



UNIVERSITA' POLITECNICA DELLE MARCHE

FACOLTA' DI INGEGNERIA

Corso di Laurea triennale in **INGEGNERIA MECCANICA**

RISPOSTA A CREEP DEL RAME TRATTATO CON FSP

CREEP RESPONSE OF COPPER TREATED WITH FSP

Relatore: Chiar.mo/a

Prof. **Stefano Spigarelli**

Tesi di Laurea di:

Sara Bevilacqua

Correlatore:

Dott. Ing. **Chiara Paoletti**

A.A. 2019 / 2020

Un particolare ringraziamento va al Prof. Spigarelli e alla Dott.ssa Chiara Paoletti, che con la loro pazienza e disponibilità, sono stati guida fondamentale in questo percorso.

Vorrei inoltre ringraziare i miei amici, in particolar modo tutti coloro che mi hanno supportato nei momenti di difficoltà e di sconforto, e che come me, ci hanno sempre creduto.

Infine, un immenso ringraziamento va alla mia famiglia, alla quale dedico questo lavoro. Senza il vostro sostegno, non ce l'avrei mai fatta.

INDICE

INTRODUZIONE.....	2
1. IL RAME	3
1.1 Rame puro: caratteristiche e proprietà	3
2. FRICTION STIR PROCESSING (FSP).....	5
3. LE PROVE DI DUREZZA.....	5
3.1 La durezza	5
3.2 Durometro	6
3.3 Classificazione e caratteristiche delle prove di durezza	7
3.4 Tipologie di prove statiche	8
3.5 La prova Brinell.....	9
3.6 La prova Vickers.....	10
3.7 La prova Rockwell	12
4. IL CREEP	13
4.1 La macchina di prova.....	14
4.2 La curva di creep	16
5. PROCEDURE SPERIMENTALI.....	18
5.1 Prove di micro-durezze pre-creep	18
5.2 Prova di creep	20
5.3 Prove di micro-durezze post-creep	21
6. ELABORAZIONE E ANALISI DEI DATI DELLE PROVE DI CREEP.....	23
6.1 Raccolta dei dati	24
6.1.1 Prova n. 1.....	24
6.1.2 Prova n. 2.....	26
6.1.3 Prova n. 3.....	27
6.1.4 Prova n. 4.....	28
6.2 Equazione di Norton	30
6.3 Energia di attivazione del creep	32
6.4 Parametro di Zener-Hollomon.....	34
CONCLUSIONI	35
FONTI BIBLIOGRAFICHE E SITOGRAFICHE	38

INTRODUZIONE

Sempre più spesso al giorno d'oggi vengono realizzati componenti metallici idonei ad essere sottoposti a delle condizioni di lavoro estreme, che possono alterare le proprietà microstrutturali del componente nell'arco della sua vita utile.

Tra questi fenomeni, assume un ruolo fondamentale il creep, ovvero un fenomeno che si viene a generare quando il materiale viene sollecitato da carichi modesti, al di sotto della tensione di snervamento, in un ambiente contraddistinto da elevate temperature. Queste condizioni sono all'ordine del giorno in applicazioni aeronautiche o per componenti di centrali per la produzione di energia, ovvero in settori in cui si viene a sviluppare un forte calore, per cui il fenomeno del creep deve essere tenuto presente nelle fasi di progettazione di un qualsiasi componente metallico che dovrà lavorare in situazioni simili. Per conoscere a fondo il comportamento di un materiale in tali condizioni di esercizio devono essere effettuate delle prove di creep, le quali permettono di stimare la vita utile del materiale ed eventuali variazioni delle caratteristiche e proprietà meccaniche, nel momento in cui a livello microstrutturale interviene il fenomeno del creep.

Pertanto, la presente tesi di laurea si pone come obiettivo lo studio della risposta a tale fenomeno del rame puro, precedentemente trattato attraverso la tecnica FSP. Va precisato che l'attività laboratoriale dello studio del comportamento del rame è stata suddivisa in tre fasi: l'analisi della micro-durezza del rame prima di essere sottoposto ad una prova di creep, l'esecuzione della prova vera e propria e un'ulteriore analisi della micro-durezza del metallo dopo la prova di creep. La trattazione di questa tesi si sofferma in particolar modo sulla seconda delle tre attività, quindi sull'elaborazione e lo studio dei dati acquisiti durante le varie prove di creep, mentre l'analisi e il confronto dei valori di micro-durezza di ogni singolo campione sono stati sviluppati dal collega Filippo Fragola, la cui tesi risulta essere strettamente correlata all'elaborato sviluppato in seguito.

Gli argomenti di questa tesi risultano essere quindi strutturati in modo tale da indicare in un primo momento i concetti fondamentali che si trovano alla base dell'attività di tirocinio da me frequentata. Infatti, nella seguente trattazione, vengono inizialmente esposte delle nozioni inerenti al rame, al trattamento FSP e alle prove di laboratorio a cui è stato sottoposto. Successivamente vengono illustrate brevemente le procedure sperimentali eseguite in laboratorio, ed infine, viene svolta un'accurata analisi dei dati ottenuti dalle prove di 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". ⁽²⁾

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. ⁽³⁾

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. ⁽⁴⁾

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. ⁽⁵⁾

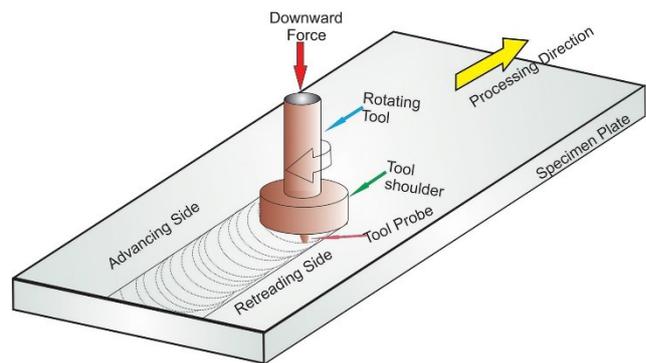


Figura 1 – Schematizzazione della tecnica FSP

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. ⁽⁶⁾

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. Grazie ad un sistema meccanico o idraulico, che moltiplica la forza impressa alla leva, il sistema riesce a fornire il carico necessario al penetratore. ⁽⁶⁾



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. ⁽⁶⁾

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). ⁽⁶⁾

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.

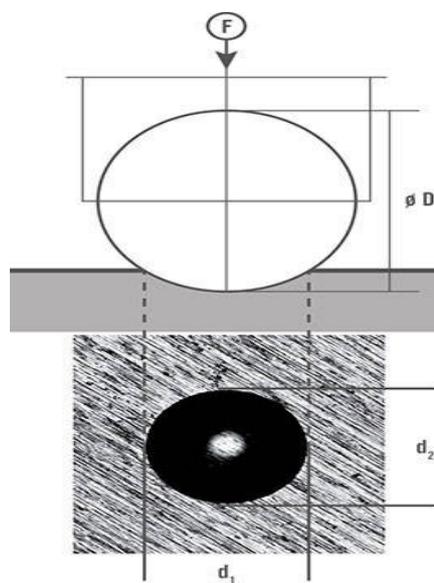


Figura 3 – Penetratore e impronta ottenuta in seguito ad una prova Brinell.

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⁾⁽⁶⁾

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].

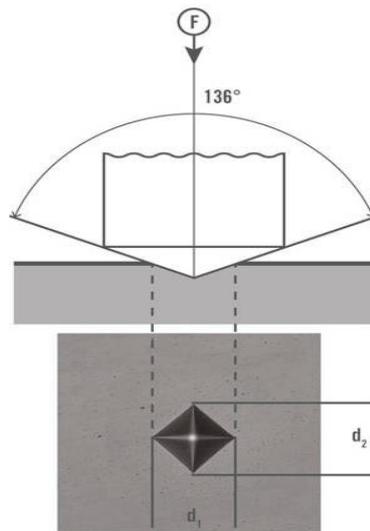


Figura 4 – Penetratore e impronta ottenuta in seguito ad una prova Vickers.

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:

- 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.

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⁾⁽⁶⁾

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 h_0 , per poi calcolare i vari valori di durezza Rockwell.

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 $HB < 200$.^{(1) (6)}

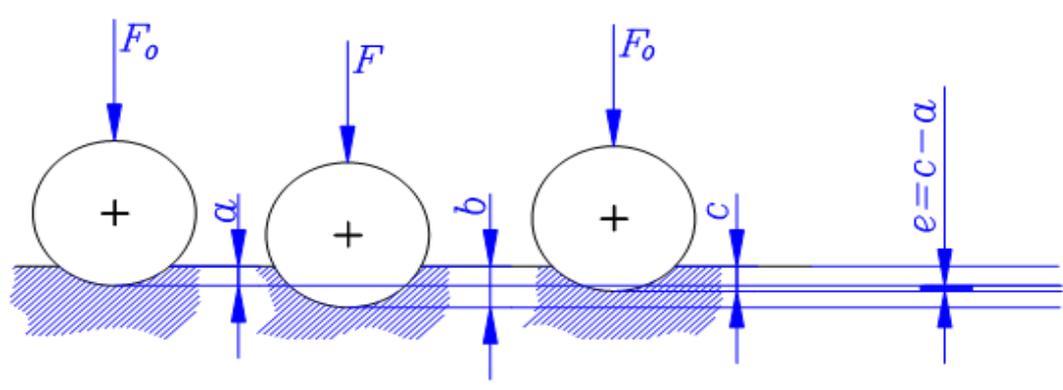


Figura 5 – Esecuzione di una prova Rockwell.

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. ^{(7) (8)}

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. ⁽⁷⁾



Figura 6 – Immagini rappresentanti le macchine per la 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 figura 7 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:

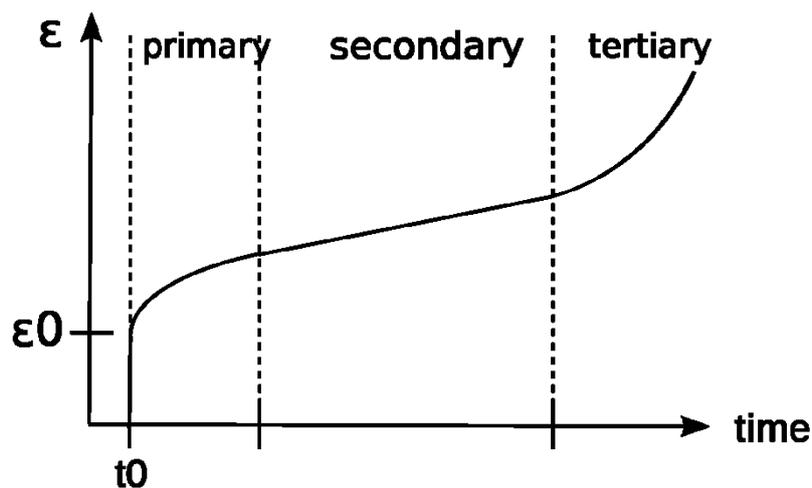


Figura 7 – Andamento tipico di una curva di creep.

- 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 $\dot{\varepsilon}_{SS} t$ è il termine relativo al secondario. Naturalmente, non bisogna dimenticare che tutti questi parametri dipendono dalla tensione e dalla temperatura di prova. ^{(7) (8)}

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.

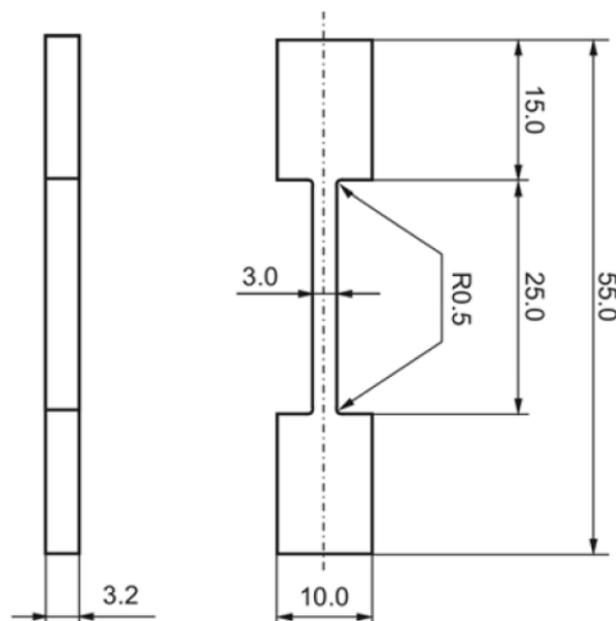


Figura 8 – Forma caratteristica di un provino “dog-bone” utilizzato nella prova di creep.

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 9. 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 in successione 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 microdurometro 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.

5.2 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.

5.3 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 1, 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 n. 1



Figura 11 – Campione n.2

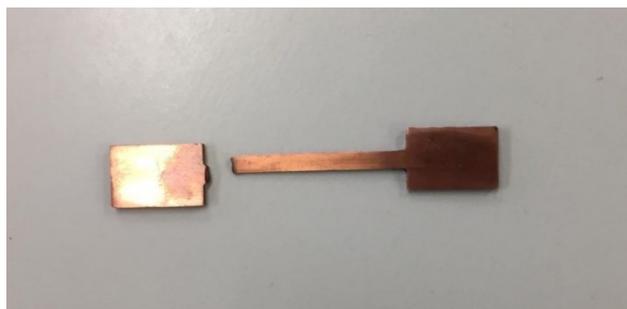


Figura 12 – Campione n. 3



Figura 13 – Campione n. 4

6. ELABORAZIONE E ANALISI DEI DATI DELLE PROVE DI CREEP

Come già espresso precedentemente, le prove di creep vengono spesso eseguite su materiali dedicati ad applicazioni particolari, le cui condizioni di lavoro rientrano nelle casistiche in cui il fenomeno del creep assume rilevanza, e lo scopo di questi test è proprio quello di riuscire a comprendere come il materiale tende a reagire in determinati ambienti di lavoro.

Da una prova di creep è possibile studiare il comportamento di un componente andando a identificare, attraverso l'analisi delle curve ottenute dai test, due parametri ingegneristici fondamentali: il tempo a rottura e la velocità di deformazione nello stadio stazionario. Benché i parametri siano due, lo studio di tale fenomeno si basa più frequentemente sulla trattazione della velocità di deformazione nel secondario (o la velocità minima di deformazione nel caso in cui tale stadio coincida con un punto), poiché, nonostante sia di gran lunga più semplice determinare il tempo a rottura, lo studio della velocità di deformazione permette di stimare l'accumulo della deformazione, fino ad ottenere una stima della vita a rottura del componente e della vita utile del componente, la quale è strettamente correlata appunto alla velocità di deformazione. Nell'esempio applicativo di verifica a creep per il materiale di un componente di una centrale termica ad esempio, è di fondamentale importanza avere informazioni circa la vita utile di un componente in esercizio, o una stima della sua vita residua, per stabilire le manutenzioni programmate

La trattazione del seguente capitolo si basa proprio su un'accurata analisi delle curve ottenute dalle prove eseguite sui nostri quattro campioni di rame, precedentemente sottoposti alla lavorazione FSP e allo studio della micro-durezza. Una volta ottenuti i dati di ogni singola prova, è stato possibile realizzare una serie di grafici, con i quali sono stati poi ricavati i valori minimi di velocità di deformazione.

Tale parametro assume un ruolo fondamentale nello studio del creep, poiché attraverso una sua trattazione analitica è possibile arrivare a individuare il valore dell'energia di attivazione dello scorrimento viscoso, che, nel caso in cui ci si riferisca ad un metallo puro, coincide con il valore dell'energia di attivazione dei fenomeni di autodiffusione.

La diffusione consiste nel trasporto di massa all'interno del materiale per via del movimento degli atomi, ovvero sia la migrazione di questi da una posizione reticolare ad un'altra in cui vi siano presenti delle vacanze; la diffusione delle vacanze, infatti, può essere vista come una diffusione di atomi in senso opposto. Questo processo è molto agevolato nel caso in cui il materiale è sottoposto ad elevate temperature, poiché la rottura dei legami e la distorsione del reticolo a temperatura ambiente necessitano di una grande quantità di energia.

6.1 Raccolta dei dati

Come già illustrato precedentemente, la curva ottenuta da una prova di creep, può essere suddivisa in tre differenti stadi: lo stadio primario, lo stadio secondario e lo stadio terziario. Essendo di nostro interesse ciò che si verifica durante lo stadio secondario, sono stati direttamente raccolti e analizzati i dati ottenuti in quest'ultimo.

Va precisato inoltre, che nel nostro caso, i quattro campioni di rame sono stati soggetti a diversi carichi durante l'esecuzione della prova pur rimanendo invariata la temperatura, come se fossero state eseguite più prove per ogni campione. Per cui, per ogni provino, è stato identificato un valore di velocità di deformazione minimo corrispondente al carico al quale era sottoposto in un determinato step della prova.

Per ogni singola prova quindi sono stati raccolti dei dati, velocità minima di deformazione a un dato carico e temperatura, con i quali è stato possibile realizzare dapprima un grafico che esprime l'andamento della deformazione in funzione del tempo e successivamente un grafico semi – logaritmico, in cui, questa volta, risulta essere rappresentato l'andamento della velocità di deformazione in funzione della deformazione stessa. Se sul primo è possibile identificare l'intensità della deformazione del campione per un noto intervallo di tempo, il secondo risulta di fondamentale importanza per andare ad individuare il valore minimo di velocità di deformazione, indispensabile per la trattazione matematica successiva.

Qui di seguito sono inseriti i grafici di ogni prova e i valori minimi delle velocità di deformazione corrispondenti ad ogni singolo carico.

6.1.1 Prova n. 1.

Il primo campione è stato sottoposto ad una prova di creep a carico variabile, eseguita ad una temperatura costante di 350°C. Infatti, se in un primo momento il campione è stato sollecitato da un carico di 100MPa, dopo circa 30 minuti la curva mostrava lo stato stazionario, ed il carico è stato aumentato ad un valore di 123MPa. Con i dati ricavati nell'arco temporale noto di 2485,98 secondi, è stato possibile realizzare i seguenti grafici:

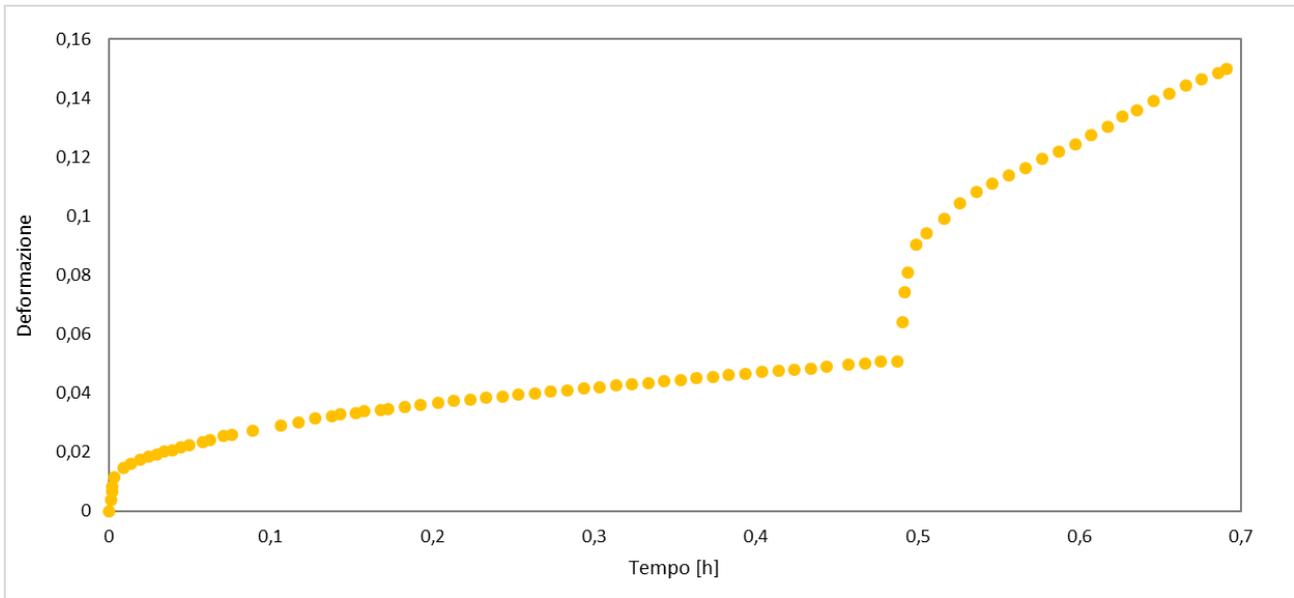


Grafico 1 – Grafico tempo - deformazione del primo campione.

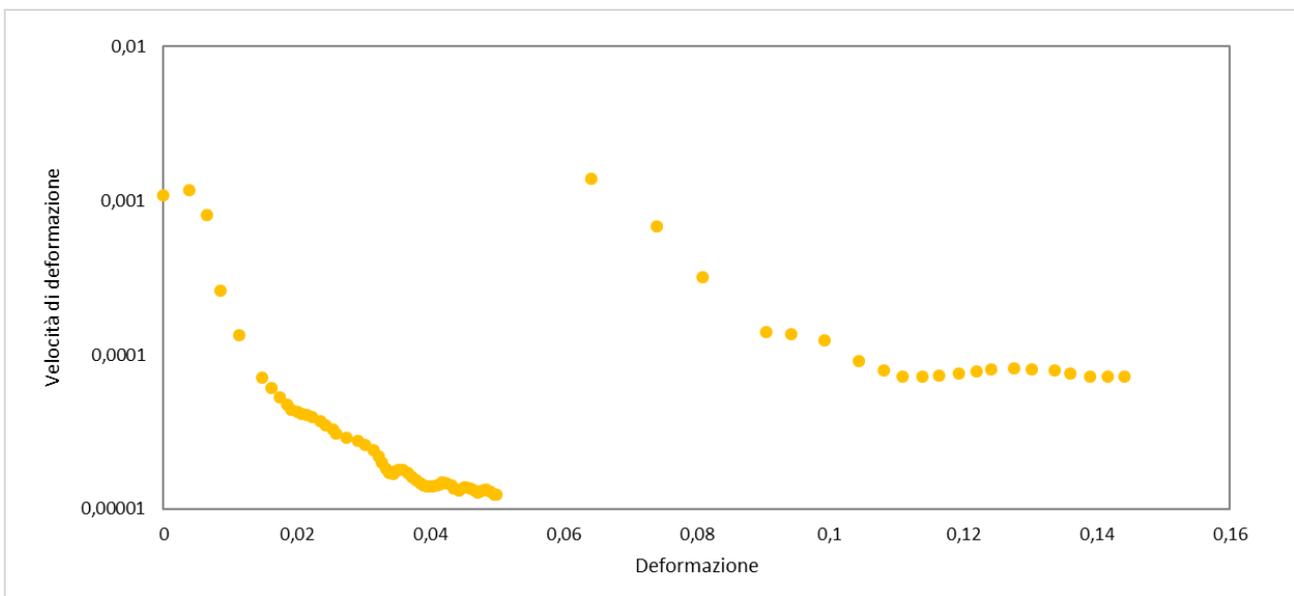


Grafico 2 – Grafico semi-logaritmico deformazione - velocità di deformazione del primo campione.

In entrambi i grafici è possibile individuare il momento esatto in cui il carico, inizialmente di 100MPa, varia e passa ad un valore di 123MPa. Dal secondo grafico è possibile inoltre determinare il valore minimo di velocità di deformazione corrispondente ad entrambe le tensioni esercitate:

σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_{ss}$ [1/h]
100	1,24E-05
123	7,17E-05

6.1.2 Prova n. 2.

A differenza della precedente, la seconda prova di creep è caratterizzata da condizioni di lavoro costanti. Infatti, il secondo campione di rame è stato sottoposto ad una prova in cui, sia la temperatura di 250°C , che il carico di 120MPa , sono rimasti invariati per tutta la durata del processo. Dai dati ricavati nell'arco temporale di 83 ore, sono stati realizzati i due grafici seguenti:

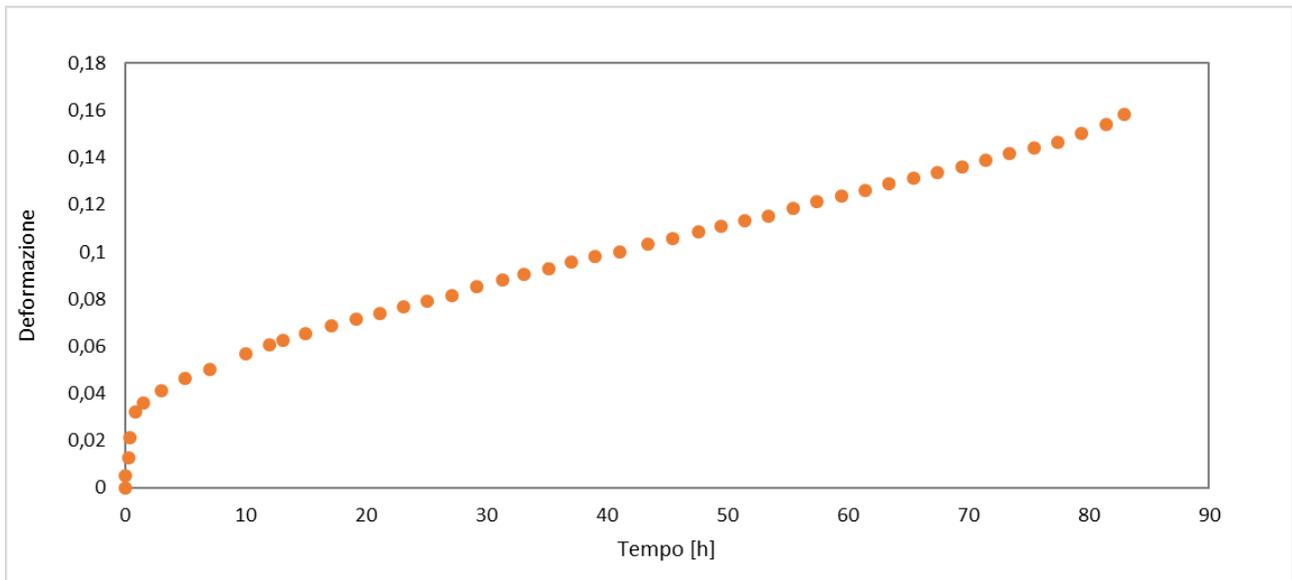


Grafico 3 – Grafico tempo - deformazione del secondo campione.

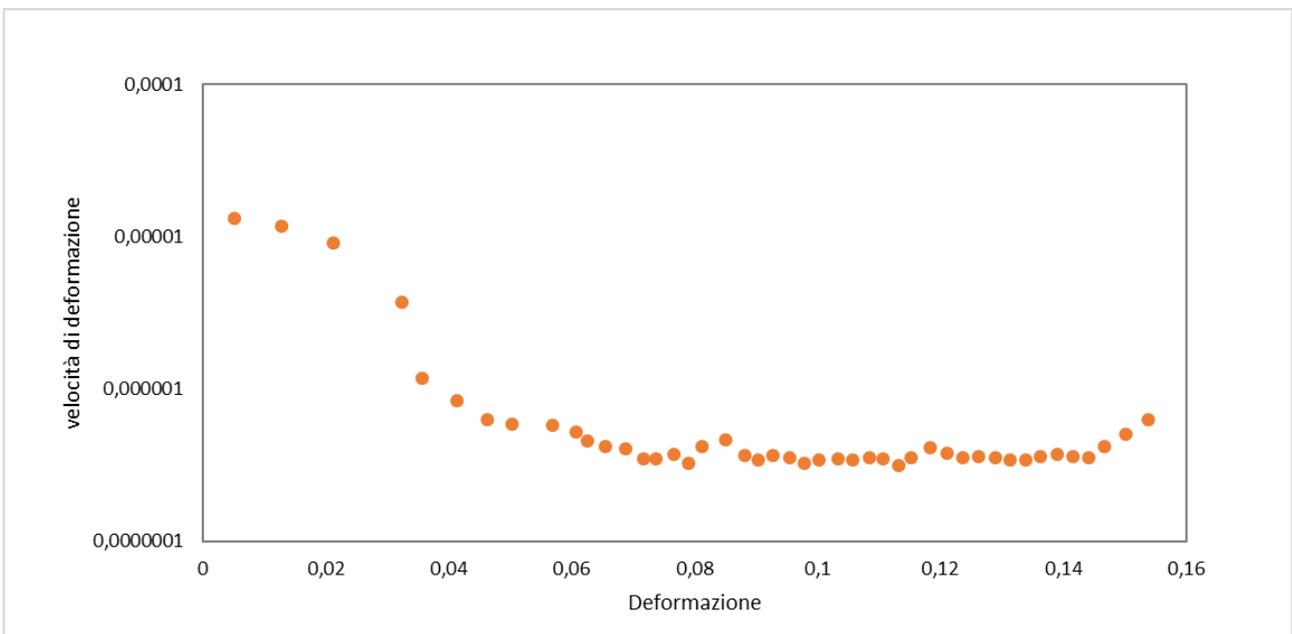


Grafico 4 – Grafico semi-logaritmico deformazione - velocità di deformazione del secondo campione.

Anche questa volta, oltre ad intravedere l'andamento crescente della deformazione nel grafico 3, è stato possibile identificare, mediante il grafico 4, il valore minimo della velocità di deformazione, ottenuta durante la prova a carico costante:

σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_{ss}$ [1/h]
120	3,13E-07

6.1.3 Prova n. 3.

Così come per la prima prova, anche il terzo campione è stato sottoposto ad una prova di creep a carico variabile. Infatti, nonostante la temperatura di 250°C sia rimasta costante fino al termine del test, 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'andamento della deformazione e della velocità di deformazione ottenuti durante l'arco temporale di circa 234 ore, sono facilmente osservabili dai grafici che seguono:

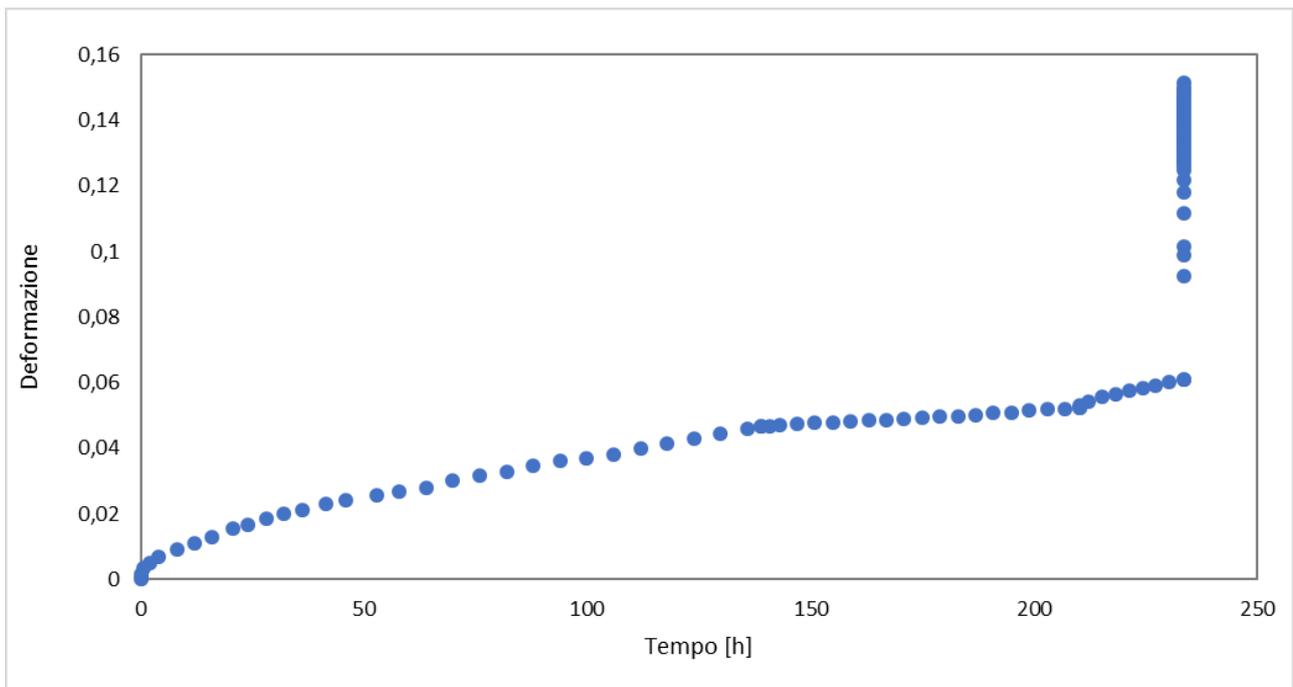


Grafico 5 – Grafico tempo - deformazione del terzo campione.

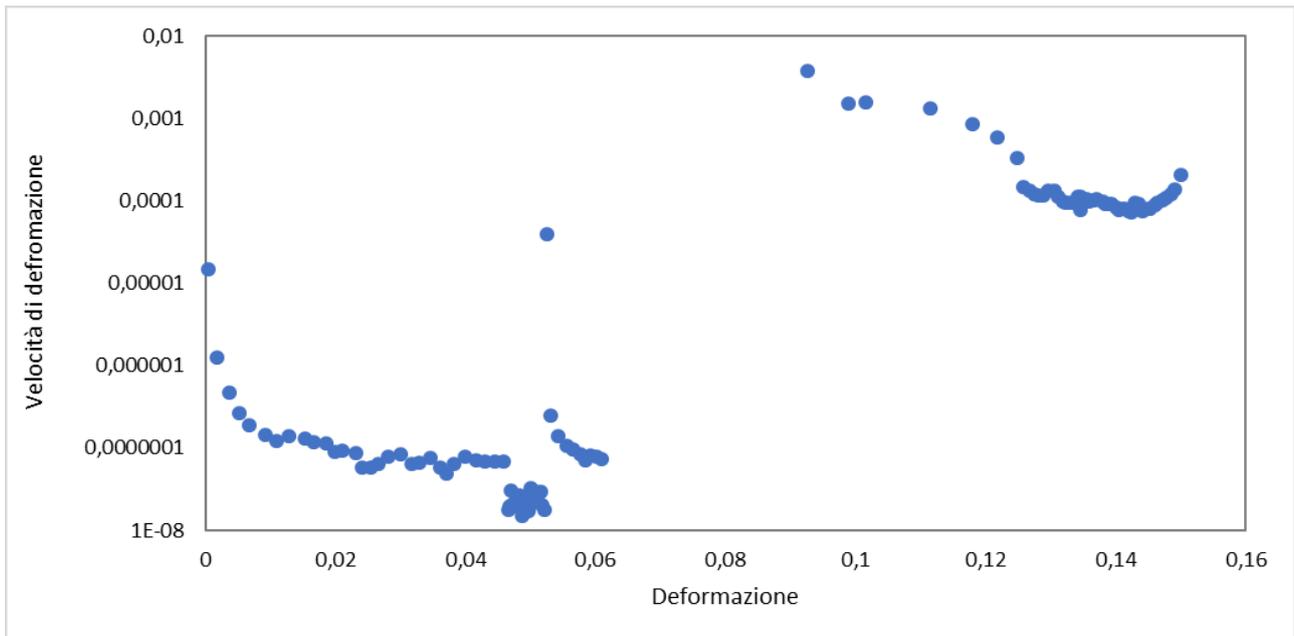


Grafico 6 – Grafico semi-logaritmico deformazione - velocità di deformazione del terzo campione.

In questo caso, essendo stato il campione sottoposto a quattro carichi differenti durante l'esecuzione dell'intera prova, sono stati identificati quattro valori di velocità di deformazione, ognuno corrispondente al relativo carico:

σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_{ss}$ [1/h]
100	4,84E-08
90	1,50E-08
100	7,05E-08
150	7,25E-05

6.1.4 Prova n. 4.

Così come nelle precedenti, anche nell'ultima prova il provino è stato sollecitato da più carichi. Infatti, durante le 19,42 ore, nelle quali il quarto campione di rame è stato sottoposto alla prova di creep, la temperatura è rimasta ad un valore costante di 250°C, mentre il carico è passato da un valore iniziale di 130MPa ad uno di 145MPa. Esattamente come per le prove precedenti sono stati realizzati i seguenti grafici:

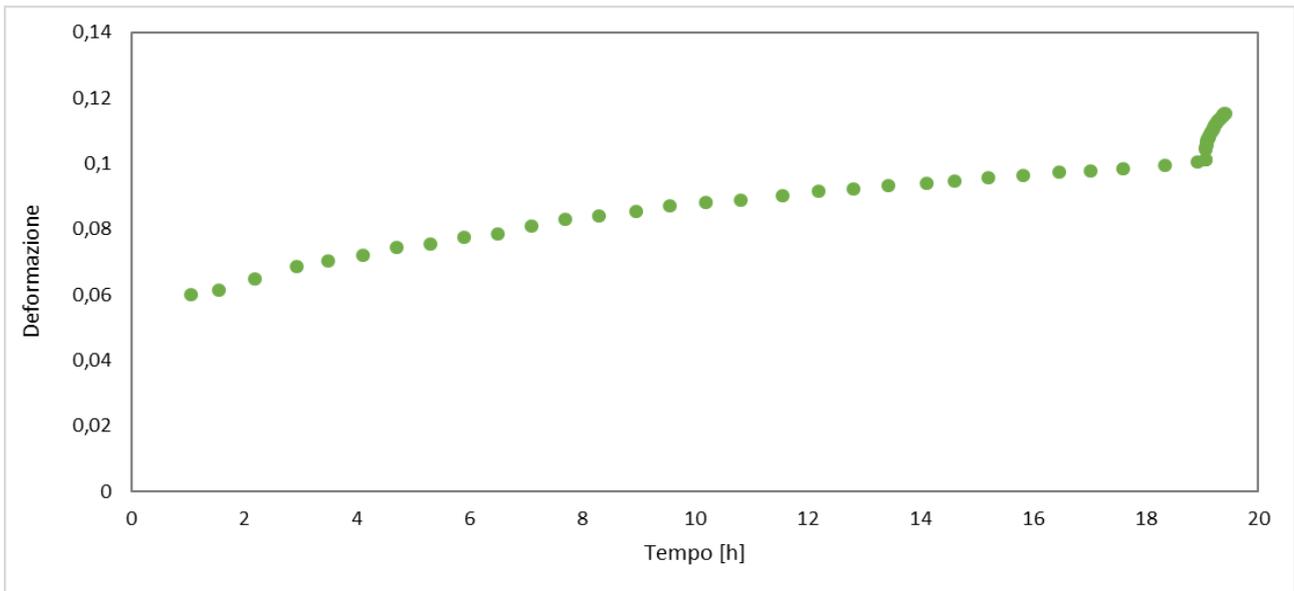


Grafico 7 – Grafico tempo - deformazione del quarto campione.

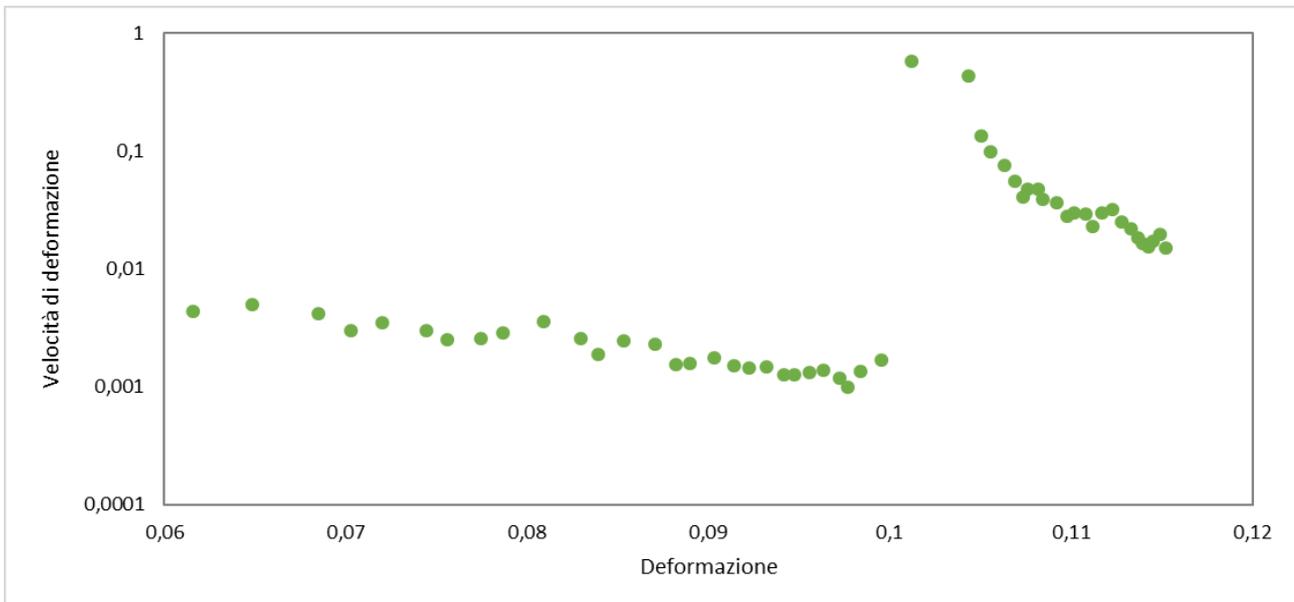


Grafico 8 – Grafico semi-logaritmico deformazione - velocità di deformazione del quarto campione.

Anche in questo caso, se dal grafico 7 è possibile osservare l'andamento della deformazione di quest'ultimo campione, dal grafico 8 invece, è possibile ricavare le velocità minime di deformazione corrispondenti ai singoli carichi:

σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_{ss}$ [1/h]
130	9,85E-04
145	1,49E-02

6.2 Equazione di Norton

Lo studio del fenomeno del creep prosegue poi andando ad elaborare le equazioni costitutive caratteristiche, ovvero la relazione tra velocità di deformazione con la tensione e la relazione tra la velocità di deformazione con la temperatura.

È possibile fare una analogia tra il secondario sviluppato nella curva di creep e lo stadio stazionario di una curva tensione-deformazione, ottenuta testando lo stesso materiale con una prova a velocità di deformazione costante (e non a carico costante come il creep).

Mediante l'equazione di Norton è possibile correlare la velocità di deformazione con la tensione a cui è sottoposto il provino:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = B\sigma^n$$

dove B dipende dalla temperatura ed n, per i metalli puri, risulta essere pari a 4-5.

Da tale relazione è possibile realizzare un grafico bi-logaritmico, nel quale si rappresenta la velocità di deformazione in funzione della tensione di prova mediante una serie di rette specifiche per ogni temperatura (isoterme), la cui pendenza risulta essere data dall'esponente n⁽⁷⁾

Una volta ottenuti i valori minimi di velocità di deformazione, tabellati qui di seguito insieme ai valori di tensione e della temperatura espressa in gradi Kelvin, si è potuto sviluppare il grafico precedentemente descritto, dal quale è stato possibile ricavare l'equazione delle rette isoterme e quindi del valore dell'esponente n.

	Temp. [K]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_{ss}$ [1/h]
Prova 1	623,15	100	1,24E-05
		123	7,17E-05
Prova 2	523,15	120	3,13E-07
Prova 3	523,15	100	4,84E-08
		90	1,50E-08
		100	7,05E-08
		150	7,25E-05
Prova 4	523,15	130	9,85E-04
		145	1,49E-02

Tabella 1 – Tabella dei dati ottenuti dai precedenti grafici.

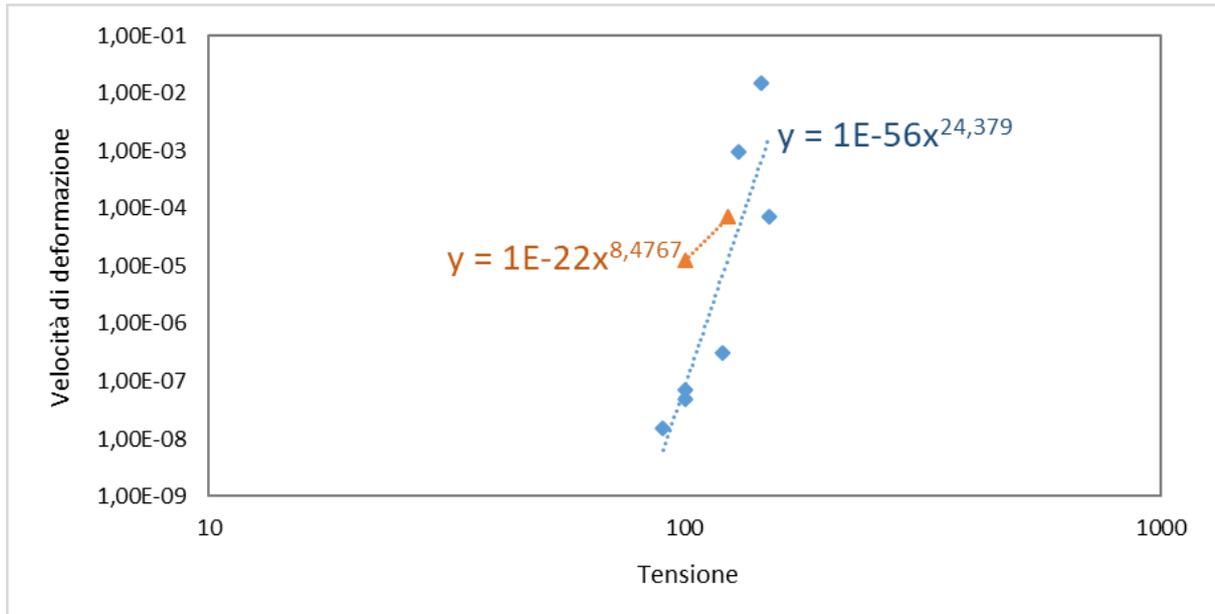


Grafico 9 – Grafico bi-logaritmico tensione - velocità di deformazione.

Nel grafico 9, precedentemente esposto, sono state realizzate, attraverso l'interpolazione dei dati elencati nella tabella 1, le due rette isoterme relative alle prove eseguite a 523,15K (retta azzurra) e a 623,15K (retta arancione).

Da tale operazione è stato poi possibile risalire alle leggi delle due rette:

Retta isoterma relativa a 523,15K:

$$y = 1 \cdot 10^{-56} \cdot x^{24,379}$$

Retta isoterma relativa a 623,15K:

$$y = 1 \cdot 10^{-22} \cdot x^{8,4767}$$

le quali, eguagliate all'equazione di Norton ($\dot{\epsilon}_{ss} = B\sigma^n$), permettono di ricavare il valore dell'esponente n, e quindi il valore della pendenza delle singole isoterme.

Dal confronto dei due valori ottenuti, è possibile comprendere come all'aumentare della temperatura, la pendenza della retta tenda a diminuire; difatti, ad una temperatura di 623,15K, il parametro n coincide ad un valore di 8,4767, il quale risulta notevolmente più basso rispetto a 24,379, che risulta essere invece il valore dell'esponente ottenuto ad una temperatura di 523,15K.

6.3 Energia di attivazione del creep

Come già esposto, è possibile inoltre, individuare una stretta correlazione tra la velocità di deformazione nello stadio stazionario e la temperatura, poiché, una sua variazione, pur mantenendo costante la tensione esercitata, implica una significativa variazione della velocità di deformazione, e dunque della curva stessa. La dipendenza della velocità dalla temperatura può quindi essere espressa tramite la relazione:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = C \cdot e^{\frac{-Q}{RT}}$$

dove con C viene indicata una costante che dipende dal carico applicato, con R la costante dei gas naturali e con Q l'energia di attivazione del creep, la quale, nel caso di metalli puri, coincide con l'energia di attivazione del fenomeno dell'autodiffusione.

Tenendo presente che il fattore C dipende dal carico applicato, è inoltre possibile ottenere una relazione che correli la velocità di deformazione nel secondario direttamente con la tensione e la temperatura di prova. Tale relazione, qui di seguito espressa, risulta essere ottenuta attraverso la combinazione della precedente espressione con l'equazione di Norton:

$$\dot{\epsilon}_{SS} = A\sigma^n \cdot e^{\frac{-Q}{RT}}$$

dove A è un parametro definito dal materiale.

Bisogna comunque tener presente che questa relazione consente di ottenere dei validi risultati solo se si stanno analizzando dei metalli puri, poiché, in tal modo, n non dipende dalla temperatura e Q non dipende dalla tensione di prova.

Pertanto, la stretta correlazione tra questi tre parametri, velocità di deformazione, temperatura e tensione, permette di ottenere un grafico semi-logaritmico in cui la velocità di deformazione risulta essere in funzione dell'inverso della temperatura e dal quale si vengono a realizzare una serie di rette, questa volta ciascuna relativa alla tensione di prova (isobare), la cui pendenza è invece determinata dal rapporto $-Q/R$.⁽⁷⁾

Nel caso specifico della serie di prove analizzate è stato possibile realizzare il grafico semi-logaritmico con una sola retta isobara, poiché solamente due campioni sono stati sottoposti ad una prova di creep a differenti temperature e stesso valore di carico applicato. Dall'equazione della retta interpolante tra i punti rappresentati si è ricavato il valore medio dell'energia di attivazione Q.

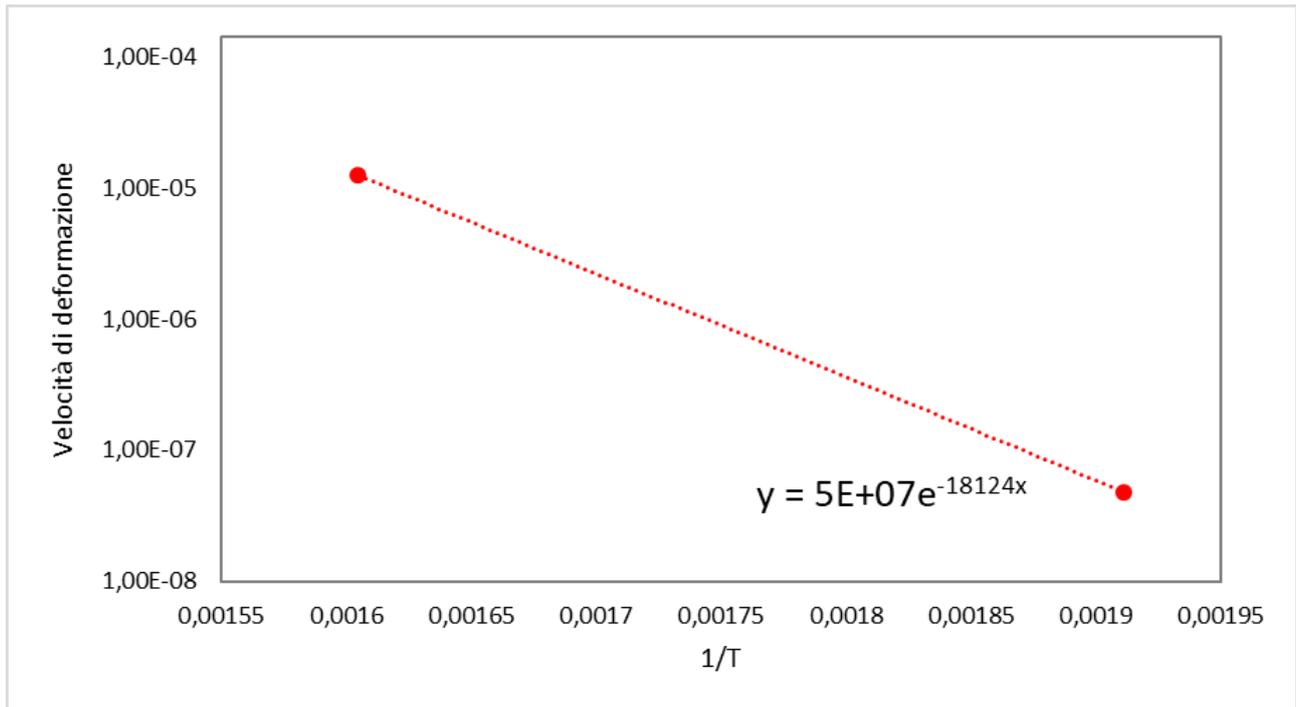


Grafico 10 – Grafico semi-logaritmico della velocità di deformazione in funzione dell'inverso della temperatura.

Il grafico 10 è stato realizzato con i dati ottenuti da prove di creep di due differenti campioni di rame, i quali sono stati sottoposti ad una stessa tensione 100MPa, ma a due differenti temperature, rispettivamente 250 e 350°C. Da tale rappresentazione è stato possibile ricavare la retta interpolante, coincidente con l'isobara relativa al carico di 100MPa, la quale risulta essere governata dalla funzione:

$$y = 5 \cdot 10^{+7} \cdot e^{-18124x}$$

Nella funzione in questione, assume un ruolo fondamentale l'esponente $-18124x$, dal quale è possibile ricavare l'energia di attivazione Q . Infatti, seguendo la relazione $\dot{\epsilon}_{ss} = A\sigma^n \cdot e^{\frac{-Q}{RT}}$ e tenendo presente che il valore di x dell'esponente risulta coincidere con il valore dell'inverso della temperatura presente sul grafico e che R coincide con la costante dei gas ideali (8,314 J/mol*K), è stato possibile eguagliare il valore dell'esponente a $-Q/RT$, ricavando attraverso passaggi matematici l'energia di attivazione:

$$Q = 150682,9 \text{ J/mol}$$

Pertanto, dalle seguenti analisi siamo arrivati a determinare il valore medio di energia di attivazione del creep dei nostri campioni in rame, il quale risulta essere pari a circa 150,68 kJ/mol.

6.4 Parametro di Zener-Hollomon

Per poter descrivere le condizioni di velocità di deformazione e temperatura in cui il materiale è stato deformato, viene spesso utilizzato il parametro di Zener-Hollomon, il quale risulta essere dato da:

$$Z = \dot{\epsilon}_{SS} \cdot e^{\frac{Q}{RT}} = A\sigma^n$$

L'utilizzo di tale parametro semplifica notevolmente lo studio del fenomeno, poiché, se rappresentato in funzione delle tensioni, i dati ottenuti alle varie temperature e per diversi carichi tendono a collapsare su una stessa curva. ⁽⁷⁾ Una volta ottenuto il valore dell'energia di attivazione del creep, attraverso la relazione precedentemente esposta, è stato poi possibile ricavare il valore del parametro Z per ogni singola prova, dal quale è stato realizzato il seguente grafico:

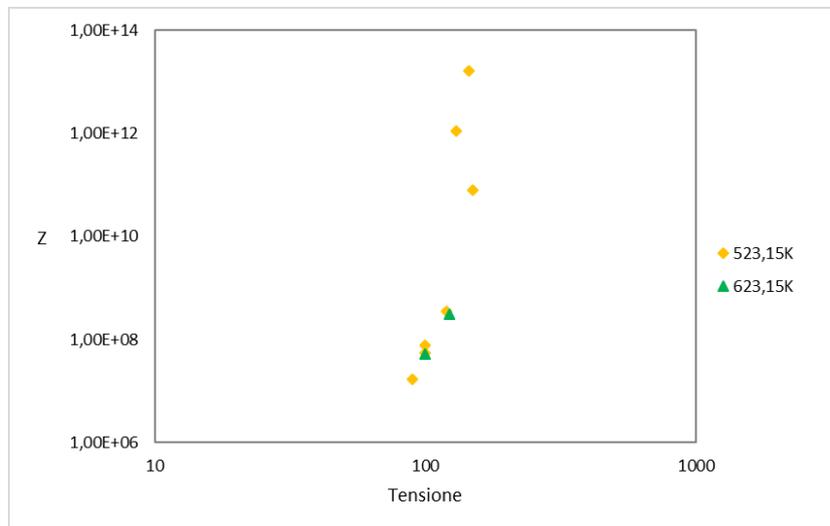


Grafico 11 – Grafico bi-logaritmico del parametro Z in funzione della tensione

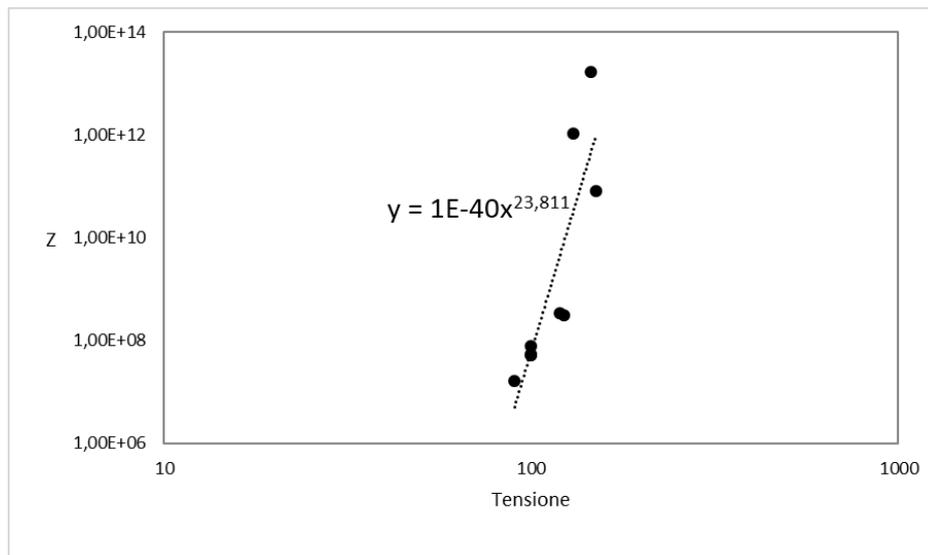


Grafico 12 - Rappresentazione della retta interpolante.

Dal grafico 11, è possibile osservare come, nonostante i punti non risultino essere allineati con particolare precisione, tendono comunque ad individuare una retta, la quale è stata rappresentata nel grafico 12.

La funzione della retta in questione risulta essere:

$$y = 1 \cdot 10^{-40} \cdot x^{23,811}$$

il cui esponente di x equivale alla pendenza della retta interpolante.

Dallo studio della funzione è possibile identificare come il valore della pendenza della retta ottenuta nel grafico 12, risulti essere pari alla media dei valori di pendenza delle rette isoterme ottenute nel grafico 9.

CONCLUSIONI

Dalle prove di creep effettuate su ogni singolo campione è stato quindi possibile raccogliere dei dati fondamentali per estrapolare il comportamento a creep del rame lavorato con la tecnica della friction stir processing.

In particolare, sono stati ricavati i valori dei singoli esponenti delle rette isoterme relative alle temperature di 250°C e 350°C, i quali confermano come all'aumentare della temperatura, la pendenza della retta tenda a diminuire.

È stato inoltre individuato il valore medio dell'energia di attivazione del creep, con il quale è stato possibile poi ricavare i valori dei parametri di Zener-Hollomon riferiti ad ogni singola curva. Tali valori hanno permesso la realizzazione del grafico che semplifica notevolmente lo studio del fenomeno del creep. Infatti, nonostante vi sia una piccola dispersione dei dati dall'andamento perfettamente lineare, si può a generare una retta interpolante la cui pendenza risulta essere pari alla media dei valori degli esponenti n ottenuti dalle funzioni delle due isoterme precedentemente studiate.

Non va dimenticato inoltre, che la prova di creep ha una notevole influenza sulle proprietà meccaniche del metallo preso in esame. Infatti, riferendoci all'analisi sviluppata dal collega Filippo Fragola, è possibile notare come i valori di micro-durezza ottenuti post-creep per ogni singolo campione, risultino variati. Ad esempio, facendo riferimento ai grafici 13 e 14 qui di seguito, dove sono stati posti a confronto i valori della micro-durezza pre e post creep del terzo campione, è possibile notare come, soprattutto nel tratto utile, i valori della micro-durezza tendano ad aumentare a causa dell'incrudimento del materiale dovuto alla deformazione, mentre i valori rimangono pressoché costanti nelle spalle, poiché queste non vengono sottoposte a carichi, ma solo ad un forte riscaldamento.

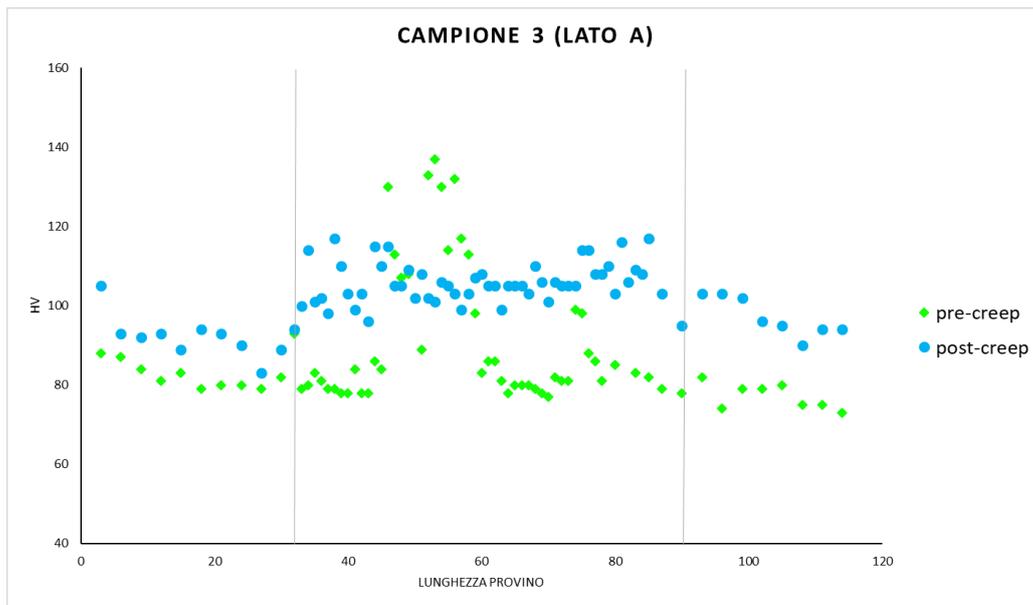


Grafico 13 – Rappresentazione andamento dei valori di micro-durezza del campione 3, lato A.

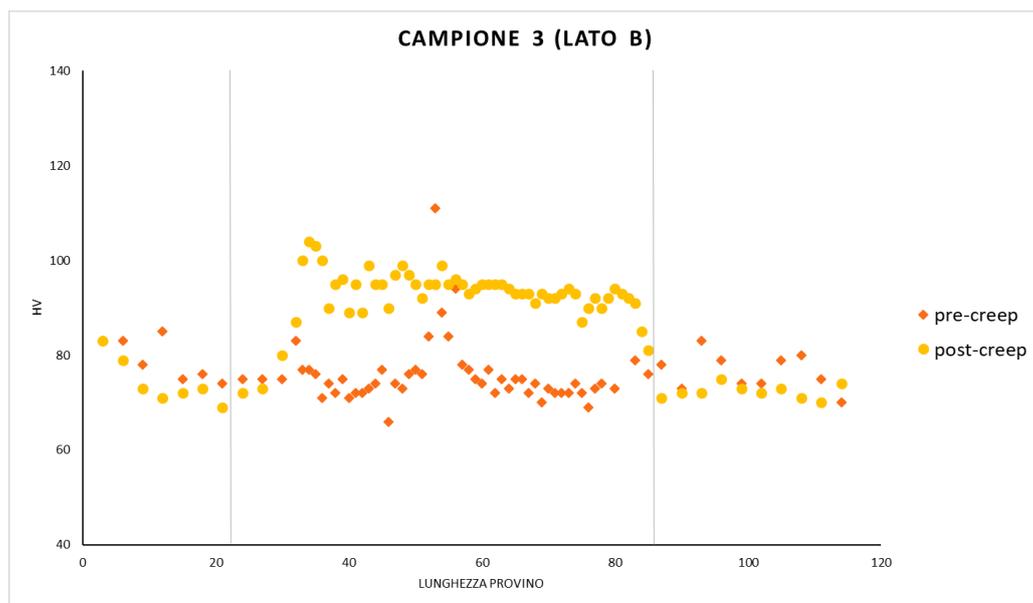


Grafico 14 - Rappresentazione andamento dei valori di micro-durezza del campione, lato B.

Tale situazione è stata riscontrata anche negli altri tre campioni, come è possibile osservare dal grafico 15, in cui vengono esposti i valori medi della micro-durezza sia pre che post creep di ogni provino.

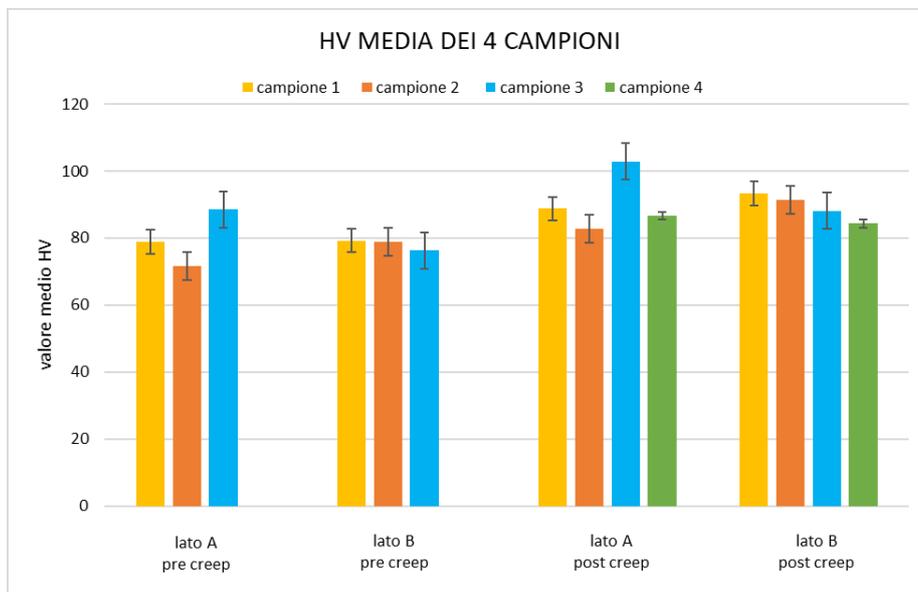


Grafico 15 – Media dei valori di micro-durezza pre e post creep dei quattro campioni.

In conclusione, dallo studio delle curve di creep, e più in generale dall'analisi dell'intera attività sperimentale condotta su questo lotto di campioni, è stato possibile individuare parametri validi a descrivere al meglio la risposta del rame trattato con FSP al fenomeno del creep, e l'influenza che quest'ultimo esercita nelle proprietà meccaniche, più in particolare nei valori di micro-durezza.

FONTI BIBLIOGRAFICHE E SITOGRAFICHE

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