

G. Tonini

T.A.V. - Tecnologie Alto Vuoto, Italia

TRATTAMENTO TERMICO IN FORNO A VUOTO DI GRANDI PARTICOLARI IN TITANIO (E LEGHE) PER APPLICAZIONI AERONAUTICHE.

1 - PREMESSA

Vengono descritti brevemente alcuni aspetti tecnici del trattamento termico in forno ad alto vuoto per particolari di Ti e Ti-Alloys di grande dimensione, indicando le procedure ed i requisiti generali di qualità per impieghi in campo aerospaziale.

Tali componenti vengono usati nelle applicazioni più critiche e devono raggiungere caratteristiche elevate nelle proprietà meccaniche e metallurgiche assicurando la loro integrità strutturale.

Il trattamento termico gioca un ruolo vitale in questa tecnologia.

Il ciclo termico viene eseguito sotto severe condizioni di controllo per evitare lacune nelle caratteristiche e verificare altresì che sia assicurata conformità alle specifiche.

Temperatura e livelli di (vuoto/gas parziali) pressione sono usualmente controllati con continuità da sofisticate apparecchiature digitali.

Coautori

A. Tirloni, A. Bavaro, T.A.V., Italia

E' consuetudine eseguire il trattamento in accordo con la specifica MIL-H-81200.

L' operatività, la manutenzione del forno ed i relativi controlli pirometrici seguono le procedure previste dalla AMS 2750 (Aerospace Material Specification).

La camera calda (hot zone) è verificata periodicamente con le procedure del National Bureau of Standards.

L'insieme di queste norme e ormai l'attitudine ad operare in condizioni di massima sicurezza, rendono praticamente obbligatorio l'impiego del forno in alto vuoto, quando i particolari abbiano superfici finite o semifinite (sovrametallo inferiore a 0.5 mm) poiché è intrinseca nel tipo di impianto la perfetta tenuta e quindi diventano controllabili la composizione dell'atmosfera residua ed i processi di interazione superficiale gas-metallo ed eliminati i problemi di contaminazione, spesso riscontrati nei T.T. in forni ad atmosfere controllate o in bagno di sale (atmosfere di H₂ non possono comunque venire usate per ricottura o distensione del titanio per pericolo di contaminazione).

Viene mostrata la veduta di un forno (Fig. 1) in alto vuoto MOD. TPH/C-1500 T.A.V. a carro estraibile, probabilmente l'impianto di maggiori dimensioni presso una ditta di trattamento conto terzi (VACUUM - Trezzano S/N).

L'impianto ha elevate caratteristiche che gli consentono cicli veloci, ripetibili, con assoluta uniformità termica sia nel riscaldamento che nel raffreddamento.

Le superfici (n. 6) radianti, in corrispondenza dei lati di un cubo (il volume utile è 1,5x1,5x1,5 m³) sono alimentate e controllate separatamente ed è possibile effettuare una speciale taratura sul modello, diversificando le potenze specifiche in funzione delle superfici esposte, così da raggiungere condizioni isotermitiche durante i transitori.

Un complesso dispositivo di schermi, pilotato automaticamente, consente la più efficace scelta di raffreddamento della carica,

indirizzando il flusso (gas Ar, $p=0,8-6$ bar abs) attraverso diverse vie così da minimizzare le distorsioni e mantenere i particolari nelle dimensioni di tolleranza.

Il forno è evacuato con un doppio gruppo pompante in parallelo, ciascuno costituito da pompa a diffusione a vapori d'olio autofrazionatrice di grande portata, da pompa booster a lobi tipo Roots e da una pompa primaria a pistone rotante.

Tali gruppi assicurano pressioni operative in campo 10^{-6} mbar.

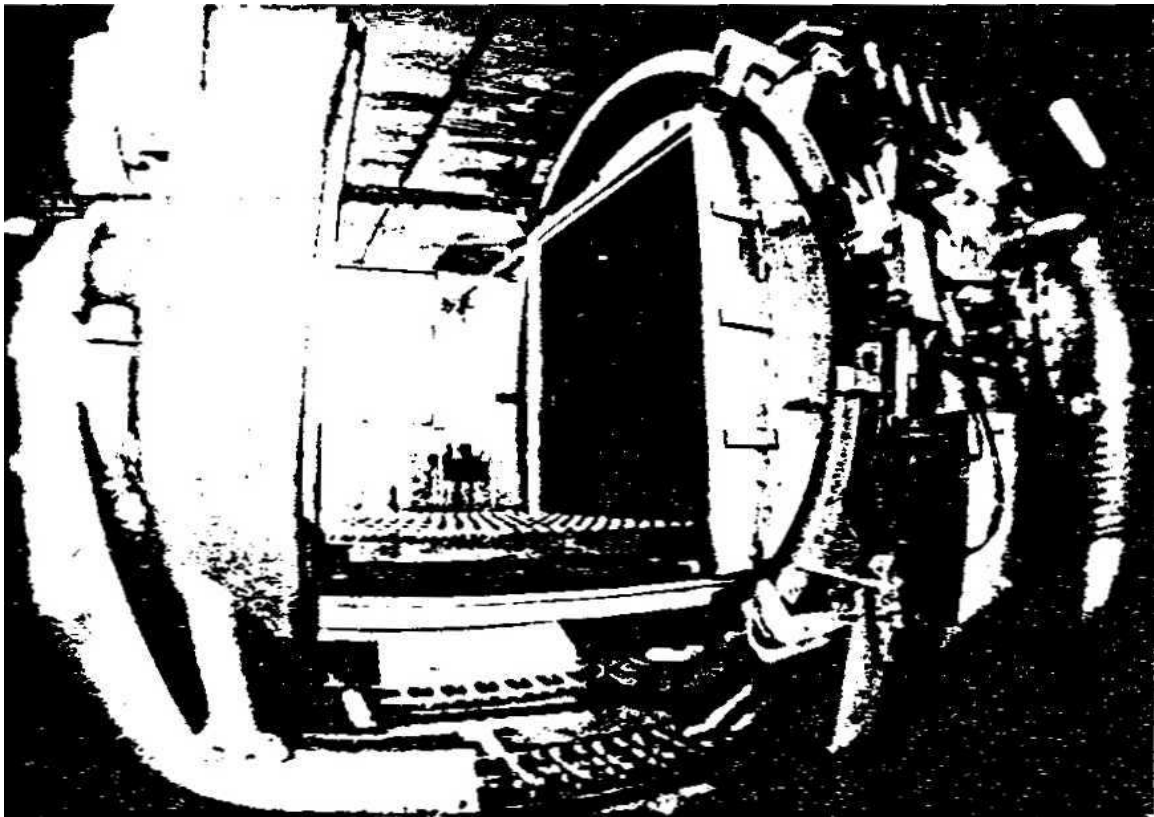


Fig. 1

2 - REQUISITI DI QUALITA'

Nella raccomandazione AIA-RQ-100 (Associazione Industrie Aerospaziali) vengono riassunti tutti gli aspetti qualitativi, comuni ai T.T., eseguiti su materiali metallici e componenti aerospaziali, e precisati i livelli di intervento della funzione qualità ditta (F.Q.D.) mediante i quali sia possibile assicurare che i requisiti tecnico qualitativi siano costantemente raggiunti e mantenuti.

Le NORME puntualizzano almeno i seguenti aspetti:

- a) La precisione e la risoluzione dei dispositivi di misura e la frequenza delle verifiche ispettive.
- b) I metodi di verifica dell'uniformità di temperatura.
- c) Le procedure di esame dei risultati ottenuti dopo T.T. sul prodotto (prove di prestazione).
- d) L'idoneità richiesta per il personale che opera nel settore dei T.T.

Per Ti e Ti-Alloys, la AIA-RQ-100 acquisisce la normativa MIL-H-81200 (mentre per gli acciai fa sua la MIL-H-6875).

Limitatamente alle termocoppie (classificazione e caratteristiche statiche) viene inglobata la UNI 7938 e la ANSI Me 96,1 (Tavole di conversione).

Relativamente alla classificazione e qualificazione degli impianti valgono rispettivamente le seguenti norme:

- MIL-F-80233 B (Furnaces, Vacuum, Heat treating integral quench) applicabile ai forni a vuoto a doppia camera con spegnimento in olio.
- MIL-F-80133 B (Furnaces, Vacuum, Heat treating and brazing) applicabile ai forni a vuoto a camera singola

orizzontali (type I), verticali a caricamento dall'alto (type II) e verticali a suola sollevabile (type III).

- MIL-F-80258 (Furnaces, Heat treating, Electric, Natural atmosphere, Box Type) applicabile ai forni non a vuoto.

Gli impianti sono pertanto diversificati fra loro sulla base di vari fattori:

- a) Tipo di costruzione, materiali usati, forma interna e/o esterna, tipo di apertura.
- b) Mezzi di riscaldamento adoperati.
- c) Fluidi usati (atmosfera/vuoto, bagni, ecc.) e loro movimentazione.
- d) Dimensione della zona/e di lavoro.
- e) Modalità operative (impianti batch/continui).

Nella Norma AIA-RQ-100 gli impianti sono classificati nella tabella IV.

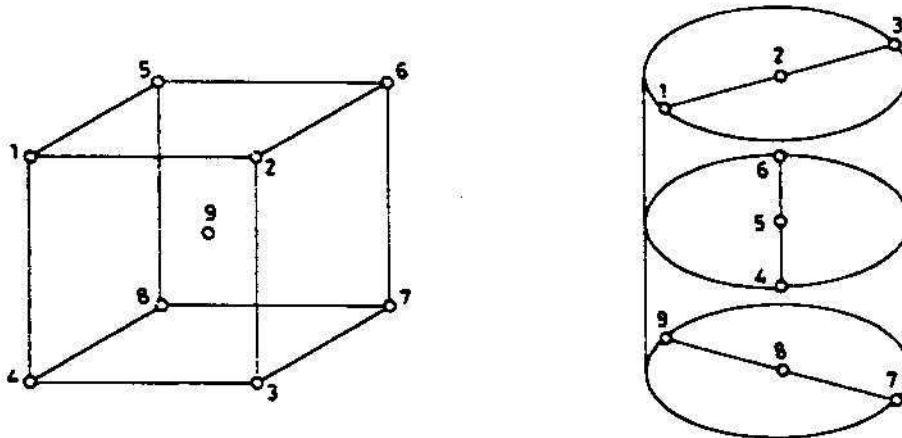
In fase di qualificazione le principali operazioni di controllo richieste riguardano:

- verifica taratura strumenti di processo
- verifica uniformità temperatura nella "hot zone"
- verifica prestazioni tramite l'esecuzione di un processo di prova.

Di particolare rilevanza agli effetti della procedura di collaudo dell'impianto è il posizionamento delle termocoppie di prova.

Deve esservi una termocoppia ogni 0,7 m³ di zona calda utile,

con un minimo di 9 punti di misura ed un massimo di 40. La loro disposizione:



Ad ogni buon conto, è l'utente ad integrare con norme interne, normalmente più restrittive e complete, le specifiche di esercizio dell'impianto adattandole, caso per caso, alle proprie particolari esigenze.

Tali norme riguardano:

- a) Cicli termici di prova (validi anche per la ricezione del forno) effettuati senza carico o con provette di vario materiale o con campioni di varia sagoma, misurando le velocità di variazione della temperatura in più punti sotto pressione parziale o in alto vuoto, con raffreddamenti in argon a varie pressioni con circolazione, a mezzo girante o senza, per verificare le performances dell'impianto.
- b) Cicli di vuotamento e misurazioni di leak rate per la convalida della camera di vuoto e relativo gruppo di pompaggio. Le misure di leak sono richieste perché, pur con livelli di pressione inferiori a quelli limiti operativi (ottimi livelli di vuoto), (i normali controlli

di vuoto non sono indicativi di piccole perdite) il titanio e le Ti-Alloys sono capaci di disciogliere l'ossigeno e l'azoto dell'aria, che penetrano nella camera attraverso una piccola fuga, anche se presenti in quantità minime, nella matrice metallica interstizialmente.

Tale contaminazione, che interessa prevalentemente lo strato superficiale, è sufficiente a determinare in un primo momento un indurimento della fase α e successivamente un infragilimento, che da innesco a cricche riducendo la resistenza a fatica del materiale ed abbassandone la resistenza alla corrosione.

- c) Misure di retrodiffusione di vapori d'olio, che dissociandosi ad alta temperatura darebbero origine a picchi di H_2 e verrebbero assorbiti dal titanio.

Se si tiene conto che la ricottura in vuoto costituisce l'unico metodo pratico per rimuovere l'idrogeno interstiziale dal titanio, in condizioni di elevata retrodiffusione di idrocarburi, verrebbe a mancare la condizione primaria di trattamento.

Vengono pertanto richieste baffles criogeniche tra condotti di pompaggio e camera e verificati con spettrometri di massa a quadrupolo le concentrazioni di H_2 .

- d) Procedure di precleaning, per evitare contaminazione dei pezzi, che provochi infragilimento.

Tra le varie, citiamo quelle usate dal CERN per il titanio puro (e per la lega Ti-13V-11Cr-3Al) che attua i seguenti passaggi:

- rimozione delle tracce pesanti degli oli di lavorazione
- sgrassaggio (121°C) con vapori di percloroetilene
- lavaggio in bagno alcalino (pH = 11)
- risciacquo in acqua demineralizzata
- essiccazione a 15°C in forno ad aria.

L'efficacia delle summenzionate procedure può essere verificata tramite analisi con spettrometria Auger.

- e) Misure di velocità di riscaldamento e raffreddamento.
Misure di uniformità di temperatura nei transistori.

Mentre le norme si limitano a verificare situazioni di equilibrio termico in sistemi con cariche rarefatte (provini), è importante simulare le cariche reali per cercare di contenere la dispersione delle temperature nei transistori con opportune calibrazioni delle potenze irradiate e con oculate sistemazioni della carica.

(Questo aspetto è tanto più importante con Ti e Ti-Alloys, in quanto le temperature in gioco sono più basse che con gli acciai, e più difficoltoso avviene lo scambio termico per irraggiamento).

A tal fine diventa rilevante il tipo di appoggio da dare alla carica stessa, la sua densità, la posizione relativa rispetto agli elementi riscaldanti ed alle bocche di flusso del gas di raffreddamento.

3 - TRATTAMENTO TERMICO DEL TITANIO E SUE LEGHE

3.1 - Considerazioni metallografiche

Il titanio ha una trasformazione allotropica $\alpha \leftrightarrow \beta$ a 885°C.

La struttura α è esagonale compatta, mentre quella β è cubica a corpo centrato.

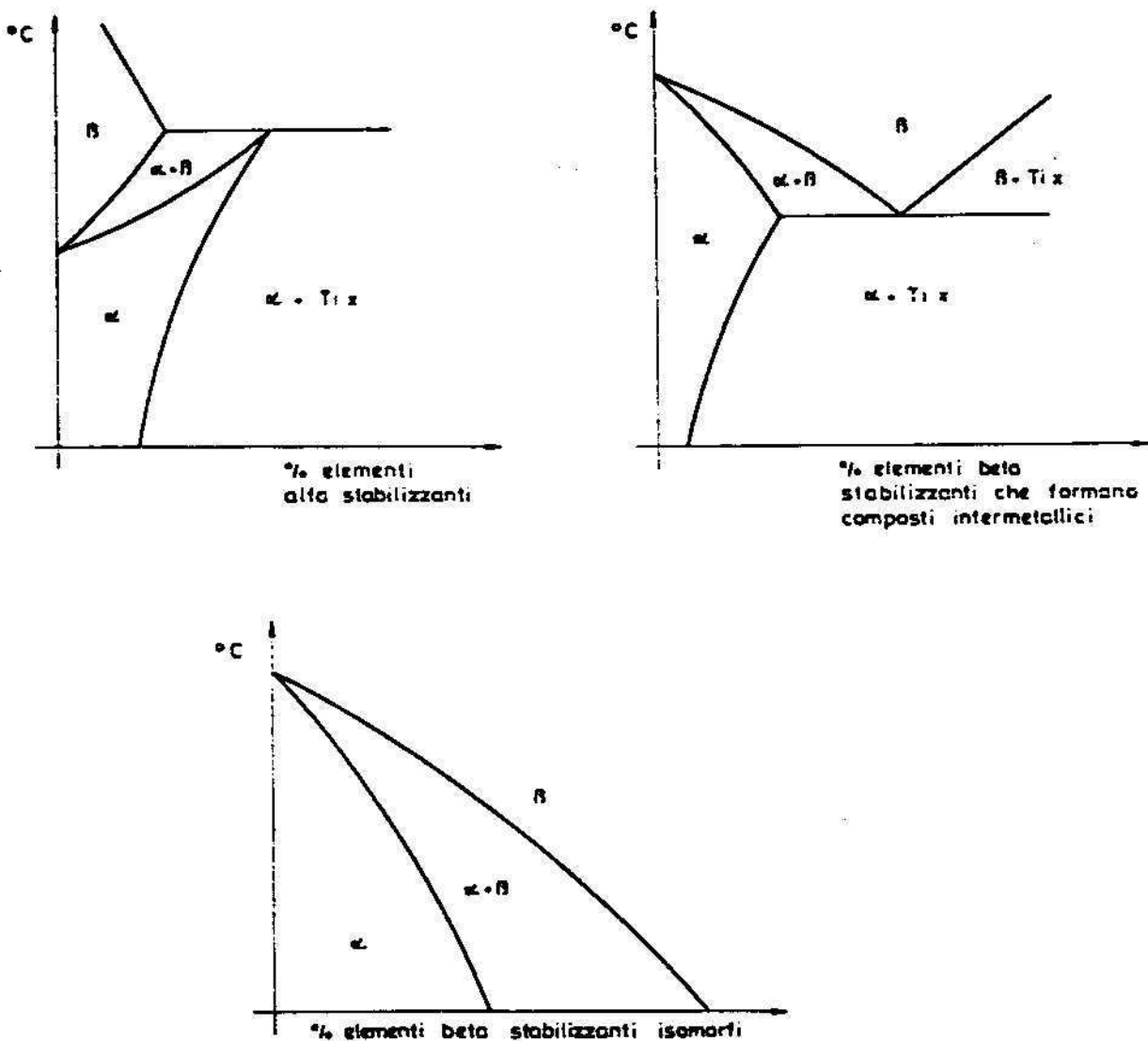
Gli elementi di lega possono favorire l'una o l'altra struttura o essere anche neutri, per cui esistono leghe di tipo α , di tipo β e di tipo $\alpha + \beta$.

Sono elementi alfa stabilizzanti: C, O, N, Al, e Zr, i quali tendono a fare aumentare la temperatura critica di

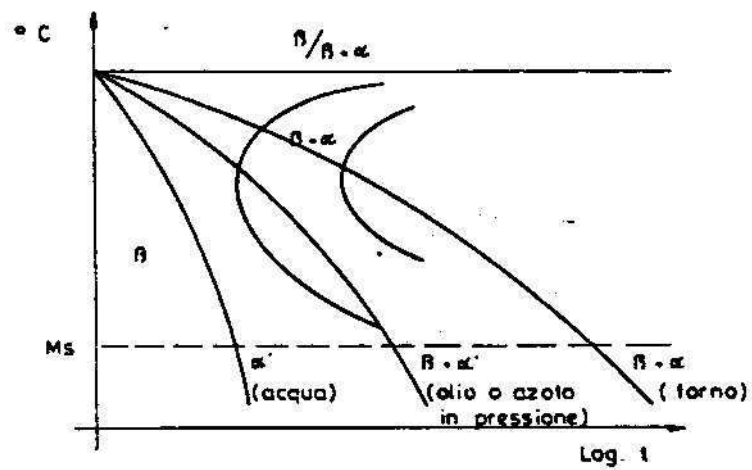
Trasformazione $\alpha \leftrightarrow \beta$.

Sono elementi beta stabilizzanti: H, Mn, Cr, Mo, Fe, V e Cb che invece tendono ad abbassarla.

I diagrammi di stato tipici delle leghe di titanio possono essere sintetizzati dai diagrammi delle figure.



Anche per le leghe di titanio le trasformazioni allotropiche sono influenzate dalla velocità di raffreddamento come viene illustrato dal diagramma T.T.T.



Dal diagramma suddetto risulta come dopo aver riscaldato la lega nel campo Beta sia possibile ottenere una struttura di tipo martensitico denominata Alfa aciculare.

3.2 - Tipi di leghe di titanio

La tabella (qui descritta) riporta alcune leghe di titanio con relativa temperatura critica di trasformazione.

TIPO DI LEGA	TEMPERATURA °C	
	$\alpha \rightleftharpoons \alpha + \beta$	$\alpha + \beta \rightleftharpoons \beta$
Leghe α		
Ti 5 Al 2.5 Sn	945 ± 20	1065 ± 30
Ti 5 Al 5 Sn 5 Zr	930 ± 15	900 ± 15
Ti 7 Al 12 Zr	895 ± 30	980 ± 25
Ti 8 Al 2 Nb 1 Ta		1050 ± 20
Ti 8 Al 1 Mo 1 V		1040 ± 20
Leghe $\alpha + \beta$		
Ti 2 Fe 2 Cr 2 Mo		830 ± 10
Ti 8 Mn		800 ± 30
Ti 4 Al 4 Mn		930 ± 30
Ti 4 Al 4 V		955 ± 15
Ti 4 Al 3 Mo 1 V		960 ± 15
Ti 5 Al 1.5 Cr 1.5 Fe 1 Mo		970 ± 10
Ti 5 Al 2.75 Cr 1.25 Fe		930 ± 30
Ti 6 Al 4 V		980 ± 30
Ti 6 Al 6 V 2 Sn 1 (Fe + Cu)		940 ± 20
Ti 7 Al 4 Mo		1010 ± 15
Ti 6 V 2.5 Al		780 ± 20
Leghe β		
Ti 8 V 5 Fe 1 Al		830 ± 20
Ti 13 V 11 Cr 3 Al		720 ± 15

Le leghe α contengono sempre Al e sono presenti anche elementi beta stabilizzanti aggiunti per compensare le caratteristiche negative dell'Al con riferimento alla plasticità a caldo.

Non sono induribili mediante T.T.

Le leghe $\alpha + \beta$ contengono elementi beta stabilizzanti in % tali da fissare una % di costituente beta anche a temperatura ambiente.

Sono più resistenti, soprattutto a caldo, delle leghe α .

Sono suscettibili d'indurimento mediante trattamento di solubilizzazione e tempra e successiva precipitazione (invecchiamento).

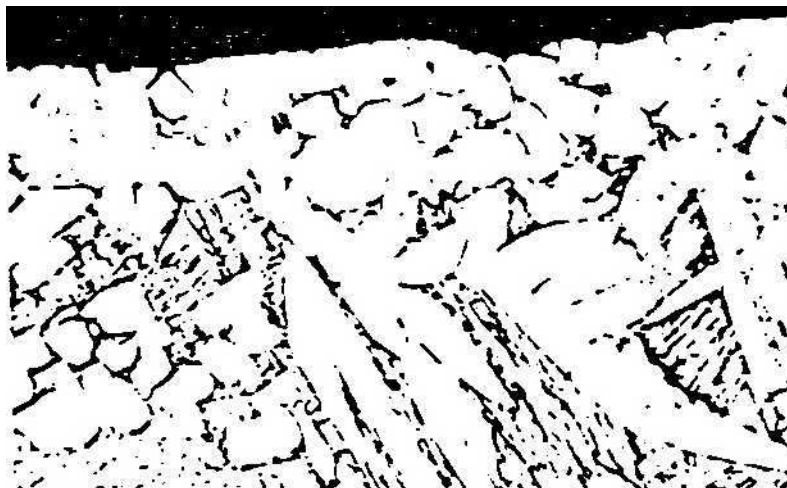
Le leghe β anche a temperatura ambiente sono costituite quasi completamente da fase beta metastabile.

Anche queste leghe sono induribili mediante trattamento di solubilizzazione e precipitazione.

3.3 - Interazione superficie - atmosfera

Le leghe di titanio sono fortemente suscettibili di contaminazione superficiale da ossigeno, idrogeno e da azoto.

L'ossigeno assorbito dopo esposizione in atmosfera ossidante a temperature superiori a 600-650°C, determina la formazione di uno strato di cristalli alfa (α) ricco di ossigeno caratterizzato da durezza più elevata ma molto fragile.



Tale strato riduce la resistenza a fatica degli organi meccanici a meno di non eseguire una asportazione meccanica successiva, essendo irreversibile tale processo di ossidazione. Altra contaminazione altrettanto indesiderata è l'assorbimento di idrogeno che diffonde formando uno strato superficiale molto fragile caratterizzato metallograficamente dalla presenza di idruri quanto la % supera quella di max solubilità a quella temperatura.

Anche in questo caso si avrebbe una riduzione della resistenza a fatica dei pezzi.

L'idrogeno può essere assorbito o attraverso operazioni galvaniche di decapaggio o per contaminazione in fase di riscaldamento con atmosfere contenenti idrocarburi, idrogeno o vapor d'acqua.

Tale reazione però, è di tipo reversibile per cui l'idrogeno può essere facilmente eliminato riscaldando i pezzi in impianti a vuoto.

L'azoto diffonde nel titanio con maggiore difficoltà e tale fenomeno diventa apprezzabile dopo esposizione a temperature relativamente elevate (> 800°C) e per tempi prolungati. Infatti la nitrurazione delle leghe di titanio, molto richiesta nelle applicazioni in cui le caratteristiche antigrippanti del titanio la rendono necessaria, si esegue in bagni di sali fusi a temperature di circa 850°C o in forni a vuoto ottenendo profondità molto ridotte.

3.4 - Influenza delle modalità di trattamento sulle caratteristiche delle leghe di Ti

I trattamenti termici eseguiti sulle leghe di titanio sono la stabilizzazione o distensione, la ricottura e l'indurimento.

La distensione viene eseguita per eliminare o ridurre le tensioni create durante la fabbricazione senza influenzare le caratteristiche meccaniche di resistenza e consiste nel riscaldare i pezzi a temperature comprese tra 480°C e 700°C per durate variabili da pochi minuti ad alcune ore e raffreddandoli di solito lentamente.

La ricottura conferisce alle leghe di titanio elevate caratteristiche di tenacità e di lavorabilità nonché la massima stabilità dimensionale.

Il trattamento consiste nel riscaldare le leghe di titanio a temperature comprese nel campo α (per le leghe α), e nel campo $\alpha + \beta$ (per le leghe $\alpha + \beta$) per durate variabili da pochi minuti fino ad alcune ore con raffreddamento finale lento.

Le leghe β si riscaldano a temperature comprese nel campo β .

Le leghe α normalmente subiscono un doppio trattamento di ricottura per aumentare la resistenza allo scorrimento a caldo. Il primo trattamento, che si può considerare una solubilizzazione, si eseguirà da una temperatura di 50°C inferiore alla temperatura critica ($\alpha + \beta$) \leftrightarrow β per una breve durata.

L'indurimento delle leghe ($\alpha + \beta$) e (β) eseguito per incrementare la resistenza meccanica consiste in una tempra di soluzione riscaldando i pezzi ad una temperatura compresa nel campo ($\alpha + \beta$) o (β), nel raffreddarli velocemente e poi sottoponendoli a trattamento di invecchiamento.

La temperatura di solubilizzazione, da durata e le modalità di raffreddamento influenzano significativamente le caratteristiche meccaniche ottenibili, nonché le caratteristiche dimensionali dei pezzi stessi.

Per le leghe ($\alpha + \beta$) i migliori risultati di resistenza alla rottura, allo snervamento, di tenacità e di duttilità si ottengono riscaldandole ad una temperatura

corrispondente al campo di transizione $(\alpha+\beta) \leftrightarrow \beta$ e raffreddandole velocemente; segue il trattamento di invecchiamento.

E' necessario pertanto determinare con precisione la temperatura di solubilizzazione e la velocità di raffreddamento ideale.

Il ricorso agli impianti a vuoto è particolarmente positivo per la loro nota affidabilità e quindi per la ripetibilità dei cicli di trattamento con riferimento sia alla precisione delle temperature scelte che alle modalità di raffreddamento ottenute facendo variare a piacimento la pressione del flusso d'azoto.

Con riferimento alle caratteristiche dimensionali, è stato dimostrato come, soprattutto per i pezzi di grandi dimensioni vi è un aumento di volume rilevato dopo trattamento e che è influenzato sia dalla temperatura che dalla velocità di riscaldamento. Tale aumento è tanto più marcato quanto più prolungata è la permanenza alla temperatura di solubilizzazione e quanto più il riscaldamento è lento.

Con riferimento a prove di trattamento di barrette in lega TiAl6V4 aventi diametro di 50 mm, appartenenti a due colate, sottoposte prima ad un trattamento di ricottura, sono state rilevate le seguenti variazioni - (Metals Handbook - 2° rd 1961):

PERMANENZA h	VELOCITA °F/h	VARIAZIONE VOLUME %
0	6	0.22 ÷ 0.27
1	6	0.49 ÷ 0.60
2	6	0.90 ÷ 1.00
1	18	0.32 ÷ 0.36

La temperatura di solubilizzazione era stata di 945°C mentre la temperatura di transizione dei campioni era di 988°C e 1015°C.

4 - TRATTAMENTO TERMICO DEI DISCHI ROTORE DELLA SEZIONE COMPRESSORE DI UNA TURBINA A GAS

Rappresentano uno dei casi più complessi di trattamento, trattandosi di particolari forgiati di grossa dimensione in lega: Ti-2Fe-2Cr-2Mo (lega $\alpha + \beta$) (Ti - 140A).

Nelle turbine a gas sono in lega di titanio anche gli stadi del compressore e gli anelli distanziali degli stadi, la protezione delle palette statoriche, la carcassa dei cuscinetti, lo schermo esterno dell'albero turbina.

Solo con un trattamento termico appropriato è possibile ottenere caratteristiche di duttilità (allungamento e strizione) come richieste da specifica.

Le condizioni iniziali del materiale sono quelle proprie di un materiale che ha subito una ricottura di distensione.

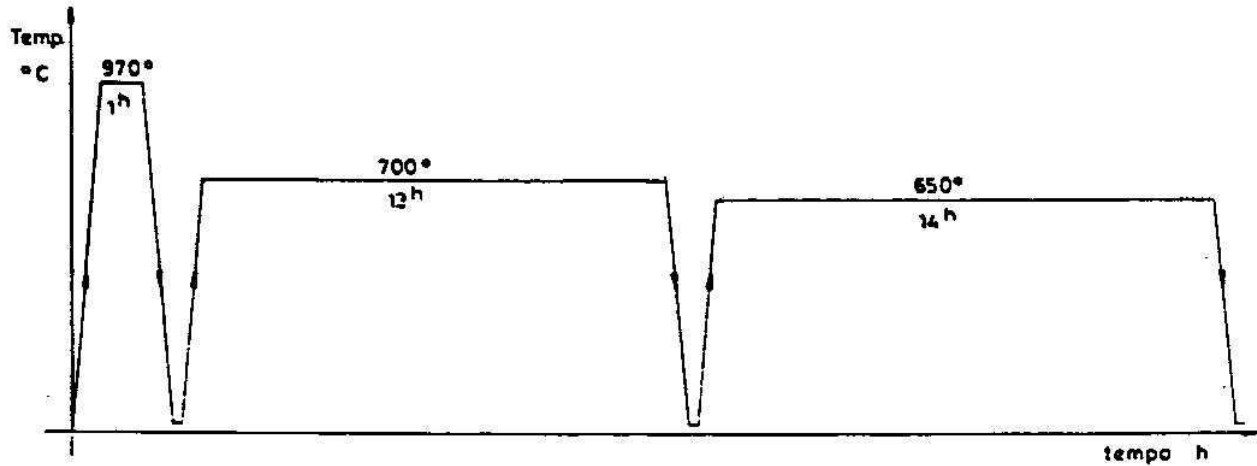
Il trattamento termico eseguito (Ti - 140A) è consistito in (Vedi schema ciclo termico):

- a) solubilizzazione
riscaldamento fino a 970°C - permanenza 1 h -
raffreddamento veloce

- b) invecchiamento
riscaldamento fino a 700°C - permanenza 13 h -
raffreddamento veloce

- c) ricottura di stabilizzazione
riscaldamento fino a 650°C - permanenza 14 h -
raffreddamento in aria.

Gli effetti di questo trattamento hanno quasi raddoppiato i valori di allungamento (25%) con una trascurabile variazione del carico a trazione da 112.5 kg/mm² a 109.0 kgf/mm².



Come già detto precedentemente, particolare cura è stata posta sulla scelta dei parametri di T.T.: velocità di riscaldamento, temperatura di riscaldamento e modalità di raffreddamento, perché ognuno influenza marcatamente le possibilità di ottenere le caratteristiche richieste, sono stati introdotti in un programma gestito dal PC a bordo impianto.

Le caratteristiche di vuoto (p.s. 1×10^{-5} mbar) hanno completamente eliminato i problemi relativi alla contaminazione superficiale.

5 - CONCLUSIONI

Sono state illustrate le caratteristiche impiantistiche di un forno a vuoto particolarmente attrezzato per il trattamento termico di organi realizzati in lega di titanio.

L'utilizzo di un impianto ad alto vuoto per il trattamento di queste leghe è da considerarsi "obbligato" a causa delle particolari esigenze richieste sia con riferimento alle caratteristiche superficiali rese particolarmente critiche dell'elevata reattività del titanio, che ai parametri del ciclo termico da attuare che influenzano significativamente sia le caratteristiche di resistenza, tenacità e duttilità che quelle dimensionali.