



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in Ingegneria meccanica

Studio della stabilità ad alta temperatura della microstruttura del
rame puro

Study of the high temperature stability of pure copper
microstructure

Relatore:

Prof. Stefano Spigarelli

Tesi di Laurea di:

Filippo Fragola

Correlatore:

Dott. Ing. Chiara Paoletti

A.A. 2019/2020

Ringraziamenti

Vorrei ringraziare in particolare il Prof. Stefano Spigarelli per avermi dato la possibilità di svolgere questo progetto, per i suggerimenti dati e per la disponibilità manifestata in ogni momento. Un singolare ringraziamento rivolgo al Dott. Ing. Paoletti Chiara per avermi guidato nella fase iniziale di apprendimento e per l'instancabile attenzione, durante tutte le fasi dello svolgimento di questa tesi.

Intendo ringraziare i miei amici e colleghi, che sono sempre stati al mio fianco e hanno condiviso con me gioie e dolori durante questo percorso.

Infine, ma non per ultimi, vorrei ringraziare i miei genitori Daniela e Germano e mio fratello Nicolò, che mi hanno continuamente sostenuto ed incoraggiato, soprattutto durante i momenti più difficili, a raggiungere questo importante traguardo.

INDICE

INTRODUZIONE	6
1.IL RAME	8
1.1Rame puro: caratteristiche e proprietà.....	8
2.FRICITION STIR PROCESSING	10
3.LE PROVE DI DUREZZA	10
3.1 La durezza.....	10
3.2 Durometro.....	11
3.3 Classificazione e caratteristiche delle prove di durezza.....	12
3.4 Tipologie di prove statiche.....	13
3.5 La prova Brinell.....	13
3.6 La prova Vickers.....	15
3.7 La prova Rockwell.....	17
4.IL CREEP	18
4.1 La macchina di prova	19
4.2 La curva di creep.....	21
5.PROCEDURE SPERIMENTALI	22
5.1 Prove di micro-durezze pre-creep.....	22
5.2 Prova di durezza.....	25
5.3 Prove di micro-durezze post-creep	26
6.VALUTAZIONE DEI DATI SPERIMENTALI	28
6.1 Analisi dati	28
6.2 Campione 1	35
6.3 Campione 2	39
6.4 Campione 3	42
6.5 Campione 4	46

CONCLUSIONI.....48

BIBLIOGRAFIA49

INTRODUZIONE

L'oggetto d'analisi di questo elaborato è la stabilità della microstruttura del rame puro alle alte temperature. In particolare, sono stati testati dei campioni di tale materiale e se ne è analizzata la stabilità microstrutturale, concentrandosi sull'analisi delle micro-durezze superficiali prima e dopo aver effettuato le prove di creep. L'obiettivo è quello di vedere come questa varia e stabilire se ci sono andamenti comuni tra i vari campioni, per definire il comportamento tipico del materiale.

La durezza è una proprietà meccanica dei metalli, ed in quanto tale, subisce delle variazioni al variare della temperatura in seguito alla variazione della struttura microcristallina.

Il comportamento di un materiale al di sopra della temperatura ambiente deve essere preso in considerazione per tutte quelle applicazioni che prevedono condizioni di lavoro a temperature elevate; in particolare il fenomeno del creep, che diventa rilevante al di sopra del 30-50% della temperatura di fusione, è un fenomeno di danneggiamento del materiale da tenere bene in considerazione.

Le operazioni di analisi hanno avuto luogo nel laboratorio di metallurgia, presso l'università Politecnica delle Marche, in collaborazione con la collega Sara Bevilacqua; oggetto di studio sono stati quattro campioni di rame puro, sottoposti precedentemente al processo FSP (Friction Stir Processing).

L'elaborato si articola in tre sezioni principali nelle quali vengono presentate delle nozioni teoriche introduttive riguardo il materiale analizzato ed ai processi eseguiti, la procedura sperimentale seguita ed infine i dati raccolti riguardo i singoli campioni.

La prima parte affronta gli aspetti generali del rame puro, le sue caratteristiche e la lavorazione FSP. Viene definito il concetto di durezza, gli strumenti utilizzati per effettuare le misurazioni e le varie metodologie che si possono attuare. Successivamente, viene descritta più nei particolari la prova di creep.

Nella seconda parte è descritta la procedura sperimentale eseguita, vengono presentate le operazioni di preparazione del campione svolte in laboratorio, la strumentazione utilizzata, i metodi di analisi dei dati e la loro procedura di elaborazione.

Nella terza parte vengono riportati i risultati sperimentali delle misurazioni, in particolare gli istogrammi relativi alle medie dei valori HV rilevati con le eventuali considerazioni fatte per giustificare certi andamenti. Successivamente sono presentati i grafici dell'andamento dei valori di durezza per i singoli campioni e i loro relativi confronti tra le fasi pre-creep e post-creep.

1. IL RAME

Il rame è un metallo di colore rossastro, indicato con il simbolo Cu e numero atomico 29 nella tavola periodica; appartiene agli elementi di transizione, ed è situato nella stessa colonna di argento e oro, con cui ha molte affinità chimico-fisiche. Insieme alle innumerevoli sue leghe comunemente utilizzate, in ambito civile ed industriale, è un materiale largamente utilizzato fin dall'antichità. Il rame, infatti, poteva essere trovato sia sotto forma metallica sia poteva facilmente essere ridotto dal minerale, ed era spesso utilizzato dagli antichi, insieme a oro e argento, per funzioni estetiche ma soprattutto applicazioni strutturali e funzionali [1].

Il rame viene impiegato in svariati campi di applicazione proprio grazie alle sue eccezionali proprietà di elevata conducibilità elettrica e termica e le ottime proprietà meccaniche. È l'unico, tra i metalli puri di uso industriale, ad avere un potenziale elettrochimico positivo, che dunque gli consente di non sciogliersi negli acidi, a meno che questi non siano fortemente ossidanti. Inoltre, è dotato di un'eccellente resistenza in molti ambienti corrosivi, ottenuta grazie alla capacità di ricoprirsi di un sottile e aderente strato di ossido. I prodotti della corrosione del rame sono spesso protettivi; ad esempio, se posto in esposizione all'aria, il rame sviluppa uno strato protettivo chiamato *patina*, la cui composizione varia al variare dei luoghi e dalle condizioni atmosferiche. La patina verde che ricopre i tetti in rame, ad esempio, è un sale di stechiometria variabile, che protegge il metallo rendendolo praticamente "eterno" [8].

1.1 Rame puro: caratteristiche e proprietà

In questo lavoro, è stato preso in esame del rame puro, cioè con un contenuto minimo di rame pari al 99,9%. Il Cu puro viene ampiamente utilizzato nel campo dei conduttori grazie alla sua ottima conducibilità elettrica e alla sua struttura cristallina, costituita da celle cubiche a facce centrate (CFC), che lo rende particolarmente lavorabile e facilmente riducibile in lamine e fili. Come conduttore elettrico è il migliore dopo le leghe preziose, ma ovviamente è di gran lunga il miglior compromesso tra le caratteristiche tecnologiche e i costi da sostenere. La sua capacità di condurre elettricità è influenzata da alcuni fattori, come la presenza o meno di ossigeno e l'aggiunta di elementi in lega. Infatti, il rame puro si distingue in due tipologie: rame puro contenente ossigeno (ETP electrolytic tough pitch) e rame puro privo di ossigeno (OFCH oxygen-free high conductivity). L'aggiunta di ossigeno, così come l'aggiunta di qualsiasi altro elemento per la realizzazione di una lega, riduce notevolmente la conducibilità elettrica [1].

L'unico trattamento termico al quale può essere sottoposto il rame puro è la ricottura, che viene eseguita per eliminare le tensioni residue indotte dalle lavorazioni meccaniche e per rigenerare la

struttura cristallina incrudita dalle lavorazioni plastiche a freddo. La ricottura viene effettuata alla temperatura di 550°C per il tempo minimo necessario a consentire la ricristallizzazione, variabile in funzione del grado di incrudimento e delle dimensioni del componente. Il raffreddamento può avvenire sia in aria che in acqua e, nel caso in cui fosse necessario preservare la brillantezza del rame, il trattamento termico deve essere svolto in atmosfera controllata tramite l'utilizzo di gas inerti [5].

Per quanto riguarda le proprietà meccaniche, queste sono determinate da: durezza, forma e duttilità. Esse sono designate con la lettera H per la durezza e la lettera R per il carico di rottura. Il rame può essere così fornito nello stato fisico desiderato mediante cicli termici o lavorazioni a freddo. Il rame ricotto possiede un range di durezza che va da 40 a 65HV e un carico di rottura da 200 a 250 N/mm². Nonostante queste proprietà risultino di per sé ottime, possono comunque essere incrementate tramite il processo d'incrudimento; infatti, il rame lavorato a freddo può raggiungere una durezza di 110HV e sopporta un carico di 360 N/mm². La resistenza meccanica può inoltre essere migliorata combinando il rame con uno o più elementi, data la facilità di quest'ultimo a formare leghe, a scapito della conducibilità [6].

2. FRICTION STIR PROCESSING (FSP)

La Friction Stir Processing (FSP) è una lavorazione che permette di modificare le proprietà di un metallo attraverso l'imposizione di una severa e localizzata deformazione plastica; solitamente, attraverso tale processo si vanno ad incrementare proprietà come resistenza all'abrasione, durezza, duttilità, resistenza alla corrosione, durata a fatica e formabilità senza influenzare le proprietà massive del materiale. La deformazione da FSP, come mostrato nella figura 1, si sviluppa attraverso un utensile rotante, detto *shoulder*, immerso nel pezzo in lavorazione che viene spostato nelle direzioni di interesse. Lo *shoulder* ha il compito di svolgere due diverse funzioni: riscaldare e deformare il materiale dell'elemento da lavorare. Il riscaldamento è ottenuto sostanzialmente attraverso il calore che si sviluppa dal fenomeno dell'attrito generato tra lo *shoulder* rotante e il pezzo soggetto a lavorazione. Nel frattempo, la punta dello *shoulder* agita il materiale riscaldato, il quale tende ad ammorbidirsi e a scorrere attorno

al perno rotante. In questo modo, il materiale sollecitato subisce una forte deformazione plastica ed un'elevata esposizione termica, le quali provocano un notevole affinamento della microstruttura nella zona lavorata. Infatti, nella zona di agitazione, ovvero la zona in cui il materiale viene agitato dalla punta dello *shoulder*, si viene a generare una ricristallizzazione dinamica che favorisce la formazione di grani fini ed equiassici che migliorano le proprietà meccaniche del materiale [4].

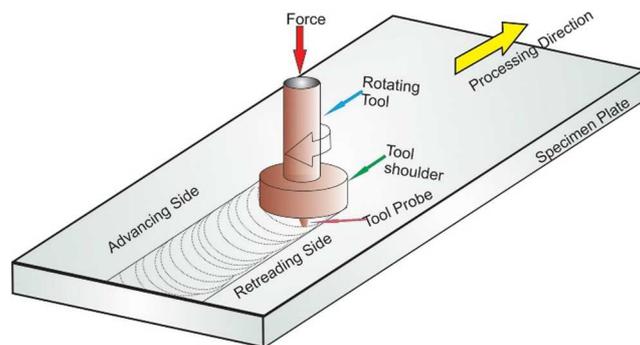


Figura 1 - Schematizzazione della tecnica FSP

3. LE PROVE DI DUREZZA

3.1 La durezza

In metallurgia, per durezza si intende la resistenza che un materiale oppone alla penetrazione di un corpo più duro. È una proprietà dei materiali ed è una grandezza meccanica non facile da definire, la quale consiste in un valore numerico che indica le caratteristiche di deformabilità plastica del materiale. Dal punto di vista fisico è una proprietà dei corpi solidi, ed è funzione della forza di coesione tra gli atomi di cui è composto il materiale. Un adeguato valore di durezza è, quindi, condizione necessaria (ma non sufficiente) affinché il componente metallico abbia le caratteristiche

richieste dalle specifiche di progetto, essendo questa una proprietà che influenza particolarmente la resistenza all'usura, all'incisione, al taglio e alla corrosione [1].

La prima definizione di durezza fu data da Friedrich Mohs (mineralogista austriaco 1723-1839) ed è basata su un criterio empirico: “la resistenza che il materiale oppone alla separazione delle sue particelle”. Questa assume come riferimento la durezza di dieci minerali numerati progressivamente da 1 a 10, tali che, ciascuno è in grado di scalfire quello che lo precede ed è scalfito da quello che lo segue. Il primo minerale della serie è il talco, l'ultimo è il diamante. Va comunque sottolineato che la scala di Mohs ha un valore prettamente indicativo.

Con gli anni e con il progressivo sviluppo dell'ingegneria metallurgica è nata sempre più una maggiore esigenza di verificare oggettivamente la durezza dei materiali; i primi tecnici specializzati studiarono indipendentemente le metodologie di test e realizzarono i relativi strumenti di misura. I procedimenti, sebbene pratici e funzionali, non furono però uniformati e nessuno si curò di collegare le scale di misura ai sistemi metrologici di riferimento. Solo recentemente, gli organismi normativi hanno lavorato alla standardizzazione degli strumenti e delle scale, creando un legame oggettivo con il Sistema Internazionale; nonostante questo, ancora oggi, sono in uso diverse scale di misura per la durezza, ognuna delle quali fa riferimento alla propria specifica metodologia d'analisi [7].

3.2 Durometro

Le macchine utilizzate per le verifiche di durezza sono chiamate durometri: essi consentono di applicare un carico di prova sul pezzo da analizzare e forniscono un indice convenzionale dal quale trarre informazioni sulle qualità del materiale.

Ne esistono di vari tipi, ognuno destinato a una specifica applicazione e dotato di una propria scala di misura, tuttavia il principio di funzionamento è simile per le varie tipologie: una punta (penetratore), che può essere di forma varia, viene spinta con una forza nota contro il materiale da testare e permane nel campione per un certo periodo di tempo; misurando poi la profondità di penetrazione, la dimensione dell'impronta (testimone) o l'altezza di rimbalzo (nel caso dei test dinamici), si ottiene l'indicazione della durezza del pezzo.

A seconda della prova di misura che si vuole adottare, la struttura dei durometri varia significativamente. In linea di massima, questi strumenti assomigliano a delle presse manuali, dotate di una struttura a C, dove il materiale da testare viene poggiato su un piattello di carico, mentre dall'alto, agendo su una leva (per i dispositivi meccanici) o tramite un motore (per le macchine automatiche), cala il penetratore. In alcuni tipi di durometri, il materiale da testare deve essere “pinzato” nella struttura a C, regolando l'altezza del piattello di carico mediante una vite [7].

Grazie ad un sistema meccanico o idraulico, che moltiplica la forza impressa alla leva, il sistema riesce a fornire il carico necessario al penetratore.



Figura 2 - Durometro per la prova Vickers.

3.3 Classificazione e caratteristiche delle prove di durezza

Le prove di durezza sono sicuramente le più diffuse tra le prove meccaniche, in quanto:

- spesso non richiedono la realizzazione di specifici provini campione ma possono essere eseguite direttamente sul prodotto finale;
- sono generalmente molto rapide;
- possono fornire un'indicazione sullo stato microstrutturale e su alcune fondamentali proprietà meccaniche dei materiali;
- sono prove di carattere non distruttivo poiché alterano solo localmente il prodotto ed in maniera spesso non significativa.

È importante notare che la prova non può essere ripetuta nella stessa posizione (o anche in prossimità di altri testimoni), infatti la superficie intorno a un'impronta viene geometricamente e strutturalmente modificata, per cui la ripetizione del test comporterebbe errori di misura.

Esistono diverse tipologie di scale; tuttavia per andare a definire il tipo di scala è fondamentale definire il processo di misurazione che può essere statico o dinamico.

Le prove sono dette statiche (o di penetrazione statica) se il carico viene applicato in un determinato intervallo di tempo; i test di natura statica costituiscono il gruppo di maggior interesse ai fini industriali e si dividono ulteriormente in prove di:

- macro-durezza, se l'impronta provocata dal penetratore, di massa e dimensioni definite, interessa un grosso volume di materiale (l'impronta è di notevoli dimensioni, generalmente visibile a occhio nudo, e i carichi applicati sul penetratore variano da un minimo di 2 N a un massimo di 30 kN);
- micro-durezza, quando l'impronta causata dal penetratore interessa un piccolissimo volume di materiale (l'impronta è visibile solo con un microscopio a forte ingrandimento e i carichi applicati sul penetratore sono normalmente inferiori a 2 N).

Nelle prove dinamiche invece, il carico è applicato istantaneamente: si fa scontrare un corpo penetrante con il pezzo in prova con una certa energia cinetica e da una determinata distanza [7].

3.4 Tipologie di prove statiche

Le prove più diffuse ed universalmente riconosciute sono le prove statiche in quanto: semplici, ripetibili, rapide ed economiche. Esistono varie tipologie di scale di tipo statico, le più importanti sono: la scala Brinell, la scala Vickers e la scala Rockwell.

Queste tre tipologie si distinguono tra loro per il tipo di penetratore utilizzato, per le condizioni di prova e per la tecnica di rilevamento dell'impronta, per questo motivo eseguendo prove di durezza con metodi differenti su uno stesso materiale si ottengono indici differenti. Pertanto, si deve sempre specificare il tipo di prova effettuata dopo il numero dell'indice di durezza: HB (Brinell), HR (Rockwell), HV (Vickers).

3.5 La prova Brinell

La scala di durezza Brinell viene usata in prevalenza per materiali teneri, quali acciai dolci, ottoni, leghe leggere. La procedura operativa consiste nel premere, con una forza prestabilita, una sfera levigata d'acciaio temprato o di metallo duro di diametro "D", solitamente di 10mm, contro la superficie del pezzo in esame, per un noto intervallo di tempo. Successivamente si misurano i due diametri ortogonali dell'impronta dovuta alla deformazione plastica del pezzo.

Per materiali più teneri, il carico risulta essere diminuito, in modo da evitare che la sfera penetri interamente nel materiale, sfondandolo. Il carico massimo deve essere raggiunto gradualmente e mantenuto per un tempo variabile da 10 a 15 secondi, mentre lo spessore del pezzo in prova deve essere almeno 8 volte la profondità dell'impronta.

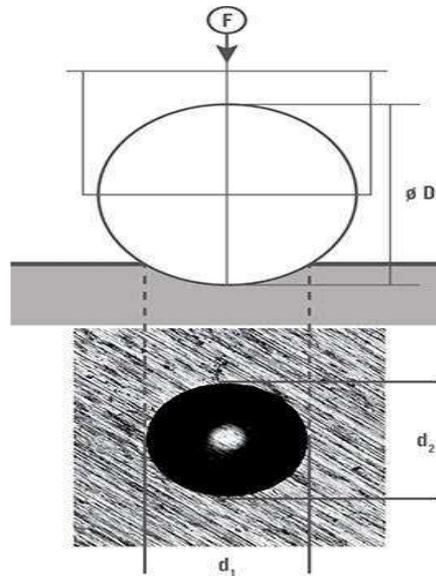


Figura 3 - Penetratore e impronta ottenuta in seguito ad una prova Brinell.

Il numero di durezza è ottenuto dalla seguente formula:

$$HB = \frac{F}{S}$$

dove F è il carico che agisce sulla sfera e S la superficie dell'impronta sul materiale.

La superficie S risulta avere la forma di una calotta sferica, la quale può essere calcolata mediante la seguente formula:

$$S = \frac{1}{2} \cdot \pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)$$

con $d = \frac{(d_1 + d_2)}{2}$, media dei due diametri ortogonali, il cui valore deve essere compreso fra un quarto e la metà del diametro "D" della sfera, altrimenti la prova non può essere considerata valida.

Tra i vantaggi del metodo Brinell ritroviamo il fatto che è una prova rapida, economica, non distruttiva e l'oggetto è riutilizzabile; tra gli svantaggi invece, troviamo il fatto che è difficile effettuare confronti tra diverse misure Brinell eseguite con forze di carico e/o penetratori di dimensioni diverse. Infatti, è possibile solo confrontare prove eseguite con parametri diversi solamente quando il rapporto d/D risulta pressoché uguale [1] [7].

3.6 La prova Vickers

Il metodo Vickers è strettamente derivato dal metodo Brinell ed utilizza per l'esecuzione della misura la stessa definizione di rapporto tra forza applicata ed area della superficie totale dell'impronta. Esso fu introdotto per superare i limiti del metodo Brinell alle durezze elevate, infatti, in questo tipo di misurazione si utilizza un penetratore di diamante avente la forma di piramide rovesciata a base quadrata.

La scelta della forma del penetratore è dettata dalla facilità con la quale può essere ottenuta attraverso la lavorazione di un diamante e per il fatto che i rapporti di forma dell'impronta non cambiano al variare delle sue dimensioni.

Per ottenere una scala comparabile a quella Brinell, l'angolo al vertice del penetratore possiede un'ampiezza di 136° , uguale quindi a quello formato dalle tangenti ad una calotta sferica rappresentante un'impronta Brinell di dimensioni medie.

La procedura operativa consiste nel premere, con una forza nota, la punta contro la superficie del campione per un tempo determinato e successivamente ricavare dall'impronta, che assume una forma romboidale, il valore HV. Essendo la punta del penetratore in diamante, questo metodo è particolarmente indicato per materiali molto duri e i valori di durezza risultano essere indipendenti dal carico. Le dimensioni dell'impronta sono micrometriche, quindi la misura viene eseguita per mezzo di un microscopio, grazie al quale si riescono a misurare con precisione le due diagonali della figura, dalle quali, è possibile risalire al valore di durezza mediante la seguente formula:

$$HV = \frac{P}{S} = \frac{2 \times 0,102 \times P}{d^2} \sin\left(\frac{136}{2}\right) = 0,1891 \frac{P}{d^2}$$

dove con P è indicato il carico in [N] e d è la media delle diagonali dell'impronta in [mm].

Da norma è previsto che dopo il simbolo HV debba essere indicato il carico P e il tempo di permanenza del carico.

Per poter effettuare una buona prova di durezza Vickers, il campione in esame deve avere una superficie piana, liscia, libera da ossidi e da lubrificanti e con una finitura superficiale tale da permettere un'accurata misura. Oltretutto, la preparazione della superficie non deve alterare le caratteristiche del materiale, vanno evitati quindi surriscaldamenti ed incrudimenti.

Con la prova Vickers si ottengono risultati comparabili a quelli ottenuti con la prova Brinell, tuttavia, come detto precedentemente, ha il merito di perfezionare Brinell per i seguenti vantaggi:

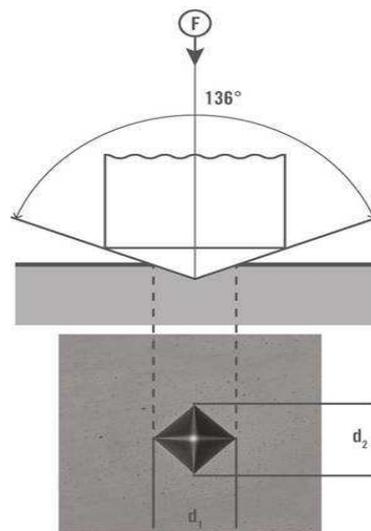


Figura 4 - Penetratore e impronta ottenuta in seguito ad una prova Vickers.

- ha un campo di applicazione illimitato per durezza e spessore del pezzo senza necessità di cambiare penetratore, basta solamente variare il carico;
- esattezza della misura poiché il carico è applicato automaticamente e la forma dell'impronta è quadrata (la cui diagonale si misura più facilmente rispetto al diametro di un cerchio);
- dimensioni ridotte dell'impronta, che permette di saggiare pezzi finiti senza danneggiarli;
- possibilità di effettuare misure di durezza su metalli più puri.

Lo svantaggio del metodo Vickers sta nell'onerosità della prova e nel notevole intervallo di tempo richiesto per eseguirla, poiché la lettura delle impronte si può fare solo al microscopio [1] [7].

In relazione al carico applicato è possibile dividere la prova Vickers in tre diverse classi:

Test di durezza Vickers ($F \geq 49,03$ [N])

Test di durezza a bassa forza ($1,961$ [N] $< F < 49,03$ [N])

Test di micro-durezza ($0,09807$ [N] $< F < 1,961$ [N])

Tra queste è di notevole interesse il test di micro-durezza perché, a causa delle modeste dimensioni dell'impronta, si può misurare la durezza di un'area molto ridotta e quindi delle singole fasi o dei costituenti strutturali presenti in una lega metallica. Questo test è inoltre fondamentale per poter valutare la variazione di durezza in funzione dello spessore del pezzo. A maggior ragione, per ottenere delle misurazioni accurate, è necessaria una superficie ben lucidata e il più regolare possibile [1].

3.7 La prova Rockwell

La scala Rockwell venne introdotta nel 1920 per superare alcuni limiti delle scale Brinell e Vickers, ma soprattutto per aumentare la velocità delle prove. Accanto ai suoi notevoli vantaggi pratici, si riscontra, purtroppo, una perdita delle caratteristiche metrologiche che invece erano osservate correttamente da Brinell e successivamente migliorate da Vickers. Questa tecnica è molto utilizzata per la sua praticità e per l'immediatezza di lettura; più si penetra in profondità la superficie di un pezzo, più il materiale testato risulta essere "morbido", tuttavia va notato che è una misura di durezza puramente convenzionale.

Le differenze sostanziali rispetto ai precedenti metodi sono essenzialmente due:

- la misura della profondità di penetrazione eseguita direttamente dalla macchina durante l'esecuzione della prova, anziché del diametro dell'impronta;
- l'uso di un penetratore di diamante per la misura su materiali più duri per evitare gli effetti dovuti alla deformazione del penetratore.

Nel metodo Rockwell, il carico di prova totale viene applicato in due fasi, come è possibile osservare dalla figura 5; si applica una forza iniziale nota al penetratore (a sfera o a cono di diamante) per assestarlo sulla superficie del pezzo in prova e stabilire il livello iniziale del penetratore o livello di zero di riferimento ("h₀"), che non risulta quindi influenzato dallo stato della superficie del pezzo. Successivamente si applica al penetratore una forza addizionale nota per un definito intervallo di tempo e la si rimuove per eliminare la deformazione elastica ad essa dovuta.

Infine, si misura la posizione finale (“h”) del penetratore per determinare la profondità dell’impronta, data dalla differenza tra h ed h₀, per poi calcolare i vari valori di durezza Rockwell [1] [7].

La misurazione può essere fatta con diversi metodi, contrassegnati da diverse sigle in funzione della forma, del materiale del penetratore e delle forze di precarico e carico applicate. Le due scale maggiormente utilizzate sono:

- HRC: il penetratore è un cono di diamante con un angolo di apertura pari a 120°. Questo metodo è usato di preferenza per materiali molto duri con valore di durezza Brinell HB>200.
- HRB: il penetratore è una sfera di metallo duro; utilizzato per materiali non eccessivamente duri, con valore di durezza Brinell HB<200.

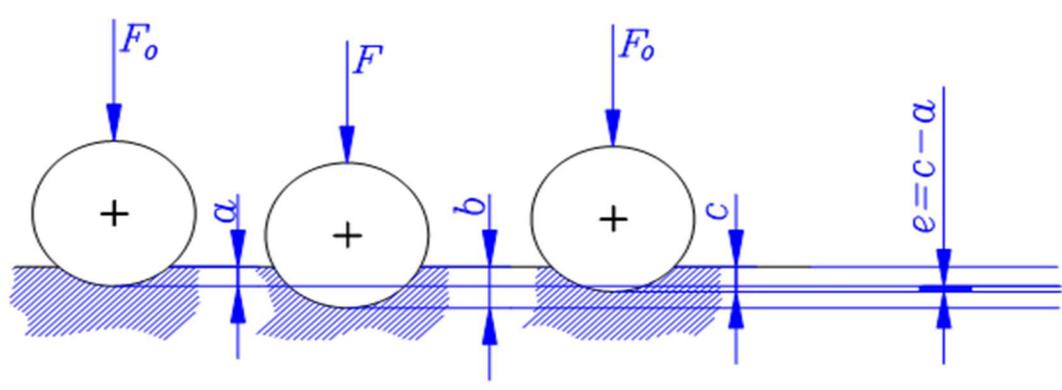


Figura 5 - Esecuzione di una prova Rockwell.

4. IL CREEP

Il fenomeno del creep (in italiano indicato spesso come “scorrimento viscoso”, termine che può rilevarsi fuorviante) identifica una deformazione permanente che si genera in un materiale sottoposto ad un carico costante in un ambiente ad elevata temperatura e che tende ad aumentare con il passare del tempo.

Esistono due tipologie di prove di creep, a carico costante o a tensione costante; la prima tipologia è la maggiormente diffusa grazie alla sua semplicità di esecuzione e, nonostante la tensione tenda ad aumentare per tutta la durata del processo a causa della riduzione della sezione trasversale legata all’allungamento del campione, i dati ottenuti sono particolarmente utili.

Qualsiasi metallo può essere soggetto al fenomeno del creep, ma per far sì che quest’ultimo non risulti irrilevante, bisogna tenere in considerazione un fattore fondamentale: il valore della

temperatura. Difatti, purché si venga a generare uno scorrimento viscoso di notevole importanza, è necessario che la temperatura con cui viene eseguito il processo risulti essere maggiore di un valore limite identificabile con il 30-50% della temperatura assoluta di fusione (T_F) del metallo preso in esame.

Il comportamento a creep di un materiale metallico viene studiato effettuando delle prove in condizione di carico uniassiale costante; esistono diverse tipologie di prove di creep, le quali si differenziano in base a ciò che si vuole andare ad analizzare.

Le prove di creep possono essere:

- *Prove del tipo stress-rapture*: in questo caso viene studiato solamente il tempo a rottura;
- *Prove di creep interrotte*: di tanto in tanto la prova viene interrotta e il campione smontato e misurato;
- *Prove del tipo creep-rapture*: in questo caso l'allungamento viene misurato con continuità grazie alla presenza di trasduttori montati sul campione.

Un'ulteriore classificazione delle prove di creep può essere fatta tenendo conto del tipo di sollecitazione, che può essere di trazione o di compressione, e il modo con cui viene applicato il carico, ovvero prove a carico costante o a sollecitazione costante [2] [3].

4.1 La macchina di prova

Solitamente, le prove di creep vengono eseguite su materiali che verranno poi utilizzati in campi ingegneristici contraddistinti da condizioni di lavoro specifiche, come, in particolare, le elevate temperature, esempi tipici di applicazioni in cui è fondamentale una buona resistenza al creep del materiale sono l'ingegneria aeronautica e la progettazione di centrali per la produzione di energia. Infatti, lo scopo dei test di creep è quello di poter studiare il comportamento del materiale, in modo da prevederne il tempo di vita utile o eventuali danni, che potrebbero verificarsi nel momento in cui il componente sarà sottoposto alle condizioni di lavoro per lunghi periodi.

Pertanto, per eseguire delle buone prove di creep, è necessario utilizzare dei macchinari che riescano a riprodurre al meglio l'ambiente di lavoro e che riescano a fornire un buon monitoraggio

del comportamento del materiale. Per questo motivo, nel corso degli anni, sono state progettate delle macchine di prova le quali:

1. Riescono a mantenere il carico applicato costante per tempi di prova lunghissimi, anche fino a centinaia di migliaia di ore;
2. Hanno a disposizione un forno con un affidabile sistema di controllo della temperatura, il quale ha lo scopo di scaldare il campione per tutta la durata del processo;
3. Consentono un controllo molto stretto dell'oscillazione della temperatura e il mantenimento della costanza della temperatura stessa lungo il tratto utile del campione;
4. Consentono la misura dell'allungamento.

Tra i macchinari più comunemente utilizzati, ritroviamo:

- macchine con applicazione del carico tramite pesi;
- macchine idropneumatiche.

Normalmente vengono utilizzate con maggiore frequenza le prime, in quanto le macchine idropneumatiche, essendo legate all'erogazione di corrente elettrica, possono essere soggette ad interruzioni di funzionamento, specialmente per tempi lunghi di prova.

Le macchine utilizzate per la prova di creep sono inoltre dotate di termocoppie, che facilitano la misurazione e il monitoraggio della temperatura, e di trasduttori di spostamento, che hanno lo scopo di misurare l'allungamento del campione durante l'esecuzione dell'intera prova [2].



Figura 6 – macchina per prova creep

4.2 La curva di creep

Lo studio del comportamento del materiale avviene attraverso l'analisi della curva deformazione-tempo che si ottiene durante la prova di creep, da cui è possibile osservare come dopo una iniziale deformazione istantanea ε_0 , la deformazione tenda ad aumentare monotonicamente nel tempo, fino ad arrivare alla rottura del campione (ε_R).

Tenendo presente che la deformazione risulta essere funzione della tensione, della temperatura e del tempo, è possibile quindi ricavare il valore della deformazione totale attraverso la seguente equazione:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon(\sigma, T, t)$$

In Fig. 6 è possibile osservare la rappresentazione di una curva di creep, che può tipicamente essere suddivisa in tre diversi stadi, ognuno caratterizzato da un differente andamento della velocità di deformazione $\dot{\varepsilon} = \partial\varepsilon/\partial t$. Questi stadi sono:

- I. Lo stadio *primario*, nel quale, a causa della moltiplicazione delle dislocazioni, la deformazione risulta particolarmente difficoltosa e la velocità di deformazione tende a diminuire con il tempo;
- II. Lo stadio *secondario*, in cui la velocità di deformazione assume un valore costante, $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_{SS}$, a causa di un bilanciamento dei fenomeni di rafforzamento (moltiplicazione ed interazione fra dislocazioni) e dei fenomeni di addolcimento che avvengono all'interno del materiale. Per questo motivo lo stadio secondario viene anche definito stazionario;
- III. Lo stadio *terziario*, contraddistinto da un aumento della velocità di deformazione nel tempo, fino alla rottura. Tale situazione si viene a generare a causa dei fenomeni, come la nucleazione di cavità e la loro crescita, la nascita di cricche e la formazione della strizione, che provocano un processo degenerativo in cui la sezione resistente diminuisce, con conseguente aumento della tensione effettiva.

Una volta ottenuti i dati relativi ai tre stadi, è possibile ricavare il valore effettivo della deformazione totale facendo riferimento all'equazione seguente:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_P \left(1 - e^{-\frac{t}{t_P}} \right) + \dot{\varepsilon}_{SS} t + \varepsilon_T \left(e^{\frac{t}{t_T}} - 1 \right)$$

dove ϵ_P e t_P sono parametri associati allo stadio primario, ϵ_T e t_T sono parametri corrispondenti allo stadio terziario ed infine $\epsilon_{ss}t$ è il termine relativo al secondario. Naturalmente, non bisogna dimenticare che tutti questi parametri dipendono dalla tensione e dalla temperatura di prova [2] [3].

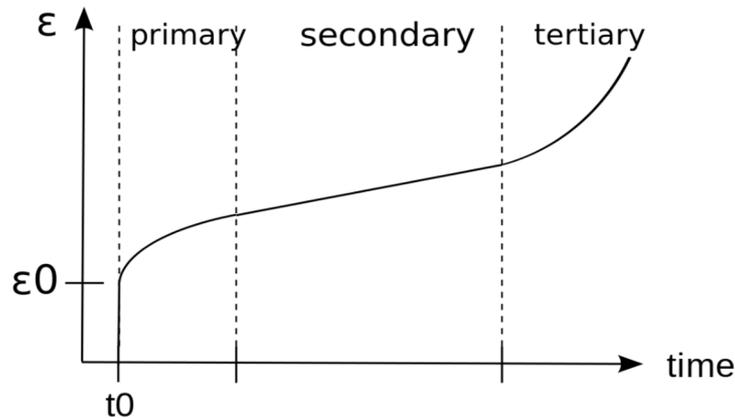


Figura 7 - Andamento tipico di una curva di creep.

5.PROCEDURE SPERIMENTALI

5.1 Prove di micro-durezze pre-creep

Le prove sperimentali sono state effettuate su quattro campioni differenti di rame puro, rappresentati nello schema in figura 8, precedentemente sottoposti alla procedura FSP. Tali elementi sono costituiti da una parte centrale (tratto utile) e da due estremità, chiamate spalle (o teste) di larghezza maggiore rispetto al precedente, in modo da facilitare il montaggio del provino sulla macchina per il creep; il tratto utile è l'unica parte soggetta alla deformazione da creep, le spalle restano indeformate e sono soggette solo al riscaldamento che si ha durante la prova, di conseguenza, nonostante vengano presi in esame sia il tratto utile che le due spalle, la zona di maggiore interesse per lo studio dei fenomeni che avvengono durante il creep risulta essere essenzialmente il tratto centrale.

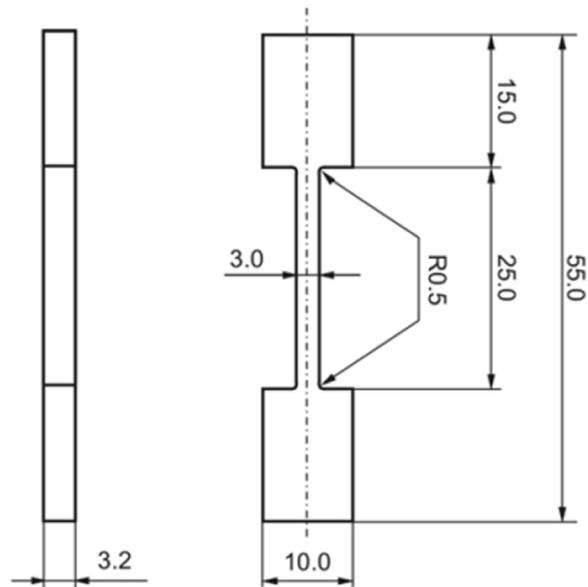


Figura 8: Forma caratteristica di un provino “dog-bone” utilizzato nella prova di creep.

Per poter procedere alla misurazione, i provini sono stati sottoposti innanzitutto ad un trattamento di lucidatura meccanica. Questa operazione garantisce una adeguata finitura superficiale ed è di fondamentale importanza per ottenere una superficie, il più possibile riflettente ed esente da imperfezioni, che garantisca accuratezza nell’osservazione e valutazione dell’impronta al microscopio.

Prima di poter effettuare tale operazione, il provino viene inizialmente incollato su un supporto metallico mediante l’uso di una resina. Questa procedura viene eseguita posizionando il supporto metallico sulla piastra di un fornello, il quale una volta riscaldato tenderà a far sciogliere la resina depositata al di sopra di esso. Una volta sciolta la resina, si appoggia il campione e si esercita una leggera pressione in modo da garantire una buona stabilità. A questo punto, il supporto metallico viene tolto dal fornello e viene lasciato raffreddare in acqua, con lo scopo di favorire la solidificazione della resina.

Una volta ottenuto un blocco unico tra supporto e campione, si può procedere con la lucidatura che avviene per mezzo di carte abrasive al SiC montate sulla lucidatrice manuale di figura 6. Queste carte abrasive possono essere di diverse granulometrie medie e solitamente vengono classificate secondo una normativa internazionale alle quali assegna un numero, che ha lo scopo di indicare la densità media dei carburi di silicio per inch². Durante tale processo sono state utilizzate

insuccessione le carte 1200 e 2400, ma sono state anche usate a volte delle carte 2500 e 6000, ed è stato effettuato il raffreddamento continuo con acqua.



Figura 9 – Lucidatrice meccanica manuale.

Terminati i processi di finitura, si sottopone il campione alla prova di micro-durezza Vickers. Il micro-durometro utilizzato dispone di un microscopio da un lato e di un penetratore dall'altro; possiede inoltre una slitta scorrevole con una morsa che permette al provino, una volta fissato, di muoversi sotto il controllo dell'operatore tra microscopio e penetratore.

Inizialmente, si procede con l'ancoraggio del blocco unico supporto-campione al durometro, in modo tale da stabilizzarlo e mantenerlo il più saldo possibile durante il processo. Una volta posizionato correttamente il campione, si prosegue andando ad osservare la superficie di quest'ultimo al microscopio, il quale, dotato di una telecamera collegata al computer, permette di visualizzare l'immagine tramite un software dedicato. Dopo aver messo a fuoco l'immagine, si porta il campione sotto il penetratore e si effettua la prova Vickers. I parametri da scegliere per l'esecuzione della prova sono il carico F e il tempo di applicazione, che nel nostro caso sono stati impostati rispettivamente a 100 gf e 15 secondi. Arrivati a questo punto, si aziona il penetratore attraverso il pulsante di avvio e si attende che venga eseguita l'intera procedura, ovvero che il penetratore scenda e si porti a contatto con il pezzo, che esegua l'impronta e che risalga alla posizione iniziale. Solamente quando il penetratore è ritornato alla posizione di partenza, è possibile riportare la slitta porta-campione sotto la lente del microscopio per poterne osservare l'impronta ottenuta. Infatti, è di fondamentale importanza fare attenzione a non spostare il provino quando il penetratore è ancora abbassato perché altrimenti si rischierebbe il danneggiamento della superficie del campione e della punta di diamante del penetratore.

Grazie al collegamento tra microscopio e computer è possibile poi osservare l'immagine dell'impronta direttamente sullo schermo di quest'ultimo, cosicché, una volta messa a fuoco, tale immagine può essere acquisita ed elaborata attraverso un determinato software, che permette di effettuarne la misurazione. L'impronta appare come una figura romboidale, dalla quale si può

stimare la sua grandezza andando a misurare le due diagonali e ricavandone il valore medio “d”, che, grazie alla formula di Vickers, verrà utilizzato per ricavarne il valore di micro-durezza HV.

Sia la lucidatura che la prova Vickers sono state effettuate su entrambi i lati di ogni campione; i valori di micro-durezza sono stati acquisiti ad una distanza di 3 mm l’uno dall’altro nella zona delle spalle, a differenza del tratto di lunghezza utile, le cui impronte sono state eseguite ad una distanza di 1 mm l’una dall’altra. L’unica eccezione è stata fatta per il campione 4, il quale, dopo aver notato che l’andamento di valori HV pre-creep degli altri tre campioni erano pressoché costanti, è stato montato direttamente sulla macchina per la prova di creep, senza essere sottoposto precedentemente allo studio della micro-durezza Vickers.

5.1 Prova di creep

Una volta eseguita l’analisi delle micro-durezze, i campioni vengono preparati e sottoposti alla prova di creep, tenendo presente che prima di essere inseriti nella macchina, il tratto utile di ogni campione deve essere misurato con un calibro per conoscere la sezione media effettiva in più punti. Solamente dopo aver ottenuto il valore di questi parametri, si va a montare il campione nella macchina, la cui struttura è stata progettata in modo tale da permettere il sollevamento del forno, facilitando l’inserimento delle spalle del provino negli appositi afferraggi. Sulla macchina è installato un sensore LVDT, che ha il compito di monitorare continuamente la deformazione del campione metallico durante il processo.

Inserito il campione, si ricollega l’LVDT, si riabbassa il forno e si posiziona della lana di vetro nelle eventuali aperture per evitare la fuoriuscita del calore. Una volta terminata la preparazione, si imposta la temperatura che il forno dovrà raggiungere per poter dare inizio alla prova vera e propria.

Nel momento in cui si raggiunge in modo stabile la temperatura prestabilita, si inizia la prova impostando un noto carico di trazione tramite l’aggiunta di pesi sulla bilancia della macchina. L’analisi del fenomeno dello scorrimento viscoso avviene tramite lo studio di una curva che rappresenta l’andamento della velocità di deformazione e che si viene a sviluppare durante il processo tramite un determinato software del computer collegato con la macchina di prova.

Terminata la prova, che può essere terminata a seguito della rottura del campione o ad una data deformazione percentuale raggiunta, si acquisiscono le curve che verranno poi studiate e si riprende il campione per poter essere analizzato nuovamente attraverso le prove di micro-durezza.

Nel nostro caso, bisogna precisare che per ogni campione sono state effettuate varie prove di creep a diverse condizioni; infatti, ad eccezione di un provino, la cui temperatura e il cui carico sono

rimasti invariati per tutta la durata della prova, gli altri tre campioni, sottoposti ad una temperatura costante, risultano essere stati sollecitati a carichi variabili per determinati intervalli di tempo. Infatti, durante la prova 1, la quale è stata eseguita ad una temperatura costante di 350°C, in un primo momento è stato applicato un carico di 100MPa e solo successivamente uno di 123MPa. Tale situazione si è verificata anche nella prova 3 e nella prova 4, durante le quali, pur rimanendo costante la temperatura di prova di 250°C, sono stati applicati in successione per il primo campione carichi pari a 100MPa, 90MPa, 100MPa e 150MPa, mentre per il secondo, carichi pari a 130MPa e 145MPa. L'unica prova durante la quale sono rimaste invariate le condizioni di esercizio è stata la prova numero 2, la cui temperatura di 250°C e il cui carico di 120MPa, sono rimasti tali fino al termine del processo.

5.2 Prove di micro-durezze post-creep

Dopo aver effettuato la prova di creep, viene misurata nuovamente la micro-durezza per ogni campione. Bisogna comunque fare attenzione nel rieseguire tutti i passaggi, soprattutto la lucidatura iniziale, poiché dopo essere stati sottoposti alla prova di creep, le superfici dei campioni risultano essere caratterizzate da un colore scuro segno dell'ossidazione dovuta alle alte temperature di esposizione.

Una volta acquisiti i dati delle micro-durezze e averli riportati in una tabella Excel, sono stati tracciati dei grafici a dispersione, in cui sono correlati gli andamenti dei profili di HV su entrambi i lati del campione, in modo da poter confrontare i risultati ottenuti pre e post creep. Bisogna comunque considerare che i provini post-creep si presentano leggermente deformati, a causa dell'alta temperatura e dell'elevata tensione, e che, inoltre, il provino 2, così come il provino 3, sono stati portati a rottura e quindi la prova Vickers post-creep è stata eseguita separatamente per le due parti dei campioni.



Figura 10 – Campione 1 post-creep



Figura 11 – Campione 2 post-creep



Figura 12– Campione 3 post-creep



Figura 13 – Campione 4 post-creep

6. VALUTAZIONE DEI DATI SPERIMENTALI

Durante il processo di creep, come detto in precedenza, il campione subisce una deformazione permanente per mezzo di carichi costanti al di sotto del valore di snervamento; questo è possibile grazie alle alte temperature, che permettono di deformare il materiale anche se le tensioni sono inferiori a quella di snervamento. Il meccanismo di scorrimento è abbastanza complesso, è legato ad un fenomeno chiamato diffusione che consiste nel movimento di atomi e vacanze (difetti nella struttura cristallina dovuti all'assenza di atomi in posizioni normalmente occupate). Proprio le vacanze e le dislocazioni, hanno un ruolo chiave nei metalli, infatti, il movimento di queste, provoca delle variazioni microstrutturali e, di conseguenza, alla variazione delle proprietà meccaniche del materiale che ne subisce gli effetti. Anche la durezza è quindi influenzata dalla microstruttura e dalla temperatura; considerando ciò si possono analizzare le variazioni dei profili di HV misurate per i vari campioni ed è quindi possibile valutarne la stabilità nei campioni. Nel seguente capitolo si procederà all'analisi dei valori di micro-durezza ottenuti dalle prove sperimentali.

6.1 RISULTATI SPERIMENTALI

Tutti i valori acquisiti sono stati riportati in delle tabelle excell, dove sono stati divisi secondo due classificazioni:

- Lato A e lato B dei campioni
- misurazione pre creep e post creep

Queste tabelle sono state create per ogni campione, dopo di che sono stati tracciati dei grafici a dispersione per ognuna delle quattro condizioni, in modo da poter effettuare dei confronti tra i valori prima e dopo la prova. Inoltre, sono stati tracciati degli istogrammi per valutare come variano le medie dei valori di HV tra i vari campioni sia prima, che dopo il creep. Le medie sono state calcolate nel tratto utile e nelle zone delle due spalle, infine per maggior completezza, è stata calcolata la media totale su tutta la lunghezza del provino (tratto utile più spalle).

Di seguito saranno riportati i vari grafici con i risultati ottenuti e le varie considerazioni fatte su di questi. Si deve considerare che la parte di maggior interesse per l'analisi è il tratto utile, in quanto unica zona che subisce la deformazione; le spalle sono soggette soltanto a riscaldamento.

VALUTAZIONI PRE-CREEP

In condizioni normali, a temperatura ambiente e dopo essere stati sottoposti al trattamento di FSP, i campioni, essendo tutti dello stesso materiale, teoricamente dovrebbero possedere tutte le stesse proprietà meccaniche e quindi valori simili di durezza, anche se potrebbero mostrare una differenza di proprietà tra un lato e l'altro del campione.

Considerando il valore medio di HV su tutto il provino, come è possibile vedere nel grafico di figura 1, nel lato B, effettivamente l'andamento dei profili è abbastanza omogeneo tra i tre campioni, che considerate le bande di errore, hanno un HV medio di circa 80. Nel lato A, invece risulta una disomogeneità, seppur lieve, soprattutto nel campione 3 che ha un valore medio più elevato e raggiunge quasi 90 HV. Queste leggere differenze possono essere causate dalla disomogeneità introdotta dal processo di FSP, e da una lucidatura leggermente più spinta del lato A del campione 3.

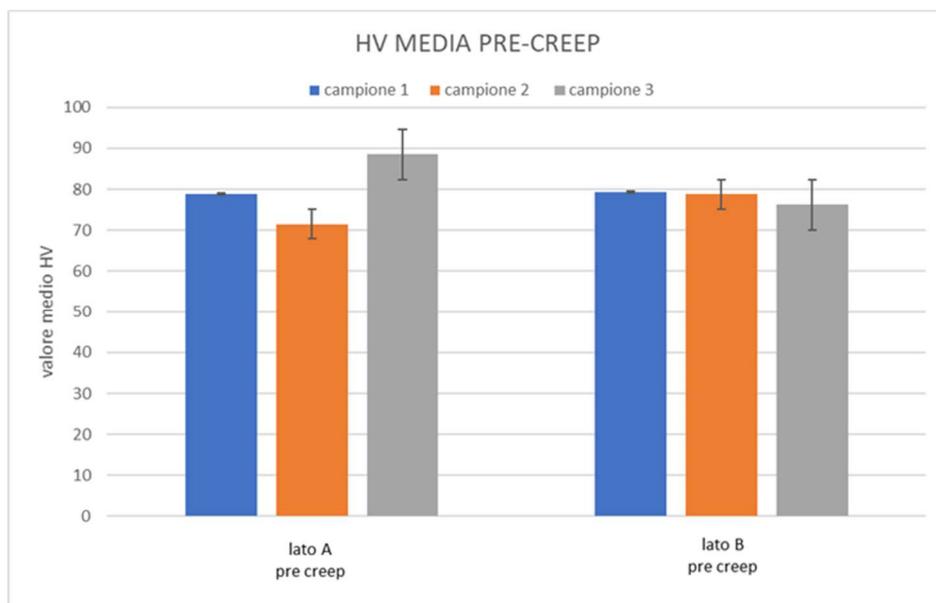


Grafico A – Grafico valori medi HV (pre- creep)

Analizzando più nel dettaglio la zona delle spalle, nella figura 2 si può osservare che i campioni presentano valori che vanno da 73 HV circa, per il campione 2 (che presenta il valore più basso tra i tre), ad un valore compreso tra 80 e 81 HV per il campione 1. Il campione 3 ha un valore medio fra i due compreso fra 76 e 80 HV.

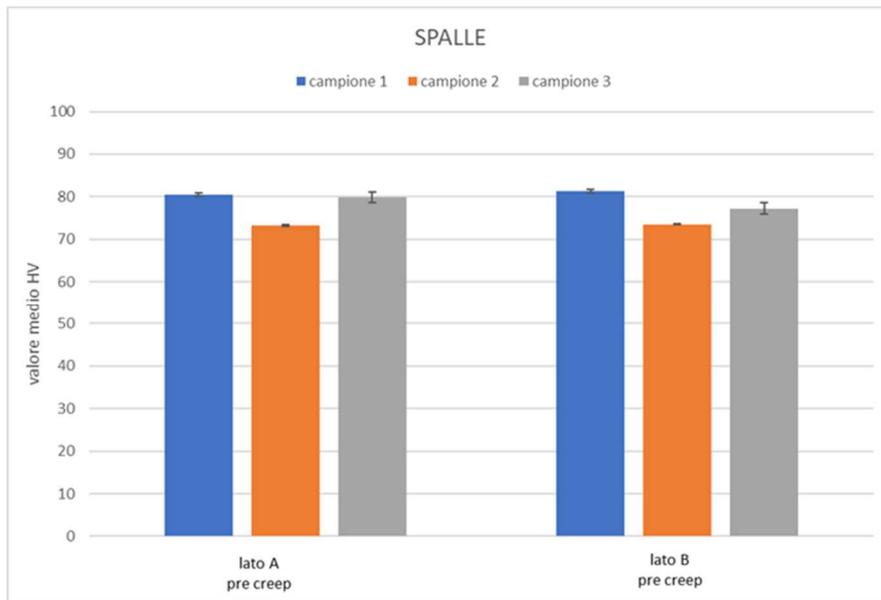


Grafico B – Grafico valori medi HV spalle (pre- creep)

Nel tratto utile i profili rispettano l'andamento medio e risultano abbastanza omogenei, con valori prossimi a 80 HV. In questo tratto il campione 3 manifesta, nel lato A, una durezza superiore alla media pari a 91HV. Questa potrebbe essere dovuta alla lucidatura del campione prima della misurazione, di solito le superfici più esterne risultano più tenere, a causa del contatto diretto con l'utensile e del riscaldamento per attrito più forte, mentre quelle più interne risultano più dure; quindi più si lucida il pezzo più la durezza tende a crescere.

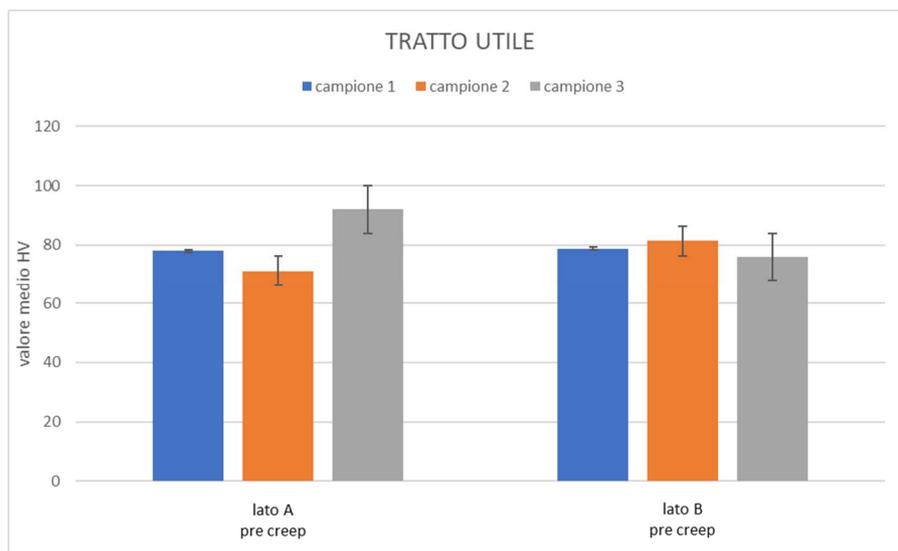


Grafico C – Grafico valori medi HV tratto utile (pre- creep)

Nonostante questi piccoli scostamenti dei valori, si può ritenere che l'andamento dei profili di HV sia costante per i vari campioni, questa omogeneità la si può notare anche nei singoli campioni poiché non si presenta una grande differenza tra i valori delle spalle e del tratto utile. Per questo

motivo, si è preferito mettere il campione 4 nella macchina da creep senza effettuare la prova di Vickers in condizioni iniziali.

VALUTAZIONI POST-CREEP

I meccanismi che si vengono ad innescare durante la prova di creep sono alquanto complessi poiché il provino è sottoposto nello stesso tempo ad uno stress deformativo, dovuto al carico, e agli effetti delle elevate temperature. L'analisi di questi processi non è del tutto semplice da trattare poiché entrano in gioco molteplici fattori.

Normalmente a causa delle elevate temperature ci si aspetterebbe che il materiale subisca un addolcimento, così che i valori di durezza superficiale diminuiscano dopo il creep, tuttavia, valutando i grafici ottenuti, si osserva che le medie dei valori di HV calcolate evidenziano un generale aumento su tutto il campione, che può essere giustificato dall'introduzione di un gran numero di dislocazioni ai carichi applicati. Queste danno così luogo ad un leggero incrudimento del materiale innalzando i valori di micro-durezza.

Per il lato A dei vari campioni, tenendo conto delle varie incertezze di misura, si riscontra, un incremento di circa 10-15HV.

Nel lato B, si hanno incrementi leggermente più elevati poiché la differenza con i valori pre creep è di circa 20 HV. Rispetto al lato A, confrontando i vari campioni, i valori sono più omogenei.

Il campione 4 presenta un andamento in linea con gli altri tre provini, anche se nel lato B il campione con il valore medio più basso, con 84 HV circa.

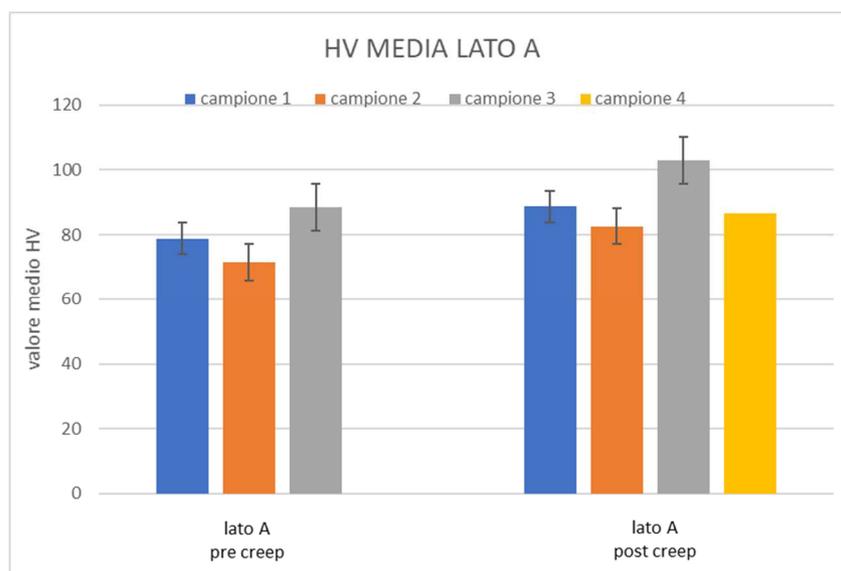


Grafico D - Confronto valori medi HV lato A

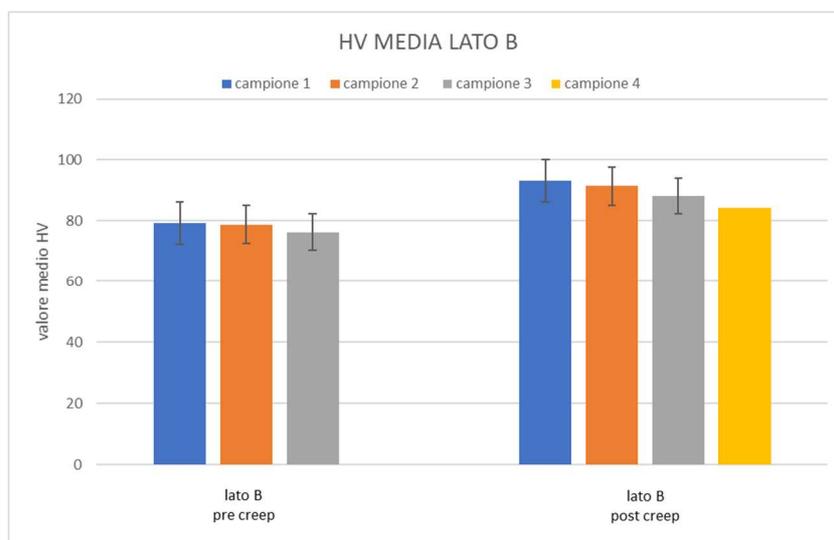


Grafico E – Confronto valori medi HV lato B

Le spalle, durante il creep, non sono sottoposte al carico ma solo all'aumento di temperatura, per questo ci si aspetterebbe che la superficie subisca un lieve addolcimento. Nel campione 1 si può notare un leggero abbassamento dei valori, più marcato nel lato A dove scendono fino a 77HV; nel lato B i valori tendono a rimanere quasi costanti con variazioni di circa 1 HV.

Più anomalo è il comportamento dei campioni 2 e 3, entrambi subiscono un addolcimento da un lato, mentre nell'altro si verifica un aumento di durezza.

Dal grafico è evidente un aumento del campione 3 (lato A) che registra un incremento medio di quasi 15 HV arrivando quasi a 95HV. Per il campione 2 l'aumento è presente nel lato B ed è circa di 10HV.

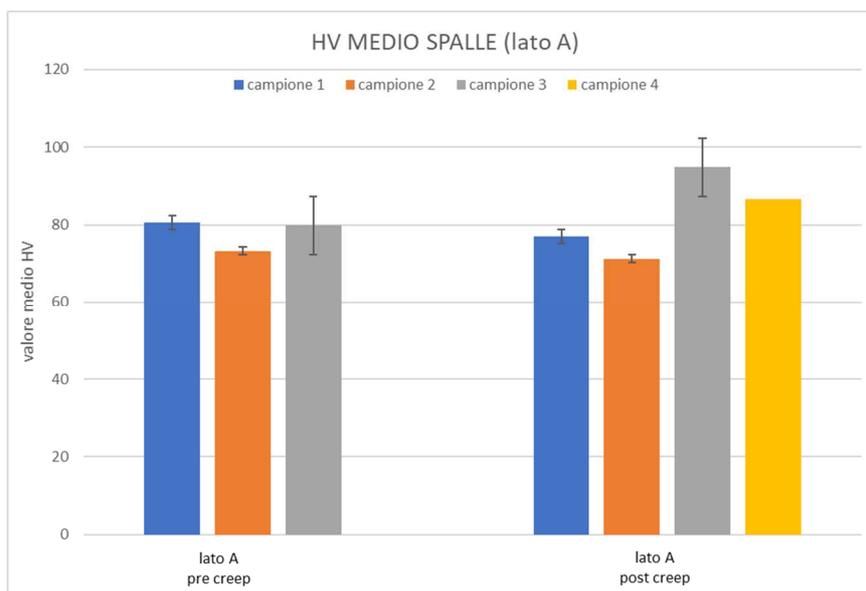


Grafico F – Confronto spalle lato A

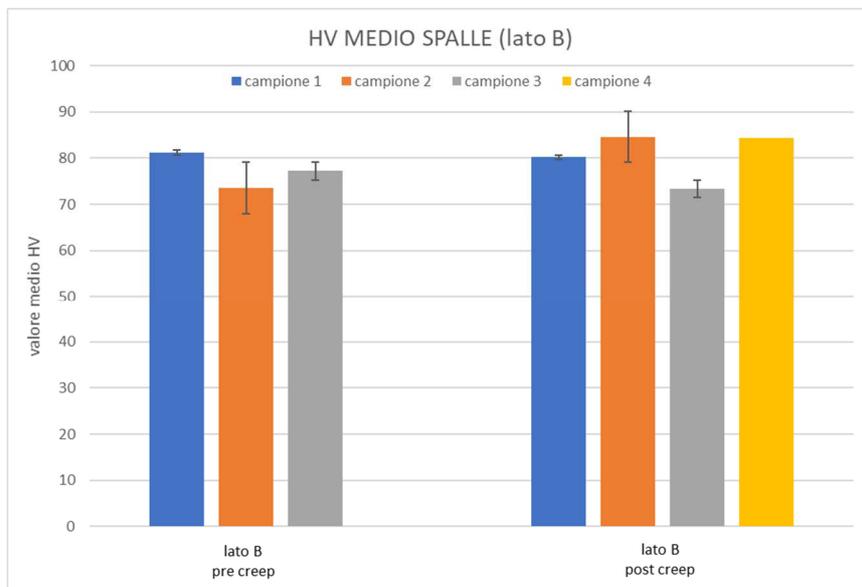


Grafico G –Confronto spalle lato B

La lunghezza utile è la parte del provino che è interessata dalla deformazione a causa delle tensioni applicate. Il comportamento dei provini è indicativamente univoco, in particolare si nota un aumento della durezza con un incremento di circa 15/20 HV nei quattro campioni, i quali hanno tutti una risposta simile.

I valori ottenuti, considerando le bande di errore, nel lato B, sono tutti relativamente omogenei e si aggirano attorno ai 95 HV.

Nel lato A il campione 3 rimane quello con durezza più elevata in quanto supera i 100 HV; gli altri campioni si mantengono costanti con valori medi lievemente più bassi rispetto al lato opposto, avendo una media di circa 90HV.

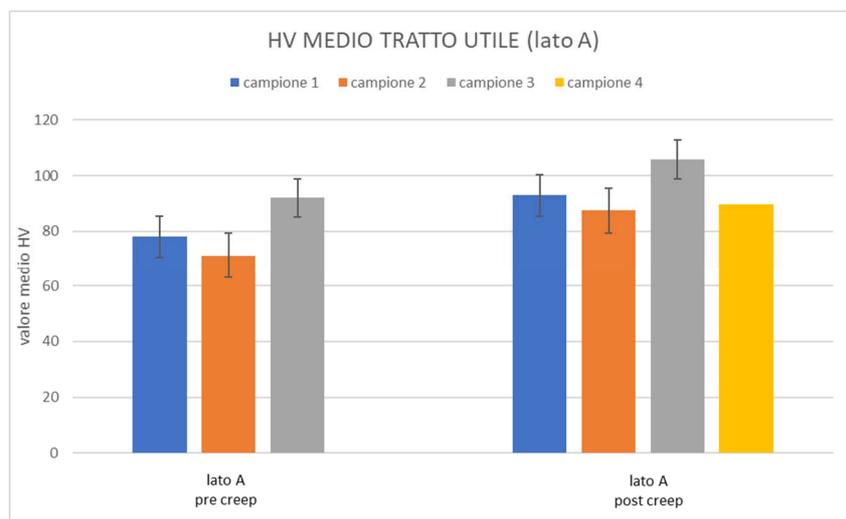


Grafico H – Confronto tratto utile lato A

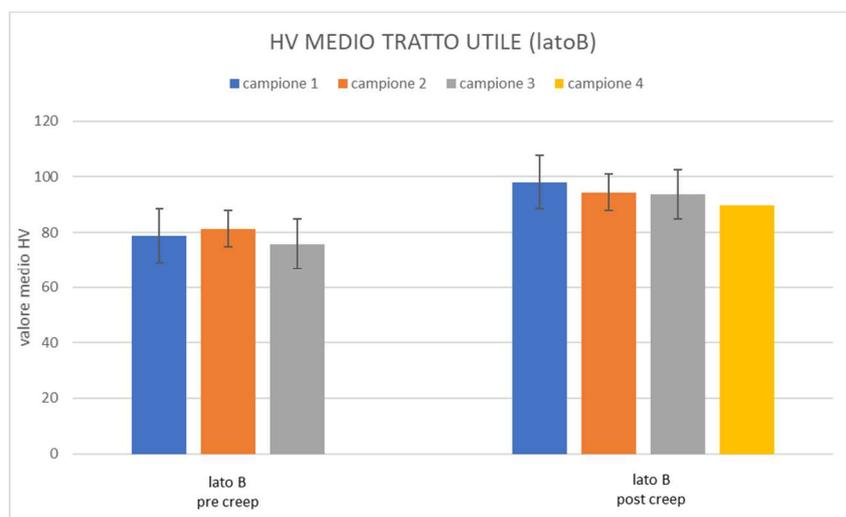


Grafico I – Confronto tratto utile lato B

Da questa prima analisi dei valori medi, la cosa più evidente che si riscontra è l'aumento di durezza nel tratto utile rispetto alle spalle nelle quali la durezza non si discosta in maniera così accentuata da quella precedente alla prova.

L'aumento nel tratto utile è in generale simile per i vari provini; il campione 3 è quello che presenta i valori più elevati, rispecchiando la maggiore durezza rilevata nella fase pre-creep.

Le differenze che scaturiscono tra i campioni possono essere date da molteplici fattori, in primo luogo dai differenti parametri di carico utilizzati per effettuare le prove di scorrimento e dai tempi di permanenza nella macchina. Il campione 1 è stato mantenuto ad una temperatura costante di 350°C, variando però il carico da 100 MPa a 123MPa, questa variazione potrebbe giustificare una maggiore deformazione e quindi una maggiore micro-durezza rispetto, ad esempio, al secondo campione che

è stato mantenuto ad una temperatura di 250° ad un carico costante di 120 MPa per un tempo più lungo.

Nel campione 3 nonostante la temperatura sia rimasta costante a 250 °, i carichi sono stati variati partendo da un valore di 100MPa, per poi passare ad un valore di 90MPa, ritornare a 100MPa ed infine raggiungere un carico pari a 150MPa; l'aumento di carico potrebbe aver causato una maggiore deformazione e un maggior incrudimento, facendo aumentare maggiormente la micro-durezza.

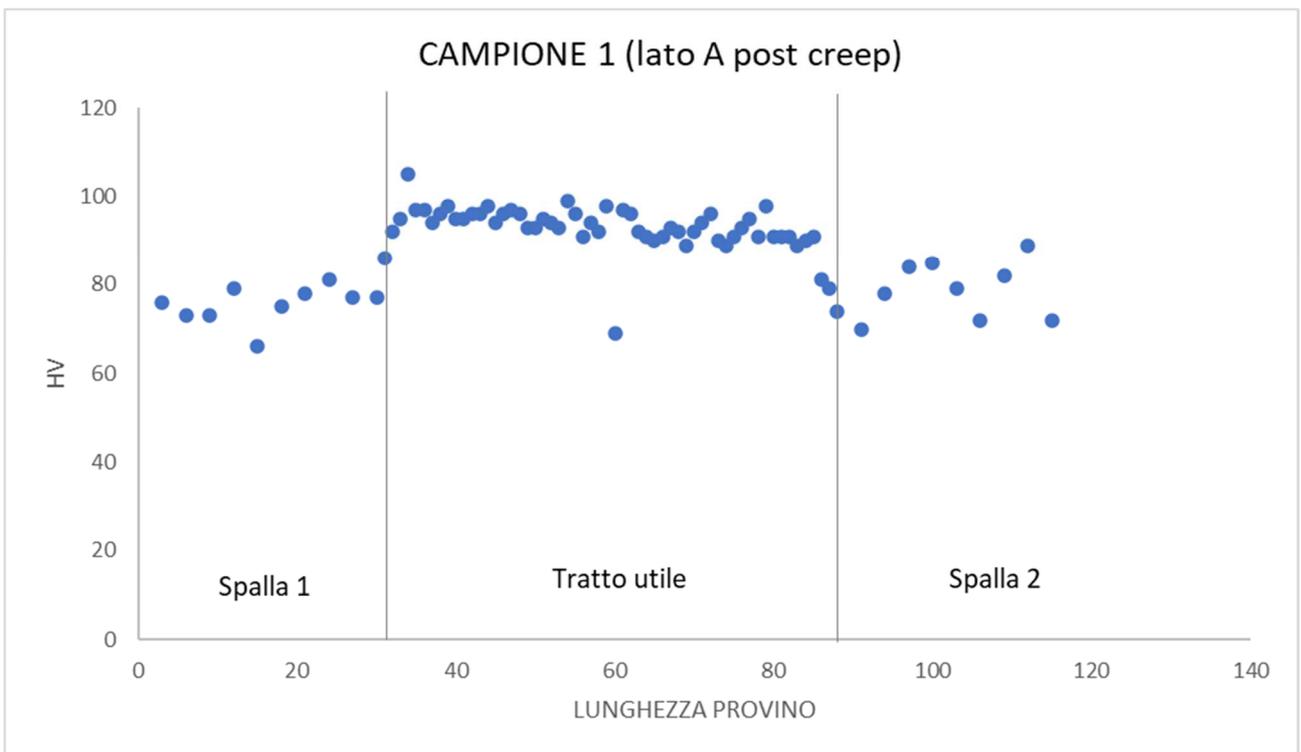
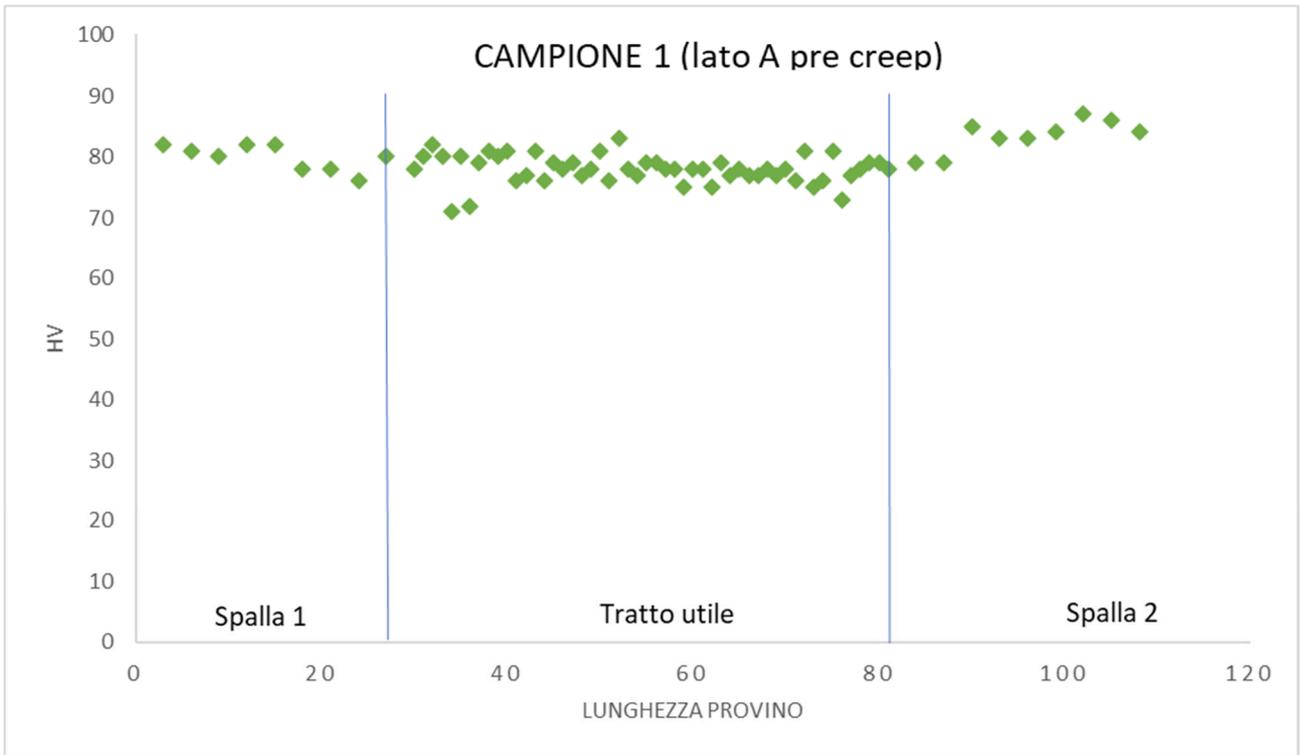
Di seguito sono mostrati i grafici a dispersione dei vari campioni che permettono di valutare l'andamento dei valori di micro-durezza. Da questi si può notare la discontinuità che si verifica tra i valori delle spalle, che non subiscono grosse variazioni e quelli del tratto utile.

6.2 Campione 1

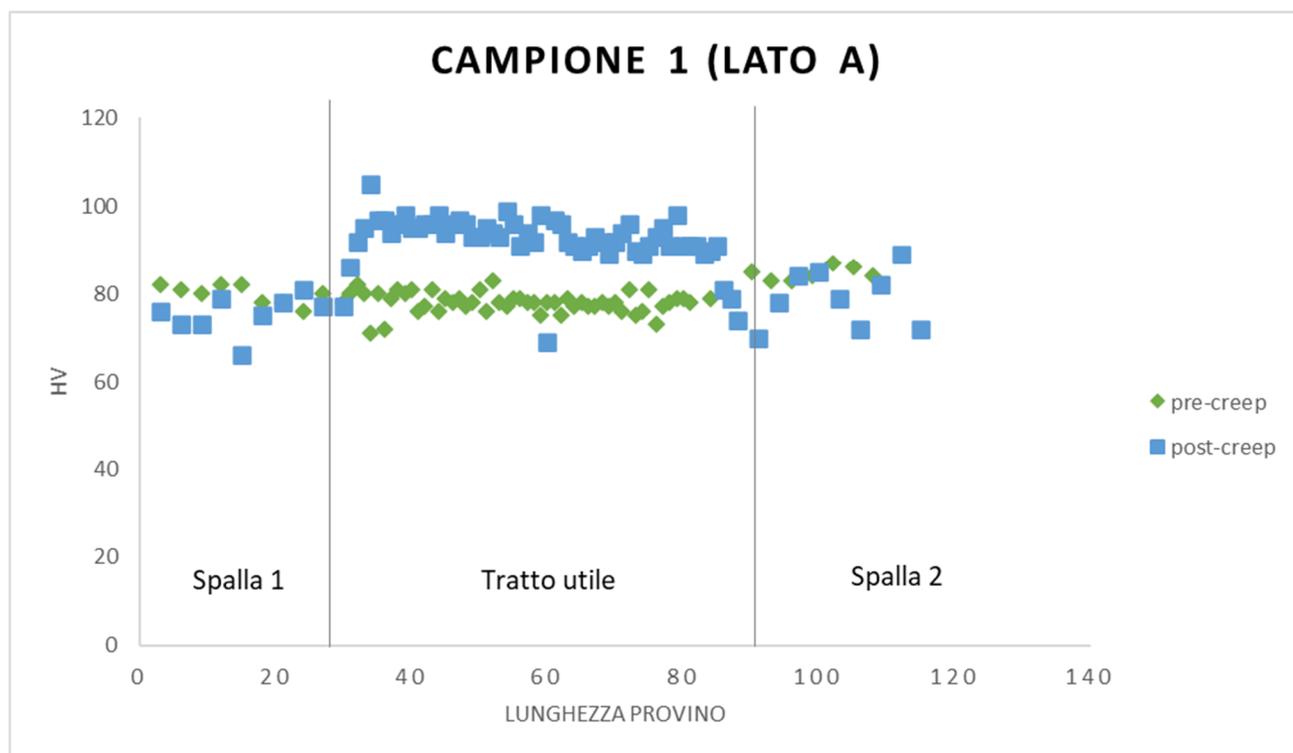
Per quanto riguarda il campione 1, dai diagrammi a dispersione pre-creep è possibile osservare la regolarità dei valori di HV, riconducibili all'interno di un intervallo di circa 80 HV.

Nei grafici finali, che mettono a confronto le due fasi appare evidente l'aumento di durezza lungo il tratto utile che rispecchia l'andamento medio discusso in precedenza. I valori dopo la deformazione oscillano tutti nell'intervallo tra 86 e 100 HV.

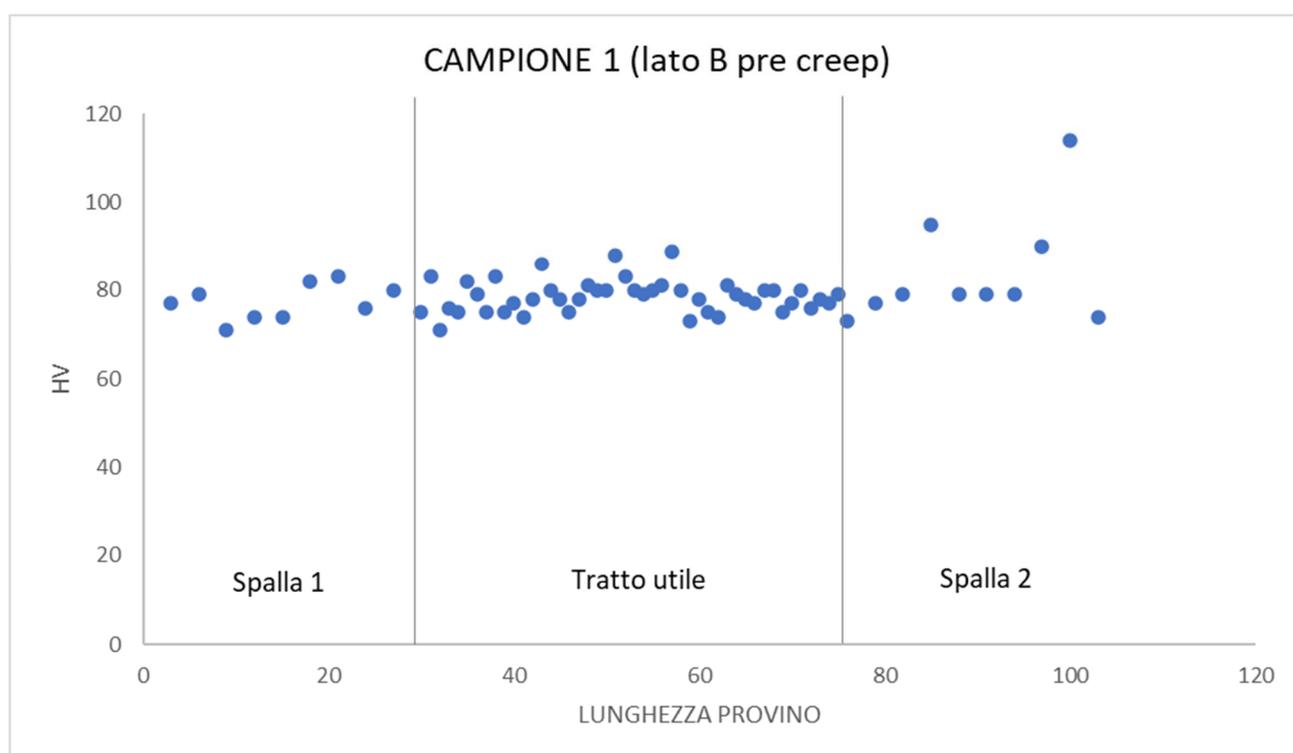
Lato A



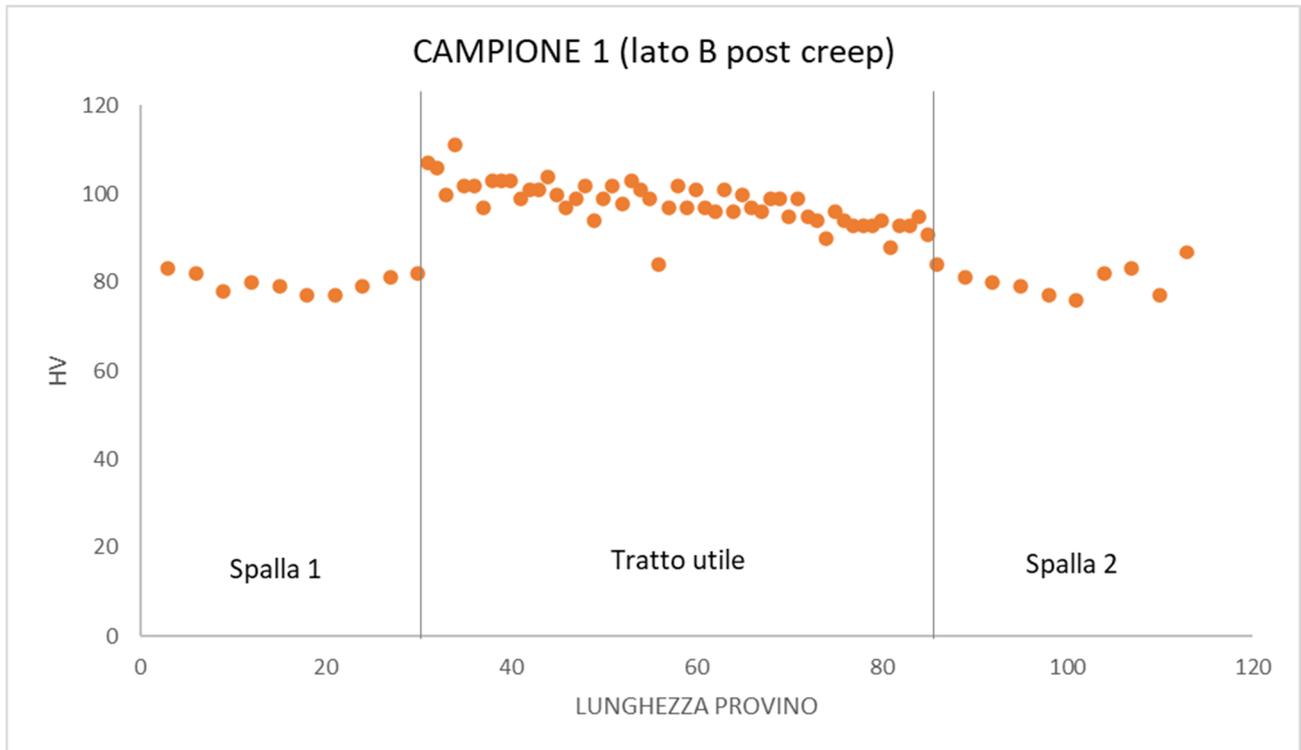
Confronto lato A



Lato B

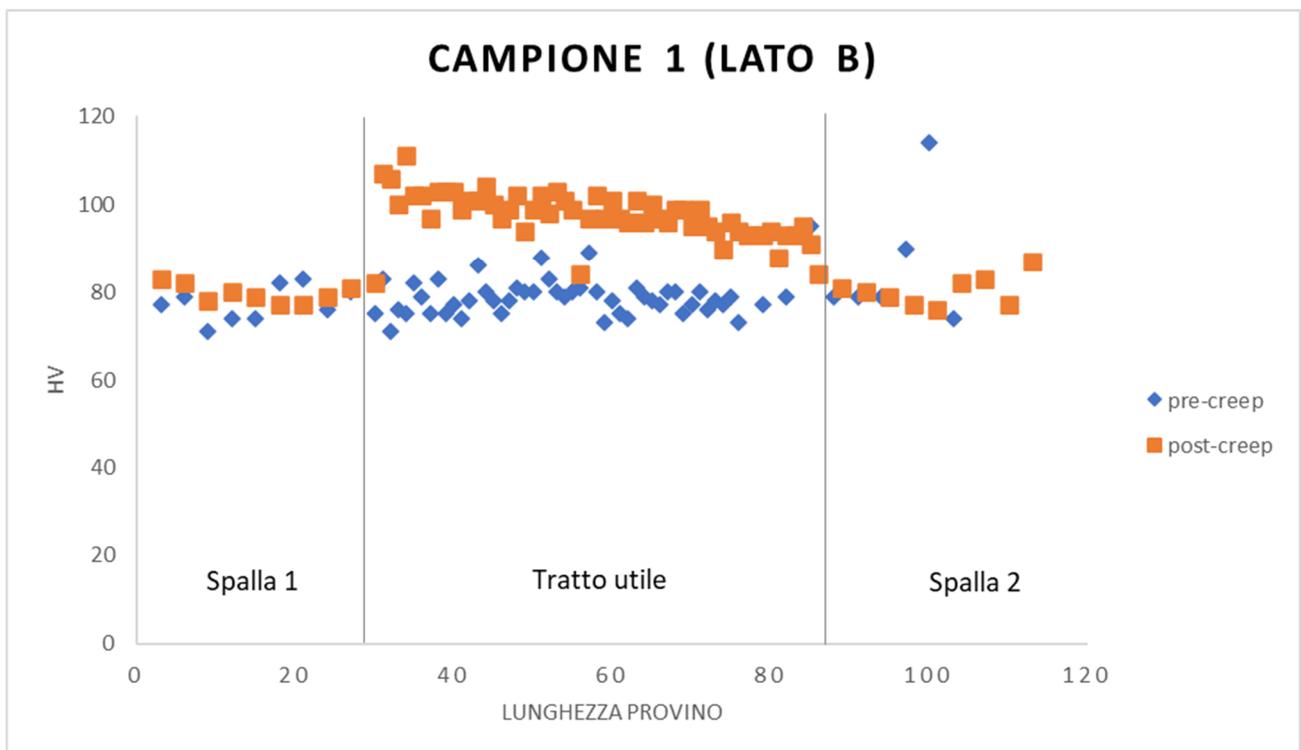


Nel lato B ho dei valori medi leggermente più elevati, che nel post-creep raggiungono una media di 98 HV (con picchi massimi di circa 110 HV).



Confronto lato B

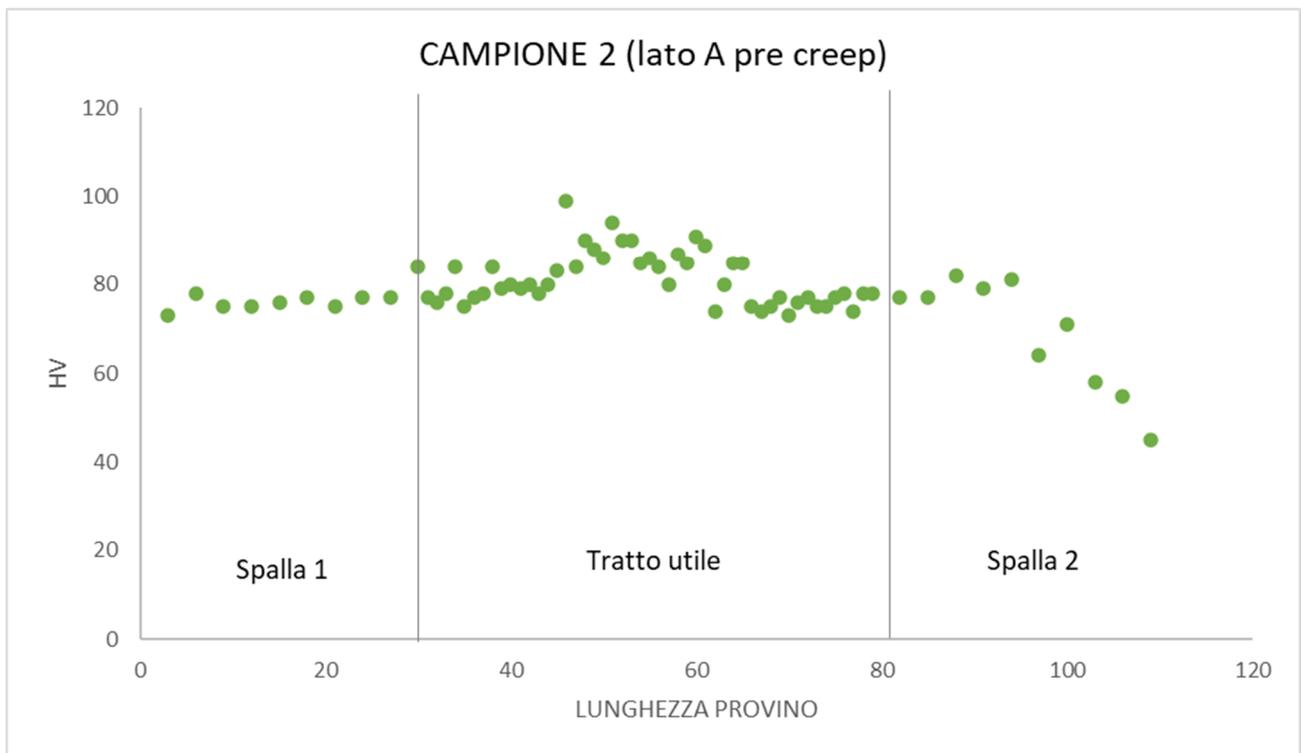
Si può notare che nel lato B ho un andamento decrescente dei valori del tratto utile, superiori nella zona adiacente alla spalla 1.

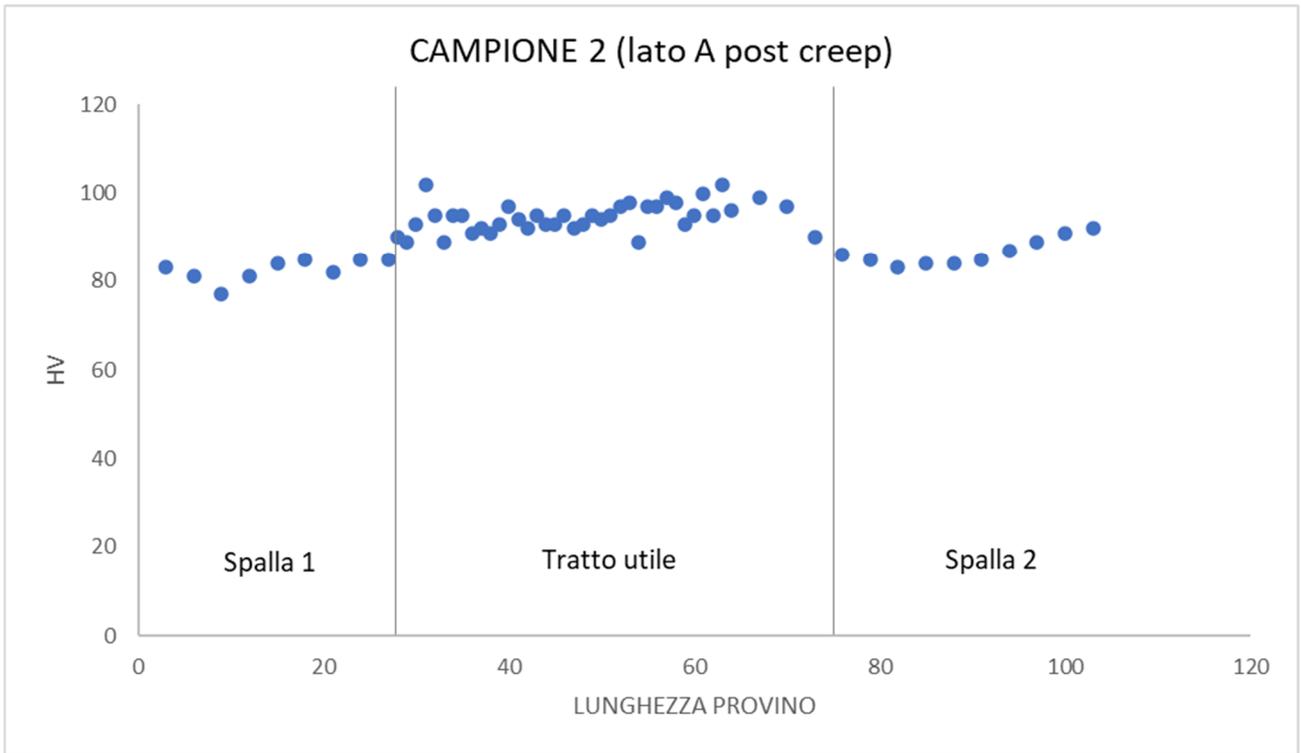


6.3 Campione 2

Nel campione 2, come per il precedente campione, si nota che l'andamento dei profili di micro-durezza pre-creep è leggermente meno lineare rispetto al campione 1, con valori che nella spalla 2 sono parecchio bassi. Nel lato A, inizialmente i profili di HV si aggirano attorno al valore medio di 81 per poi arrivare a valori prossimi a 94 HV dopo lo scorrimento (con minimi intorno a 90 HV e massimi di 102HV).

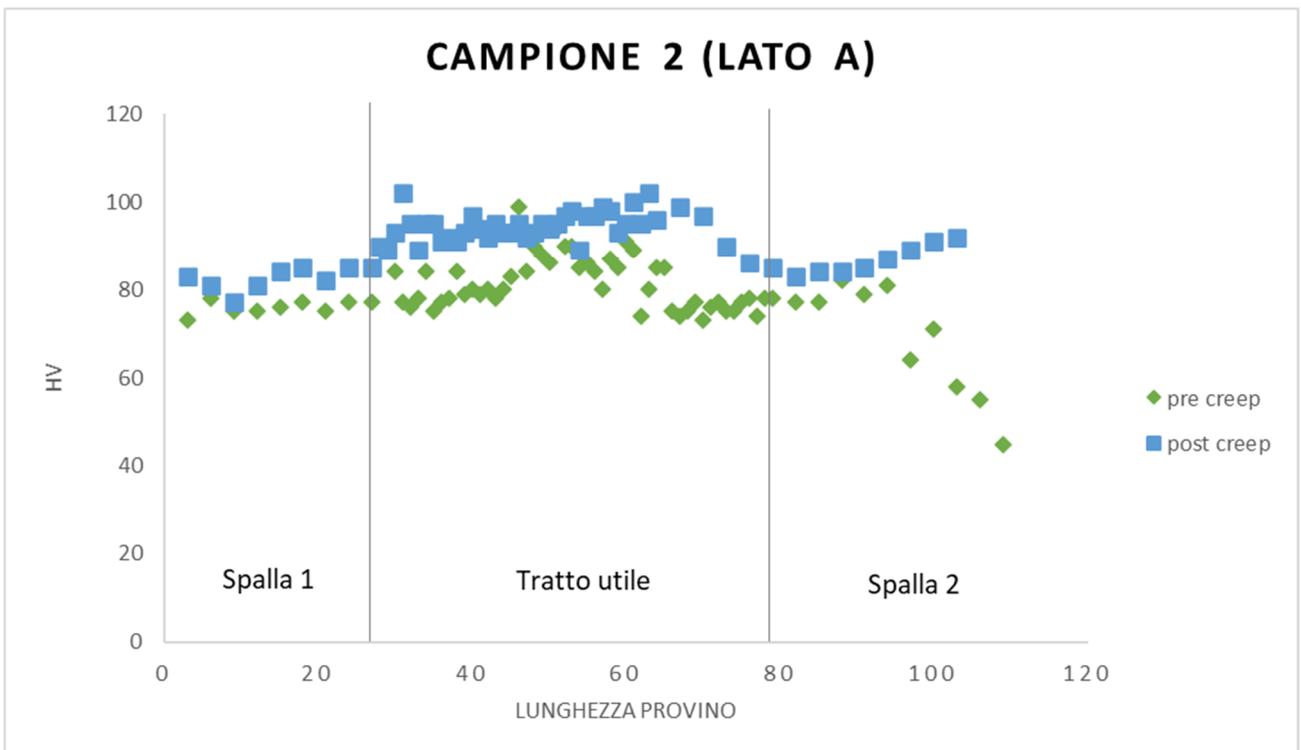
Lato A





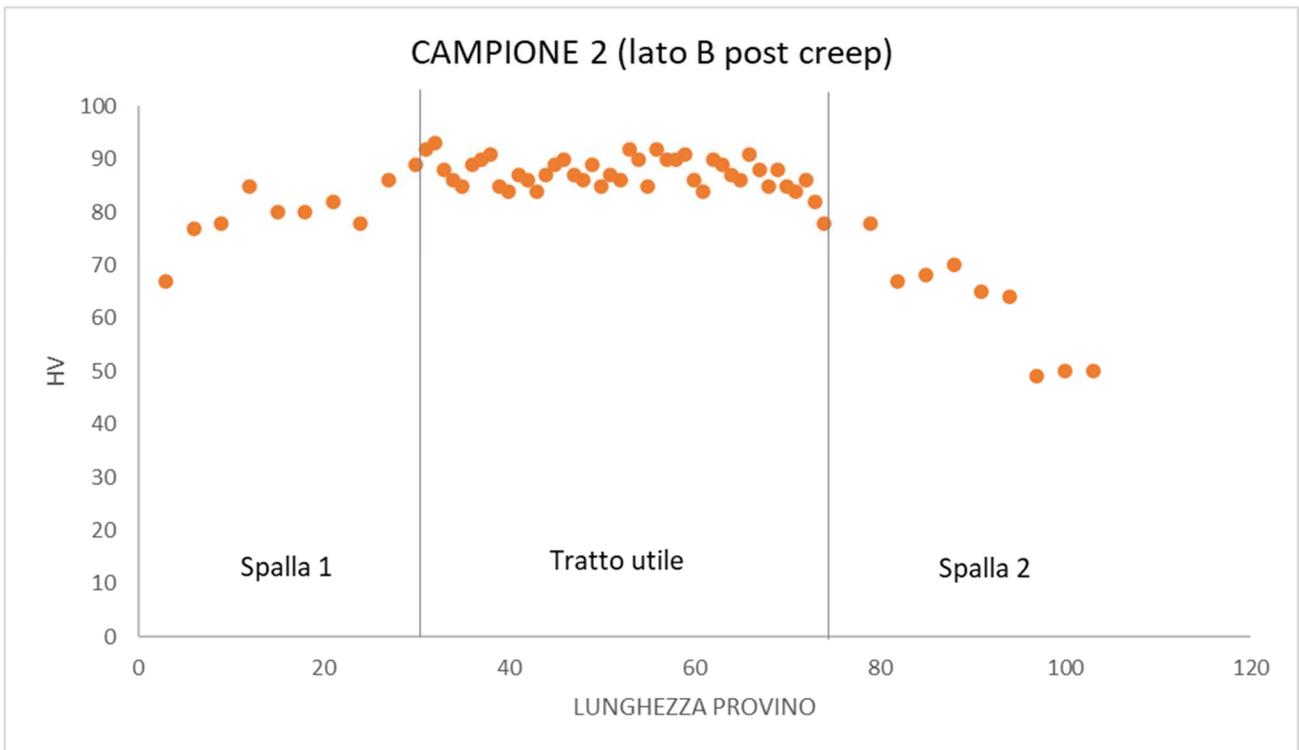
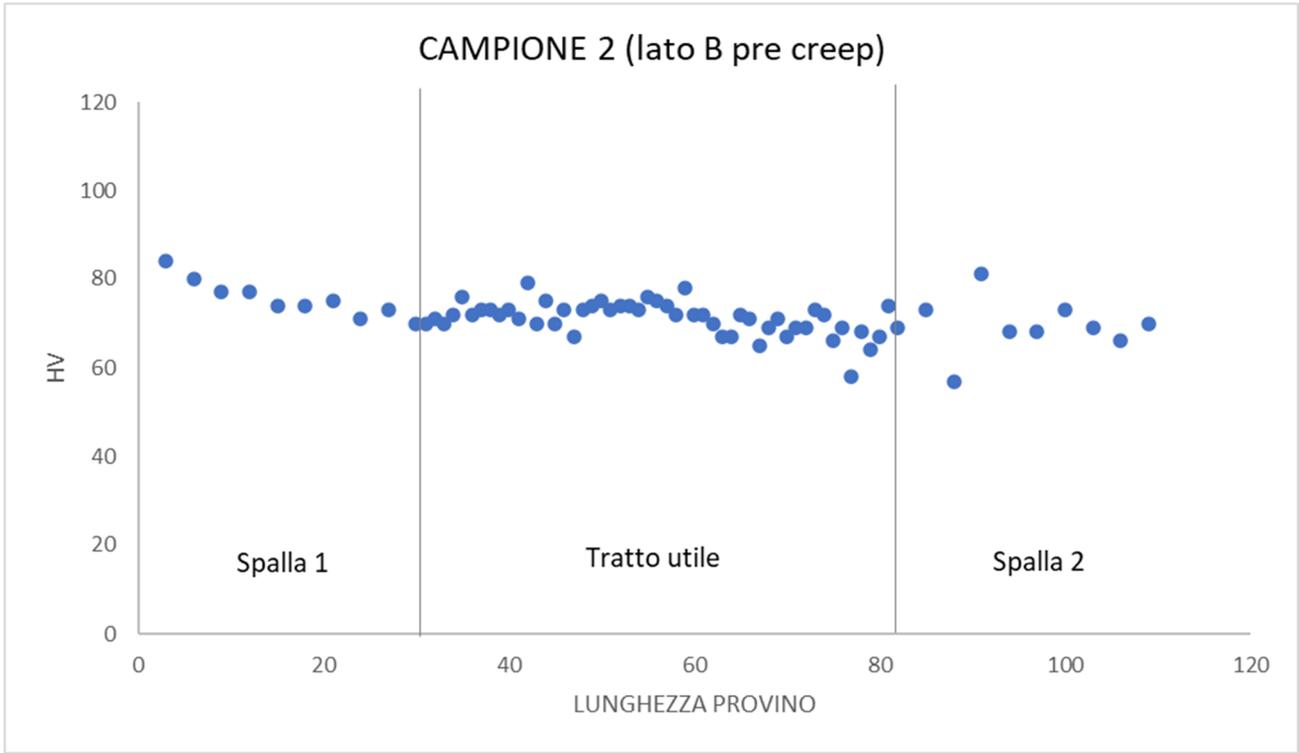
Confronto lato A

Ho un aumento di micro-durezza meno marcato nel tratto utile, rispetto al primo campione; risalta l'andamento nella spalla 2 dove l'andamento tende a crescere e a diventare più omogeneo con le altre zone del provino.



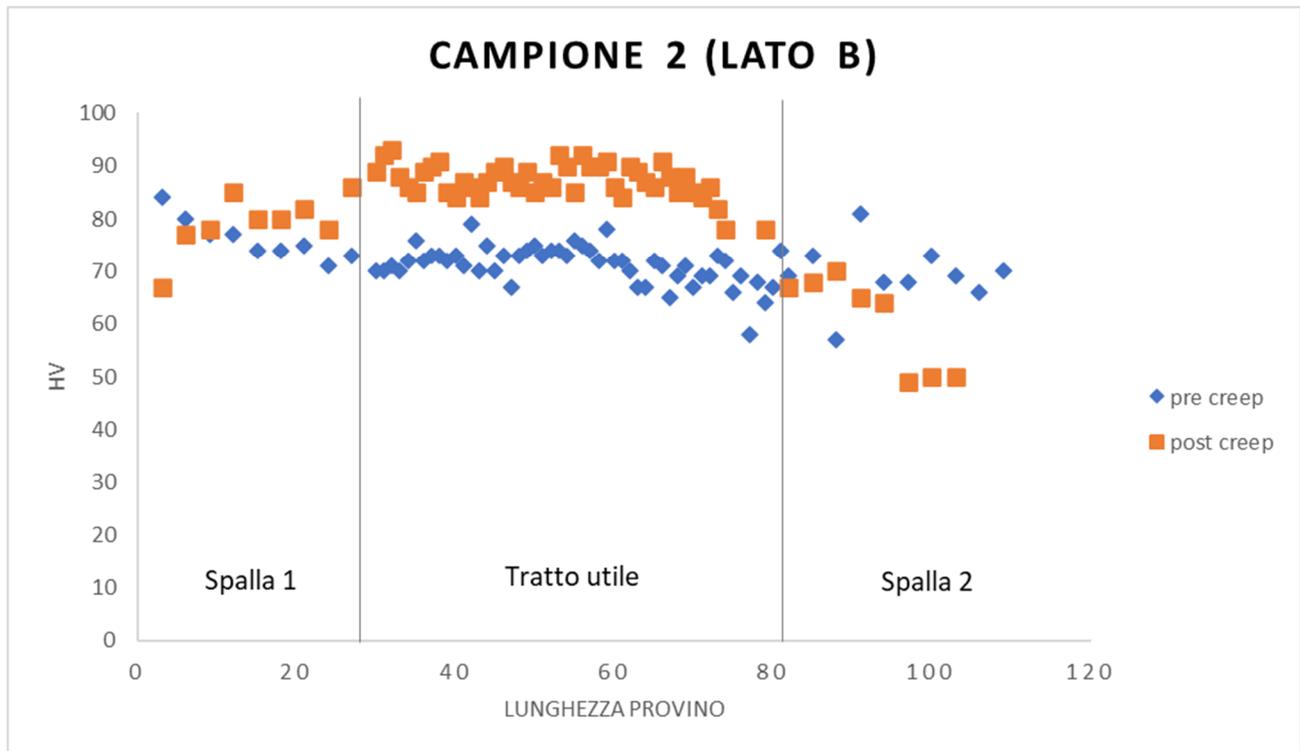
Lato B

Il lato B invece risulta relativamente più morbido, il valore medio di HV, prima dello scorrimento, risulta di poco superiore a 71, per poi aumentare dopo la deformazione fino a 87 (con valori massimi di 92).



Confronto lato B

Da notare l'andamento della "spalla 2" che contrariamente a come fatto nel lato A, qui tende a diminuire dopo il creep.



6.4 Campione 3

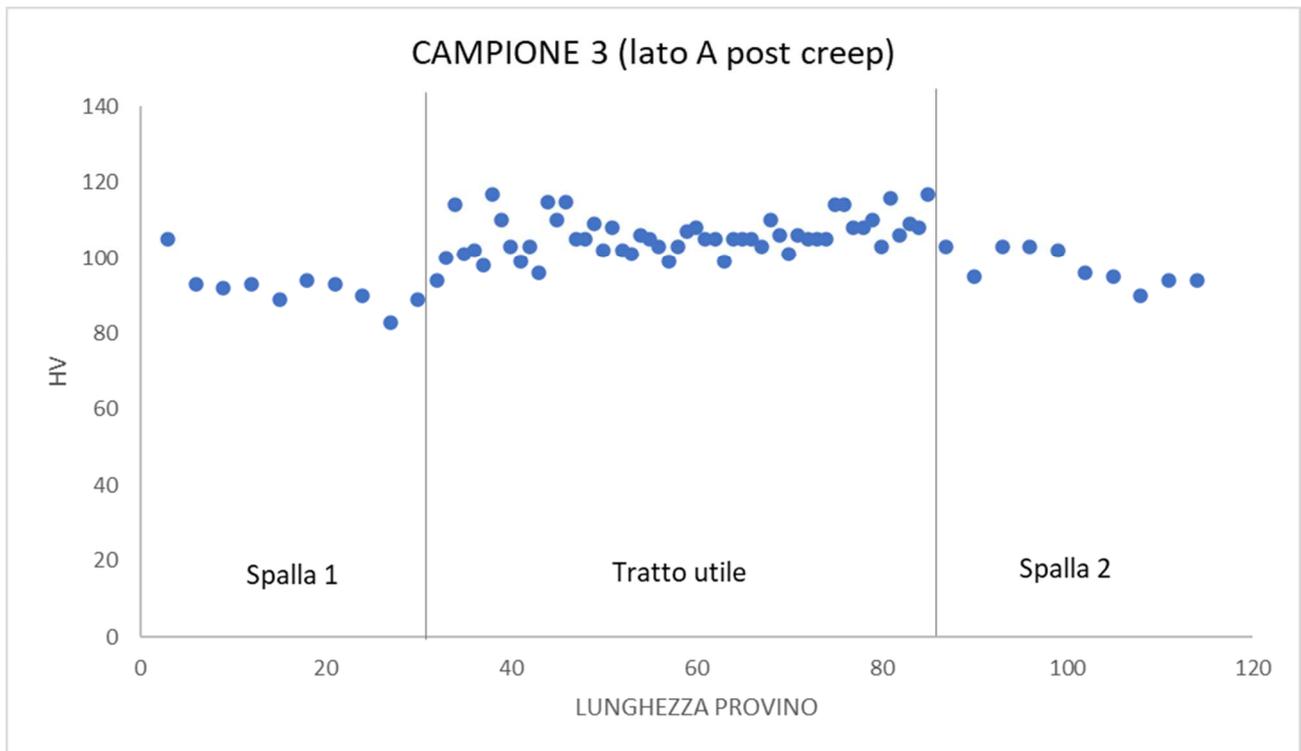
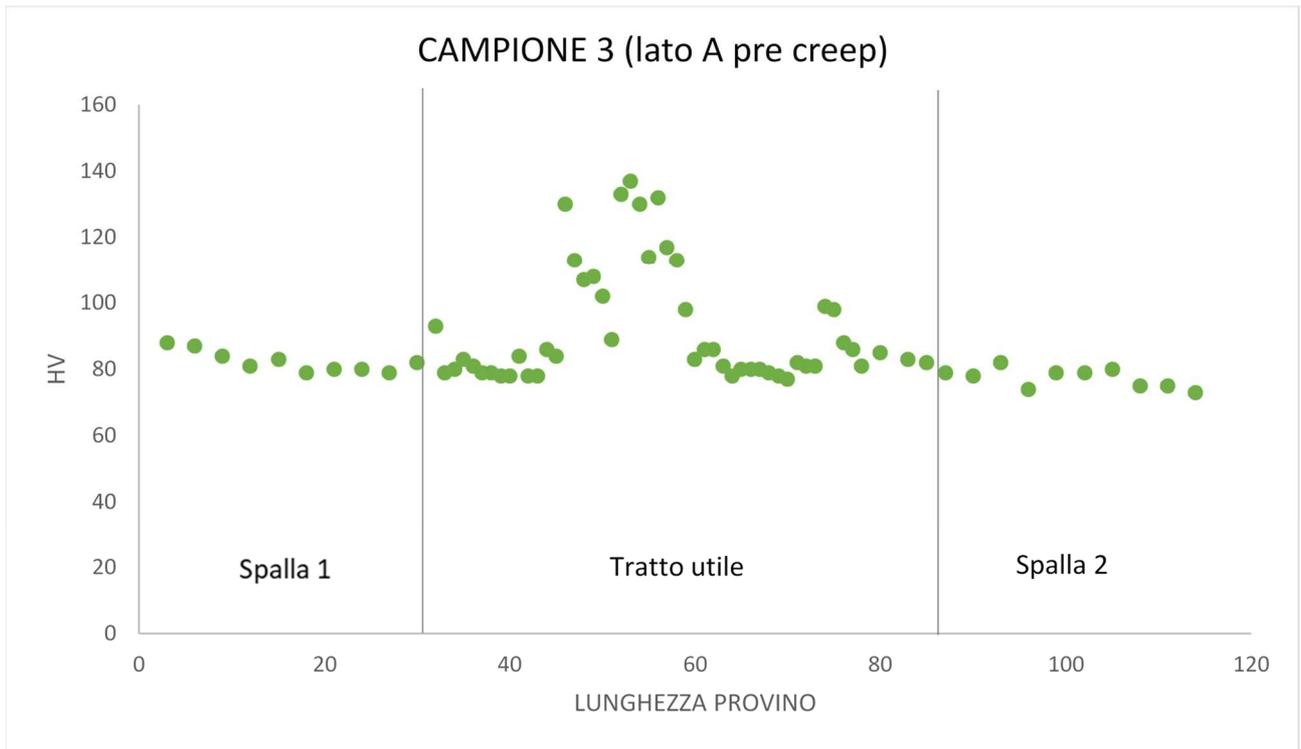
Nel campione 3, si riscontra un aumento di micro-durezza maggiore rispetto agli altri campioni.

Tuttavia, già nella fase pre creep, da entrambi i lati, si possono notare dei picchi di valori molto elevati nella mezzeria della lunghezza utile. Soprattutto nel lato A dove ho diversi punti con valori superiori a 130 HV; nel lato B questo fenomeno è un po' meno evidente.

Si nota che questi valori verranno poi assottigliati una volta eseguita la prova, mostrando un andamento più omogeneo nei due lati con HV medi rispettivamente attorno a 105 e 94 HV.

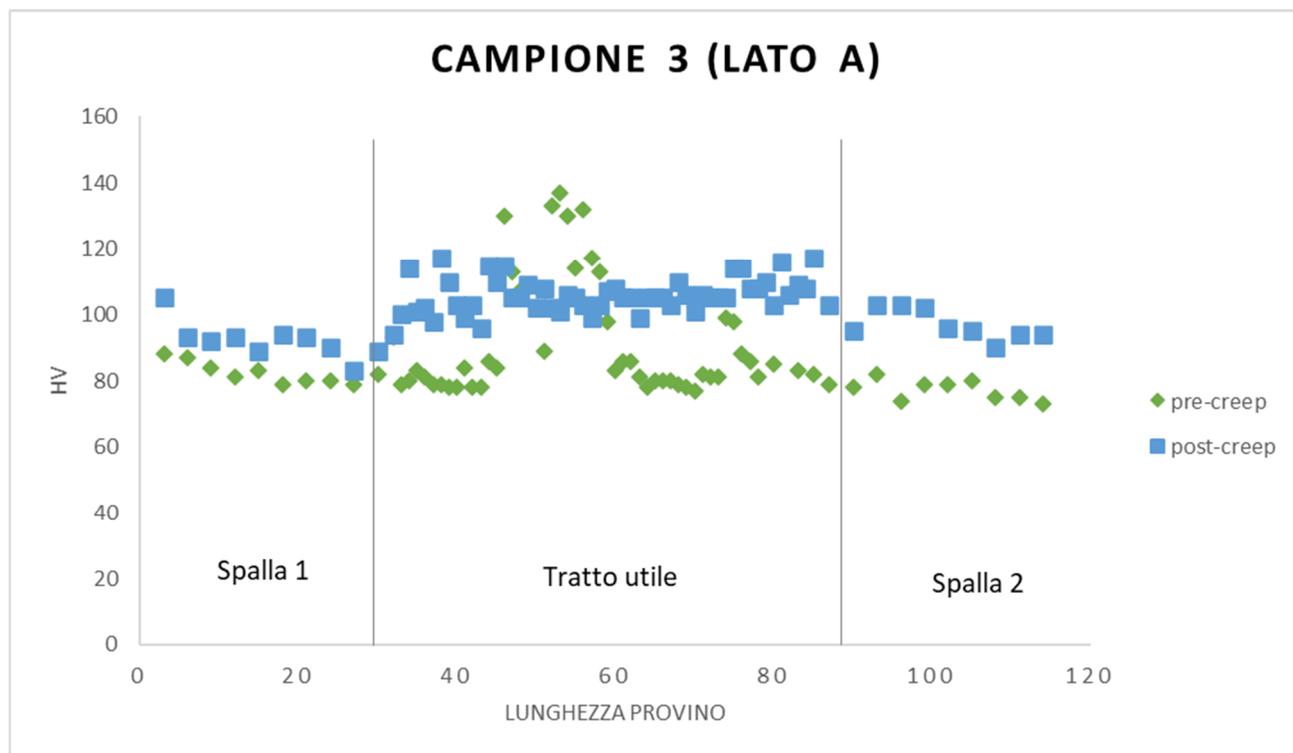
Lato A

Dal grafico è possibile notare la disomogeneità dei valori, presente nel tratto utile, riscontrata prima dello scorrimento.

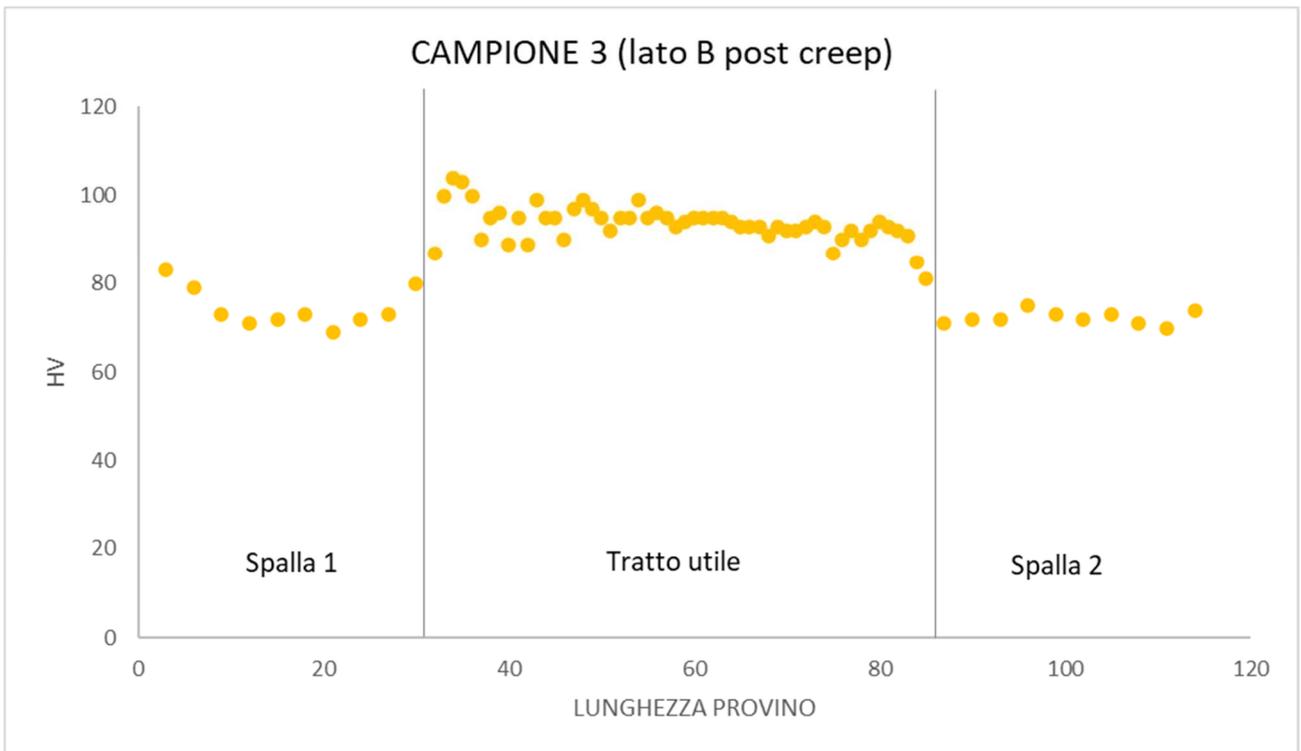
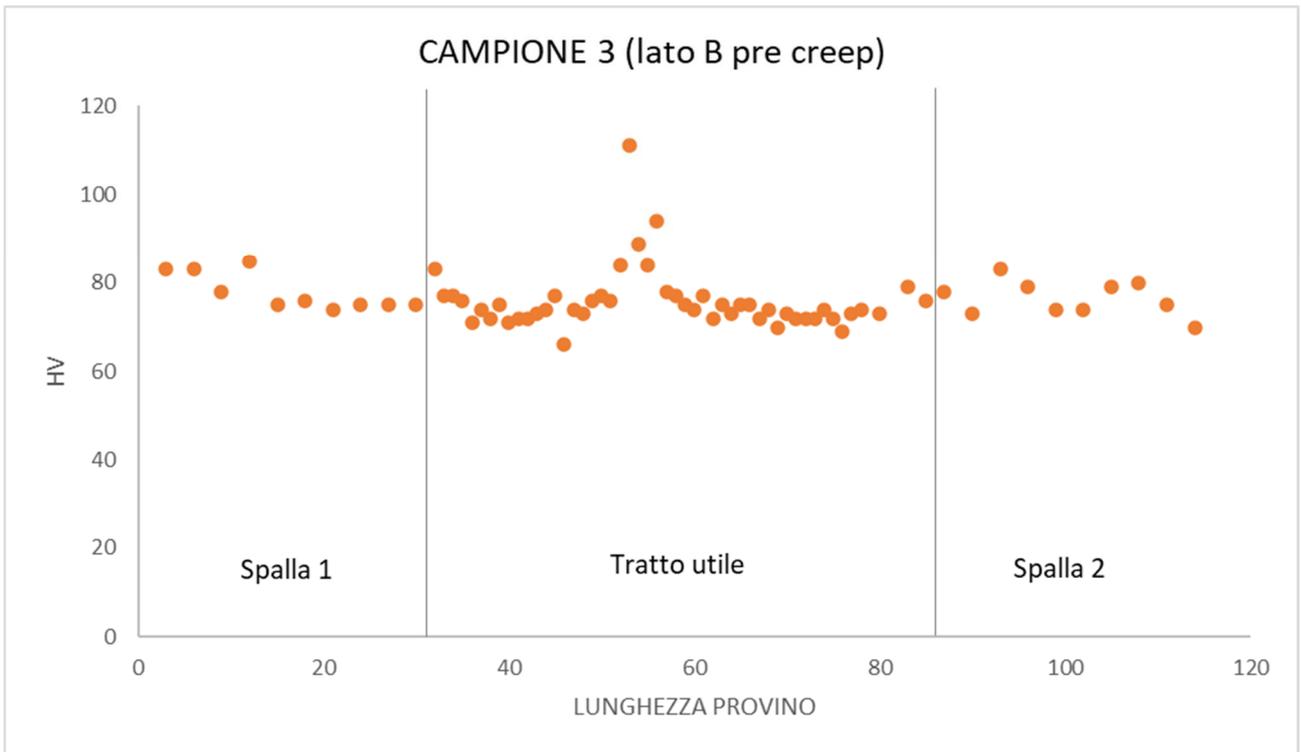


Confronto parte frontale

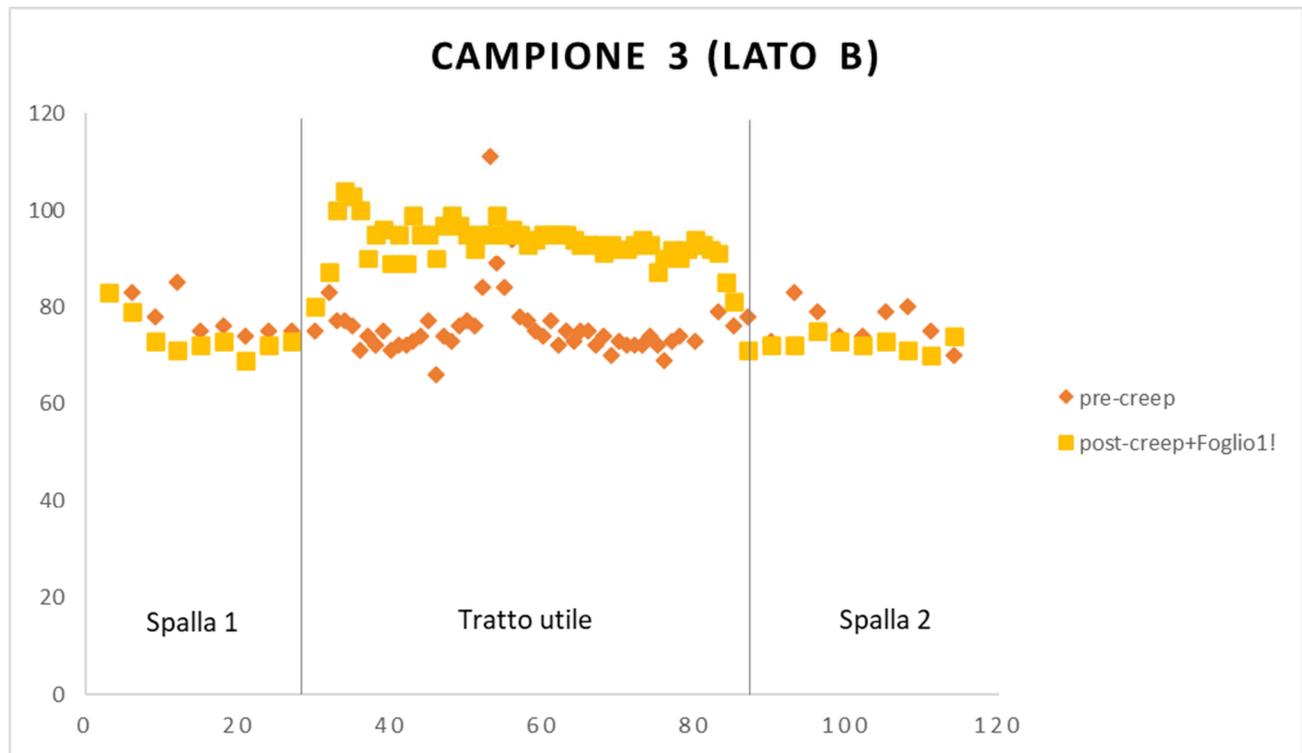
Possiamo osservare come i punti che possedevano una durezza molto superiore alla media siano stati addolciti, conferendo al grafico un andamento più regolare dopo il creep.



Lato B



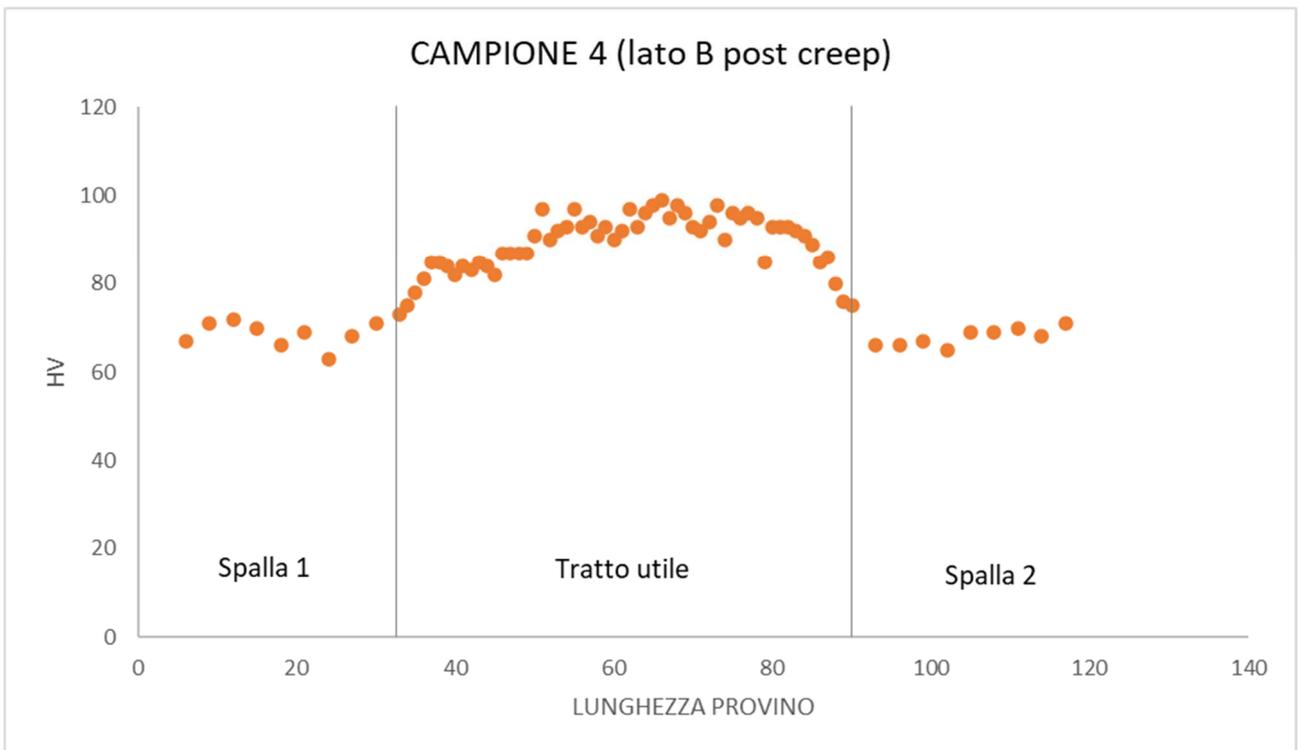
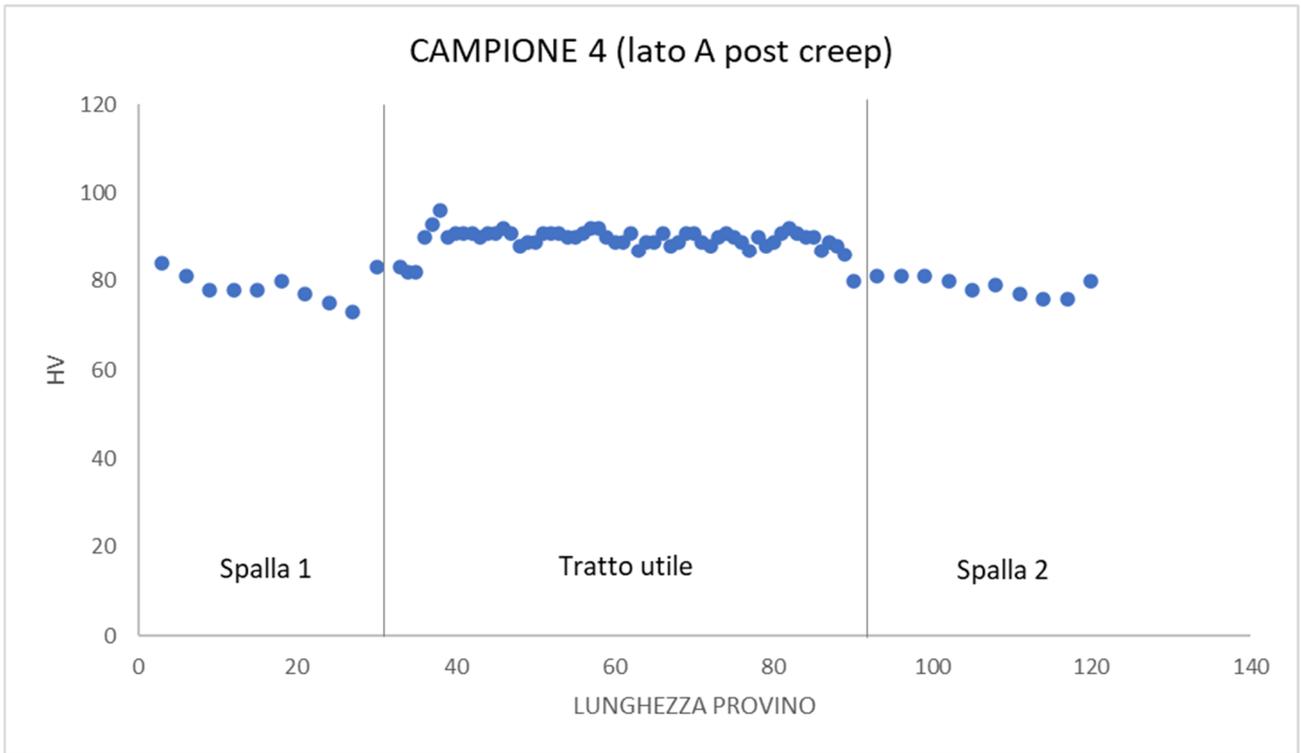
Confronto parte posteriore



6.5 Campione 4

Per il campione 4, è stata eseguita la prova di creep senza prima effettuare le misurazioni delle micro-durezze, che sono state valutate solo dopo la prova; per questo motivo sono disponibili solamente i grafici post-creep.

Non si ha, quindi, un confronto tra le due fasi, ma si può osservare che i valori ottenuti rispettano abbastanza l'andamento dei valori dei campioni precedenti, con HV medi del tratto utile di circa 90.



CONCLUSIONI

Nel lavoro effettuato è stato analizzato il comportamento del rame puro sottoposto ad alte temperature. In particolare sono stati testati quattro campioni di tale materiale e se ne è analizzata la stabilità microstrutturale, concentrandosi sull'analisi delle micro-durezze superficiali prima e dopo aver effettuato una prova di creep. Questa è stata effettuata utilizzando differenti parametri di temperatura e carico, per andare ad evidenziare eventuali differenze o uguaglianze nel comportamento dei campioni al variare delle condizioni di esercizio.

Dopo aver analizzato i risultati, appare chiaro che i 4 campioni di rame puro siano tutti accomunati da un aumento della micro-durezza superficiale dopo la prova di creep. Tale aumento è da attribuirsi all'introduzione di dislocazioni dovuto all'applicazione di carichi relativamente elevati, che comporta un effetto di incrudimento. Non si nota invece presenza di addolcimento dovuto alle temperature elevate.

Nelle spalle ci sono, invece, lievi variazioni dei valori, ma che possono essere considerati pressochè costanti tra pre e post creep, Non è presente incrudimento e quindi un aumento significativo della durezza poiché non sono sottoposte all'azione di carichi esterni.

Si può affermare quindi che, date le variazioni non eccessive osservate, le prove effettuate denotano che la microstruttura del rame puro si mantiene stabile e che nonostante le alte temperature, prevalgono i movimenti delle dislocazioni che portano ad un leggero incrudimento della superficie esterna.

BIBLIOGRAFIA

- [1] **Barella S., Gruttadauria A.,** *Metallurgia e materiali non metallici*, **Esculapio, 2017.**
- [2] **Spigarelli S.,** *Metallurgia meccanica*, **Bologna, Esculapio, 2018.**
- [3] **Spigarelli S.,** *Il comportamento dei metalli ad alta temperatura*, **Milano, 2003.**
- [4] **Sharma V., Prakash U., Manoj Kumar B.V.,** *Surface composites by friction stir processing: A review*, **2015.**
- [5] **Boniardi M.V., Casaroli A.,** *Il rame e le sue leghe*, **Milano.**
- [6] **Collini. L.,** *Resistenza alla propagazione di difetti del rame a struttura ultrafine*, **Roma, 2008.**
- [7] **Germak A., Calcatelli A.,** *La durezza: definizione e misurazione.*
- [8] **European Copper Institute,** <https://copperalliance.eu/>.