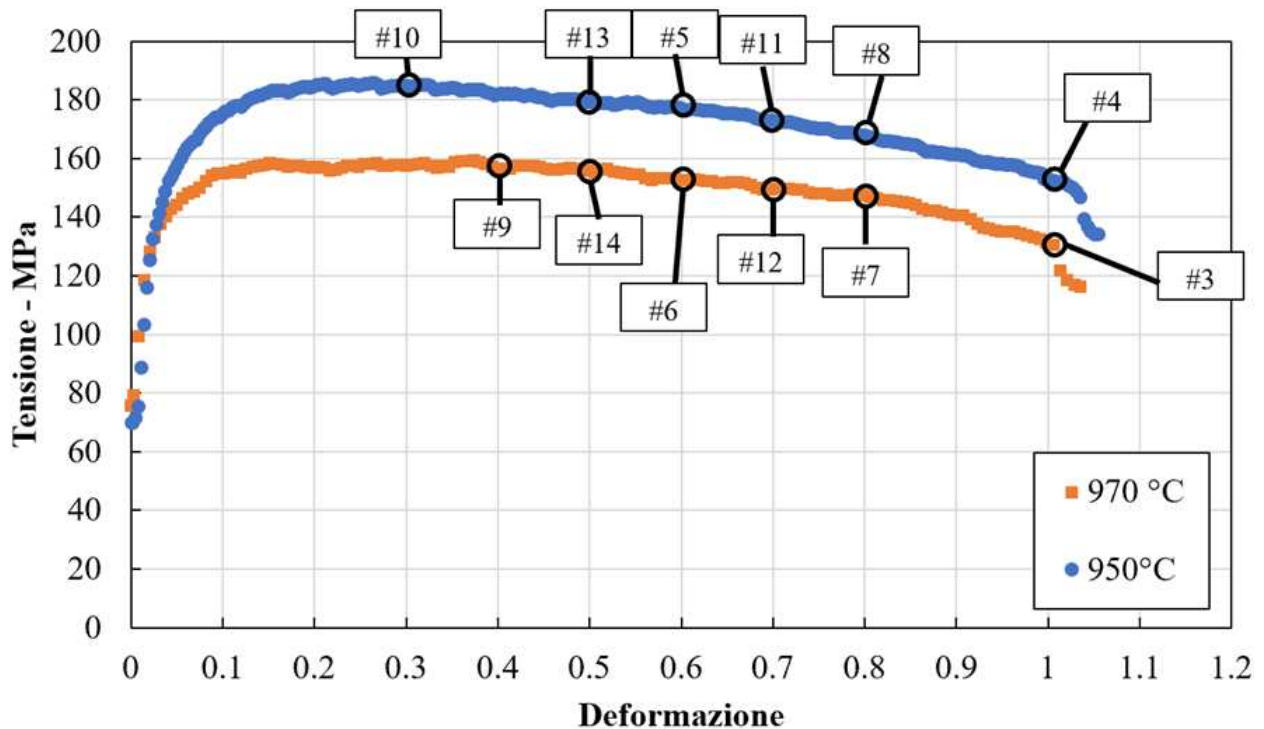


Figura 5.4. Schematizzazione delle condizioni di deformazione dei campioni analizzati per le prove di ricristallizzazione dinamica nelle prove di compressione alle temperature di 950°C e 970°C.

Tabella 5.3. Prove di ricristallizzazione statica, SRX.

Ricristallizzazione statica, SRX					
T=950°C			T=970°C		
TEST ID	Deformazione ϵ	Tempo di mantenimento (s)	TEST ID	Deformazione ϵ	Tempo di mantenimento (s)
#15	0.15	60	#18	0.15	60
#16	0.15	300	#19	0.15	300
#17	0.15	600	#20	0.15	600
#21	0.15	1800	#22	0.15	1800
#23	0.15	3600	#24	0.15	3600
#25	0.2	1800	#31	0.3	1800
#26	0.2	3600	#32	0.3	3600
#27	0.25	1800			
#28	0.25	3600			
#29	0.3	1800			
#30	0.3	3600			
#33	0.3	7200			
#34	0.3	10800			

Tabella 5.4. Prove di ricristallizzazione meta-dinamica, MDRX.

Ricristallizzazione meta-dinamica, MDRX		
T=980°C		
TEST ID	Deformazione ϵ	Tempo di mantenimento (s), (min)
#35	0.3	1800, 30 min
#36	0.3	3600, 60 min
#37	0.3	5400, 90 min
#38	0.3	7200, 120 min
#39	0.3	60, 1 min
#40	0.3	300, 5 min
#41	0.3	900 15 min

5.2 Procedura sperimentale

Le fasi delle prove di compressione eseguite in Gleeble 3800 sono:

- 1) termo-accoppiamento dei provini (solo per le compressioni a caldo);
- 2) preparazione dello strato di tantalio per la conduzione del calore (solo nelle prove a caldo) e dello strato di grafite lubrificante da applicare sui punzoni della macchina di prova. Date le severe condizioni termiche delle prove sono stati utilizzati dei punzoni in carburo;
- 3) posizionamento del provino termo-accoppiato al centro dei punzoni e adozione di un precarico di circa 6 kN per garantirne il corretto fissaggio alle griffe della macchina di prova;
- 4) esecuzione della prova di compressione con riscaldamento, deformazione e velocità di deformazione gestiti tramite il programma QuickSim™;
- 5)
 - a. tempra in acqua per lo studio della ricristallizzazione dinamica;
 - b. ricottura in forno a muffola con diversi tempi di mantenimento e successiva tempra in acqua per lo studio delle ricristallizzazioni di tipo statico e meta-dinamico;

Una volta ottenuti i campioni opportunamente deformati, vengono preparati per l'analisi microstrutturale. Date le caratteristiche della superlega IN706 di avere una buona durezza, tenacità e alta resistenza a corrosione, la preparazione metallografica presenta alcune criticità. Per il taglio dei campioni è necessario utilizzare una lama diamantata e l'attacco chimico deve essere in grado di superare l'alta resistenza alla corrosione della lega. Data questa peculiarità delle leghe a base nichel, la maggior parte degli attacchi chimici sono più efficaci se si tampona la superficie da attaccare con un bastoncino di cotone [19].

L'analisi microstrutturale si compone delle seguenti fasi:

- 6) taglio dei campioni in direzione parallela all'asse di compressione mediante lama diamantata;
- 7) inglobatura in resina epossidica;
- 8) lappatura con carte abrasive di granulometria via via crescente (320, 500, 800, 1200, 4000) e lucidatura tramite un panno su cui viene applicato un liquido diamantato con particelle in dispersione di 6 μm e 1 μm . Queste fasi sono necessarie per eliminare la porzione di superficie del campione danneggiata durante il taglio, mostrata in Figura 5.5;



Figura 5.5. Campione di IN706 tagliato lungo l'asse di compressione. La superficie di taglio risulta molto scabra.

- 9) attacco chimico con soluzione Kalling's n°2 per un tempo massimo di 3 minuti;
- 10) *a.* osservazione al microscopio ottico, estraendo per ciascun campione almeno 3 immagini con ingrandimento 100x e 3 immagini a 200x;
- b.* osservazione al microscopio elettronico a scansione (SEM), con ingrandimenti di 8000x, 4000x e 2000x per l'osservazione dei grani ricristallizzati staticamente aventi dimensioni non rilevabili al microscopio ottico;
- c.* valutazione della microdurezza come metodo alternativo di misurazione della frazione di ricristallizzato nel materiale;
- 11) analisi della microstruttura con Matlab.

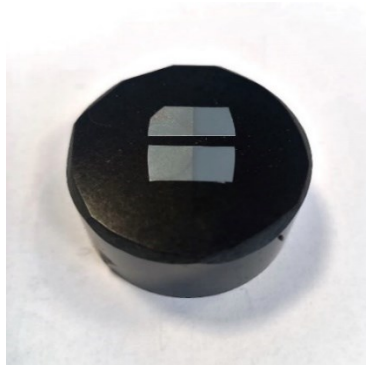


Figura 5.6. *Campioni inglobati in resina epossidica, con attacco chimico eseguito su metà della superficie. Si noti che la porzione del campione attaccata chimicamente risulta opaca.*

A seconda del tipo di attacco chimico scelto è possibile osservare diverse caratteristiche microstrutturali: l'attacco chimico Kalling n°2 è particolarmente efficace per i bordi di grano. Il tempo di permanenza dell'attacco chimico dipende dalla deformazione impartita al campione e dal suo grado di ricristallizzazione. Come regola generale, provini con una maggiore frazione di ricristallizzato hanno richiesto un tempo di attacco molto minore di quelli non ricristallizzati. Comunque il tempo massimo di azione della soluzione adoperata non deve superare in nessun caso i 3 minuti, altrimenti provoca bruciatura della superficie attaccata e richiede di ripetere i passaggi di lucidatura per poter ripristinare le caratteristiche superficiali.

Tabella 5.5. *Composizione chimica della soluzione Kalling n°2.*

Composizione	Concentrazione
Cloruro rameico CuCl_2	5 grammi
Acido cloridrico HCl	100 ml
Etanolo $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$	100 ml

Queste fasi preliminari consentono l'osservazione delle microstrutture al microscopio ottico con gli ingrandimenti di 100x e 200x e al microscopio elettronico a scansione. Oltre a queste osservazioni, per lo studio della ricristallizzazione statica è stato utilizzato anche il durometro *Instron Wilson Rockwell 2000, Rockwell hardness tester*.

Le osservazioni al microscopio ottico sono state svolte presso il dipartimento di Ingegneria dei materiali dell'Università di Padova, mentre le osservazioni al microscopio elettronico a scansione (SEM) e le prove di microdurezza presso il laboratorio Te.Si di Rovigo.

5.2.1 Il microscopio ottico e a scansione elettronica (SEM)

La microscopia ottica è il metodo di indagine fondamentale e più semplice per l'analisi strutturale dei materiali. Permette ingrandimenti limitati, fino a 1000x, in quanto è basato sull'osservazione nelle lunghezze d'onda dello spettro elettromagnetico della luce visibile e utilizza delle lenti per deviare la luce che le attraversa con angoli dipendenti dal mezzo stesso. Usando lenti con geometria controllata di forma convessa è possibile concentrare i raggi luminosi riflessi dalla superficie del campione in esame in un punto preciso detto "fuoco". Ponendo l'occhio in quel punto sarà possibile vedere una porzione ingrandita dell'oggetto sotto un certo angolo solido. Essendo uno strumento molto semplice, il suo utilizzo non richiede gli accorgimenti adottati per le osservazioni al microscopio a scansione elettronica (SEM).

Presso il laboratorio Te.Si. di Rovigo è disponibile il microscopio a scansione elettronica *FEI Quanta 400 - Scanning Electron Microscope (SEM)* avente un range di amplificazione da 6 a 100000x. Il microscopio elettronico a scansione (SEM) è uno strumento più sofisticato del microscopio ottico e permette lo studio ad alto ingrandimento di superfici rugose come fratture, accoppiamenti di usura etc. grazie al maggior campo di ingrandimenti raggiungibili (anche fino a 300000X) e alla sua maggiore profondità di campo. Il risultato è un'immagine in scala di grigi ad altissima risoluzione e definizione (intorno ai 5 nm), che possiede inoltre un elevato effetto tridimensionale in grado di mettere in evidenza la rugosità del campione e quindi la sua morfologia. Il potere risolutivo cresce proporzionalmente al decrescere della lunghezza d'onda della radiazione impiegata: utilizzando degli elettroni, che possiedono una radiazione di bassissima lunghezza d'onda (2.42 pm), è possibile ottenere risoluzioni maggiori rispetto a quelle ottenibili con la luce visibile (che ha lunghezze d'onda di 400 - 700 nm).

Inoltre, se coadiuvato dalla sonda EDS (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*, basata sulla spettroscopia dei raggi x) consente la determinazione della composizione chimica di una porzione di materiale. Altri

accessori per il microscopio elettronico a scansione sono il rivelatore *Environmental Scanning Electron Microscope* (ESEM), l'*Electron Backscattered Diffraction* (EBSD) spesso impiegato nella valutazione della porzione di ricristallizzato e una camera climatica con temperature fino a 1500°C, per effettuare analisi ad alta temperatura.

Il microscopio SEM impiega un fascio di elettroni ad alta energia emessi da un filamento di tungsteno all'interno di una camera in alto vuoto (10 - 5 Torr). Tramite campi magnetici regolabili, il fascio di elettroni viene focalizzato sul campione e le particelle riflesse dalla superficie del campione vengono rilevate dai sensori posti nella camera di analisi e poi convertiti in impulsi elettrici.

Per le analisi microstrutturali è stato utilizzato il rivelatore ETD che capta gli elettroni a bassa energia (<50eV) o elettroni secondari. Quando un elettrone del fascio ad alta energia urta un elettrone legato di un atomo superficiale del campione, quest'ultimo può acquisire un'energia sufficiente per abbandonare il materiale ed essere retro-diffuso. L'urto è di tipo anelastico, perciò l'energia in fuga è modesta e questi elettroni possono essere facilmente catturati da un rivelatore ed essere convertiti in un segnale che permette di ricostruire la morfologia del campione. Ciò è possibile poiché il numero di elettroni secondari prodotti dipende dalle asperità della superficie, e quindi la mappa quantitativa della loro retro-emissione riproduce fedelmente tali asperità. Questo tipo di rilevazione è ottimale per rappresentare la topografia del campione.

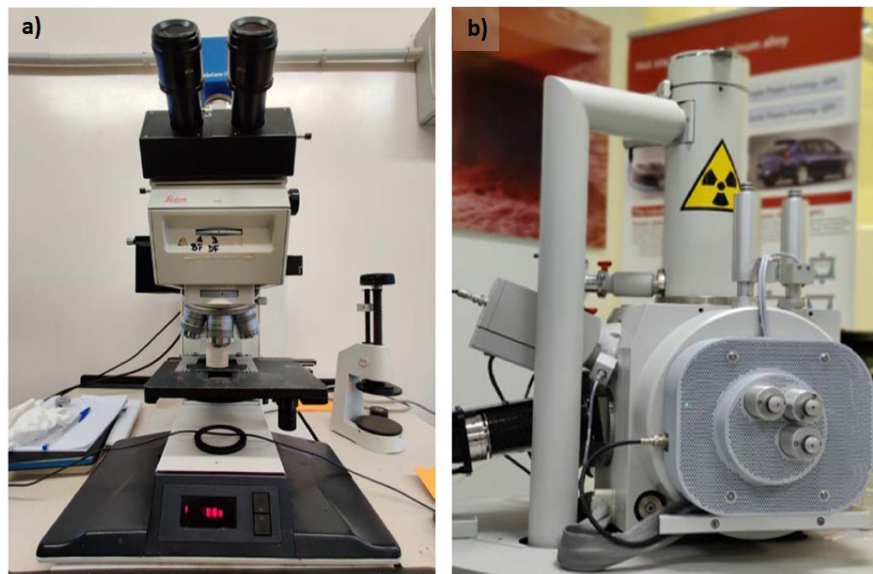


Figura 5.7. a) *microscopio ottico*; b) *microscopio a scansione elettronica*.

5.2.2 Test di microdurezza

Nell'ambito della valutazione della ricristallizzazione statica le prove di durezza si sono rivelate un buon metodo di verifica della ricristallizzazione in quanto un materiale che possiede grani fini ha anche una durezza maggiore. La durezza è definita come la resistenza alla deformazione permanente e viene valutata mediante le cosiddette *prove di durezza*. Le prove di durezza possono essere di diversi tipi e non sono confrontabili tra loro, ma tutte determinano la resistenza offerta da un materiale a lasciarsi penetrare dal materiale di cui è costituito il penetratore della macchina di prova. Le più usate sono le prove di durezza Brinnell, Vickers, Rockwell e Mohs. Per via della non uniformità delle prove di durezza, nel Sistema Internazionale non esiste un'unità di misura fondamentale per la durezza: l'unità di misura è rappresentata da punti sulla scala utilizzata (HRC per la scala Rockwell, HV per la Vickers, HB per la Brinell, ecc.).

In questo lavoro è stata valutata solo la durezza Rockwell che si basa sull'affondamento diretto di penetratori. Essi possono essere di forma conica e in diamante oppure sferici in carburo di tungsteno: la scelta dell'uno o dell'altro penetratore dipende dalla durezza attesa dal materiale da valutare. La penetrazione avviene in stadi successivi di carico e la durezza viene determinata in base alla deformazione elasto-plastica del materiale penetrato.

Le misure di microdurezza sono state svolte con il misuratore *Instron Wilson Rockwell 2000, Rockwell hardness tester* (Figura 5.8). Lo strumento viene controllato elettronicamente e può essere programmato attraverso un pannello di controllo in cui si impostano la scala di durezza e altri parametri di test. Sono possibili anche misure ad alta temperatura grazie ad un forno di riscaldamento che può scaldare i provini fino a 725°C e adottare cicli termici controllati.

Per le prove di durezza eseguite in questo lavoro, data la non eccessiva durezza della lega IN706, la scala di durezza adottata è la HRB, adatta a valutare materiali con valore di durezza Brinell HB<200. La scala HRB utilizza un penetratore sferico di carburo di tungsteno di diametro 1.5875 mm. Il carico iniziale corrisponde sempre a 98.0665 N, mentre il carico aggiuntivo per la scala B è 882.5985 N.

$$\text{Durezza Rockwell} = 130 - \frac{h}{0,002 \text{ mm}} \quad (5.1)$$

Le prove di durezza vengono eseguite sul campione che ha subito la preparazione metallografica descritta nel paragrafo § 5.2, sulla porzione di superficie che non è stata attaccata chimicamente.



Figura 5.8. *Instron Wilson Rockwell 2000, Rockwell hardness tester.*

5.3 Calcolo della frazione di grano ricristallizzato

I metodi più utilizzati per la valutazione della frazione di ricristallizzato prevedono l'utilizzo del microscopio a scansione elettronica (SEM) equipaggiato con la sonda EBSD (*Electron Backscattered Diffraction*). Dalle immagini EBSD vengono valutati gradienti di orientazione intergranulare su larga scala con misure GOS (*Grain Orientation Spread*) o su piccola scala mediante tecniche KAM (*Kernel Average Misorientation*) [20], scegliendo come valore di soglia indicativo quello di 5° . I grani ricristallizzati hanno un basso livello di disorientazione interno (*low internal misorientation level*) dovuto a una minore densità di dislocazioni rispetto a quella dei grani incruditi. Confrontando i risultati ottenuti mediante EBSD e le valutazioni di forma e dimensione dei grani ricristallizzati si nota che i grani ricristallizzati sono di dimensione inferiore a quella del grano iniziale e sono di forma equiassica [1]. Pertanto, in alternativa alle mappe EBSD, è possibile ottenere la frazione di ricristallizzato valutando la dimensione e la forma (in particolare il rapporto di aspetto) dei grani ricristallizzati e quindi ottenere la frazione di ricristallizzato utilizzando le sole immagini ottenute al microscopio ottico, con ingrandimenti di 100x e 200x.

La procedura di determinazione della frazione di ricristallizzato adottata in questo lavoro prevede di:

- calcolare le dimensioni medie del grano deformato in corrispondenza della deformazione critica $\varepsilon_{critica}$ in cui inizia il fenomeno della ricristallizzazione ($\varepsilon_{critica}$ è la deformazione in corrispondenza del picco delle curve tensione-deformazione per i test di compressione a caldo);
- scegliere una dimensione di grano di soglia sotto la quale i grani vengono considerati ricristallizzati: i grani con dimensioni minori del limite inferiore della distribuzione granulometrica iniziale (cioè quella calcolata al punto precedente) vengono considerati come grani ricristallizzati secondo la relazione (5.2):

$$Se D_i < \bar{x} - y \Rightarrow \text{grano ricristallizzato} \quad (5.2)$$

con D_i dimensione del grano i -esimo, \bar{x} dimensione del grano medio in corrispondenza della deformazione critica $\varepsilon_{critica}$ a cui inizia il fenomeno della ricristallizzazione, y deviazione standard sulla misura del grano medio del campione sottoposto a deformazione pari alla $\varepsilon_{critica}$ per la temperatura in esame. Successivamente viene calcolata la curva di distribuzione cumulativa (CDF) frequenza contro dimensione di grano per stabilire la percentuale dei grani di dimensione inferiore al valore di soglia posto come $\bar{x} - y$, determinato al punto precedente.

Le curve CDF vengono ottenute in MATLAB utilizzando il tool “Linecut”.

Nel dettaglio, la procedura di calcolo del grano ricristallizzato mediante MATLAB si compone dei seguenti punti:

- 1) Caricamento della micrografia su Matlab;
- 2) Selezione della scala della micrografia a 50 μm e della porzione della micrografia da analizzare;
- 3) Posizionamento di 5 linee orizzontali;
- 4) Selezione dell'intersezione tra il grano e la linea orizzontale determinata al punto 3), graficamente visibile dai cerchietti presenti sulla foto (Figura 5.9);
- 5) Calcolo della dimensione del grano cristallino;
- 6) Calcolo delle curve di distribuzione cumulativa CDF frequenza - dimensione del grano e misura della frazione di grani di dimensioni inferiori al valore di soglia (Figura 5.10).

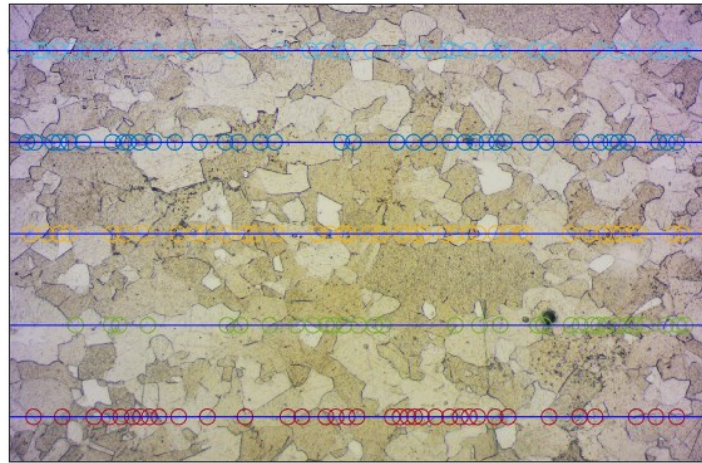


Figura 5.9. Selezione dei punti di intersezione tra le 5 linee orizzontali di misura e i bordi di grano, per il calcolo delle distribuzioni cumulative della dimensione di grano.

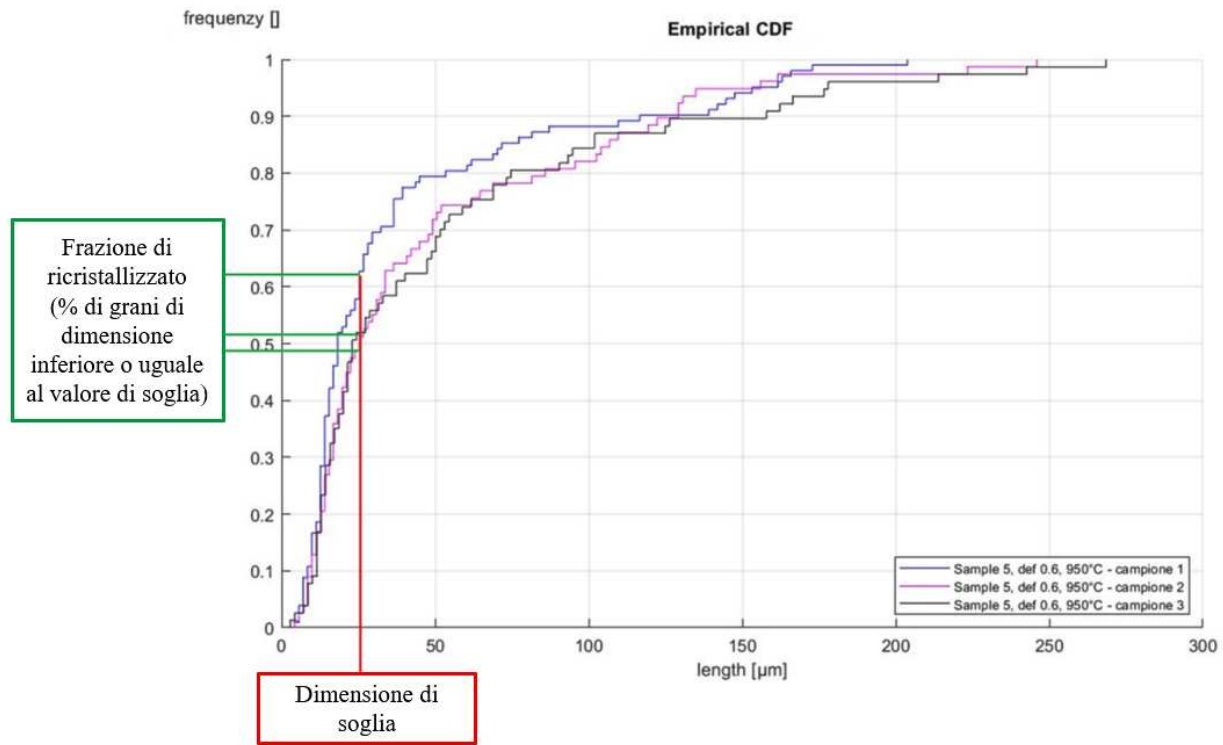


Figura 5.10. Curva di distribuzione cumulativa per il calcolo della frazione di ricristallizzato.

Capitolo 6

Risultati delle prove di attrito

In questa parte vengono mostrati i risultati della fase sperimentale illustrata nel Capitolo 4, confrontando le forze di forgiatura necessarie a seconda del tipo di lubrificante e il *barrelling* della sezione equatoriale della billetta sottoposta al processo di compressione a caldo.

6.1 Prove preliminari

L'output delle prove di attrito eseguite in *Instron Wolpert KPX 1500 - Static Hydraulic System* è un grafico forza - corsa il cui valore di picco (corrispondente al massimo carico di forgiatura a caldo) è indicativo delle prestazioni del lubrificante testato. Il valore numerico dei carichi di formatura ottenuti si riferisce alla forgiatura della billetta di prova di altezza iniziale 35 mm, a cui viene applicata una deformazione di $\varepsilon = 0.72$ corrispondente alla riduzione di altezza di 18 mm. I valori dei carichi massimi ottenuti sperimentalmente hanno il solo scopo di fornire un parametro numerico di confronto per le prestazioni dei lubrificanti, ma non sono valori confrontabili con le forze "reali" di forgiatura in ambito industriale. Ciò è dovuto essenzialmente alle dimensioni limitate della billetta di prova e ai limiti di forza dell'apparato strumentale, pari a 100 tonnellate. In ambito industriale le dimensioni delle billette di IN706 da forgiare sono molto maggiori di quelle di prova, arrivando anche a valori di alcuni metri di diametro- Quindi le forze richieste per lo stampaggio a caldo saranno ovviamente molto maggiori. La dipendenza della forza di forgiatura dalle dimensioni della billetta si trova sia nella pressione media di forgiatura, sia nell'area su cui viene applicata tale pressione, come previsto dalla (6.1):

$$F \approx \sigma_{flusso} \left(1 + \frac{2\mu r}{3h} \right) (\pi r^2) \quad (6.1)$$

con μ coefficiente di attrito, r, h raggio e altezza della billetta cilindrica forgiata nell'istante di calcolo della forza di forgiatura (per il calcolo della massima forza di forgiatura sono da scegliere i valori finali di raggio e altezza), σ_{flusso} è la tensione di flusso.

Per le lavorazioni a caldo la tensione di flusso viene modellata come:

$$\sigma_{flusso} = C \dot{\epsilon}^m \quad (6.2)$$

in cui C è un coefficiente di resistenza (dipendente dalla temperatura), m è l'esponente di sensibilità alla velocità di deformazione e $\dot{\epsilon}$ è la velocità di deformazione. Nel calcolo della forza massima di forgiatura, oltre al fattore di attrito e alle dimensioni della billetta, entrano in gioco anche i parametri del materiale (nei coefficienti C , m della tensione di flusso per il materiale in esame) e la velocità di deformazione.

Per elaborare delle prove di attrito *efficaci* è stato necessario eseguire dei test preliminari per stabilire una velocità di prova opportuna per cui il raffreddamento della billetta fosse limitato e non si superi il tonnellaggio della macchina di prova.

Le condizioni di prova fissate sono:

- Velocità di deformazione ($\dot{\epsilon}$): 0.005 s^{-1} ;
- Altezza iniziale della billetta: 35 mm;
- Altezza finale della billetta: 17 mm.

Per ottenere la velocità di deformazione $\dot{\epsilon}$ di 0.005 s^{-1} (valore utilizzato anche nelle prove microstrutturali) è necessario scegliere una velocità di discesa dello stampo superiore compresa tra 0.085 mm/s e 0.175 mm/s. Ipotizzando di scegliere una velocità media v_{media} di 0.1 mm/s, il tempo di contatto stampo - billetta per ottenere la deformazione desiderata di $\epsilon = 0.72$ risulta essere di 180 secondi. Come mostrato dal grafico in Figura 6.1, un tempo di contatto così prolungato provoca un severo raffreddamento della billetta in aria (non viene considerato l'aumento di temperatura dato dalla deformazione).

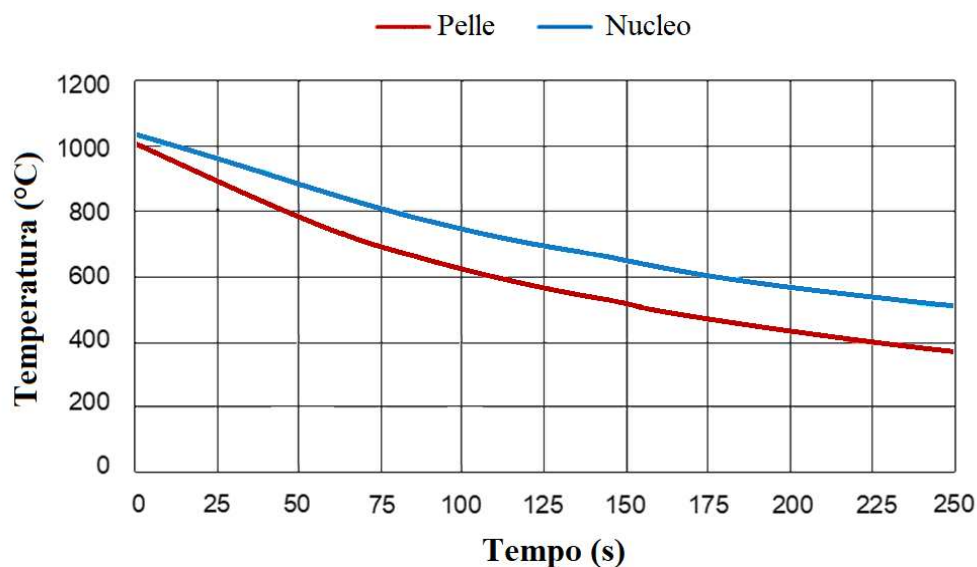


Figura 6.1. Andamento della temperatura in funzione del tempo durante il raffreddamento in aria per la billetta di Inconel 706 dalla temperatura di 1120°C .

Per limitare il raffreddamento della billetta durante la prova si sceglie una procedura alternativa in cui viene fissato un tempo di contatto pari a 45 secondi al fine di evitare che la temperatura scenda al di sotto degli 800°C. I parametri di altezza iniziale e finale della prova vengono mantenuti costanti.

Fissando il tempo di deformazione e lo spostamento dello stampo superiore è possibile calcolare una velocità di prova alternativa che limiti il raffreddamento della billetta durante la prova:

$$v = \frac{s}{t} \quad (6.3)$$

con s lo spostamento imposto, pari a 18 mm e t il tempo di contatto fissato a 45 secondi. La velocità di spostamento dello stampo superiore corrispondente a questi valori è di 0.4 mm/s, per una velocità di deformazione compresa tra 0.011 s^{-1} e 0.023 s^{-1} .

Tabella 6.1. *Ipotesi alla base delle prove di attrito preliminari.*

Ipotesi	Tempo di contatto (s)	Velocità dello stampo superiore (mm/s)	Velocità di deformazione $\dot{\epsilon}$ (s^{-1})
Velocità di deformazione fissata	180	0.1	0.005
Tempo di contatto fissato	45	0.4	0.011 - 0.023

Si decide di porre l'ipotesi del tempo di contatto fissato poiché la temperatura della pelle della billetta è un fattore determinante per il funzionamento dei lubrificanti (soprattutto quelli a base vetrosa). Per le due ipotesi alla base delle prove di attrito sono stati eseguiti i seguenti test preliminari 1, 2 utilizzando il lubrificante a base grafite B-TECH FORGE 16:

- Test 1: velocità di prova = 0.4 mm/s;
- Test 2: velocità di prova = 4 mm/s.

Tra le due velocità di prova c'è una differenza di un ordine di grandezza, che si traduce in una grande differenza nel raffreddamento della billetta (e conseguentemente nell'aumento della forza di forgiatura). In Figura 6.2 vengono riportati dei frame del video dei due test di compressione nel momento di massima deformazione, da cui possono essere estratte delle informazioni sulla temperatura della billetta.

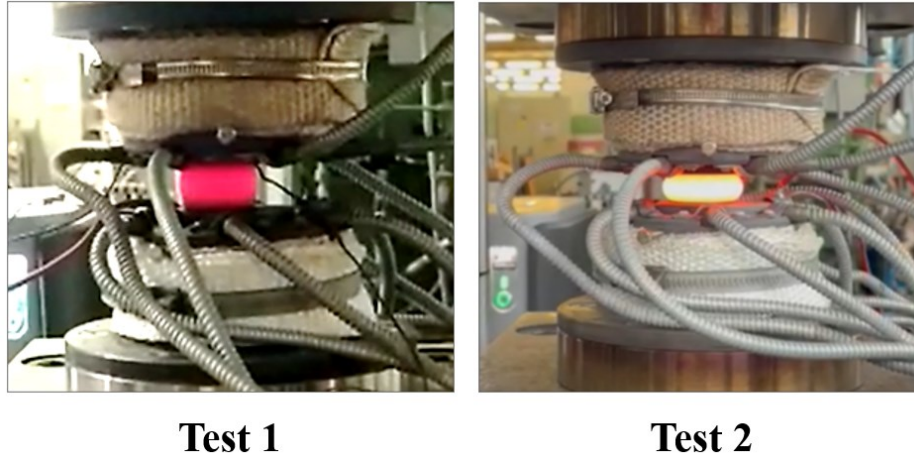


Figura 6.2. Frame dei test di compressione nel momento di massima deformazione, per il test 1 (velocità di prova 0.4 mm/s) e il test 2 (velocità di prova di 4 mm/s).

Al momento di massima compressione, la billetta durante il test 2 rimane visivamente più calda rispetto a quella utilizzata nel test 1, dove invece la temperatura scende notevolmente. Per i test preliminari 1, 2 si ottengono le curve forza - corsa mostrate in Figura 6.3.

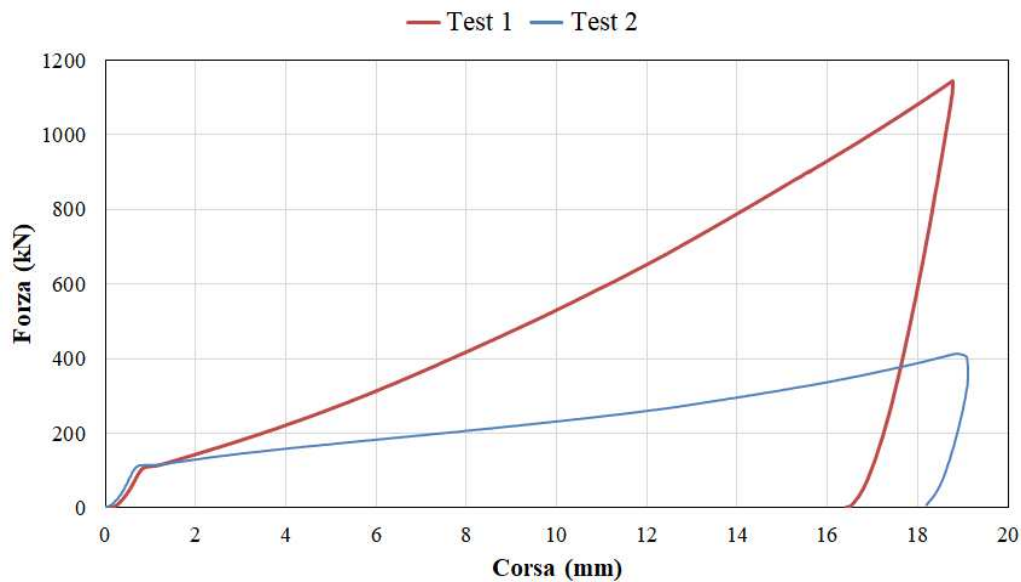


Figura 6.3. Grafico forza-corsa per i test preliminari 1, 2 svolti con due diverse velocità di prova. Test 1: velocità di prova di 0.4 mm/s. Test 2: velocità di prova di 4 mm/s.

Tabella 6.2. Forza massima per i test 1 (velocità di prova 0.4 mm/s), test 2 (velocità di prova 4 mm/s)

Test	Forza massima (kN)
1	1165
2	438

Dal confronto delle curve forza - corsa per i due test si evince che nel test 1 (prova a maggiore tempo di contatto) il picco di forza è molto maggiore, arrivando alla capacità massima della pressa. Pertanto non è possibile raggiungere la deformazione richiesta. Tale aumento di forza è imputabile primariamente al raffreddamento della billetta, che avendo dimensioni limitate possiede anche una ridotta inerzia termica: in ambito industriale si opera su billette di dimensioni molto maggiori e con maggiore inerzia termica, per cui il raffreddamento della billetta durante la prova non giocherà un ruolo preponderante nell'aumento della forza di forgiatura a caldo richiesta. Un effetto secondario sull'aumento della forza di forgiatura per il test 1 a maggiore tempo di contatto rispetto al test 2 è imputabile al tipo di lubrificante utilizzato. I lubrificanti a base grafite, con l'aumento dei tempi di contatto billetta - stampo, si degradano anche a temperature più basse, aumentando notevolmente l'attrito alle interfacce [14].

Dati i limiti del tonnellaggio della macchina, si sceglie come velocità di prova 4mm/s e una deformazione di $\varepsilon = 0.72$. Queste variabili vengono mantenute costanti in tutti i test.

6.2 Prove di attrito

La prima parte della campagna prove è stata condotta sui lubrificanti:

- 1) B-TECH FORGE 16, lubrificante a base grafite in soluzione al 30% con acqua;
- 2) B-TECH FORGE 12 diluizione al 30% con acqua;
- 3) PROVA 57, diluizione al 60% con acqua;
- 4) PROVA 63, diluizione al 60% con acqua;
- 5) PROVA 65, diluizione al 60% con acqua;
- 6) PROVA 46/P, lubrificante solido a base vetrosa;
- 7) PROVA 78, lubrificante vetroso disciolto in soluzione acquosa;

Per ciascun lubrificante vengono effettuate tre prove, il cui output sono i tre grafici forza-corsa mostrati in Figura 6.4. La curva ha una buona ripetibilità sia per ciascuno dei tre test effettuati col lubrificante B-TECH FORGE 16, sia i test con gli altri lubrificanti. Pertanto, come termine di paragone delle prestazioni, è stato scelto solo il valore di picco della forza di forgiatura a caldo.

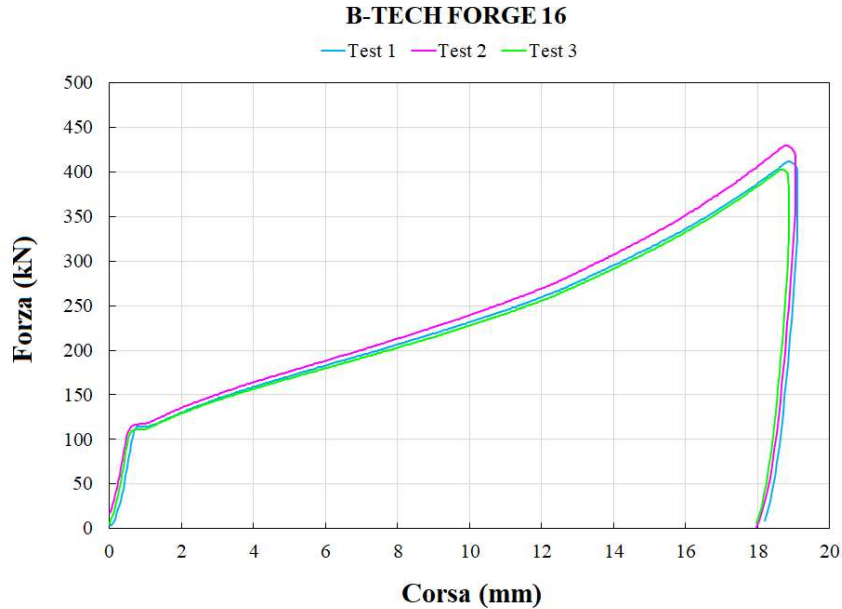


Figura 6.4. Grafico forza-corsa per i tre test relativi al lubrificante a base grafite B-TECH FORGE 16.

Le forze massime corrispondenti a ciascun lubrificante (con le relative deviazioni standard calcolate su 3 test) vengono riportate in Figura 6.5.

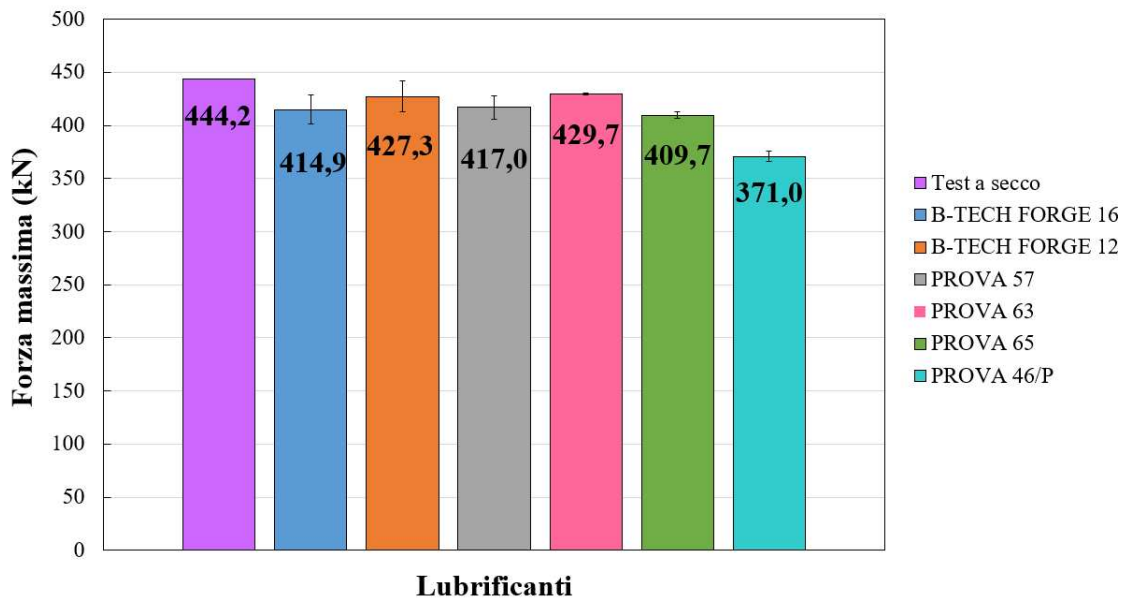


Figura 6.5. Confronto delle forze massime di forgiatura per i lubrificanti della prima campagna prove.

Poiché le misurazioni della forza massima hanno valore puramente comparativo, si considera come lubrificante di riferimento il B-TECH FORGE 16 in quanto i lubrificanti a base grafite sono quelli di uso più comune per queste applicazioni. In merito alla forza massima registrata, si constata che:

- la condizione a secco comporta un aumento del 7% della forza massima di forgiatura, rispetto al lubrificante di riferimento B-TECH FORGE 16;
- il lubrificante B-TECH FORGE 12 comporta un aumento del 3%;
- il lubrificante PROVA 57 comporta un aumento dello 0.5%;
- il lubrificante PROVA 63 comporta un aumento del 3.6%;
- il lubrificante PROVA 65 comporta una riduzione del 1.2%;
- Il lubrificante solido a base vetrosa PROVA 46/p comporta una riduzione dell'11%;

I lubrificanti che hanno effetti di riduzione dei carichi richiesti per la forgiatura sono il PROVA 65 e, in misura maggiore, il lubrificante solido PROVA 46/p. Si precisa che il valore di forza media relativo al lubrificante PROVA 46/P rappresenta la media di:

- una prova svolta con il metodo di deposizione che prevede di preriscaldare gli stampi a 1120°C per 5 minuti e successivamente pressarli su uno spesso strato di polvere lubrificante;
- una seconda prova in cui il lubrificante è stato applicato direttamente sulla billetta preriscaldata a 1120°C per 13 minuti, poi pressata sullo strato di polvere;
- una terza prova in cui il metodo di deposizione è mediante sospensione del solido in soluzione acquosa e applicazione a freddo del lubrificante direttamente sugli stampi.

È stato possibile mediare i risultati dei tre metodi di deposizione diversi in quanto gli andamenti e i valori massimi delle curve forza - corsa sono risultati confrontabili (la deviazione standard sulla forza massima di forgiatura è pari a 4.5).

Nonostante il grande beneficio in termini di riduzione di forza di stampaggio a caldo del lubrificante solido PROVA 46/p, esso presenta il limite di non avere un metodo di deposizione effettivamente applicabile in ambito industriale. Per superare questo limite nella seconda campagna prove è stato testato un altro lubrificante a base vetrosa derivato dal PROVA 46/p. Il nuovo lubrificante PROVA 78 è in fase liquida allo scopo di renderne facile e ripetibile la deposizione anche in ambito industriale.

Formulazioni alternative a quelle dei lubrificanti a base grafite o vetrosa (nei lubrificanti B-TECH FORGE 12, PROVA 57 e PROVA 63) hanno fatto registrare un aumento della forza massima di forgiatura rispetto al lubrificante di riferimento a base grafite B-TECH FORGE 16.

Dal confronto si evince che i lubrificanti che implementano formulazioni diverse da quelli a base grafite o vetrose hanno delle prestazioni più scarse e comunque molto simili tra loro: occorrono molti studi per trovare formulazioni alternative che permettano di decrementare le forze di forgiatura a caldo richieste per materiali alto resistentziali quali le superleghe studiate in questo lavoro.

Oltre alle prestazioni intrinseche del lubrificante, in ambito industriale non è di secondaria importanza la sicurezza degli operatori: se la formulazione a base di grafite non presenta particolari rischi per la sicurezza e la salute, lo stesso non si può affermare per il lubrificante B-TECH FORGE 12, che ha la tendenza ad infiammarsi quando si trova a contatto con le superfici calde degli stampi. Pertanto tale caratteristica, oltre alle ridotte prestazioni, non lo rende un buon candidato per l'esecuzione di questo tipo di processi.

Per avere ulteriori informazioni in merito all'attrito sviluppato durante il processo viene anche indagato il diametro equatoriale della billetta deformata, che è il principale indicatore dell'avvenuto fenomeno del *barrelling* durante la compressione in stampo piano di una billetta cilindrica.

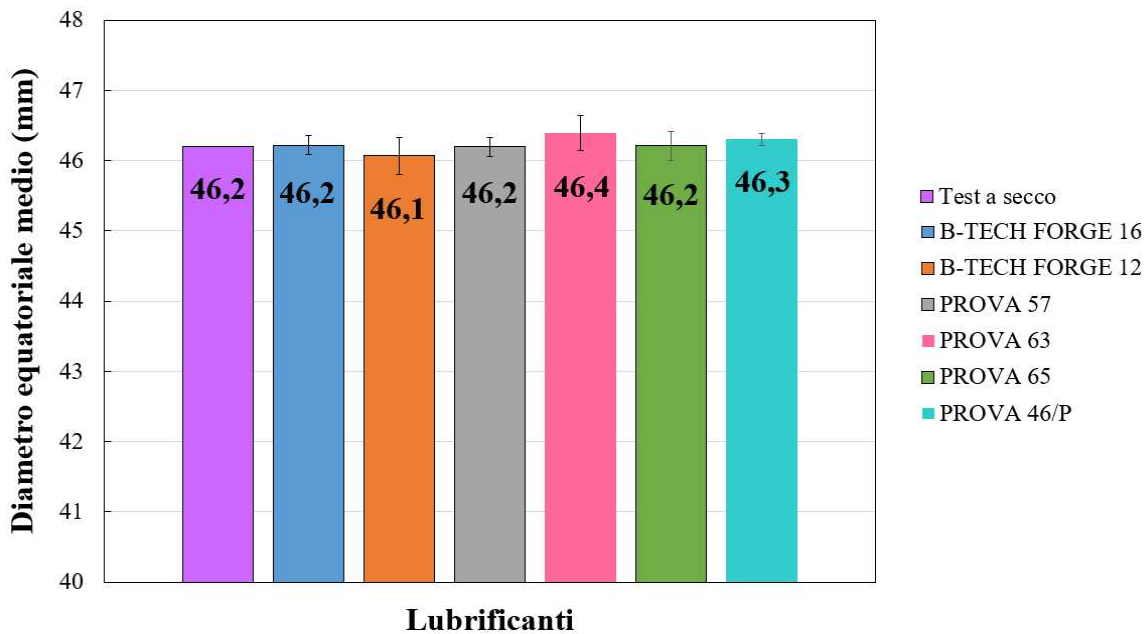


Figura 6.6. Confronto del diametro equatoriale della billetta compressa in stampo aperto con diversi lubrificanti.

In merito alla dimensione del diametro medio equatoriale, si constata che:

- il test a secco non comporta alcuna variazione percentuale del diametro medio rispetto a quanto ottenuto durante le prove di compressione con il lubrificante di riferimento B-TECH FORGE 16;
- Il lubrificante B-TECH FORGE 12 comporta una riduzione dello 0.3%;
- Il lubrificante PROVA 57 non comporta alcuna riduzione;
- Il lubrificante PROVA 63 comporta una riduzione dello 0.2%;
- Il lubrificante PROVA 65 comporta una riduzione dello 0.2%;

- Il lubrificante PROVA 46/p comporta una riduzione del 0.1% rispetto al B-TECH FORGE 16;
Il confronto del *barrelling* non mostra differenze sostanziali tra i lubrificanti.

Nella seconda campagna prove sono stati presi in esame solo i lubrificanti che si sono rivelati più prestazionali durante le prime prove, quindi vengono esclusi il B-TECH FORGE 12, il PROVA 57 e il lubrificante PROVA 63. Il nuovo lubrificante testato in questa fase è il PROVA 78, lubrificante a base vetrosa in forma liquida (in modo da superare i problemi di deposizione del lubrificante solido vetroso PROVA 46/p, ma conservandone le prestazioni).

Le figure successive (Figure 6.7, 6.8) mostrano il confronto tra le forze massime di forgiatura e il *barrelling* della sezione equatoriale ottenuti nelle varie prove. Per quanto riguarda i lubrificanti PROVA 65, PROVA 78 e PROVA 46/P, i dati vengono presentati in ordine crescente di concentrazione della componente vetrosa.

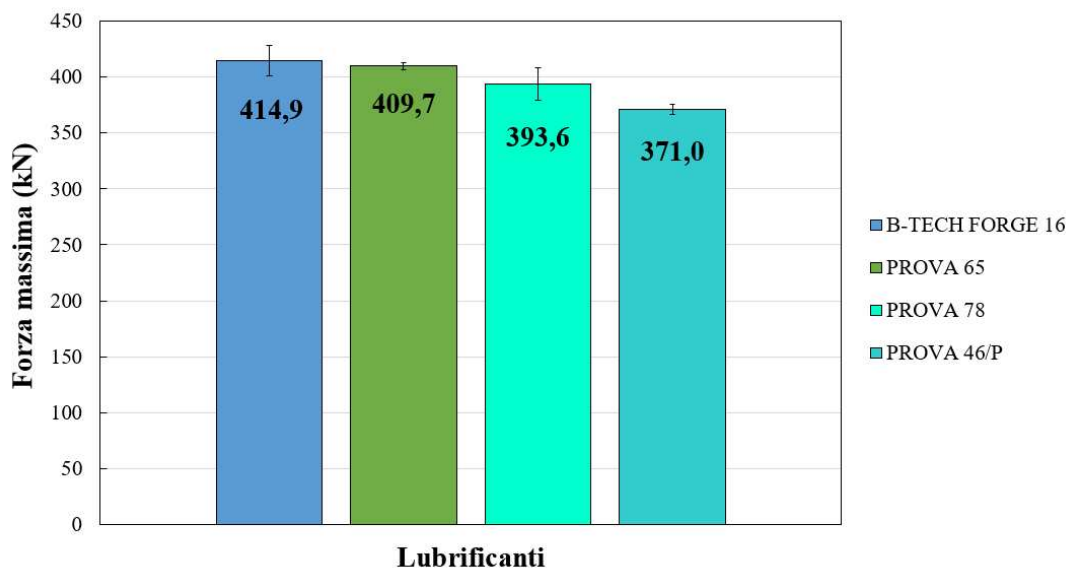


Figura 6.7. Confronto delle forze massime del processo per i lubrificanti più prestazionali.

In merito alla forza massima registrata, si constata che:

- il lubrificante PROVA 65 comporta una riduzione del 1.2% rispetto al B-TECH FORGE 16;
- Il lubrificante PROVA 78 comporta una riduzione del 5.5%;
- Il lubrificante 46/p comporta una riduzione dell'11%.

La riduzione di forza appare compatibile con la presenza di una maggiore concentrazione di fase vetrosa nel lubrificante PROVA 78 rispetto al PROVA 65.

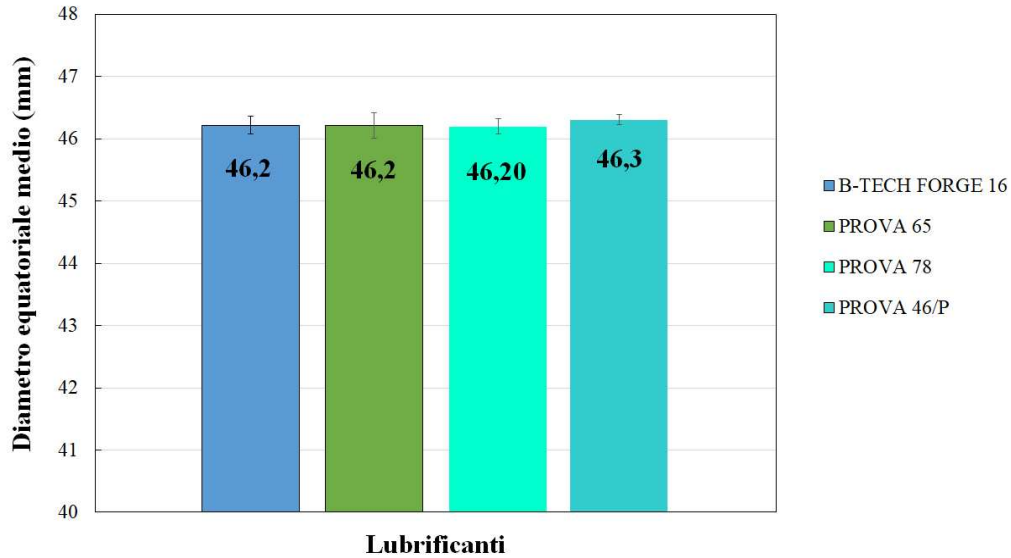


Figura 6.8. Confronto dei diametri equatoriali della billetta forgiata con i lubrificanti più prestazionali.

Le ultime prove prevedono l'utilizzo del tessuto isolante "RETINA" coadiuvato dai lubrificanti B-TECH FORGE 16 e PROVA 78.

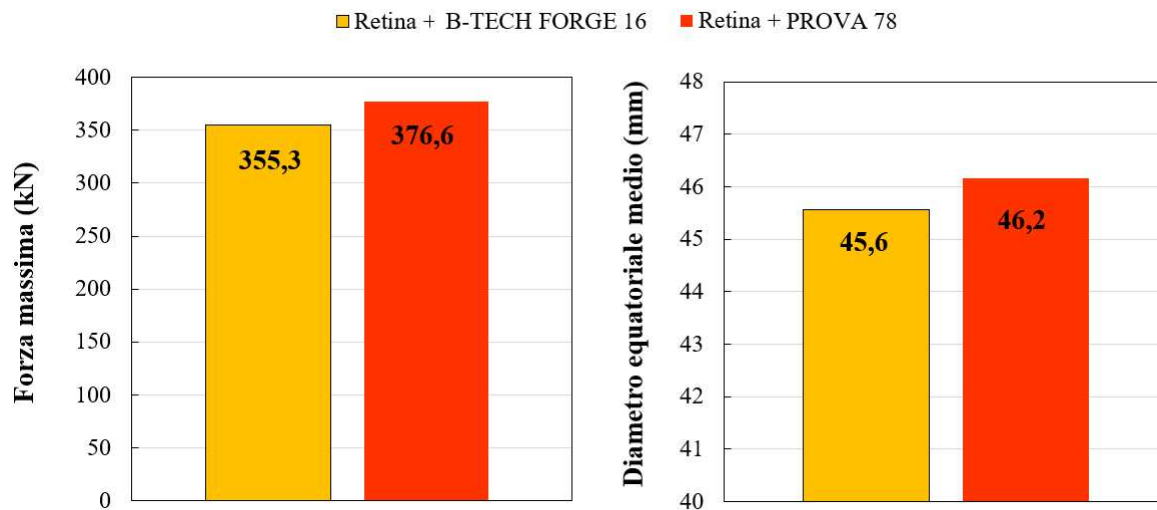


Figura 6.9. Confronto delle forze massime e del diametro equatoriale per le prove svolte utilizzando i lubrificanti B-TECH FORGE 16, PROVA 78 assieme al tessuto isolante.

La combinazione RETINA + PROVA 78 comporta un aumento del 6% dei carichi massimi di forgiatura rispetto alla RETINA + B-TECH FORGE 16: ciò è imputabile al fatto che la funzione primaria dei lubrificanti a base vetrosa è quella di limitare il raffreddamento della billetta quando entra in contatto con gli stampi, limitando di conseguenza il carico massimo di forgiatura. Nelle prove con il tessuto

isolante l'effetto di barriera termica viene già svolto dal tessuto, pertanto la configurazione più prestazionale è data dalla combinazione con il lubrificante a base grafite B-TECH FORGE 16 che ha come effetto preponderante l'abbassamento del coefficiente di attrito grazie alla particolare struttura della grafite.

Considerando il solo lubrificante B-TECH FORGE 16 nelle configurazioni con e senza tessuto isolante, si nota un abbassamento delle forze di forgiatura del 14.3% quando esso viene utilizzato assieme allo strato di isolante termico:

- la forza massima di forgiatura utilizzando solo il lubrificante a base grafite è pari a 414.9 kN;
- la forza massima di forgiatura per la combinazione grafite e isolante è di 355.3 kN.

L'utilizzo dello strato isolante permette una minore degradazione della grafite alle alte temperature, consentendo di mantenere basso il coefficiente di attrito associato al lubrificante.

Capitolo 7

Risultati delle prove di ricristallizzazione

Nel presente capitolo si riportano i risultati delle prove di compressione effettuate nel simulatore termomeccanico *Gleeble 3800* che hanno permesso di osservare i tre tipi di ricristallizzazione dinamica, statica e meta-dinamica. Per completezza vengono mostrate anche le micrografie su cui sono state condotte le indagini.

7.1 Ricristallizzazione dinamica, DRX

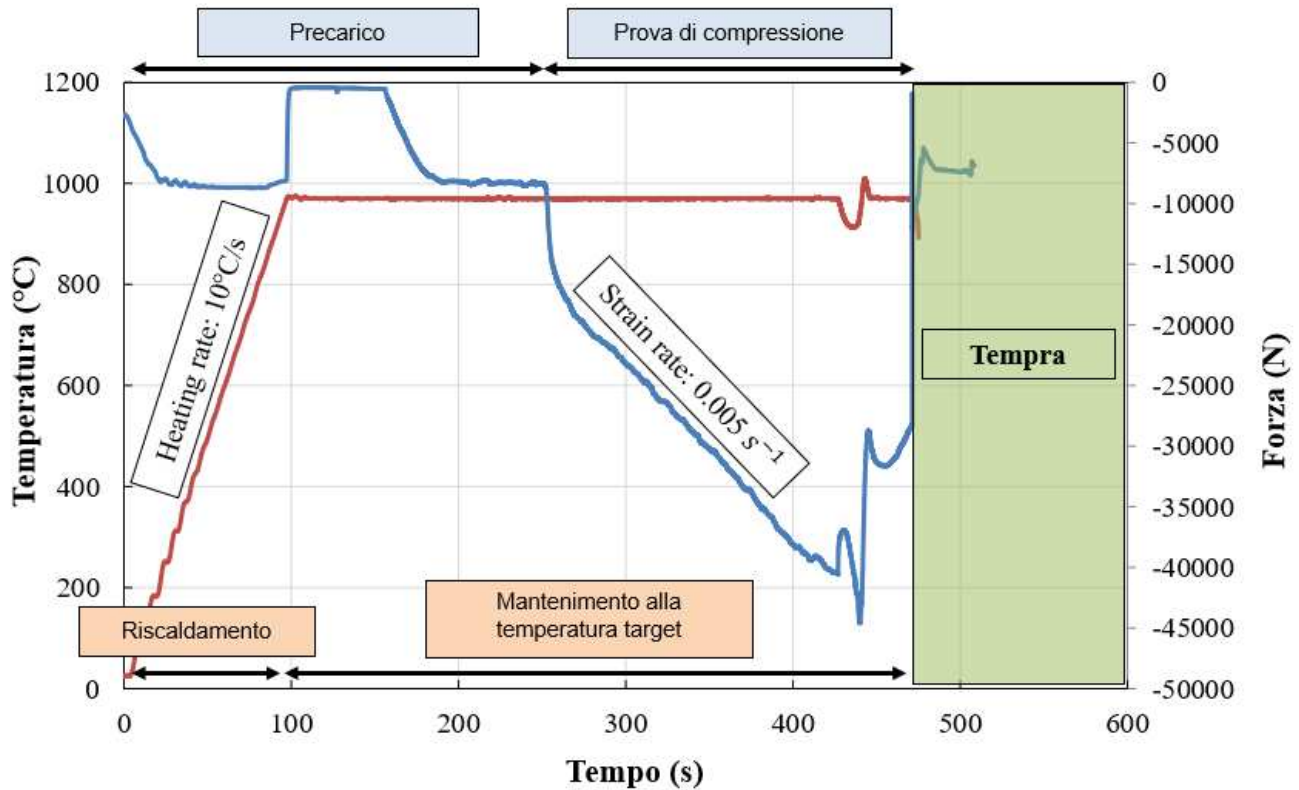
La ricristallizzazione dinamica è stata studiata per le temperature di 950°C e 970°C. Per ciascuna di queste temperature vengono svolte delle prove di compressione a caldo con tempra finale. In tutte le prove la velocità di deformazione è fissata a $\dot{\epsilon} = 0.005 \text{ s}^{-1}$.

In Figura 7.1 viene riportato lo schema di una prova di esempio, in cui in rosso si indica la temperatura registrata dalla termocoppia e in blu il carico applicato durante tutte le fasi della prova e misurato dalla cella di carico della *Gleeble 3800*. Effettuando la rielaborazione delle curve di forza applicate dalla macchina e dei corrispondenti spostamenti delle ganasce si ottengono le curve tensione-deformazione a caldo riportate in Figura 7.2.

A caldo si osserva un valore di picco non presente nelle curve di deformazione a freddo che è indicativo dell'incipiente fenomeno della ricristallizzazione dinamica. Per deformazioni superiori alla $\epsilon_{critica}$ corrispondente alla tensione massima è richiesta una tensione minore per continuare a deformare. Infatti, a causa della ricristallizzazione aumenta la duttilità a scapito della durezza e della resistenza, pertanto la forza applicata in grado di produrre deformazione diminuisce. La deformazione critica in corrispondenza del valore di picco della tensione diminuisce all'aumentare della temperatura. Da prove sperimentali di compressione condotte sulla lega IN706 sono stati ricavati i valori per la deformazione critica riportati in Tabella 7.1.

Tabella 7.1. Valori delle deformazioni critiche per le temperature di 950°C e 970°C.

Temperatura	Deformazione critica, $\varepsilon_{critica}$	Dev. std.
950°C	0.24	0.03
970°C	0.23	0.03

**Figura 7.1.** Prova di compressione a caldo con tempra in acqua. Il grafico mostra l'andamento della temperatura misurata dalla termocoppia e l'andamento della forza di compressione misurata dalla cella di carico.

Le curve tensione - deformazione per le due temperature di 950°C e 970°C plottate per i test 3 e 4 corrispondenti alla deformazione finale $\varepsilon=1$ sono riportate in Figura 7.2.

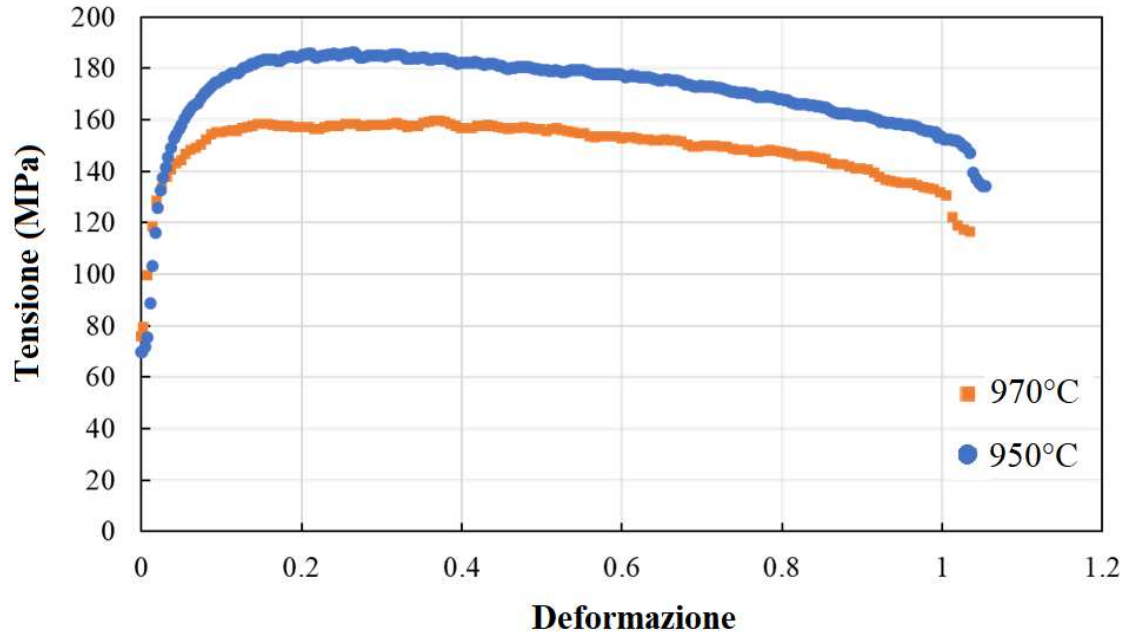


Figura 7.2. Curve tensione-deformazione per i test di compressione a caldo eseguiti alle temperature di 950°C e 970°C.

Per osservare il progredire della ricristallizzazione dinamica al variare della deformazione le prove di compressione vengono interrotte a valori crescenti di deformazione da $\varepsilon = 0.3$ a $\varepsilon = 1$. Ciascun campione ottenuto viene osservato al microscopio ottico con i due ingrandimenti 100x e 200x. Le micrografie su cui vengono condotte le misurazioni della dimensione di grano secondo la normativa ASTM E112-13(2021) sono riportate nella Figura 7.3 per la temperatura di 950°C e nella Figura 7.4 per la temperatura di 970°C. A scopo illustrativo vengono mostrate solo le micrografie con ingrandimento 100x. L'ingrandimento a 200x è stato utilizzato solo per studiare le porzioni del campione che presentano una maggiore frazione di ricristallizzato.

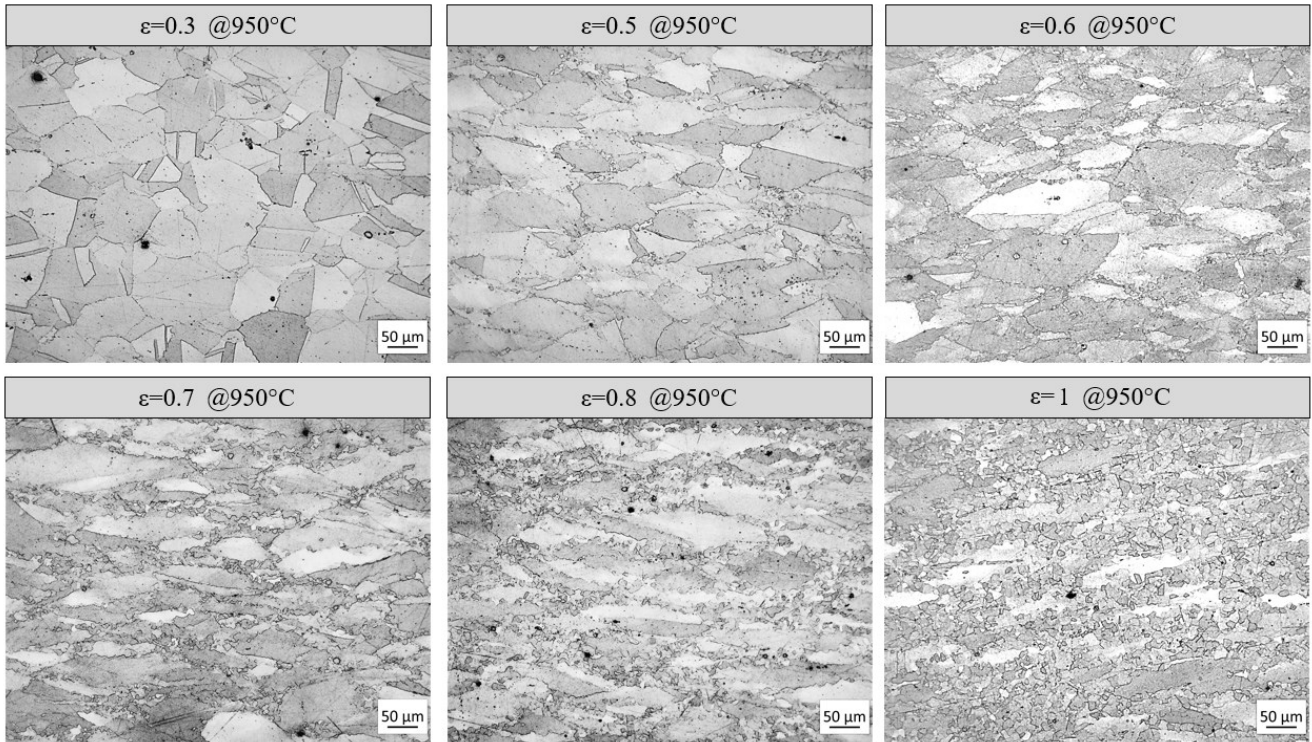


Figura 7.3. Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione crescente alla temperatura di 950°C. Ingrandimento 100x.

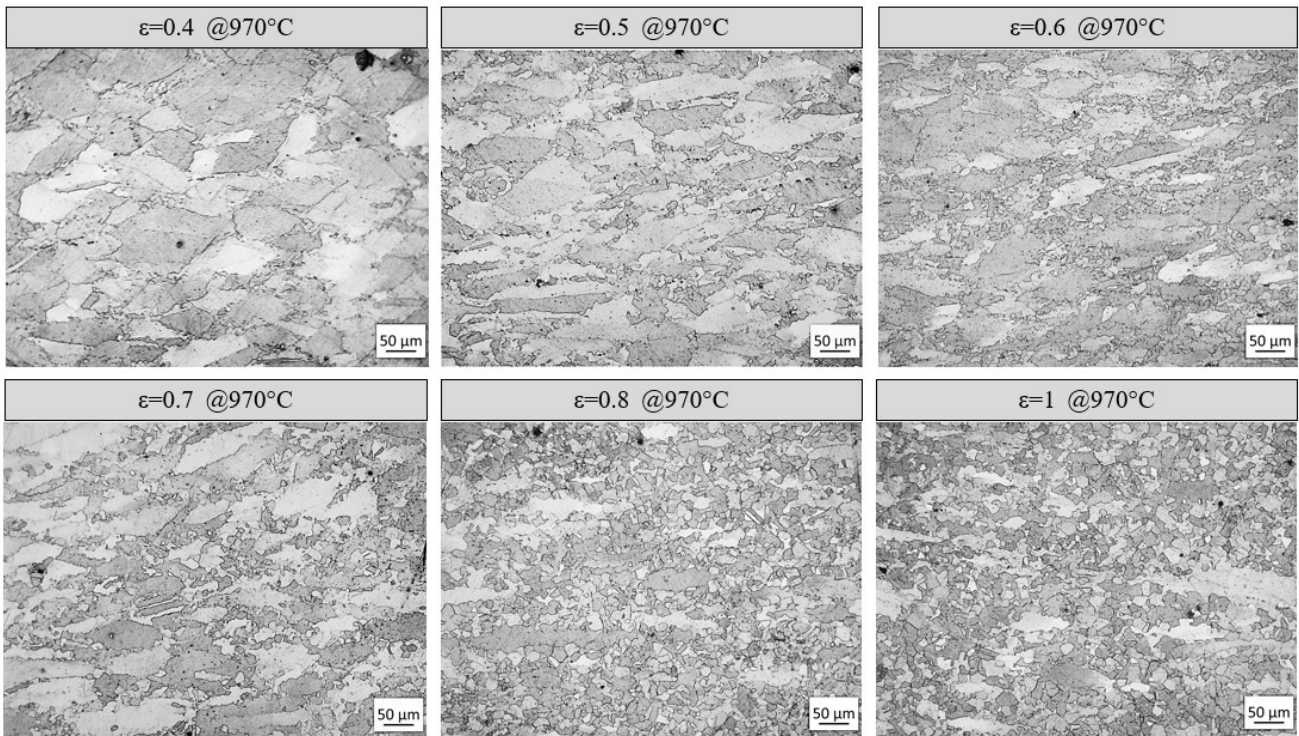


Figura 7.4. Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione crescente alla temperatura di 970°C. Ingrandimento 100x.

7.1.1 Calcolo della dimensione massima di grano ricristallizzato alla temperatura di 950°C

Il campione di riferimento per le osservazioni microstrutturali alla temperatura di 950°C è quello sottoposto a deformazione $\varepsilon = 0.3$. In Tabella 7.2 sono riportate le dimensioni del grano del campione in esame. La dimensione di grano di soglia scelta per distinguere i grani ricristallizzati da quelli non ricristallizzati, calcolata con la (5.2), è 17.0258 μm . Per la corretta valutazione della ricristallizzazione dinamica utilizzando il criterio illustrato nel paragrafo § 5.3 occorre garantire che la dimensione di grano indeformato del campione “*as built*” sia significativamente più grande della dimensione del grano ricristallizzato [1]. I calcoli delle dimensioni di grano del campione “*as built*” sono riportati in Tabella 7.3. La dimensione media del grano non ricristallizzato è di circa 97 μm , molto maggiore della dimensione massima del grano da considerarsi ricristallizzato (pari a circa 17 μm).

Con questo criterio, per la deformazione $\varepsilon = 0.3$ a 950°C, la frazione di grano ricristallizzato è del 10.3% (dev. std. 1.6). Il calcolo delle frazioni di ricristallizzato per i campioni sottoposti a deformazioni di valore crescente, alla temperatura di 950°C, viene svolto considerando lo stesso valore di soglia di 17.0258 μm .

Tabella 7.2. Risultati delle misure effettuate sul campione di IN706 sottoposto a deformazione 0.3 alla temperatura di 950°C.

Dimensione di grano (μm)				
	Micrografia 1	Micrografia 2	Micrografia 3	MEDIA
min	10.3050	56.2150	7.0214	24.5138
max	242.9100	205.1800	143.2400	197.1100
mean	63.1430	57.8888	55.3283	58.7867
median	53.7345	45.6750	44.9370	48.1155
std	49.1441	40.8161	35.3224	41.7609

Tabella 7.3. Risultato delle misure effettuate sul campione di Inconel 706 nella condizione "as built".

Dimensione di grano (μm)				
	Micrografia 1	Micrografia 2	Micrografia 3	MEDIA
min	5.6976	29.0985	18.4781	17.7578
max	290.5802	232.7863	240.2154	254.5233
mean	98.7646	92.4899	100.9581	97.4042
median	83.3271	81.2857	95.5768	86.7293
std	67.1055	42.2308	60.2757	56.5373

7.1.2 Calcolo della dimensione massima di grano ricristallizzato alla temperatura di 950°C

Seguendo una procedura analoga a quella descritta nel paragrafo § 7.1.1, il valore di soglia del grano ricristallizzato per le curve a 970°C è 39.0532 μm . Anche in questo caso il valore della dimensione massima del grano da considerare ricristallizzata è ben al di sotto della dimensione di grano medio del campione indeformato (di circa 97 μm). Pertanto la scelta del valore di soglia è sensata.

7.1.3 Curve di ricristallizzazione dinamica alle temperature di 950°C e 970°C

Già dalla semplice osservazione delle microstrutture al microscopio ottico, prima ancora di effettuare misure sul grano cristallino, è evidente il fenomeno della ricristallizzazione dinamica. I nuovi grani ricristallizzati dinamicamente nella lega IN706 nucleano preferibilmente al bordo di grano: nei materiali che possiedono bassa energia di impilaggio (*low stacking fault energy*) i grani ricristallizzati si originano dal rigonfiamento dei bordi di grano [21]. Questo meccanismo di ricristallizzazione, noto come “meccanismo a collana”, deve il suo nome proprio all’apparenza visiva del fenomeno [22].

La schematizzazione del processo di ricristallizzazione dinamica per una superlega a base nichel viene mostrata in Figura 7.5.

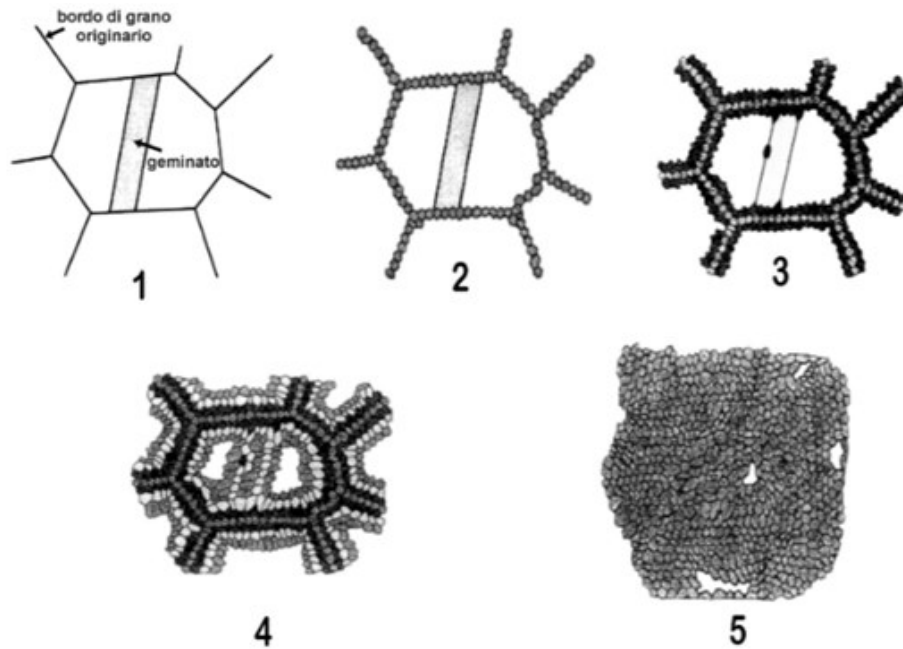


Figura 7.5. Evoluzione della ricristallizzazione dinamica secondo il processo a collana. I nuovi grani iniziano a crescere lungo i bordi dei grani originali, formando una collana di nuovi grani. [22]

Effettuando le misure in MATLAB mediante il tool *linecut* e calcolando le curve cumulative per ciascun tasso di deformazione nelle due temperature di 950°C e 970°C, si ottengono i valori di frazione di ricristallizzato mostrati nella Tabella 7.4.

Tabella 7.4. Risultati dei calcoli di ricristallizzazione dinamica.

Ricristallizzazione dinamica, DRX					
T=950°C			T=970°C		
ϵ	% ricristallizzato	Dev. std.	ϵ	% ricristallizzato	Dev. std.
0.3	10	2	0.4	41	7
0.5	13	2	0.5	66	6
0.6	50	7	0.6	75	3
0.7	58	2	0.7	84	6
0.8	75	4	0.8	91	6
1	84	4	1	95	4

A partire dalle percentuali di ricristallizzazione precedenti vengono ricavate le due curve di ricristallizzazione dinamica di forma sigmoideale, secondo quanto previsto dalla legge di Avrami (2.9) per la ricristallizzazione dinamica.

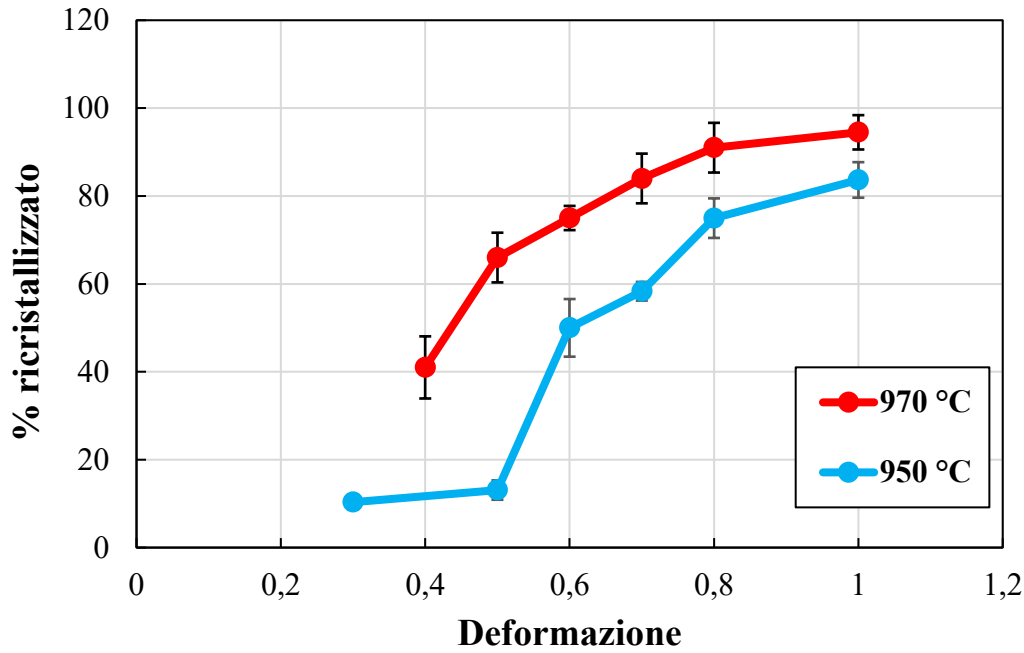


Figura 7.6. Curve di ricristallizzazione dinamica per le temperature di 970°C e 950°C.

La curva di ricristallizzazione a 950°C raggiunge una percentuale di ricristallizzazione massima dell'84% per $\varepsilon = 1$, mentre a temperatura maggiore è possibile arrivare al 95%. Nonostante la non completa ricristallizzazione per i tassi di deformazione imposti, è idealmente possibile ottenere una frazione di ricristallizzato pari al 100% aumentando la deformazione. Il trend generale osservato in queste prove è riassumibile come segue:

- 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.

7.2 Ricristallizzazione statica, SRX

L'osservazione della ricristallizzazione statica ha richiesto un maggior numero di prove a causa della difficoltà di stabilire una deformazione critica per innescare il fenomeno nella lega IN706. Le prime prove (15 - 24) prevedono un valore di deformazione di $\varepsilon = 0.15$ per entrambe le temperature di 950°C e 970°C e una durata del trattamento termico di ricottura crescente da 60 secondi a un'ora. In questi casi non è stata riscontrata alcuna ricristallizzazione statica in quanto il valore di deformazione era troppo basso (inferiore ai valori di soglia di $\varepsilon = 0.24$ per $T=950^\circ\text{C}$ e $\varepsilon=0.23$ per $T=970^\circ\text{C}$). In Figura 7.7 sono mostrate le micrografie ottenute al microscopio ottico con ingrandimento 100x relative alle prove con deformazione $\varepsilon = 0.15$ e tempi di ricottura da 60 a 600 secondi, per le due temperature di prova di 950°C e 970°C.

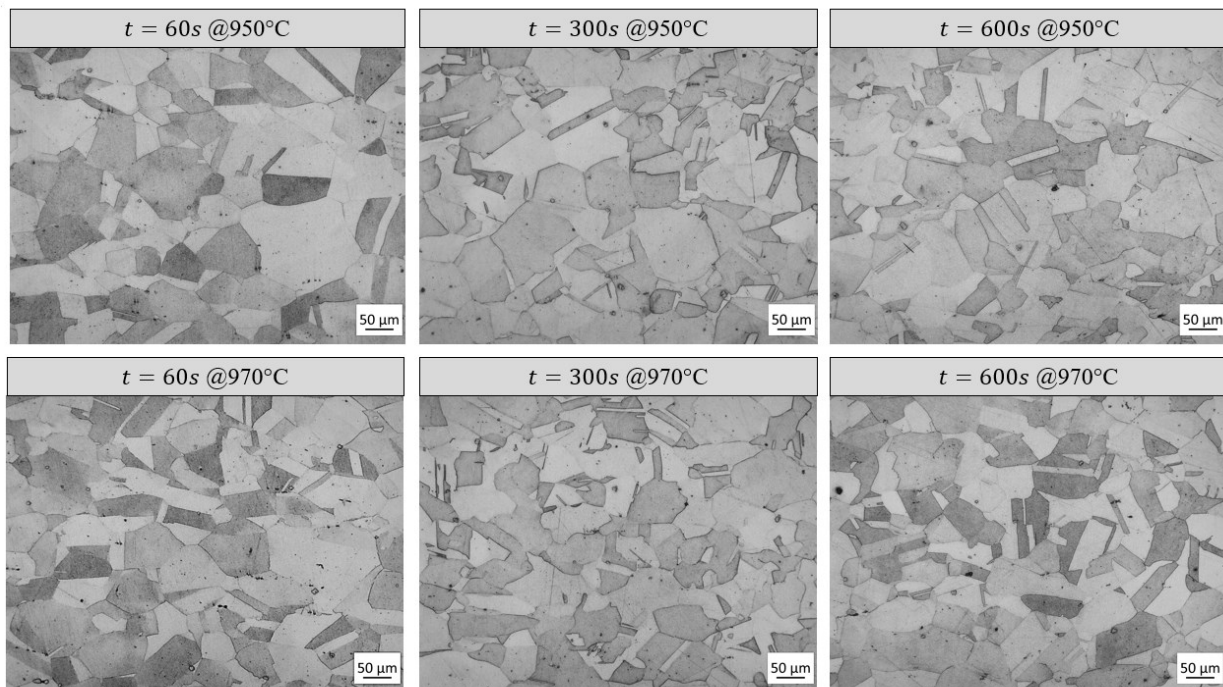


Figura 7.7. Micrografie dei campioni sottoposti a una deformazione di 0.15 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C e a 970°C, per tempi da 60 secondi a 600 secondi. Ingrandimento 100x.

Dalle osservazioni al microscopio ottico non è stato rilevato alcun effetto di ricristallizzazione statica, pertanto non sono state effettuate misure della grana ricristallizzata. Infatti, quando la grana cristallina ha dimensioni piuttosto grandi e sono presenti geminati di deformazione non riassetati si può concludere che non è in atto alcun fenomeno di ricristallizzazione. Si è provato, a parità di deformazione e

temperatura, ad aumentare il tempo di ricottura a 30 e 60 minuti per entrambe le temperature ma anche in questo caso non è stata osservata ricristallizzazione statica, bensì solo la crescita del grano cristallino.

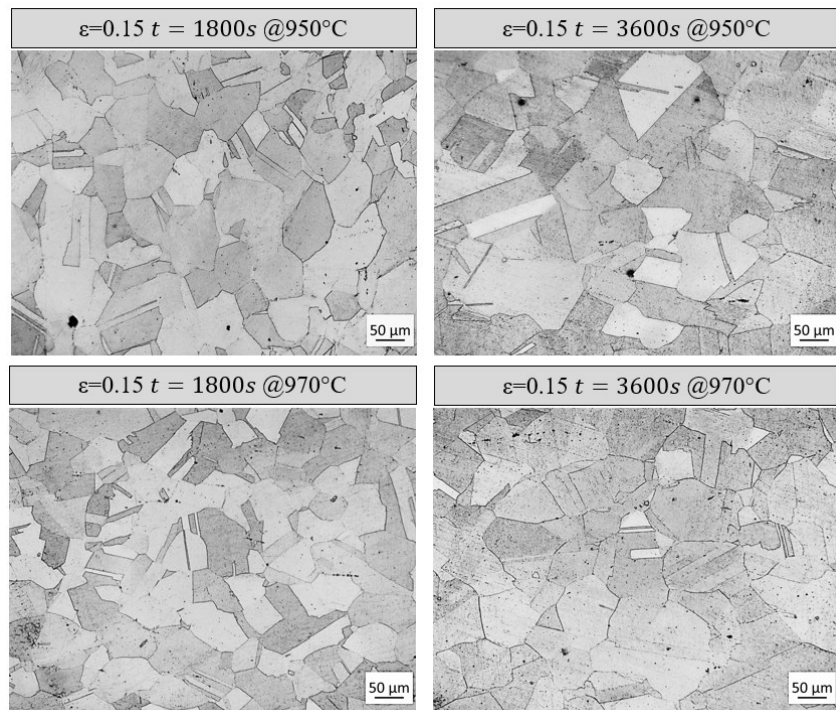


Figura 7.8. Micrografie dei campioni sottoposti a una deformazione di 0.15 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C e a 970°C, per tempi di 30 e 60 minuti. Ingrandimento 100x.

Anche se non è stata osservata la ricristallizzazione per la condizione $\varepsilon = 0.15$ alle temperature di 950°C e 970°C, queste prime osservazioni sono state la base di partenza per la ricerca della causa della mancata ricristallizzazione statica.

Volendo osservare la ricristallizzazione statica per una temperatura di 950°C (parametro fissato), è stato modificato l'altro parametro di processo che ha un pesante impatto sulla ricristallizzazione, ossia il tasso di deformazione imposto. Nei test 25 - 26 e 27 - 28 è stata effettuata una deformazione maggiore, pari rispettivamente a $\varepsilon = 0.2, 0.25$. Tuttavia, anche in questo caso non è stata osservata ricristallizzazione statica, ma i bordi di grano presentano alcuni rigonfiamenti indicativi dell'inizio del fenomeno di ricristallizzazione statica.

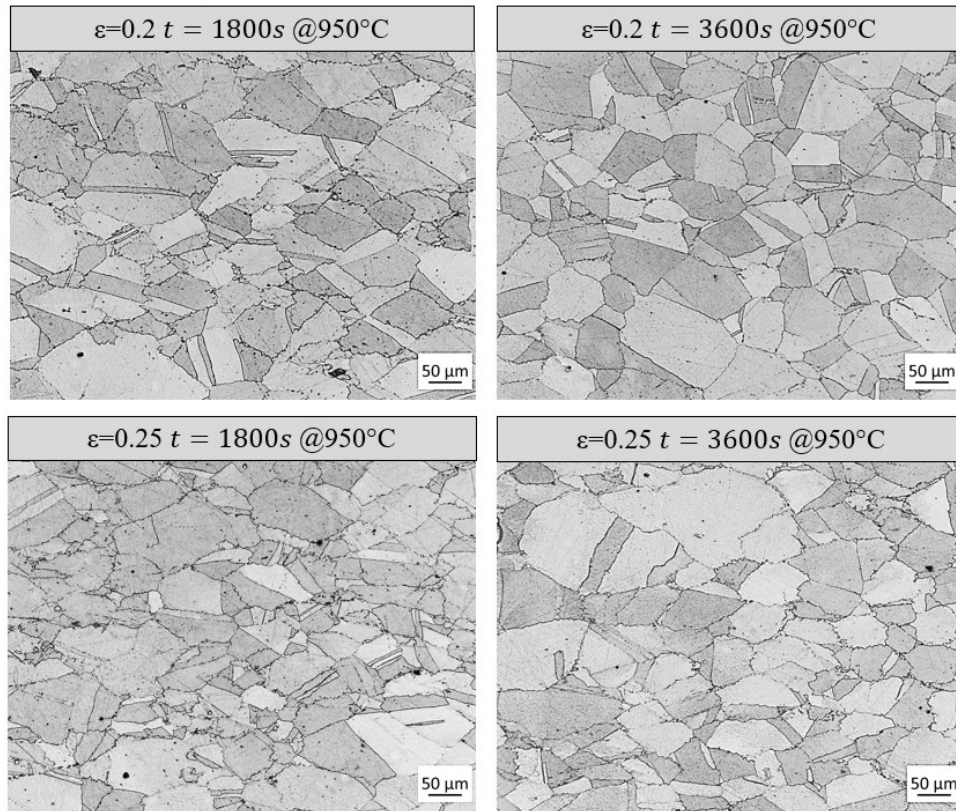


Figura 7.9. Micrografie dei campioni sottoposti a deformazioni di 0.20 e 0.25 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per tempi di 30 e 60 minuti. Ingrandimento 100x.

Viene aumentata ulteriormente la deformazione imposta a un valore di $\epsilon = 0.3$, maggiore del valore di deformazione critica per la temperatura di 950°C (pari a $\epsilon_{critica} = 0.24 \pm 0.03$). Questa volta è possibile notare i cambi nella microstruttura a causa del fenomeno di ricristallizzazione statica. Nelle Figure 7.10 - 7.14 vengono mostrate le osservazioni microstrutturali corrispondenti alla deformazione di $\epsilon = 0.3$ e ai tempi di ricottura di 30, 60 minuti e 2, 3 ore (alla temperatura costante di 950°C).

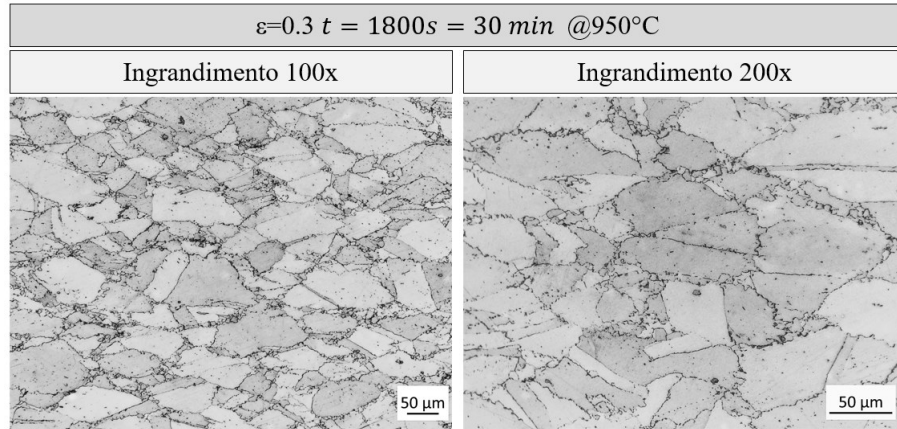


Figura 7.10. *Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 30 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.*

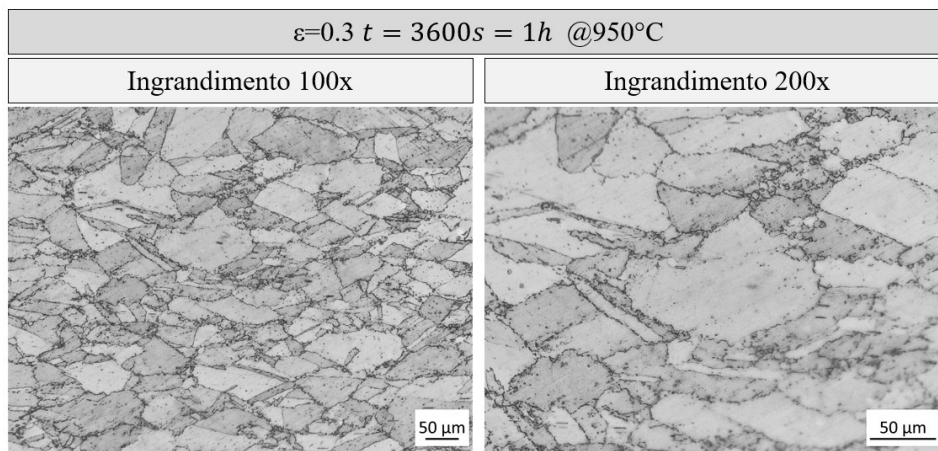


Figura 7.11. *Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 60 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.*

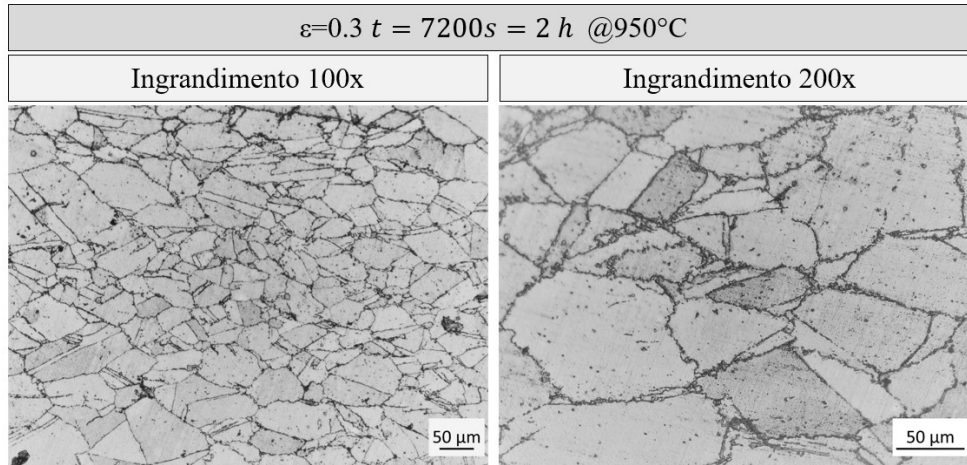


Figura 7.12. Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 120 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.

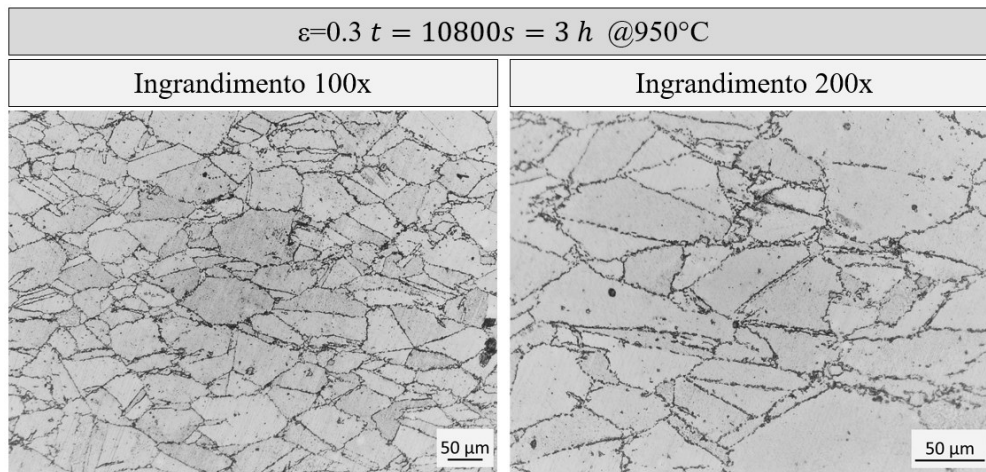


Figura 7.13. Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 950°C per 180 minuti. Ingrandimenti di 100x e 200x.

Già per tempi di ricottura di 30 minuti è possibile notare i primi grani ricristallizzati a bordo grano che indicano l'inizio della ricristallizzazione statica. Le prime valutazioni di ricristallizzazione statica vengono svolte sulle micrografie ottenute al microscopio ottico. Tuttavia per ottenere risultati più accurati bisogna avvalersi di ulteriori strumenti, ossia il microscopio a scansione elettronica (SEM) ed il durometro per effettuare delle prove di microdurezza. Data l'entità limitata della ricristallizzazione statica rispetto a quella dinamica, il fenomeno è stato indagato usando approcci alternativi a quello mostrato precedentemente, che utilizzava le sole osservazioni al microscopio ottico a ingrandimenti di 100 e 200x e in cui le misure della dimensione di grano e le curve di distribuzione cumulativa delle dimensioni di

grano erano ottenute in Matlab. Utilizzando il microscopio SEM è possibile misurare “direttamente” le dimensioni dei grani più piccoli che non erano osservabili al microscopio ottico, come mostrato nelle Figure 7.14 – 7.17.

- $\varepsilon = 0.3$, tempo di ricottura 30 min (950°C).

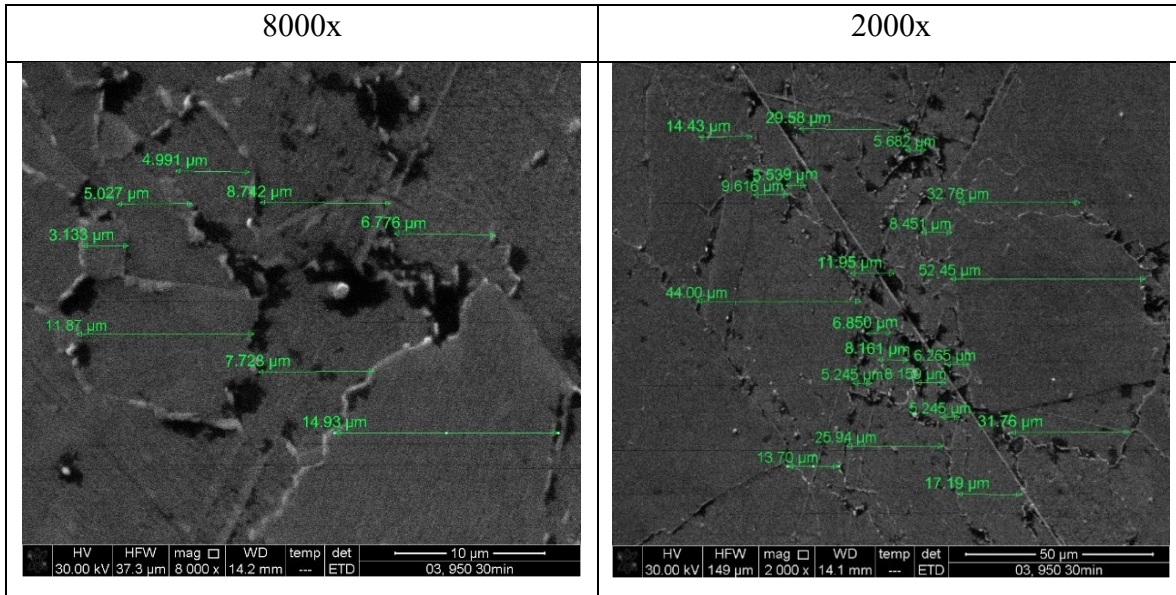


Figura 7.14. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 30 minuti.

- $\varepsilon = 0.3$, tempo di ricottura 60 min (950°C).

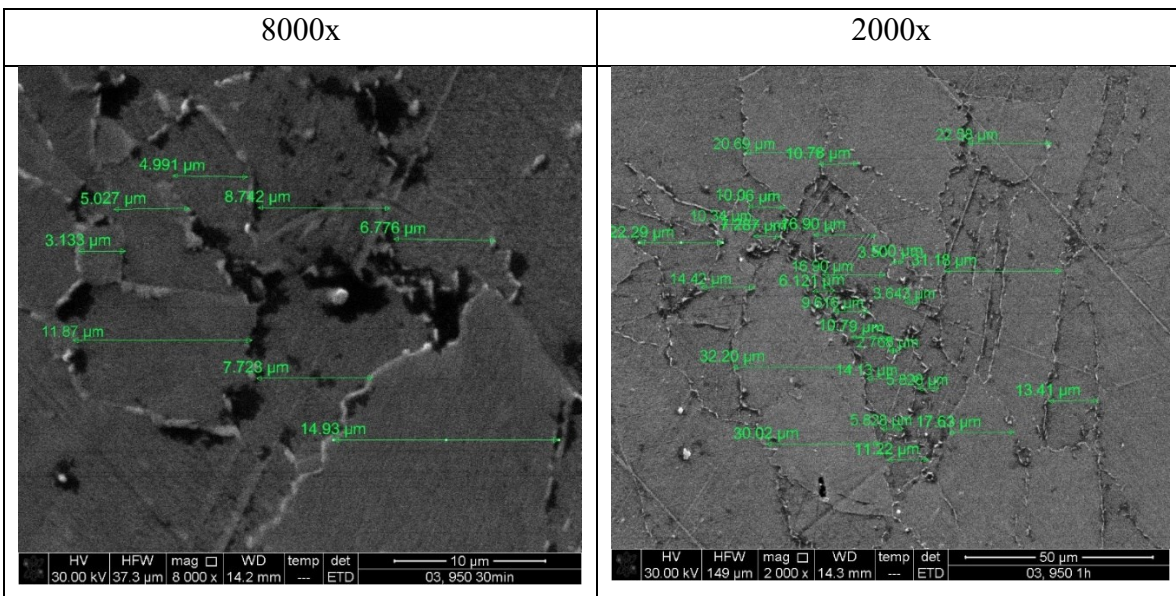


Figura 7.15. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 60 minuti.

- $\varepsilon = 0.3$, tempo di ricottura 120 min (950°C).

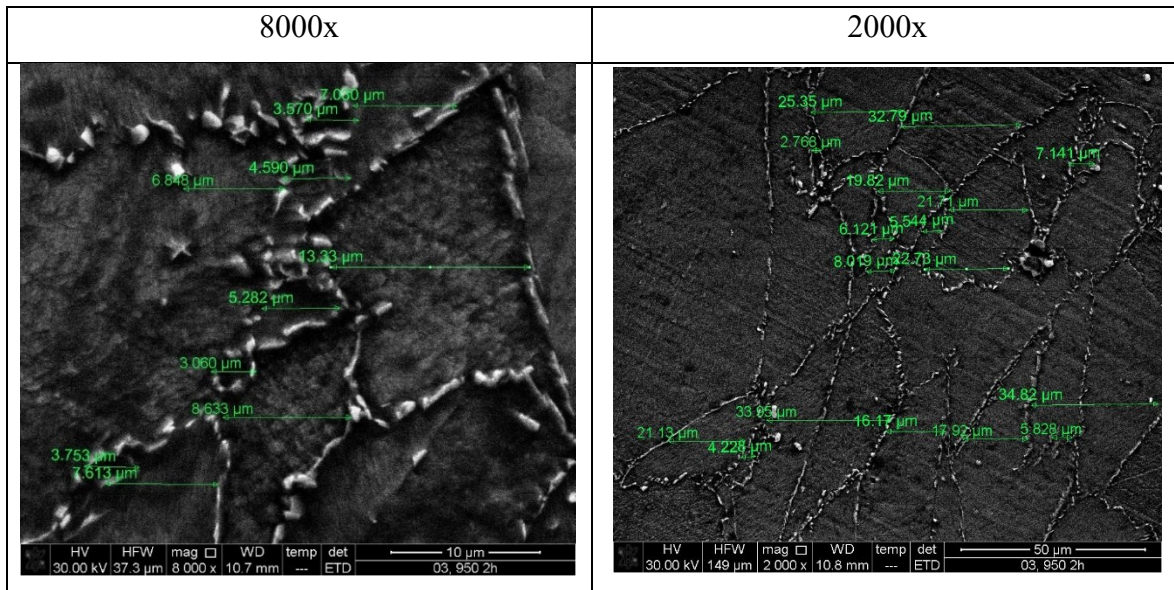


Figura 7.16. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 120 minuti.

- $\varepsilon = 0.3$, tempo di ricottura 30 min (950°C).

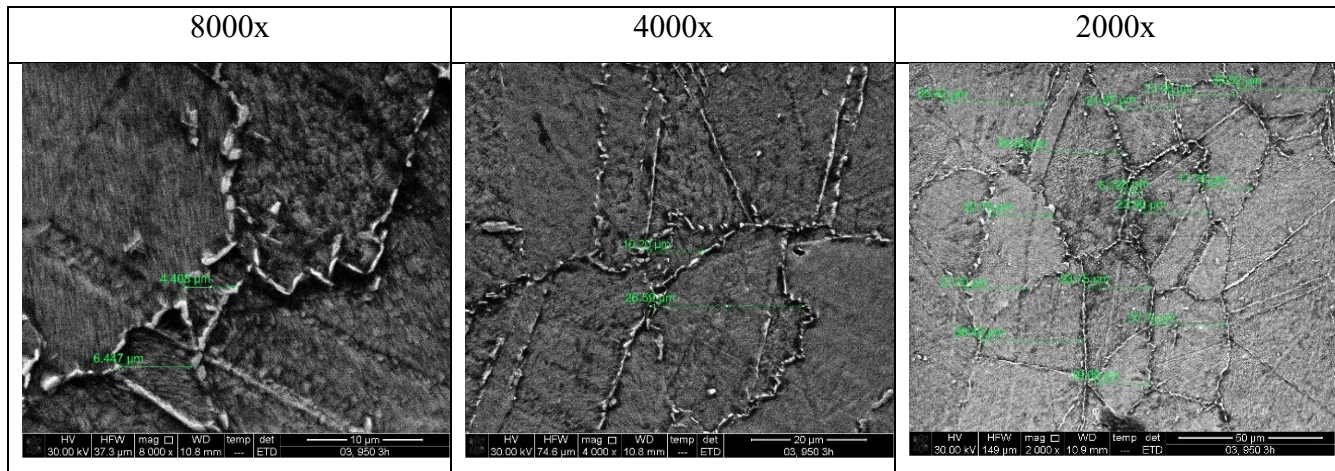


Figura 7.17. Osservazioni al microscopio a scansione elettronica dei campioni sottoposti a deformazione pari a 0.3 e a trattamento termico di ricottura di 180 minuti.

Adottando l'approccio che prevede di considerare come ricristallizzato il grano inferiore a $17\ \mu\text{m}$ e utilizzando sia le immagini del microscopio ottico, sia quelle del microscopio a scansione elettronica SEM (in modo da poter osservare anche le dimensioni di grano più piccole), è possibile ricostruire la curva di ricristallizzazione statica per la temperatura di 950°C mostrata in Figura 7.18.

La curva di ricristallizzazione statica ha un valore di massimo pari al 50.6% in corrispondenza del tempo di ricottura di un'ora. Dopo il raggiungimento del massimo, la porzione di curva per tempi di ricottura maggiori di 1h non ha senso fisico: la percentuale di ricristallizzato non può diminuire. La diminuzione apparente della frazione di ricristallizzato è imputabile alla scelta del criterio di ricristallizzazione in quanto al raggiungimento del valore massimo di ricristallizzazione inizia il fenomeno di crescita del grano, quindi diminuisce il valore percentuale di grani inferiori ai 17 μm . Con la deformazione imposta di $\varepsilon = 0.3$ non è possibile ottenere una ricristallizzazione statica completa anche per tempi di ricottura molto lunghi. Infatti, una volta raggiunto il valore massimo di ricristallizzazione per la deformazione in esame a un dato tempo di ricottura, aumentare ulteriormente la durata del trattamento termico produce solo effetti di aumento della dimensione della grana cristallina ma non la nascita di nuovi grani.

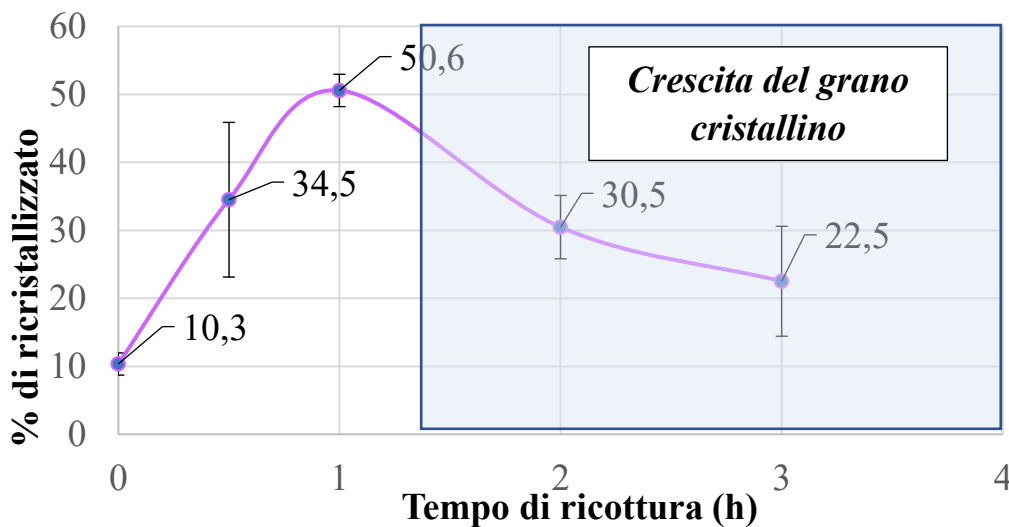


Figura 7.18. Curva di ricristallizzazione statica per il campione sottoposto a deformazione pari a 0.3 alla temperatura di 950°C, per diverse durate del trattamento termico di ricottura.

Le prove di durezza vengono svolte per verificare la consistenza dell'andamento del fenomeno di ricristallizzazione statica valutato mediante il criterio della dimensione di soglia di grano ricristallizzato. Questa ulteriore verifica si rende necessaria a causa della difficoltà di osservare grani ricristallizzati di modeste dimensioni e permette di "uniformare" le valutazioni della ricristallizzazione effettuate tramite microscopio ottico e SEM. Si osserva che la misura di microdurezza è un buon metodo per valutare la frazione di ricristallizzato perché le variazioni di durezza rispecchiano bene l'andamento delle curve di ricristallizzazione [23].

I campioni precedenti vengono sottoposti a prove di durezza, ottenendo il grafico mostrato in Figura 7.19.

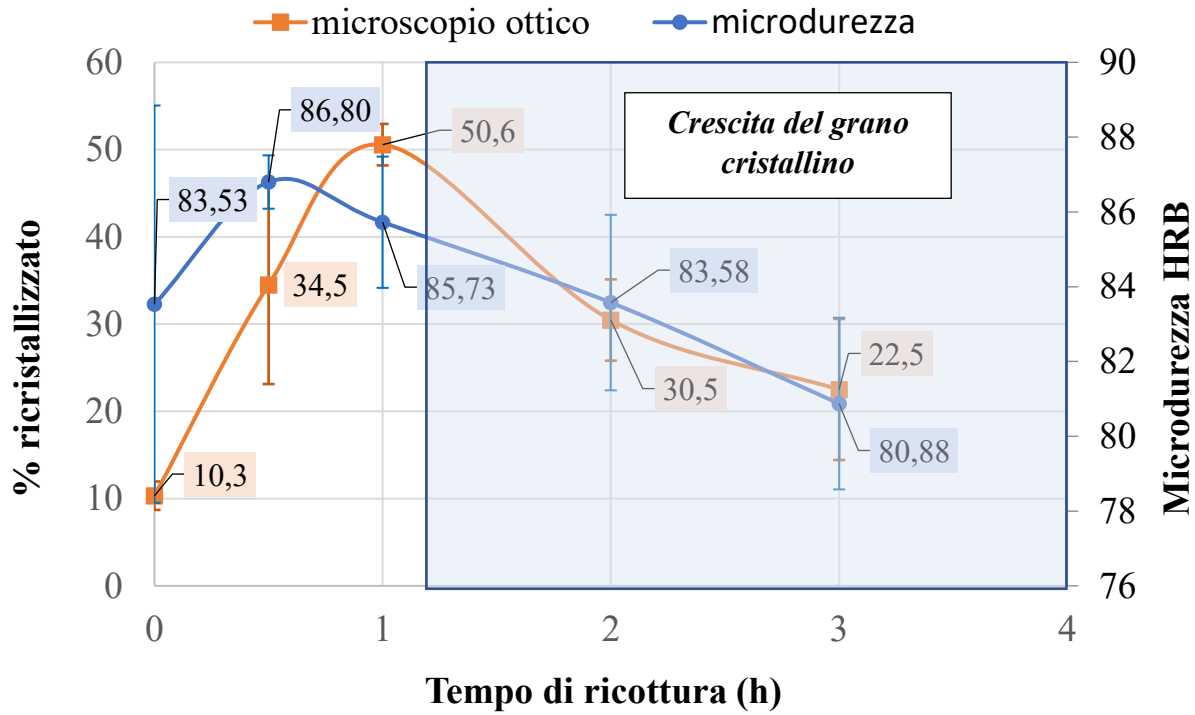


Figura 7.19. Curve di ricristallizzazione per la deformazione di 0.3 a 950°C e per tempi di ricottura crescenti ottenuta a partire da osservazioni al microscopio ottico e con misure di microdurezza.

La conclusione delle misurazioni sui campioni deformati a $\epsilon = 0.3$ ha messo in evidenza che la massima percentuale di grana ricristallizzata è del 50% per un tempo di ricottura di un'ora. Il comportamento generale di ricristallizzazione statica della lega IN706 dedotto da queste prove può essere riassunto nei seguenti punti:

- le dimensioni finali dei cristalli risultano tanto più piccole quanto è maggiore il grado di incrudimento ottenuto. In tal caso nel materiale sono presenti numerose zone a contenuto energetico sufficientemente elevato da consentire la prevalenza della nucleazione sull'accrescimento. Inoltre, per piccole deformazioni non si ottiene una ricristallizzazione completa (100%);
- al di sotto di un determinato incrudimento, la modesta deformazione non crea una forza motrice uguale all'energia di attivazione e quindi non si genera una nuova grana ma si favorisce solo il riassetto dei cristalli incruditi.

Tabella 7.5. *Tabella riassuntiva dei risultati di ricristallizzazione statica delle prove svolte.*

Ricristallizzazione statica SRX					
T=950°C			T=970°C		
Deformazione ε	Tempo di ricottura (s)	% ricristallizzato	Deformazione ε	Tempo di ricottura (s)	% ricristallizzato
0.15	60	-	0.15	60	-
0.15	300	-	0.15	300	-
0.15	600	-	0.15	600	-
0.15	1800	-	0.15	1800	-
0.15	3600	-	0.15	3600	-
0.2	1800	Bordi segmentati	0.3	1800	39
0.2	3600	Bordi segmentati	0.3	3600	57
0.25	1800	25			
0.25	3600	28			
0.3	1800	34.5			
0.3	3600	50.6			
0.3	7200	Crescita del grano			
0.3	10800	Crescita del grano			

7.3 Ricristallizzazione meta-dinamica

Non essendo stato possibile ottenere la completa ricristallizzazione statica per la deformazione di $\varepsilon = 0.3$ e per le temperature di 950°C e 970°C, è stata aumentata la temperatura a 980°C a parità di deformazione. Non si aumenta il tasso di deformazione poiché si sarebbe di nuovo nel caso di ricristallizzazione dinamica. È possibile ipotizzare che per la temperatura di 980°C la deformazione critica sia circa pari a $\varepsilon_{critica} = 0.2$, quindi per il caso $\varepsilon = 0.3$ a 980°C si è nella condizione di ricristallizzazione meta-dinamica. Ciò è dimostrabile da semplici osservazioni al microscopio ottico. Infatti, per tutti i tempi di ricottura (da quelli più brevi di 1 minuto fino a tempi di ricottura di 2h) non si osservano cambiamenti microstrutturali evidenti. Tuttavia non è possibile osservare i grani deformati, perciò si può concludere che la ricristallizzazione sia già completa per il tempo di ricottura di 1 minuto, tempo a cui si inizia già ad assistere al fenomeno di crescita del grano.

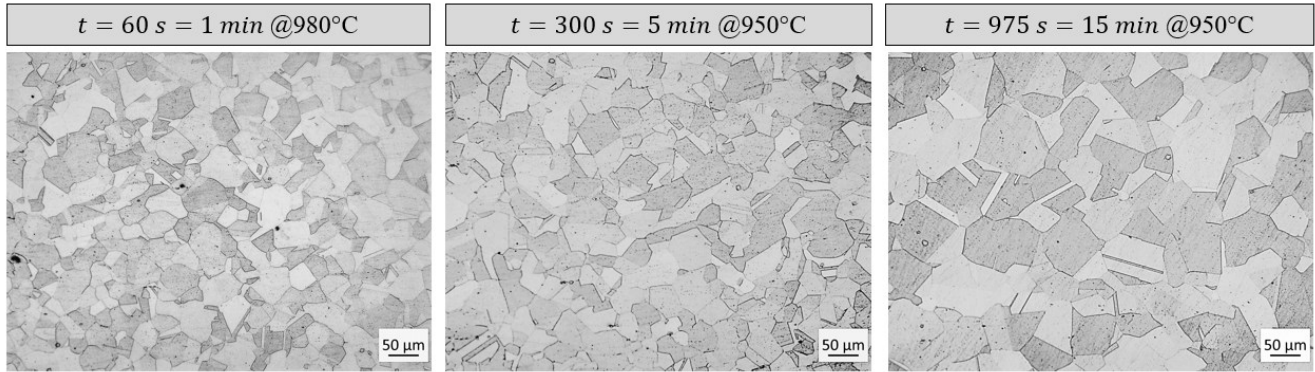


Figura 7.20. Micrografie dei campioni sottoposti a deformazione fissa di 0.3 e a successivo trattamento termico di ricottura a 980°C per 1, 5 e 15 minuti. Ingrandimento di 100x.

In Figura 7.20 vengono riportate le micrografie con ingrandimento 100x per i tempi di mantenimento in temperatura di 1 minuto, 5 minuti e 15 minuti. Dalla progressione delle immagini è evidente che il fenomeno microstrutturale in atto è quello di crescita del grano. Non vengono mostrate le altre micrografie per i tempi di 60, 90 e 120 minuti in quanto esse confermano il fenomeno della crescita del grano cristallino. In Tabella 7.6 si riportano i risultati delle prove che hanno riguardato lo studio della ricristallizzazione meta-dinamica.

Tabella 7.6. Risultati delle prove di ricristallizzazione meta-dinamica.

Ricristallizzazione meta-dinamica MDRX			
T=980°C			
TEST ID	Deformazione ε	Tempo di mantenimento (s), min	% di ricristallizzazione
#35	0.3	1800, 30 min	Già completata
#36	0.3	3600, 60 min	Già completata
#37	0.3	5400, 90 min	Già completata
#38	0.3	7200, 120 min	Già completata
#39	0.3	60, 1 min	Già completata
#40	0.3	300, 5 min	Già completata
#41	0.3	900 15 min	Già completata

Conclusioni

Le due fasi dello studio dei parametri di processo della forgiatura a caldo della superlega a base nichel Inconel 706 oggetto di questo lavoro hanno portato ai risultati brevemente richiamati in questo capitolo.

Nelle prove di attrito in cui sono state confrontate le forze di forgiatura ottenibili per diversi lubrificanti non è stato possibile applicare la bassa velocità di deformazione $\dot{\epsilon} = 0.005 \text{ s}^{-1}$ richiesta nei processi industriali a causa della ridotta inerzia termica della billetta di prova. Essa, durante una deformazione così lenta, subisce un raffreddamento severo che aumenta notevolmente le forze richieste per eseguire la lavorazione, superando la taglia dell'impianto di prova. Effettuando diversi test di attrito preliminari è stata decisa una nuova velocità di deformazione che consentisse l'effettivo svolgimento del test ed è stata mantenuta costante per tutte le successive prove. I lubrificanti che si sono rivelati più prestazionali in termini di riduzione delle forze di forgiatura sono stati quello a base grafite B-TECH FORGE 16 e quello di natura vetrosa PROVA 46/p. I lubrificanti di natura diversa dai precedenti (B-TECH FORGE 12, PROVA 57 e PROVA 63) si sono rivelati poco prestazionali e con caratteristiche simili tra loro. Ciò indica che è necessario svolgere ancora molta attività di ricerca per trovare formulazioni alternative di lubrificanti da forgiatura per le superleghe a base nichel diverse da quelle con grafite o vetrose. Una volta stabilita la tipologia di lubrificante dalle prestazioni più alte è stata rivolta anche notevole attenzione sulla sua effettiva applicabilità in ambito industriale, evidenziando che le formulazioni di lubrificante solido sono difficili da utilizzare, sebbene diano la maggiore riduzione della forza per eseguire il processo.

La successiva parte del lavoro ha permesso di osservare le variazioni microstrutturali che si ottengono in ciascuno degli step che compongono la catena di processo della forgiatura a caldo, consentendo di verificare l'entità dei fenomeni di ricristallizzazione in ciascuna fase della lavorazione. Nelle prove di caratterizzazione microstrutturale è stato possibile sia imporre una velocità di deformazione costante di $\dot{\epsilon} = 0.005 \text{ s}^{-1}$, sia controllare le deformazioni e le temperature durante il processo grazie alle capacità di simulazione del sistema *Gleeble 3800*. Inoltre, è stato possibile un controllo più rigoroso delle tempistiche di ciascuna fase di prova. Questo aspetto è di notevole importanza nella caratterizzazione microstrutturale poiché il tempo di riscaldamento e di mantenimento in temperatura ha una grande influenza sui fenomeni di ricristallizzazione. Nelle prove di compressione a caldo effettuate in *Gleeble* sono stati osservati tutti e tre i tipi di ricristallizzazione dinamica, statica e meta-dinamica.

Per la ricristallizzazione dinamica è stato possibile ottenere le curve di Avrami per entrambe le temperature di prova di 950°C e 970°C. La massima frazione di ricristallizzato dinamico ottenuta, in

corrispondenza di una deformazione $\varepsilon = 1$, è stata dell'84% per la temperatura di 950°C e del 95% per la temperatura di 970°C.

La ricristallizzazione statica è stata osservata in entrambe le temperature di 950°C e 970°C e per deformazioni $\varepsilon = 0.3$. Lo studio ha mostrato che per le temperature e il materiale in esame esiste una deformazione critica per la ricristallizzazione di tipo statico, per cui non è stato possibile osservare il fenomeno nei campioni sottoposti a deformazioni inferiori a $\varepsilon = 0.25$. Inoltre, per le condizioni di prova esaminate non è possibile ottenere una ricristallizzazione statica completa del materiale. I valori massimi di ricristallizzazione statica ottenuti sono stati del 50% per la temperatura di 950°C e del 57% per 970°C, in corrispondenza di tempi di ricottura di 60 minuti.

Infine, la ricristallizzazione meta-dinamica è stata osservata per la condizione di deformazione $\varepsilon = 0.3$ alla temperatura di 980°C.

Bibliografia

- [1] M. Zouari, N. Bozzolo, and R. E. Loge, "Mean field modelling of dynamic and post-dynamic recrystallization during hot deformation of Inconel 718 in the absence of δ phase particles," *Materials Science and Engineering A*, vol. 655, pp. 408–424, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2015.12.102.
- [2] "Introduction to aerospace materials," in *Introduction to Aerospace Materials*, 2012. doi: 10.1533/9780857095152.1.
- [3] ASM International. Handbook Committee., *ASM handbook*.
- [4] L. Co., Inc. and S. L. S. D.U. Furrer, "Forging of Nickel-Base Alloys Revised by D.U. Furrer, Ladish Co., Inc. and S.L. Semiatin, Air Force Research Laboratory."
- [5] G. W. Kuhlman, A. K. Chakrabart, R. A. Beaumont, E. D. Seaton, and J. F. Radavich++, "Microstructure - Mechanical Properties Relationships in Inconel 706 Superalloy."
- [6] S. Kalpakjian *et al.*, "MANUFACTURING ENGINEERING AND TECHNOLOGY SIXTH EDITION IN SI UNITS SI Conversion by Hamldon Musa."
- [7] M. Hawryluk and J. Ziemba, "Lubrication in hot die forging processes," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, vol. 233, no. 5. SAGE Publications Ltd, pp. 663–675, May 01, 2019. doi: 10.1177/1350650118784728.
- [8] M. Avrami, "Kinetics of phase change. I: General theory," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 7, no. 12, pp. 1103–1112, 1939, doi: 10.1063/1.1750380.
- [9] D. Huang, W. T. Wu, D. Lambert, and S. L. Semiatin, "Computer Simulation of Microstructure Evolution during Hot Forging of Waspaloy and Nickel Alloy 718."
- [10] "2.2. Thermal Cycles and Deformation Schedules 2.2.1. Single Hit Compression," 2003.
- [11] "Friction and Wear of Hardfacing Alloys," *ASM Handbook*, vol. Volume 18, 1992.
- [12] S. R. S. Serope Kalpakjian, "Tecnologia meccanica," Seconda edizione., Pearson.
- [13] U. Kumar, A. K. Mishra, and R. Ohdar, "HOT FORGING LUBRICANTS," 2014. [Online]. Available: <http://www.substech.com/dokuwiki/lib/exe/>
- [14] P. W. Wallace and J. A. Schey, "Speed Effects in Forging Lubrication," 1971. [Online]. Available: <http://tribology.asmedigitalcollection.asme.org/pdfaccess.ashx?url=/data/journals/jotref9/28563/>
- [15] R.H. Deremus, *Glass Science*. 1973.
- [16] P. W. W. and K. M. K. J.A. Schey, *Lubr. Eng., Vol 30*. 1974.
- [17] Yu. V. Manegin and A.B. Lenyashin, *MW Interf., Vol 4 (No. 6)*. 1979.
- [18] K.D. Clarke - C.J. Van Tyne, "Lubrication and wear in forging," *May 15, 2018*.
- [19] "Metallography of Superalloys".
- [20] A. Ayad, M. Ramoul, A. D. Rollett, and F. Wagner, "Quantifying primary recrystallization from EBSD maps of partially recrystallized states of an IF steel," *Materials Characterization*, vol. 171, p. 110773, Jan. 2021, doi: 10.1016/J.MATCHAR.2020.110773.

- [21] S. Coryell -Student and K. Finley, "Flow Behavior and Microstructural Evolution of INCOLOY 945 During High Temperature Deformation."
- [22] J. J. Jonas, "Dynamic recrystallization—scientific curiosity or industrial tool?," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 184, no. 2, pp. 155–165, Aug. 1994, doi: 10.1016/0921-5093(94)91028-6.
- [23] K. Felde, "RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH IN NICKEL ALLOY 706 FORGINGS."