

## M A T E R I A L I C O M P O S I T I

# Comportamento meccanico in prove di fatica a caldo di compositi metallici a matrice di lega SP-700 rinforzata con fibre di Carburo di silicio tipo SCS-6

C. Testani, C. Bartuli, F. Sarasini, T. Valente

*Il presente lavoro descrive le fasi di fabbricazione e di caratterizzazione di campioni di lega composita a matrice di titanio SP-700 e rinforzo costituito da fibre continue di SiC. I campioni fabbricati sono stati caratterizzati in microscopia, prima e dopo la compattazione isostatica a caldo. Il materiale è stato sottoposto a prove di trazione e fatica a temperatura ambiente, 450°C e 600°C. Sono illustrati i risultati delle prove che hanno mostrato una resistenza in trazione di almeno il 20% superiore a quelle della sola matrice. Infine sono state esaminate le superficie le sezioni di frattura delle provette sottoposte a fatica per descrivere le modalità ed i fenomeni agenti durante la deformazione.*

**Parole chiave:** materiali compositi, titanio e leghe, fatica, lav. plastiche a caldo, prove meccaniche

## INTRODUZIONE

La ricerca nel campo dei compositi a matrice metallica rappresenta un settore di grande interesse per quei settori industriali caratterizzati da alta tecnologia, dove sia necessario minimizzare il peso dei componenti e massimizzare le proprietà meccaniche [1]. Prima che questi materiali possano essere impiegati in applicazioni reali è necessario comprendere a fondo i meccanismi di deformazione e rottura nell'ambiente in cui andranno ad operare. Questi compositi a matrice di titanio stanno infatti ricevendo una considerevole attenzione al fine di un loro possibile uso come materiali strutturali nei motori avanzati e nelle applicazioni aeronautiche ipersoniche. Per tali utilizzazioni si richiede di operare a temperature fino a 650°C per estesi periodi di tempo e di sostenere gli effetti della fatica isoterma (ad alta temperatura) e termomeccanica. Il presente lavoro descrive le fasi di fabbricazione del materiale composito per tecnica di termo-spruzzatura al plasma seguita da compattazione isostatica a caldo. La formulazione della lega metallica SP-700 utilizzata come matrice, è stata sviluppata per migliorare la deformabilità a caldo e per applicazioni dove sia necessario utilizzare la tecnologia della deformazione superplastica, mentre il rinforzo continuo impiegato per la fabbricazione del composito è rappresentato da fibre di Carburo di Silicio tipo SCS-6. È stato inoltre analizzato il comportamento a fatica ad alta temperatura del materiale fabbricato, di cui vengono presentati i risultati cercando di mettere in evidenza il tipo e l'importanza relativa dei diversi meccanismi di danneggiamento che inevitabilmente intervengono a causa della complessità di questi materiali caratterizzati dalla presenza contemporanea di matrice, fibra e interfaccia fibra/matrice.

C. Testani

Centro Sviluppo Materiali S.p.A, Roma, email: [c.testani@c-s-m.it](mailto:c.testani@c-s-m.it)

C. Bartuli, F. Sarasini, T. Valente

Università degli studi di Roma La Sapienza, Dipartimento ICMMPM, Roma,  
email [teodoro.valente@uniroma1.it](mailto:teodoro.valente@uniroma1.it)

Memoria presentata al 30° Convegno nazionale AIM, Vicenza 17-19 novembre 2004

## Procedura sperimentale

La fabbricazione del materiale composito è stata eseguita mediante termo-spruzzatura al plasma di polveri di lega SP700 su un tamburo su cui erano state avvolte le fibre di carburo di silicio tipo SCS-6 della ditta Special-Metals Inc., e successiva compattazione isostatica a caldo (HIP). L'impianto di cui ci si è serviti per realizzare i mononastri è denominato Controlled Atmosphere Plasma Spraying (C.A.P.S.), è situato presso la sede di Castel Romano del C.S.M. (Centro Sviluppo Materiali)<sup>(1)</sup>. In Fig. 1 è mostrata una foto dell'impianto nel suo insieme. La particolarità dell'impianto risiede nella possibilità di variare l'ambiente di deposizione sia in termini di composizione che di pressione, può operare anche in sovrappressione fino a 4 bar, consentendo selezionare i parametri di processo più idonei per ciascun materiale da depositare.

<sup>(1)</sup> L'impianto CAPS di proprietà del CSM SpA e del Dipartimento di Ingegneria Chimica e dei Materiali è gestito congiuntamente a seguito di un esistente accordo di collaborazione scientifica.



Fig. 1 – Vista d'insieme dell'impianto C.A.P.S.

Fig. 1 – View of the C.A.P.S. plant.

Al	V	Mo	Fe	C	O	N	Ti
4.50	3.05	2.02	2.06	0.039	0.129	0.007	Bal.

Tabella I – Analisi chimica (wt%) della polvere relativa alla lega SP-700.

Table I – Chemical analysis (wt%) of the SP700 powder.

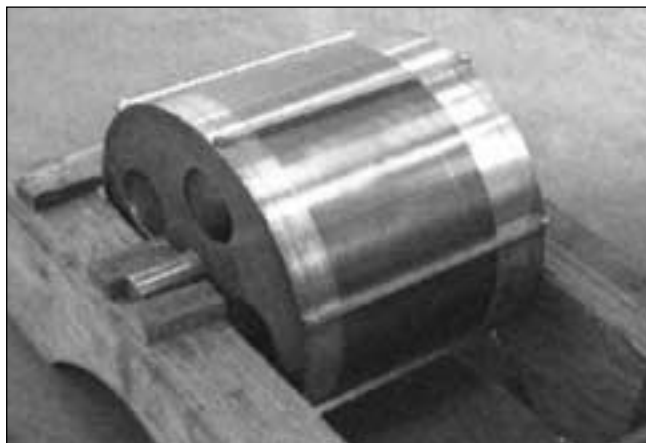


Fig. 2 – Tamburo con le fibre di SiC avvolte.

Fig. 2 – 140 μm diameter silicon carbide fibers wound onto a drum (mandrel).

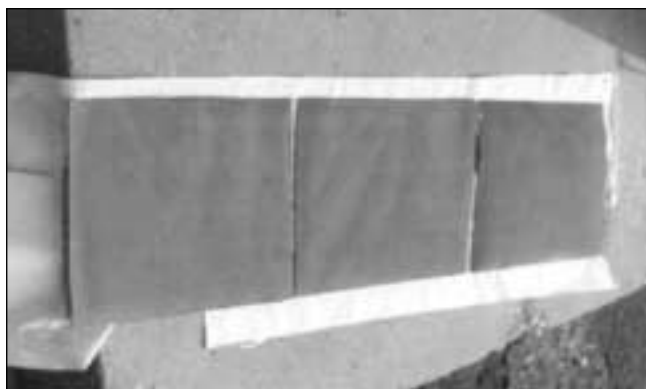


Fig. 3 – Nastro come appare subito dopo la termospruzzatura al plasma.

Fig. 3 – Plasma sprayed MMC monolayer at the completion of the spray process.

Le polveri gas-atomizzate di lega di titanio SP-700 utilizzate sono state fornite dalla Crucible Research, avevano una distribuzione granulometrica di circa 30-80 μm con forma sferica.

In Tab. I viene riportata la composizione chimica di tali polveri.

Le fibre di carburo di silicio sono state avvolte su un tamburo di rame come mostrato in Fig. 2.

Durante la deposizione, la temperatura è stata registrata mediante una termocoppia posta a contatto con la superficie interna del tamburo. La configurazione di raffreddamento prescelta ha consentito di mantenere la temperatura di deposizione a valori inferiori a 160°C, impiegando una velocità di movimentazione della torcia di 221 mm/s ed una velocità di rotazione del tamburo di 27 giri/min. I parametri utilizzati per la realizzazione dei monostri sono stati ottimizzati a mezzo di una sperimentazione fattoriale al fine di minimizzare la quantità di non fusi e di porosità [2, 3, 4, 5]. In Fig. 3 si può osservare un monostri così come appare subito dopo la spruzzatura.

I monostri così ottenuti sono stati tagliati ed impilati gli

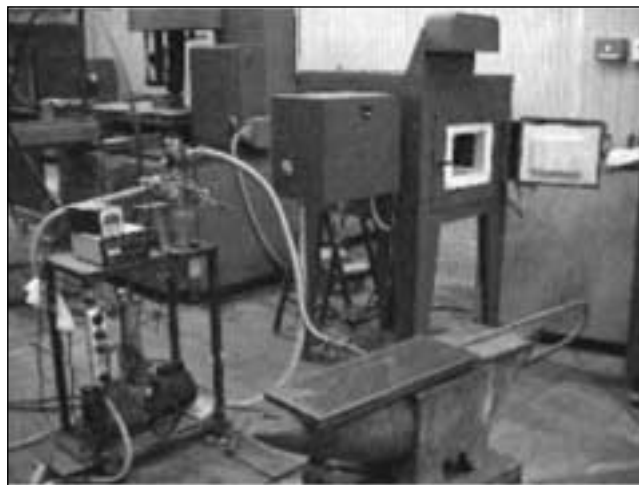


Fig. 4 – Esempio di stampo durante la fase di preparazione e sigillatura in vuoto.

Fig. 4 – View of the die and tooling used for the sealing process.

$T_{max}$ (°C)	$P_{max}$ (bar)	Tempo di stasi (min)
850	1200	45

Tabella II – Parametri relativi al ciclo HIP.

Table II – HIP cycle parameters ( $T_{max}$ ,  $P_{max}$ ,  $t$ ).

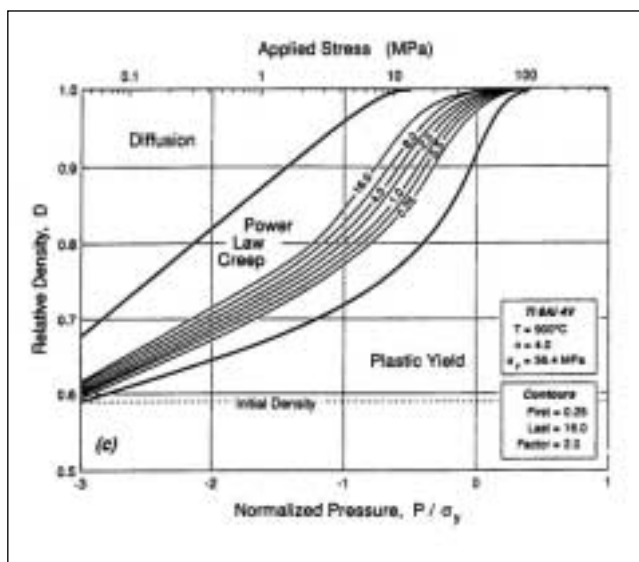


Fig. 5 – Mappa relativa al consolidamento del sistema Ti-6Al-4V/SCS-6.

Fig. 5 – Densification maps showing predicted MMC laminate density vs normalized applied stress for Ti-6Al-4V/SCS-6 system.

un sugli altri e posizionati all'interno degli stampi di acciaio che sono stati a loro volta sigillati, dopo aver creato al loro interno un grado di vuoto pari a circa  $3 \times 10^{-5}$  mbar. La superficie interna delle piastre così come quella dei coperchi, dopo essere stata opportunamente sgrassata, è stata rivestita con nitrato di boro al fine di facilitare il distacco dei pannelli compositi una volta terminata la compattazione. Tali stampi sono mostrati durante la fase di preparazione e sigillatura in Fig. 4, prima di essere inviati alla compattazione isostatica a caldo.

I parametri di compattazione isostatica a caldo utilizzati sono riportati in Tab. II, e sono stati dedotti dall'analisi delle mappe di consolidamento per il sistema Ti6Al4V (Fig. 5) e dalla letteratura disponibile [6-7].

RISULTATI

Nelle figg. 6 e 7 sono mostrate due sezioni metallografiche dei mononastri fabbricati dove la frazione volumetrica finale è stata valutata in circa il 10,6 %. È possibile mettere in evidenza la presenza di poche particelle non fuse, chiaramente identificabile dall'aspetto sferico, e qualche microporosità dovuta all'intrappolamento dei gas-plasmogeni durante la fase di termo-spruzzatura. Come ulteriore risultato si aggiunge che non sono stati evidenziati segni di rilevante degrado interfacciale.

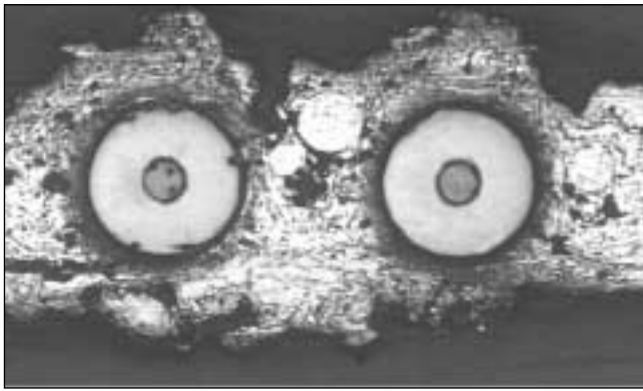


Fig. 6 – Particolare del mononastro dopo attacco metallografico (diametro della singola fibra 140 μm).

Fig. 6 – A polished and etched cross sectional view of the plasma-sprayed monotape.

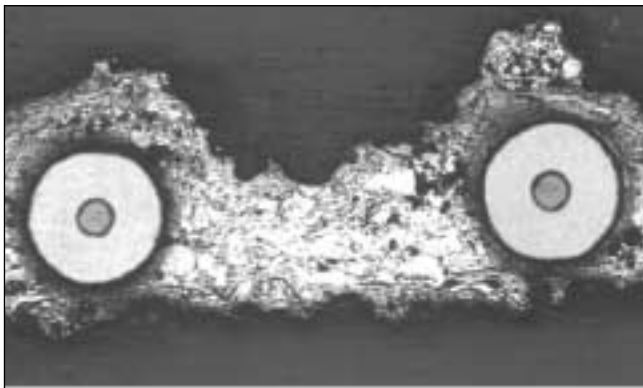


Fig. 7 – Particolare del mononastro (diametro della singola fibra 140 μm).

Fig. 7 – A polished and etched cross sectional view of the plasma-sprayed monotape.

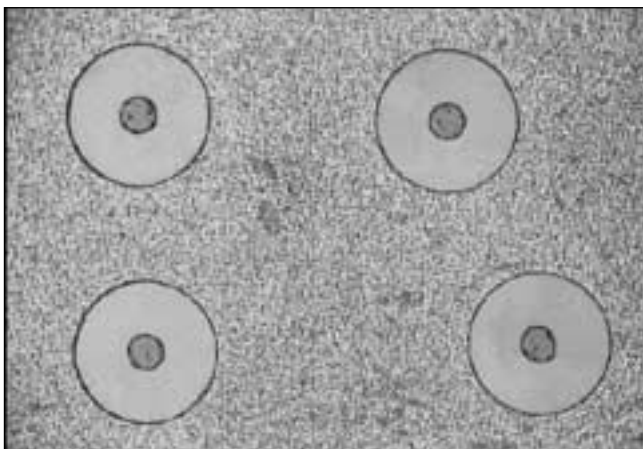


Fig. 8 – Sezione trasversale del composito (200x).

Fig. 8 – Transverse cross section of the as-fabricated composite.

Il materiale composito, dopo compattazione isostatica, si presenta ben consolidato con una completa ricristallizzazione della lega metallica, (Fig. 8 e 9). Sono state evidenziate delle zone, pari al 5,7% in volume, di materiale non completamente ricristallizzato (Fig. 9), mentre la porosità, misurata con metodi automatici, è stimata al 2% in volume. Sono comunque assenti zone con delaminazioni ed è stata esclusa la presenza di zone di eccessiva reazione all'interfaccia.

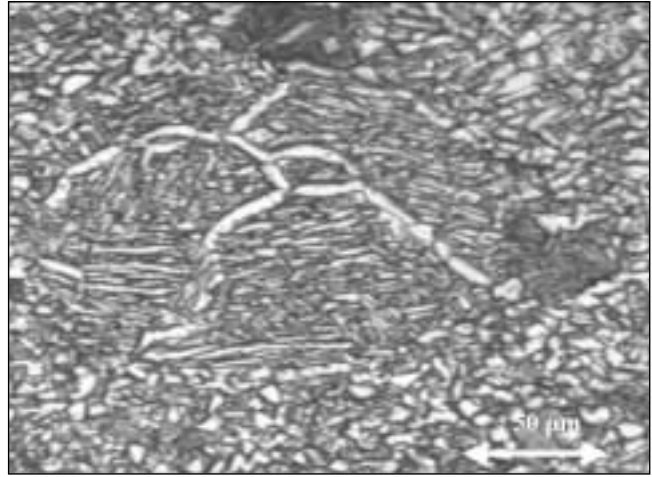


Fig. 9 – Ingrandimento della matrice metallica con ricordo delle polveri iniziali (400x).

Fig. 9 – Microstructure of the matrix alloy showing the presence of starting powders (400x).

CARATTERIZZAZIONE MECCANICA

Dal campione di materiale composito fabbricato sono state ricavate per elettroerosione delle provette, alcune sono mostrate in Fig. 10, per prove di trazione e fatica a caldo (450 e 600°C).

Le prove sono state eseguite in controllo di spostamento con una velocità della traversa pari a 1 mm/min. I risultati sono riassunti nelle tabelle III e IV.



Fig. 10 – Alcuni dei provini usati nelle caratterizzazioni meccaniche.

Fig. 10 – Tensile and fatigue specimen geometry

Campione	E (GPa)	$\sigma_R$ (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	Allung. a rottura (%)
SiC/SP-700_1	159	1280	756	4.20
SiC/SP-700_2	147	1448	1191	2.32
SiC/SP-700_3	186	1312	1160	2.06

Tabella III – Risultati delle prove di trazione a temperatura ambiente.

Table III – Tensile tests results for specimens tested at room temperature.

Campione	T (°C)	$\sigma_R$ (MPa)	$\sigma_{v,0.2}$ (MPa)	Allung. a rottura (%)
SiC/SP-700_1	300	1046	880	4.0
SiC/SP-700_2	300	1032	789	4.2
SiC/SP-700_3	450	819	720	4.0
SiC/SP-700_4	450	806	697	4.1
SiC/SP-700_5	600	446	359	13.0
SiC/SP-700_6	600	468	368	11.0

Tabella IV – Risultati delle prove di trazione ad alta temperatura.

Table IV – Tensile tests results for specimens tested at elevated temperatures.

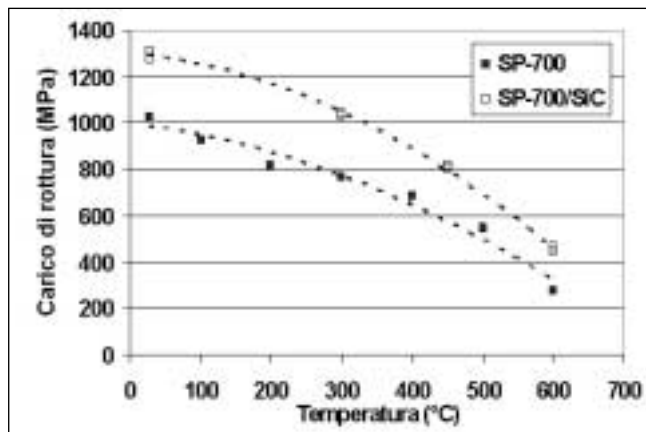


Fig. 11 – Andamento del carico di rottura del composito in confronto con la sola matrice.

Fig. 11 – Comparison of the tensile strength of the composite and unreinforced matrix alloy as a function of temperature.

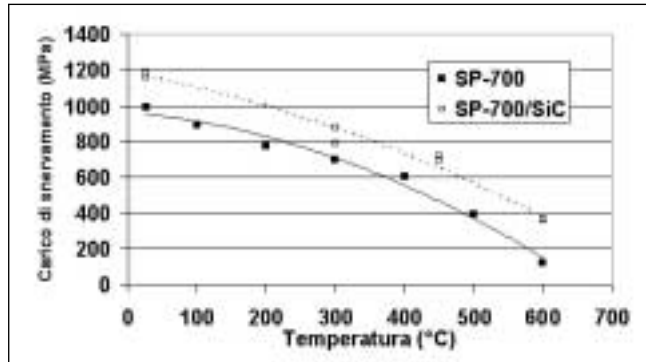


Fig. 12 – Andamento del carico di rottura del composito in confronto con la sola matrice.

Fig. 12 – Comparison of the yield strength of the composite and unreinforced matrix alloy as a function of temperature

Nelle Fig. 11 e 12 è possibile osservare l'andamento del carico di rottura e di snervamento in funzione della temperatura, nel confronto con i dati reperiti in letteratura per la sola matrice non rinforzata.

PROVE DI FATICA

Oltre alle prove di trazione si è proceduto alla valutazione del comportamento a fatica del composito ad alta temperatura. Le prove sono state eseguite a 450°C e 600°C, le condizioni sono riportate di seguito in Tab. V ed i risultati sono riassunti nel grafico di Fig. 13. Le prove, inoltre sono state eseguite in controllo di carico, adottando un andamento sinusoidale del carico applicato caratterizzato da una frequenza pari a 5 Hz ed R=0.1. Sulle provette sottoposte a prova di fatica, sono state esegui-

Prova	T (°C)	Max Stress	f (Hz)	R
1	600	450	5	0.1
2	600	350	5	0.1
3	600	300	5	0.1
4	600	250	5	0.1
5	450	600	5	0.1
6	450	450	5	0.1
7	450	350	5	0.1
8	450	330	5	0.1
9	450	250	5	0.1

Tabella V – Condizioni di prova per la fatica del composito SP-700/SiC.

Table V – Fatigue test summary for SCS-6/SP700 composite system.

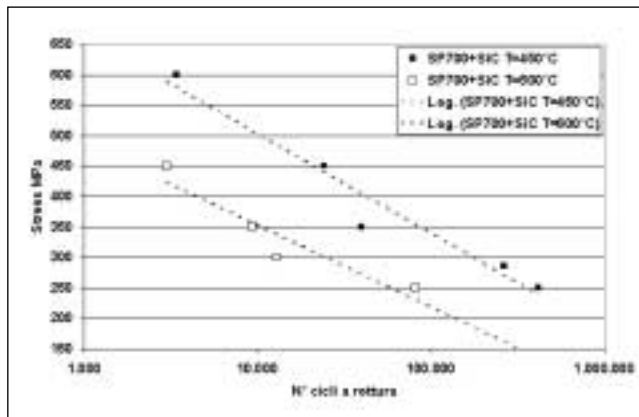


Fig. 13 – Risultati delle prove di fatica ad alta temperatura per il composito SP-700/SiC.

Fig. 13 – Cycles to failure as a function of maximum stress at different temperatures.

te sia analisi sulla superficie di frattura che esami metallografici, esaminando regioni appartenenti al tratto utile dei provini in direzione parallela all'asse longitudinale. I campioni sono stati puliti fino a far emergere il primo strato di fibre per poi essere sottoposti all'osservazione al microscopio ottico, senza attacco metallografico. La tipica superficie di frattura è riportata in Fig. 14.

Nelle successive Fig. 15-16 sono riportate le più rappresentative immagini di sezione metallografiche tratte dalle provette esaminate nelle zone prossime alla superficie di frattura.

DISCUSSIONE

La scelta dei parametri di termo-spruzzatura e quelli di compattazione si sono dimostrati adatti a garantire un buon livello di qualità sia del mononastro che del campione dopo compattazione isostatica a caldo (HIP). Infatti la frazione volumetrica di rinforzo di SiC pari a circa il 10,6%, ha innalzato le proprietà di resistenza alla trazione di circa il 20%, rispetto alla matrice non rinforzata, a temperatura ambiente, per quasi raddoppiarla a T=600°C (Figg. 11 e 12). Le osservazioni condotte sul composito dopo compattazione hanno messo in evidenza una presenza di perdita di allineamento dovuta al fiber swimming, anche se molto contenuta rispetto a quella che si può avere con altri processi di produzione come la stratificazione da "lamierino-fibra-lamierino". Si è osservata una completa ricristallizzazione del grano nelle superfici di contatto con l'impossibilità di riconoscere la stratificazione iniziale e questo dimostra una buona giunzione per diffusione.

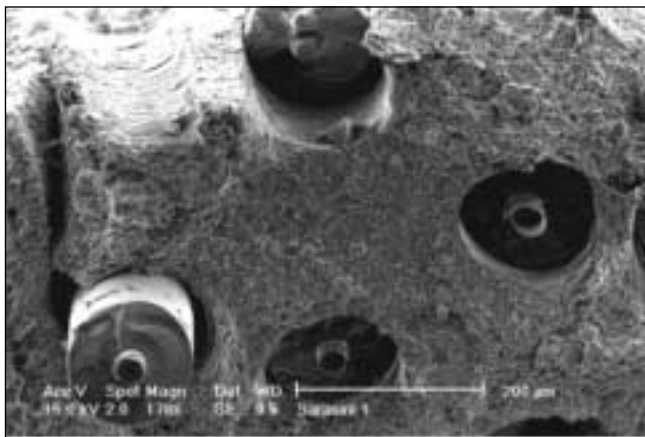


Fig. 14 – Tipica superficie di frattura delle provette di sottoposte a prova di fatica.

Fig. 14 – SEM micrograph of a typical fatigue fracture surface of SCS-6/SP700 composite.

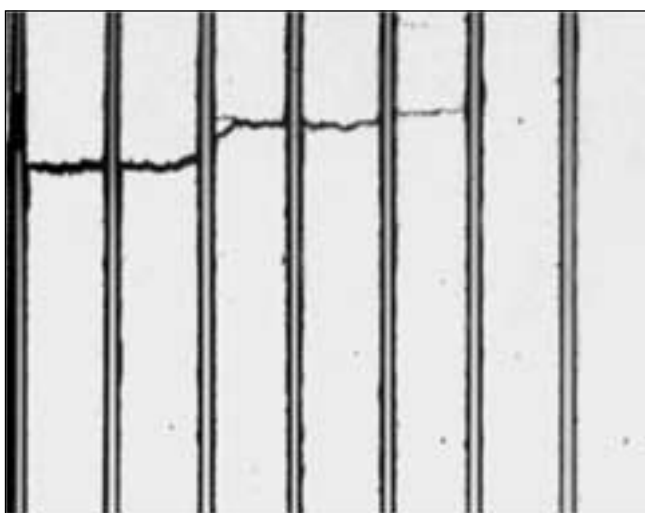


Fig. 15 – Esempio di "fibre-bridging", prova 3:  $P=350\text{MPa}$ ,  $T=450^\circ\text{C}$  (100x).

Fig. 15 – Fiber bridging, 350MPa, 450°C (100x).

Le prove di fatica sono state effettuate in aria alle temperature di 450°C e 600°C che sono quelle di maggior interesse nelle turbine a gas, settore di potenziale applicazione per questo tipo di materiali compositi. L'entità delle sollecitazioni applicate è stata scelta in relazione ai dati ottenuti dalle prove statiche. In particolare, la scelta di eseguire le prove anche a 600°C, temperatura ben superiore a quella normalmente di servizio per la lega SP 700, risiede nel fatto che si è voluto studiare il comportamento di tale composito a temperature superiori a quelle sostenibili dalla sola matrice.

L'esame delle zone di frattura delle provette ha messo in evidenza che il fenomeno di rafforzamento maggiormente attivo nelle prove di fatica è consistito nel "fibre bridging" (Fig. 15-16). Sono state messe in evidenza anche delle cricche interfibra nei campioni sottoposti agli stress più elevati (Fig. 17) probabilmente dovuti a stress già accumulati durante la fase di consolidamento per HIP.

#### CONCLUSIONI

Il presente lavoro ha dimostrato la possibilità di realizzare materiali compositi a matrice di titanio con rinforzo continuo di SiC servendosi di una tecnologia di produzione articolata in due passi:

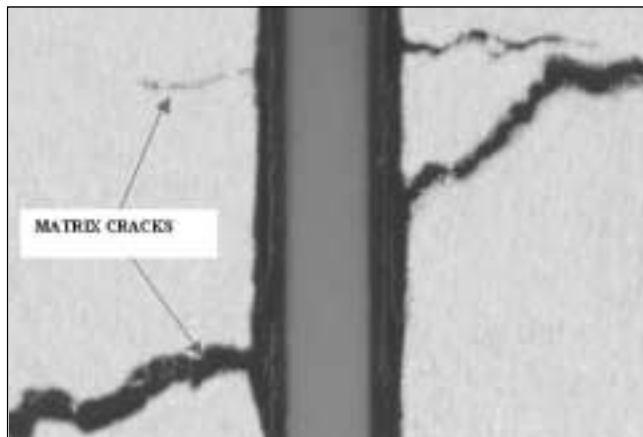


Fig. 16 – Dettaglio dell'avanzamento di una cricca nella matrice,  $P=350\text{MPa}$ ,  $T=600^\circ\text{C}$  (200x).

Fig. 16 – Matrix cracking, 350MPa, 600°C (200x).

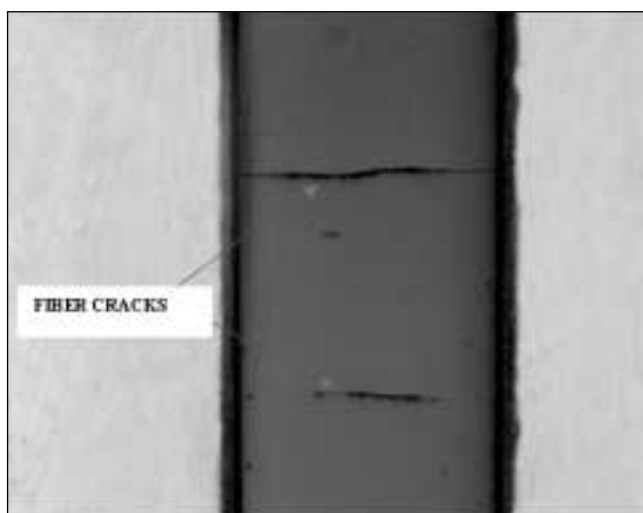


Fig. 17 – Esempio di microcricche nelle fibre, prova eseguita a  $P=600\text{MPa}$  e  $T=450^\circ\text{C}$  (400x).

Fig. 17 – Fiber cracking, 600MPa, 450°C (400x).

- realizzazione di mononastri ottenuti termospruzzando la matrice metallica, nel caso particolare la lega SP-700, sul rinforzo (fibre SCS-6) mediante tecnica CAPS;
- impilaggio dei mononastri e successivo consolidamento per mezzo della pressatura isostatica a caldo (HIP).

I materiali prodotti sono stati sottoposti ad esami metallografici ed a prove meccaniche che ne hanno evidenziato la buona qualità ed un miglioramento delle proprietà meccaniche rispetto alla matrice non rinforzata.

Questo risultato dimostra la possibilità di estendere il range di applicazione, ad esempio di alcuni componenti di turbine a gas, oggi realizzate in lega di titanio.

#### BIBLIOGRAFIA

1. ASM International, "Materials properties handbook: titanium alloys", ASM Int. Ed, 1998, ISBN 0871704811.
2. T. VALENTE, F. CARASSITI, J. Comp. Tech. & Res., 18 (2), (1996) 89-93.
3. T. VALENTE, C. BARTULI, J. Thermal Spray Tech., 3 (1), (1994) 63-68.
4. PETERS, P. "Mono-Filament Reinforced Metals" publication available in the MMCAccess (Brite EURAM Thematic Group) web site: <http://mmc-assess.tuwien>.

- ac.at
5. PETERS, P. W. M.; HEMPTENMACHER, J. Composites, Part A: Applied Science and Manufacturing 33A(10), (2002), 1373-1379.
  6. H. D. HANES, D. A. Seifert and C.R. Watts, "Hot Iso-static Pressing", Battelle Press, Columbus, OH, (1979).
  7. P.D. NICOLAU, S.L. SEMIATIN et Al, ., "Design of Metal Matrix Composite Consolidation Practices Based on the Foil/Fiber/Foil Approach", Scripta Met. Et Mat, Vol. 32, pp 57-62, 1995

A B S T R A C T

**TENSION-TENSION FATIGUE BEHAVIOR  
OF A UNIDIRECTIONAL TITANIUM-MATRIX COMPOSITE  
(SCS-6/SP-700) AT ELEVATED TEMPERATURE**

**Keywords: titanium metal matrix composite, fatigue, hot isostatic pressign DB, mechanical testing**

Titanium based metal matrix composites (MMC) reinforced by unidirectional continuous SiC fibers are attracting considerable attention for potential use as structural materials for advanced engine and hypersonic aircraft applications because of their higher specific strength and stiffness at medium and elevated temperature with respect to monolithic materials such as superalloys. Before these MMCs can be used in real applications, the deformation and failure mechanisms in the environment under which they will operate must be fully characterized. For aircraft applications, this routinely includes fatigue loading at elevated temperature. This experimental work describes the manufacture and the mechanical characterization of a titanium matrix composite fabricated by a two step process sequence in which foils (also called monotapes), consisting of uniformly spaced continuous fibers in a porous alloy matrix, are produced using plasma spray methods and lay-ups of these monotapes are then consolidated to form near net shape composite using a process known as Hot Isostatic Pressing (HIP). The material investigated in this study was a unidirectional composite consisting of a titanium alloy reinforced with SCS-6 silicon carbide fiber. The matrix alloy was of composition Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Fe, commonly designated as SP-700. The monotapes were produced by Inert Plasma Spraying (IPS). The preforms in the as sprayed condition have been investigated by means of optical microscopy in order to evaluate

their characteristics (closed internal porosity, presence of non completely fused particles). The same investigation was performed on the composite specimens in the as Hiped condition. The results of such tests showed that was achieved a high degree of consolidation, no intra-ply delaminations, negligible porosity and fiber swimming as well as a good interfacial bonding without an extended fiber-matrix reaction zone, thus confirming the quality of the process used. In order to assess the mechanical properties of the composite, tensile tests were conducted both at room temperature and at elevated temperature (300, 450, 600°C). It was possible to underline the improvement of mechanical strength of this composite system if compared with the properties of the unreinforced SP-700 at the same temperatures. The fatigue behavior of this titanium matrix composite was also investigated. Fatigue tests were performed in air at a range of temperatures relevant to gas-turbine compressor operation, namely 450°C and 600°C and at different maximum stresses (as obtained from tensile tests). Tests were performed under load control, at a frequency of 5Hz and R ratio of 0.1, with loading under a sinusoidal waveform. Post-test microscopy was conducted on the fracture surfaces and on the sectioned samples of the tested specimens. Fractographic analysis was performed on all test specimens using a scanning electron microscope (SEM). The fractured specimen was further polished parallel to the loading direction in order to reveal the damage near the fracture surface. It was possible to observe the different damage mechanisms as well as the importance of fiber bridging. The improvements observed in comparison with the unreinforced matrix alloy allow this composite system to be considered as a suitable material for future industrial applications.