UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DEI MATERIALI

Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

DECADIMENTO DELLA RESISTENZA DEI CONTENITORI DI VETRO IN UTILIZZO: SIMULAZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEL PROCESSO DI DANNEGGIAMENTO

Relatore: Prof. Paolo Colombo

Laureanda: GIADA PASQUALETTO

ANNO ACCADEMICO: 2016-2017

Riassunto

Utilizzando un Simulatore di Linea, sono stati studiati i parametri che influenzano il danneggiamento delle bottiglie dopo il passaggio in linea di imbottigliamento. Sono stati condotti test andando a variare parametri quali il tempo di permanenza all'interno della macchina e il rallentamento relativo delle bottiglie rispetto alla piastra motrice. È stato appurato che i contenitori simulati presentavano danneggiamenti da abrasione, a causa del mutuo sfregamento, soprattutto nelle zone di contatto.

Le bottiglie così danneggiate sono state sottoposte a test a pressione interna, per valutarne la resistenza meccanica e identificare le zone di origine della frattura, corrispondenti al danneggiamento più gravoso.

I danneggiamenti da abrasione prodotti sono stati poi misurati e caratterizzati mediante analisi al microscopio ottico. Sono stati misurati profondità, larghezza della cricca, spessore di parete di vetro nel punto di rottura e dimensione dello specchio di frattura. I dati ottenuti sono stati inseriti in un foglio di calcolo e rappresentati secondo una distribuzione alla Weibull per permetterne un confronto.

I dati ricavati sono stati poi confrontati anche con i valori ottenuti, da prove dello stesso tipo, condotte sulle stesse bottiglie sia da nuove che dopo riempimento. Queste comparazioni hanno permesso di capire se le specifiche indicate dal manuale del Line Simulator fossero adeguate per ottenere danneggiamenti confrontabili con quelli ottenuti da una linea vera.

Sono state infine fatte considerazioni sulla forma dei difetti ottenuti, sulla variazione dello spessore di parete delle bottiglie analizzate e sull'influenza dei parametri studiati sul danneggiamento.

Indice

Introduzione	1
Capitolo 1	•••••
Il vetro	3
1.1 Lo stato vetroso	
1.1.1 Formazione del vetro	
1.2 Ossidi formatori, ossidi modificatori e ossidi intermedi 4	
1.2.1 Altri elementi	
Capitolo 2	•••••
Resistenza meccanica del vetro	7
2.1 Cenni di meccanica della frattura	
2.1.1. Comportamento fragile	
2.1.2 Teoria di Griffith	
2.1.3 Teoria di Irwin e tenacità a frattura	
2.2 Nucleazione e formazione delle cricche	
2.2.1 Indentazione	
2.2.2 Danneggiamenti per contatto, impatto e strisciamento 17	
2.3 Fatica statica	
Capitolo 3	•••••
Il contenitore in vetro	21
3.1 Processi di produzione del vetro cavo	
3.1.1 Soffio-soffio	
3.1.2 Presso-soffio	
3.1.3 Ricottura	
3.2 Forma del contenitore	
3.2.1 Danneggiamenti nei contenitori	
3.2.2 Altri difetti del contenitore	
3.3 Analisi della frattura	
3.3.1 Principi generali	
3.3.2 Tecniche di diagnosi	

3.3.3 Frattura da pressione interna	29
3.3.4 Specchio di frattura e determinazione degli sforzi	30
3.4 Resistenza meccanica a pressione interna	34
3.4.1 Recupero delle origini	37
3.5 Interpretazione statistica di Weibull	37
3.5.1 Normativa ASTM C1239-13	39
3.5.2 Normativa EN 12603	42
3.5.3 Rappresentazione dimensione del difetto	48
Capitolo 4	•••••
Simulazione del processo di danneggiamento e sua caratterizzazione	49
4.1 Linea di imbottigliamento: com'è fatta	49
4.2 Simulatore di linea	52
4.2.1 Regolazioni di macchina	53
4.2.2 Condizioni di esercizio	53
4.2.3 Durata del maltrattamento	54
4.2.4 Invecchiamento e resistenza	55
4.3 Bottiglie vuoto a rendere: effetto dei ripetuti passaggi in linea sulla resistenza meccanica	55
4.3.1 Esempio n.1: Bottiglia di Acqua naturale	55
4.3.2 Altri esempi: bottiglie di birra	57
4.3.3 Simulazioni bottiglie "vuoto a rendere": dati storici	59
4.4 Effetto sulle bottiglie One-Way	61
4.4.1 Campione 1	62
4.4.2 Campione 2	65
4.5 Simulazioni effettuate	67
4.5.1 Test a 1 e 2 giorni di distanza	67
4.5.2 Effetto della durata del trattamento di degrado	69
4.5.3 Effetto dello slittamento	75
4.5.4 Dati del campione 2	79
4.5.5 Altre considerazioni	81
Conclusioni	85
Ringraziamenti	87
Riferimenti	89

Introduzione

Da quando la distribuzione di beni di consumo di massa ha preso piede nella società, è risultata evidente l'importanza sulla ricerca dei metodi di imballaggio e stoccaggio. In particolare, lo studio fisico e chimico dei recipienti di vetro continua a tutt'oggi. La Stazione Sperimentale del Vetro è un istituto che si occupa di analisi e risoluzione di problemi tecnico scientifici riguardanti l'industria del vetro. I laboratori di prova e i dati storici, raccolti in molti anni di analisi, hanno permesso di dare consistenza a questo elaborato.

La conoscenza dei fenomeni di danneggiamento che subiscono i contenitori in vetro è di essenziale importanza. Pur essendo appurato che i contenitori, dopo il passaggio in linea di imbottigliamento, subiscono un deterioramento delle proprietà meccaniche, non è noto come alcuni parametri, quali tempo e velocità, influenzino il danneggiamento.

L'evidenza di quanto detto è ottimamente rappresentata dalle bottiglie "returnable", ossia le bottiglie anche dette "vuoto a rendere". Bottiglie di questo genere, prelevate dal mercato dopo un certo tempo di servizio, presentano una resistenza meccanica notevolmente inferiore rispetto alle bottiglie nuove, e questo è dovuto ai danneggiamenti subiti durante l'utilizzo, causati sia dal trasporto che dal passaggio in linea ripetuto. Molto spesso i danneggiamenti sono evidenti, e si presentano come strisce bianche di vetro abraso in zone tipiche, ossia le zone di contatto tra bottiglie.

Tuttavia, non è possibile chiarire come il singolo passaggio in linea influenzi la resistenza meccanica del vetro, perchè questo dipende chiaramente da parametri che sono diversi per ogni linea.

Per tentare di dare risposte a questo quesito, l'American Glass Research (AGR) ha costruito un Simulatore di Linea, ossia una macchina che, per parametri specificati, dovrebbe riprodurre il danneggiamento, e la relativa diminuzione di resistenza, tipico del passaggio in linea.

Il Line Simulator è uno strumento adatto per andare a capire come la variazione di taluni parametri influenzi il danneggiamento sulle bottiglie. I risultati ottenuti e le considerazioni fatte possono essere poi ragionevolmente trasposte a quanto succede in una linea vera.

Sono state quindi testate bottiglie di spumante, di cui era nota la resistenza a pressione interna e la dimensione e distribuzione dei difetti critici sia da nuove che *after filling*. Per ogni test sono state utilizzate 60 bottiglie, per permettere, da una parte, di procedere in tempi relativamente brevi e, dall'altra, di avere comunque una consistenza statistica.

Si è deciso di andare a studiare l'influenza del tempo di permanenza nella macchina e l'influenza del rallentamento relativo delle bottiglie rispetto alla piastra motrice (slittamento). A questo proposito sono stati scelti tre valori per ogni variabile studiata. Ogni bottiglia, dopo essere stata simulata, è stata campionata e quindi rotta a pressione interna. Questo test ha permesso di ricavare dati non solo sulla resistenza meccanica del contenitore, ma anche sulla posizione di rottura.

Per ogni campione, sono stati prelevati i frammenti da cui aveva avuto origine la frattura, e sono stati caratterizzati al microscopio ottico. Questo ha permesso di identificare la natura del difetto critico e la sua dimensione.

Per concludere, è stato appurato che la pressione media a rottura è diminuita passando da tempi brevi a tempi maggiori, e da slittamenti nulli a slittamenti del 20%. I dati di pressione, direttamente collegati alla resistenza meccanica, sono stati confrontati con le misure della dimensione dei difetti e degli spessori di vetro.

Capitolo 1 Il vetro

1.1 Lo stato vetroso

Il vetro può essere definito un solido amorfo, ossia un materiale in cui la disposizione spaziale degli atomi, nel lungo raggio, non segue alcun ordine geometrico, che rammollisce progressivamente al riscaldamento. Questa definizione sottolinea le principali caratteristiche del vetro o dei solidi vetrosi: in primo luogo la loro natura di solidi elastici isotropi fragili, e in secondo luogo la loro struttura atomica praticamente indistinguibile da quella di un liquido. Nonostante la struttura di un vetro sia disordinata, è importante sottolineare come questa non sia randomica; infatti è possibile riconoscere un ordine a corto raggio, nei pochi angstrom che circondano ogni singolo atomo.

Benché si possano ottenere vetri da numerosi materiali (polimeri, metalli, ecc), ci si limiterà allo studio del vetro tradizionale, costituito da ossidi inorganici.

1.1.1 Formazione del vetro

Perché un liquido solidifichi senza cristallizzare, è necessario che la sua viscosità, in prossimità della temperatura di solidificazione, sia sufficientemente alta da impedire una riorganizzazione spaziale degli atomi. La temperatura alla quale il liquido raggiunge una viscosità tale da impedire il movimento relativo delle unità strutturali (circa 10^{12} Pa·s), è detta temperatura di transizione vetrosa T_g . A differenza della temperatura di fusione, la T_g non è un valore specifico legato al tipo di vetro, bensì dipende dalla modalità di ottenimento del vetro stesso. Ad esempio, in base alla velocità di raffreddamento del fuso, la temperatura di transizione vetrosa varia.

Andando a riportare in un grafico l'andamento del volume specifico di un vetro in funzione della temperatura, la T_g può essere identificata come il punto di variazione di pendenza della curva o, più facilmente, come il punto di intersezione tra i due rami lineari della stessa (fig. 1.1).

A differenza di quanto accade per un vetro, nel diagramma Volume specifico vs Temperatura di un solido cristallino vi è un discontinuità nella curva, corrispondente alla transizione di fase da liquido a solido. Come precedentemente accennato, questo si riflette sul comportamento del solido al riscaldamento (o del liquido al raffreddamento). Un solido cristallino ha una temperatura specifica alla quale avviene la transizione di fase, mentre un solido vetroso

rammollisce progressivamente fino a fusione (per questo sarebbe più corretto definire un intervallo di transizione vetrosa). La grande diminuzione di volume che compete alla trasformazione di fase da liquido a solido cristallino, è dovuta alla transizione disordine-ordine degli atomi, che invece nella formazione di un solido amorfo è assente.



Figura 1.1: dipendenza del volume specifico con la temperatura, per un materiale che può cristallizzare o vetrificare. Dal grafico è possibile identificare anche la temperatura di transizione vetrosa. Si noti come la struttura di un vetro e di un cristallo sia molto diversa, nonostante la stessa composizione chimica e gli stessi legami tra atomi.

Da un punto di vista cinetico, per ottenere un vetro, è necessario che la velocità di raffreddamento sia maggiore di quella di cristallizzazione. Secondo questa enunciazione, qualsiasi materiale può essere vetrificato, a patto che si raggiunga una velocità di raffreddamento tale da soddisfare la condizione sopra riportata. A questo proposito si definisce una *critical cooling rate*, ossia una velocità di raffreddamento critica alla quale può essere ottenuto un solido vetroso.

Lo stato vetroso non è dunque uno stato di equilibrio, perciò tende ad evolvere verso lo stato stabile ossia tende a cristallizzare. Questo fenomeno, anche detto devetrificazione, può avvenire se il vetro viene mantenuto per un certo periodo di tempo ad una temperatura alla quale la velocità di cristallizzazione è sufficientemente elevata, oppure se nel vetro sono presenti eterogeneità che fungono da siti di nucleazione. La formazione di domini cristallini all'interno della matrice vetrosa rappresenta un difetto nel manufatto di vetro.

1.2 Ossidi formatori, ossidi modificatori e ossidi intermedi

Si possono distinguere tre diversi tipi di ossidi che vanno a formare una struttura vetrosa:

Ossidi formatori; gli ossidi formatori sono ossidi che da soli possono andare a costituire un vetro, formando una struttura continua tridimensionale. Sono ossidi formatori, ad esempio, la silice SiO₂, l'ossido di Germanio GeO₂, l'anidride borica B₂O₃, e l'anidride fosforica P₂O₅. Secondo la teoria di Dietzel, un ossido può essere formatore di stato vetroso se l'intensità di campo, data dal rapporto tra la carica del

catione e il quadrato della distanza tra anione e catione, è tale per cui il legame che si va a formare tra i due è di tipo misto (parzialmente ionico e parzialmente covalente).

- Ossidi modificatori; gli ossidi modificatori, invece, possono solo modificare un reticolo vetroso, andando sostanzialmente a interrompere la sua continuità. I più importanti sono gli ossidi degli elementi alcalini (Na₂O, K₂O, Li₂O) e alcalino terrosi (CaO, MgO).
- Ossidi intermedi; gli ossidi intermedi, infine, non possono formare una struttura vetrosa da soli, ma in piccole quantità possono diventare parte di un reticolo vetroso, formato da un ossido formatore. Tra questi si ricordano Al₂O₃, TiO₂, e ZrO₂.

Anche se la composizione chimica dei vetri può essere molto varia, ad oggi la maggior parte del vetro prodotto (più del 98% in peso) è vetro siliceo. Un classico vetro a base di silice è il vetro soda lime, costituito da circa il 72% in peso di SiO₂, 14% di Na₂O, 10% di CaO e piccole quantità di altri elementi, principalmente utilizzato per la produzione di vetro cavo, ossia contenitori. L'unità strutturale di base è quella dell'ossido formatore SiO₂ (figura 1.2), cioè un tetraedro, in cui al centro è presente lo ione tetravalente di silicio legato a quattro ossigeni posizionati ai vertici, tramite un legame a carattere metà ionico e metà covalente.



Figura 1.2: struttura del tetraedro di silice. L'atomo di silicio centrale è legato a quattro ossigeni disposti ai vertici di un tetraedro.

Gli ossidi Na₂O e CaO, già menzionati, agiscono da ossidi modificatori, andando a distruggere porzioni di reticolo rendendo possibile la modifica di alcune proprietà. Ad esempio, l'ossido di sodio va ad inserirsi nel reticolo andando a rompere un legame Si-O:

$$\ge S_i - O - S_i \longleftrightarrow + N_{a_2O} \longrightarrow \ge S_i - O^{-N_a^+} O - S_i \bigstar$$

Questo porta alla formazione di due ossigeni "non pontanti" (o NBO: *non-bridging oxigens*, ossia ioni ossigeno legati a un solo silicio), e due cationi Na⁺ liberi. Questo indebolimento della struttura (figura 1.3), rispetto al network continuo della silice pura, permette di ottenere un vetro con minore temperatura di transizione vetrosa, minore temperatura di fusione e minore viscosità, tutte caratteristiche positive dal punto di vista della processabilità. Gli ossidi che modificano le proprietà in questo modo sono anche detti "fondenti".



Figura 1.3: reticolo vetroso di silice continuo (a) e reticolo modificato dall'introduzione dell'ossido di sodio (b). Il reticolo ottenuto in (b) è meno interconnesso rispetto al precedente. Questo permette la modifica di alcune proprietà, tra cui l'abbassamento della temperatura di fusione e della viscosità.

Gli ossidi come il CaO sono invece detti "stabilizzanti", perchè, a differenza dei fondenti, rendono i vetri più stabili e duraturi. Questo è dovuto al fatto che il catione Ca⁺⁺, rispetto al catione sodico, ha una maggiore intensità di campo, avendo al contempo un raggio minore e una carica maggiore.

$$\Rightarrow s_i - o - s_i \leftarrow + c_{ao} \longrightarrow \Rightarrow s_i - o^- - o^- - s_i \leftarrow c_{a^{++}}$$

L'effetto principale è che il catione, maggiormente legato al reticolo, contribuisce alla sua stabilità, impedendo al contempo una eccessiva mobilità degli altri cationi presenti.

1.2.1 Altri elementi

All'interno della cosiddetta miscela vetrificabile, ossia la miscela di polveri che va a formare il vetro, possono essere presenti altri componenti, meno importanti, oltre a quelli già citati. I più comuni sono i coloranti, vale a dire sostanze che sono in grado di dare una colorazione specifica al manufatto finale. Per il vetro cavo, uno tra i coloranti più utilizzati è l'ossido di ferro, che dà la classica colorazione verde bottiglia, tramite l'assorbimento delle lunghezze d'onda del rosso.

Oltre al verde, il vetro cavo generalmente è di colore neutro, ossia trasparente. Poiché molto spesso le impurità presenti nelle materie prime, possono dare colorazioni indesiderate, per ottenere un vetro trasparente si ricorre all'uso di decoloranti. I decoloranti possono agire in due modi: o cambiano lo stato di valenza degli ioni a cui è imputata la colorazione, oppure danno una colorazione complementare a quella presente.

Capitolo 2

Resistenza meccanica del vetro

2.1 Cenni di meccanica della frattura

2.1.1. Comportamento fragile

Un materiale si definisce fragile se la frattura avviene in campo elastico. La frattura fragile, poiché si verifica senza che avvengano deformazioni permanenti, non può essere prevista: è di tipo catastrofico e la propagazione è pressoché istantanea.

Allo stato solido il vetro si comporta come un solido perfettamente elastico¹, e segue la legge di Hooke, per cui si può riscontrare una proporzionalità diretta tra lo sforzo applicato e la deformazione. Se il carico viene applicato in direzione normale, la costante di proporzionalità è il modulo elastico E (o modulo di Young), che per il vetro commerciale generalmente vale 65-70 GPa. Se invece lo sforzo applicato è di tipo tangenziale, la costante di proporzionalità è detta modulo di elasticità tangenziale G, e vale 25-30 GPa.

Il massimo sforzo a cui resiste un materiale fragile è detto limite elastico σ_f . Il valore teorico di σ_f per il vetro, calcolato solo considerando la forza dei legami covalenti presenti tra gli atomi, è molto alto, cioè circa 7 GPa. Nonostante ciò, l'evidenza sperimentale mostra come gli sforzi di frattura misurati per i vetri industriali siano non solo molto inferiori al valore teorizzato (più di due ordini di grandezza), ma i risultati siano anche molto dispersi, oltre ad essere influenzati da fattori esterni come la temperatura e l'umidità.

2.1.2 Teoria di Griffith

La prima teoria sulla meccanica della frattura fragile si deve a Griffith, che nel 1920 ipotizzò che la frattura nei materiali fragili, come il vetro, fosse causata dalla presenza di microscopiche cricche o difetti sulla superficie degli stessi. Secondo questa teoria, le cricche agiscono come concentratori di sforzo: le estremità appuntite di questi intagli infatti,

¹ A temperature maggiori, il vetro si comporta in modo diverso. Si possono distinguere due comportamenti inerenti a due diversi stati del vetro: allo stato fuso, segue la legge di Newton, e si comporta come un liquido viscoso ideale, mentre a temperature corrispondenti all'intervallo di trasformazione, il vetro si comporta come un fluido viscoelastico. La differenza tra i due è data dal diverso comportamento all'applicazione e alla rimozione di un carico.

In un fluido viscoelastico la deformazione prodotta dall'applicazione di un carico è data da due contributi: una componente elastica, istantanea, e una componente viscosa che si produce progressivamente nel tempo a causa dell'attrito viscoso nel materiale. Allo stesso modo, alla rimozione del carico vi è una certa quantità di deformazione recuperata istantaneamente, e una porzione che viene recuperata in un tempo infinito. In un fluido viscoso ideale invece la deformazione non è recuperabile alla rimozione del carico.

intensificano il campo di tensione locale, portando a sforzi di intensità anche mille volte superiore rispetto a quelli medi, agenti lontani dall'intaglio.

In effetti, se si considera una fenditura ellittica, di assi 2b e 2c (rispettivamente asse minore e asse maggiore), posizionata all'interno di una lastra di vetro infinita, per un carico di trazione σ_A applicato perpendicolarmente all'asse maggiore della cricca, all'apice del difetto la tensione percepita vale:

$$\sigma = \sigma_A \left(1 + 2 \left(\frac{c}{\rho}\right)^{1/2} \right) \tag{2.1}$$

con ρ raggio di curvatura all'apice dell'ellisse. Nel caso di cricche molto allungate, per cui $\rho << c$, la precedente relazione può essere riscritta come:

$$\sigma = \sigma_A \cdot 2 \sqrt{\frac{c}{\rho}}$$
(2.2)

Il termine $2\sqrt{c/\rho}$, in questo caso, è il fattore di concentrazione dello sforzo. Appare chiaro allora che quanto più il raggio di curvatura è piccolo, quindi tanto più la cricca è appuntita, tanto maggiore sarà lo sforzo percepito all'apice della cricca. È quindi possibile arrivare a sforzi paragonabili a quelli teorici per il materiale e innescare la frattura. L'allungamento della cricca tuttavia, richiede il dispendio di una certa energia per la creazione di nuove superfici. La propagazione della cricca viene allora analizzata alla luce della variazione di energia del sistema.

La valutazione di Griffith parte dall'ipotesi che la cricca si propaghi come un sistema termodinamico reversibile, in cui la variazione di energia del sistema all'atto della propagazione sia dato essenzialmente da due contributi, di segno opposto. Il primo contributo, negativo, è dato dal recupero di energia elastica immagazzinata dal mezzo, mentre il secondo contributo, positivo, è dato dall'energia superficiale, spesa per creare nuove superfici. Quindi mentre l'energia elastica diminuisce all'estendersi della cricca, l'energia superficiale aumenta.

L'energia totale sarà data dalla somma, con segno, di questi due contributi. Per una lastra piana indefinita di spessore unitario, soggetta a tensione uniforme, in cui viene introdotta una fessura passante di lunghezza 2c, detta U la variazione di energia totale del sistema, essa può essere espressa come:

$$U = -\frac{\pi c^2 \sigma^2}{E} + 4c\gamma \tag{2.3}$$

v = coefficiente di Poisson, c = semilunghezza della cricca, E = modulo di Young, $\sigma = \text{tensione applicata},$ $\gamma = \text{energia superficiale}$ Dalla formula (2.3) è immediato notare come l'energia totale dipenda essenzialmente dalla grandezza del difetto, c, dallo sforzo applicato σ , e da una serie di fattori caratteristici del materiale e quindi costanti. Supponendo di applicare un certo sforzo, l'energia totale del sistema dipende allora solo dalla dimensione del difetto, con un andamento uguale a quello descritto in figura 2.1.



Figura 2.1: da "Fracture of Brittle Solids", Lawn. Andamento dell'energia totale del difetto in funzione della semilunghezza di cricca c. Perchè vi sia estensione della cricca, è necessario che l'energia totale diminuisca. La condizione d'equilibrio è allora la condizione limite, alla quale inizia la propagazione

La curva presenta un massimo che rappresenta la condizione di equilibrio del sistema. Con cricche di dimensioni inferiori a quelle corrispondenti all'equilibrio, non si ha propagazione, perchè un aumento di dimensione della cricca vorrebbe dire un incremento di energia totale del sistema. Diversamente, con dimensioni di cricca maggiori alla dimensione di equilibrio, la propagazione avviene spontaneamente, poichè comporta una diminuzione dell'energia totale.

La condizione di equilibrio si ha quando la derivata dell'energia totale rispetto alla semilunghezza della cricca c è pari a zero.

$$\frac{dU}{dc} = -\frac{2(1-\nu^2)\pi\sigma^2 c}{E} + 4\gamma = 0$$
(2.4)

$$\sigma = \sqrt{\frac{2\gamma E}{\pi (1 - \nu^2)c}}$$
(2.5)

L'espressione (2.5) si riferisce allo sforzo critico a cui avviene la propagazione per una determinata lunghezza di cricca, oppure alla lunghezza critica di cricca per la quale avviene la propagazione, per un certo sforzo applicato. Se viene applicato uno sforzo minore a quello critico, il difetto presente rimane stabile; analogamente se, a carico applicato, la cricca ha dimensione minore di quella critica, non si ha propagazione. Chiaramente, più estesi sono i difetti, minore è lo sforzo critico a cui il vetro si rompe, e viceversa.

2.1.2.1 Cricche di Griffith

Griffith si propose di verificare sperimentalmente le sue ipotesi, andando a creare delle cricche di dimensioni note sulla superficie di tubi in vetro, per poi misurare il corrispondente sforzo di rottura. In effetti, appurò che la relazione tra sforzo e dimensione del difetto seguiva una dipendenza inversa al quadrato, come ricavato (formula (2.5)).

Griffith inoltre tentò di verificare la resistenza teorica del vetro, con fibre di diametri molto piccoli, senza tuttavia arrivare a risultati tali da confermare la relativa teoria. Si convinse allora che nel vetro dovevano essere presenti dei difetti intrinseci troppo piccoli da essere determinati tramite i classici metodi di indagine. Per dare una ragione all'origine di questi difetti, Griffith ipotizzò che queste discontinuità microscopiche non fossero altro che riarrangiamenti molecolari del reticolo, ossia locali devetrificazioni.

2.1.3 Teoria di Irwin e tenacità a frattura

La teoria di Griffith, seppure molto chiara, è certamente semplicistica. Inoltre, le formule ricavate per la geometria considerata, con un carico applicato secondo una direzione specifica, non ne permettono l'applicazione nella maggior parte dei casi pratici di studio.

A differenza di quanto espresso nella valutazione di Griffith, il campo di tensione all'apice di una cricca è molto complesso. Nel 1948, Irwin, formulò delle relazioni per esprimere lo stress all'apice di una cricca semiellittica, in coordinate polari:

$$\sigma_{ij} = \frac{K f_{ij}(\theta)}{\sqrt{2\pi r}} \tag{2.6}$$

dove $f_{ij}(\theta)$ è una funzione dell'angolo θ , misurato a partire dall'apice della fessura, e del tipo di carico applicato, mentre *K* è il fattore di intensificazione dello sforzo. Mentre *K* determina il campo di tensione, poichè dipende solo dal carico applicato e dalla geometria, i restanti fattori ne definiscono solo la distribuzione, poichè sono funzione solo delle coordinate. *K* viene generalmente espresso nella forma $K = \sigma Y \sqrt{c}$, in cui σ è lo sforzo applicato, *c* la profondità di cricca, e *Y* un termine che dipende dalla geometria della cricca, dalla sua posizione, dalla geometria del campione, dalla modalità di sollecitazione e dalla modalità di propagazione del difetto.

Nell'estensione della cricca, è possibile distinguere tre diverse modalità di separazione delle superfici. Il primo modo, o modo I, è il più comune ed il più critico nei solidi fragili (figura 2.2).



Figura 2.2: modi di separazione delle superfici, nell'estensione di una cricca. Il modo I è il più comune nella frattura fragile.

Se si considera una cricca come quella definita da Griffith, in una lastra infinita, per la modalità I di estensione il termine Y vale $Y = \sqrt{\pi}$.

Il caso considerato è chiaramente molto generale. Esistono comunque molte formulazioni del termine Y in funzione della dimensione caratteristica della cricca c e dello spessore della lastra considerata, per diverse modalità di applicazione del carico.

È possibile definire una quantità G detta *energy release rate* (tasso di rilascio di energia), la quale racchiude tutti i termini di energia dissipata all'atto dell'estensione della cricca. A differenza di quanto espresso precedentemente da Griffith, questo termine non solo comprende l'energia superficiale, ma anche altri processi dissipativi, come la plasticizzazione della zona adiacente l'apice della cricca. Perchè la cricca si propaghi, è necessario che tale quantità sia maggiore di un valore critico G_c , tipico per ogni materiale.

Irwin dimostrò una semplice relazione tra $G \in K$ per la modalità I di propagazione della cricca:

$$K_I^2 = \frac{G \cdot E}{(1 - \nu^2)}$$
(2.7)

Quando G=Gc, cioè si è in condizione critica di estensione della cricca, si ottiene:

$$K_{I} = K_{Ic} = \sqrt{\frac{G_{c}E}{(1 - \nu^{2})}}$$

$$[K_{Ic}] = [MPa \cdot m^{1/2}]$$
(2.8)

Dal momento che *Gc* dipende solo da proprietà del materiale, allora K_{Ic} è caratteristica per ogni materiale. K_{Ic} è detto tenacità a frattura, ed è il valore critico, raggiunto il quale, avviene la propagazione.

Sperimentalmente è possibile ricavare una relazione specifica tra il fattore K e la velocità di frattura V. I due termini sono legati da una relazione esponenziale, che può essere espressa come:

$$V = A \cdot K^n \tag{2.9}$$

dove le costanti A ed n dipendono da fattori ambientali, come umidità e temperatura, e dalla composizione del vetro. Questa relazione dimostra come il fattore K sia il parametro principale che determina il processo di frattura.

2.2 Nucleazione e formazione delle cricche

Si è visto come la frattura sia originata in corrispondenza di difetti, che producono elevate concentrazioni di stress localizzate. La formulazione della teoria di Griffith è correlata all'esistenza di cricche submicroniche, caratteristiche del vetro, di cui però non è possibile avere evidenza sperimentale. Cricche di maggiori dimensioni, sono invece chiaramente rintracciabili, e sono dovute a danni di piccola entità, come graffi, abrasioni, urti, ecc., o ad imperfezioni del vetro, come inclusioni o disomogeneità. In genere, i materiali fragili sono molto suscettibili alla formazione di cricche da contatto sulla superficie. Per questo la tecnica dell'indentazione si rivela molto utile per investigare l'evoluzione di una cricca superficiale.

2.2.1 Indentazione

L'indentazione consiste nella formazione di un impronta sul materiale da analizzare, per mezzo di uno strumento di geometria nota detto indentatore. Per i vetri, in genere, si vanno ad utilizzare due tipologie di indentatori, che possono essere classificati in base al tipo di impronta da contatto: si definiscono allora gli indentatori da contatto elastico (*blunt* o non appuntiti), che inducono una deformazione reversibile, e quelli da contatto elasto-plastico (*sharp* o appuntiti), per i quali la deformazione indotta sul materiale è irreversibile.

Lo studio della frattura da indentazione parte dalla conoscenza dei campi di stress da contatto in cui evolve la cricca. Questi campi sono determinati da fattori geometrici, come la forma dell'indentatore, e da proprietà del materiale, come il modulo elastico, la durezza e la tenacità.

Nello studio della propagazione delle cricche, ciò che interessa maggiormente è la componente di trazione del campo generato, poiché responsabile dell'estensione del difetto. In genere, nella regione vicino alla zona di contatto, soprattutto ai bordi dell'indentatore, il campo di tensione di trazione presenta la sua massima intensità.

Per un materiale isotropo e omogeneo, sottoposto ad un carico normale *P*, il campo di tensione viene caratterizzato da due quantità: per l'estensione spaziale, dalla quantità *a*, che non è altro che la dimensione di contatto, mentre per l'intensità dalla pressione media di contatto $p_0=P/\alpha_0 \cdot a^2$, dove α_0 è una costante geometrica adimensionale. Il campo elastico lontano dalla zona di contatto ha una distribuzione dipendente dalle coordinate sferiche (ρ , θ , ϕ), dal parametro geometrico α_0 , e dal coefficiente di Poisson del materiale. La distribuzione delle tensione viene ottenuta da soluzioni analitiche.

Una rappresentazione del campo di tensioni principali, ricavato come soluzione analitica al problema dello stress da contatto da Boussinesq, in un volume tridimensionale, è dato dalla figura 2.3.



Figura 2.3: campo di Boussinesq tridimensionale, per le tre tensioni principali. Lo schema si riferisce ad un carico applicato su un'area puntiforme. Vengono rappresentate nella prima immagine le traiettorie delle tensioni, mentre, nella seconda, le linee in cui la tensione presenta eguali intensità.

Si ricorda che la denominazione delle tensioni è tale per cui $\sigma_{11} \ge \sigma_{22} \ge \sigma_{33}$.

La tensione principale σ_{11} è una tensione di trazione in tutti i punti del campo, e presenta valori massimi sulla superficie, ossia per $\phi=0$, e lungo l'asse di contatto, ossia per $\phi=\pi/2$. La tensione σ_{22} , anche detta *hoop stress*, è di trazione nella zona sottostante il contatto, appena al di sotto della superficie, mentre σ_{33} è ovunque di compressione. Le traiettorie degli sforzi σ_{33} partono dalla superficie del provino e si sviluppano sempre perpendicolarmente alla direzione di σ_{11} , mentre questa stessa tensione decresce rapidamente allontanandosi dalla superficie.

Dal momento che per i materiali isotropi, che seguono la legge di Hooke, vale la legge della tensione normale, ossia la frattura si propaga sempre perpendicolarmente alla direzione locale dello sforzo principale, è ragionevole aspettarsi la formazione di una cricca sulla superficie conica delineata dalla traiettoria delle tensioni σ_{22} - σ_{33} , e sulla superficie mediana delle σ_{11} - σ_{33} .

2.2.1.2 Indentatori arrotondati

Il più comune indentatore arrotondato è una sfera dura, che viene caricata con uno sforzo normale sulla superficie da analizzare. Questo tipo di indentazione produce un difetto noto come cono hertziano, che può essere completo (fig 2.5) o parziale, a seconda di come è avvenuto il contatto.

Il cono hertziano si forma a partire da una cricca posizionata sulla circonferenza di contatto, che va a formare, ad un certo carico applicato, una fessura superficiale circolare. La formazione della cricca ad anello, avviene a causa della tensione di trazione indotta dalla compressione del corpo sferico. A carichi sempre maggiori, la cricca si espande nella

porzione di materiale sottostante, fino alla formazione di una fessura con superficie troncoconica. Una volta tolto il carico, le cricche si richiudono, ma resta evidente la separazione superficiale formatasi. Nell'indentazione con corpi arrotondati la formazione della cricca avviene in campo elastico.



Figura 2.5: figura da "Fracture of Brittle Solids", di B. Lawn. Cono hertziano perfetto in un vetro soda lime, chiaramente visibile alla rimozione del carico.

Per un indentatore arrotondato, la pressione da contatto dipende inversamente dal raggio dell'indentatore stesso. Si avranno quindi pressioni applicate maggiori, quanto più piccolo è l'indentatore. Quando il raggio è così piccolo da portare a pressioni di contatto tali da creare l'area plasticizzata, allora si è nella condizione di indentatore appuntito.

Dall'analisi di Hertz, la pressione di contatto aumenta all'aumentare della circonferenza di contatto. Detto *P* il carico ortogonale applicato su un campione piano senza attrito da un indentatore di raggio *r*, ed *a* il raggio del cerchio di contatto, la pressione di contatto p_0 può essere espressa come:

$$p_0 = \frac{P}{\pi a^2} = \frac{3E}{4\pi k} \cdot \frac{a}{r}$$
(2.10)

dove k è un coefficiente adimensionale che dipende dal modulo di Young e dal coefficiente di Poisson del vetro e dell'indentatore. Il raggio di contatto a definisce l'estensione spaziale del campo di stress di contatto. La pressione media di contatto invece definisce l'intensità del campo di tensione. Dalla relazione (2.10) si evince una dipendenza lineare tra la pressione media (*indentation stress*) e il rapporto a/r (*indentation strain*).

Le tensioni principali normali e di taglio possono essere ricavate a partire da soluzioni analitiche per campi di contatto (figura 2.6). Per convenzione si definisce $\sigma_{11} \ge \sigma_{22} \ge \sigma_{33}$, in modo che la tensione principale σ_{11} sia la tensione di trazione massima, e $\tau_{13}=(\sigma_{11}-\sigma_{33})/2$ sia la tensione di taglio massima. Lo stress principale σ_{11} si concentra in una regione poco profonda sotto la superficie, con il valore massimo in corrispondenza del cerchio di contatto. La tensione σ_{33} è sempre negativa, quindi ovunque di compressione. Lo sforzo di taglio principale τ_{13} presenta il valore massimo sull'asse di contatto, al di sotto della zona di contatto stessa. A differenza di quanto rappresentato in figura 2.4, in questa analisi l'indentatore considerato non è più puntiforme, ma ha una certa dimensione di contatto rappresentata come A-A.



Figura 2.6: andamento del campo di tensione per un indentatore arrotondato, con un certo diametro di contatto rappresentato come A-A. Nella prima immagine è rappresentato l'andamento di σ_{11} , nella seconda immagine l'andamento di σ_{33} , mentre nell'ultima è schematizzato quello di τ_{13}

Per primo Auerbach studiò le condizioni che causano la formazione del cono hertziano, e trovò una relazione lineare tra il carico critico, a cui si forma la cricca circolare, e la dimensione della sfera di indentazione. Egli dimostrò empiricamente che il carico critico, P_c , è direttamente proporzionale al raggio dell'indentatore sferico. Questa relazione venne poi rivista da Tillet, che dimostrò come vi fossero in realtà due dipendenze tra pressione e raggio di contatto: la regione di Auerbach dove effettivamente $P_c/r=costante$ per bassi valori di r, e una seconda regione in cui l'andamento tende asintoticamente a $P_c/r^2=costante$, per valori di r alti. Da queste considerazioni nacque un famoso paradosso: se infatti la frattura originasse quando la tensione supera un valore limite, caratteristico del materiale, la dipendenza dovrebbe essere $P_c \propto r^2$ indipendentemente dal valore di r. Successivamente, Roesler dimostrò che la legge di Auerbach, la proporzionalità tra sforzo di contatto e raggio dell'indentatore è del tipo: $\sigma_m \propto r^{-1/3}$. A valori di r sufficientemente bassi, lo sforzo critico diventa abbastanza grande da generare una certa plasticizzazione prima della frattura, anche nei materiali fragili come il vetro, portando così ad una sorta di transizione duttile fragile per

Allo stesso tempo la tensione σ_c , ossia lo sforzo critico al quale inizia la fessurazione, rimane ben al di sotto della forza di coesione per ogni valore attuabile di *r*, indicando come la formazione del cono hertziano debba essere attribuita alla presenza di difetti preesistenti.

2.2.1.1 Indentatori appuntiti

indentatori sempre più acuti.

Uno tra gli indentatori appuntiti più usati è l'indentatore di geometria piramidale a base quadrata, con facce opposte inclinate di 136°, detto generalmente indentatore Vickers (fig 2.7). La tecnica dell'indentazione Vickers viene solitamente usata per valutare alcuni parametri fondamentali della frattura fragile a partire dallo studio dell'impronta generata.



Figura 2.7: processo di indentazione Vickers schematizzato. L'immagine a destra rappresenta l'impronta generata in seguito all'indentazione. In nero è rappresentata la zona di deformazione plastica.

In particolare l'indentazione Vickers, su materiali fragili, lascia una traccia caratteristica con un sistema di cricche mediane e laterali la cui dimensione è dipendente dal carico applicato. La cricca mediana è la cricca che si forma al di sotto dell'indentatore, ed è il difetto responsabile della diminuzione delle proprietà meccaniche. Queste cricche si sviluppano nel volume sottostante l'impronta poiché in questa porzione di materiale è presente uno stress di trazione indotto. Le cricche mediane da indentazione si sviluppano espandendosi a formare un'area semicircolare (*penny cracks*), a partire da difetti che si generano nella zona deformata plasticamente, e che divengono instabili ad un certo carico applicato. Come si è visto, dalla relazione precedentemente ricavata per gli indentatori arrotondati, un raggio dell'indentatore pari a zero, comporta una singolarità per la pressione media, ossia un valore di p_0 che tende all'infinito. Questa singolarità si manifesta come una deformazione plastica irreversibile nella zona sottostante l'indentatore.

Le cricche laterali si sviluppano dai vertici del quadrato dell'impronta, e sono responsabili dell'erosione superficiale. In effetti, evidenze sperimentali hanno dimostrato come particelle appuntite abbiano una maggiore capacità di degradazione del materiale rispetto a particelle non appuntite. Questo può essere attributo sia alla maggiore penetrazione, che alla formazione delle cricche laterali. A differenza delle precedenti, queste cricche si sviluppano durante la rimozione del carico, a causa dello stress tensionale indotto. In ogni caso, la formazione delle cricche nell'indentazione Vickers, avviene in campo plastico.

Per un indentatore piramidale rigido, la pressione di contatto elasto-plastica può essere scritta come:

$$p_0 = \frac{P}{\alpha_0 a^2} = H \tag{2.11}$$

dove H è la durezza da indentazione. Quando il carico P sul penetratore aumenta, l'impronta si allarga e la lunghezza della semidiagonale 2a (dalla rappresentazione della figura) cresce secondo la relazione:

$$2a = \alpha \sqrt{\frac{P}{H}}$$
(2.12)

Per indentazioni Vickers a carichi crescenti si osserva una progressiva riduzione dello sforzo a rottura, fino a quando il carico applicato dall'indentatore raggiunge un valore limite P_c , per il quale si verifica una brusca caduta della resistenza meccanica. Il raggiungimento del carico critico P_c corrisponde alla comparsa di fessure radiali che prolungano la diagonale dell'impronta.

Benché l'indentazione Vickers sia maggiormente usata per valutare alcuni parametri fondamentali della frattura fragile, come la tenacità, questa tecnica può anche essere utile per studiare i meccanismi di danneggiamento da contatto con un oggetto appuntito.

2.2.2 Danneggiamenti per contatto, impatto e strisciamento

I danneggiamenti per contatto, impatto, o strisciamento, sono tipici difetti che si vengono a creare sulla superficie dell'oggetto durante il servizio. In genere, l'indentazione o l'uso di particelle impattanti produce un effetto simile, a meno di alcuni parametri geometrici.

L'impatto può creare nel vetro un cono hertziano sufficientemente profondo da costituire un difetto critico, responsabile della rottura. Se l'impatto è di energia sufficientemente elevata, si possono creare delle cricche radiali e uno sforzo di flessione che può fare propagare le cricche stesse causando la frattura.

Se si immagina poi un contatto ripetuto con particelle appuntite, si può immaginare una progressiva erosione data dalla formazione di numerose cricche laterali.

Quando si ha uno strisciamento di un corpo rigido invece, si ha la formazione di tipiche cricche semicircolari. La formazione di queste cricche è dovuta alla frizione tra il corpo rigido che viene fatto strisciare, e la superficie del vetro. L'attrito va a formare uno stato tensionale di trazione, che porta alla formazione a intermittenza di queste cricche, che non sono altro che parziali coni hertziani non completamente sviluppati (fig 2.8).



Figura 2.8: da "Fracture of Brittle Solids", B. Lawn. Cricche da strisciamento sulla superficie di un vetro soda lime. Dalla concavità delle cricche è possibile determinare anche la direzione di strisciamento.

Nel vetro, a causa di danneggiamenti da contatto, possono verificarsi gravi diminuzioni di resistenza meccanica. In genere, l'entità del danneggiamento può essere valutata a partire dal

carico di contatto. A bassi carichi, il contatto non è sufficientemente severo da determinare la formazione di difetti dominanti, perciò la resistenza rimane dipendente dalla distribuzione di difetti già presente. A carichi intermedi, la dimensione dei difetti formati dall'indentatore supera quella dei difetti preesistenti, e di conseguenza la resistenza meccanica diminuisce. A carichi molto alti, le cricche da indentazione crescono notevolmente fino a determinare una diminuzione drastica della resistenza meccanica, e la conseguente frattura del vetro.

In genere, per aumentare la resistenza superficiale del vetro, anche se praticamente mai per le bottiglie, viene effettuata la cosiddetta tempra, chimica o fisica, che induce sulla superficie uno stato di compressione per cui la propagazione delle cricche risulta inibita.

2.3 Fatica statica

Con fatica statica generalmente ci si riferisce al fenomeno per cui la severità dei difetti aumenta nel tempo, a causa dell'effetto combinato di un carico di trazione di sufficiente entità e dell'ambiente in cui il fenomeno si sviluppa. Anche chiamato "*Stress Corrosion Cracking*", questo fenomeno porta ad una diminuzione della resistenza meccanica nel tempo. Tutti i vetri sono affetti dal fenomeno della fatica statica.

Perchè si verifichi la fatica statica è necessario che sia presente sia un certo stress di trazione, che tenda ad aprire il lembi di frattura, sia una specie reattiva che reagisca con i legami atomici stirati all'apice della cricca. I difetti preesistenti possono crescere fino ad una dimensione critica e portare alla propagazione spontanea della cricca.

La più comune specie reattiva che causa la fatica statica è l'acqua (anche se i silicati possono essere attaccati da altre molecole polari): è stato dimostrato come ambienti privi di acqua non portino al fenomeno della fatica statica.

Il fenomeno sembra richiedere un certo tempo di incubazione, che aumenta con il diminuire della temperatura. La velocità dell'attacco chimico dipende invece dalla struttura della parte terminale del *network*: un reticolo contenente alcali si degrada molto più velocemente.

Le reazioni che portano alla fatica statica possono essere divise in due fasi: l'innesco (primo stadio), e la propagazione (secondo stadio).

Primo stadio:

$$Si - O - [Na] + H_2O \rightarrow SiOH - Na^+ + OH^-$$

Secondo stadio:

$$\equiv Si - O - Si \equiv + OH^{-} \rightarrow SiOH + SiO^{-}$$
$$SiO^{-} + H_2O \rightarrow SiOH + OH^{-}$$

Il fenomeno si sviluppa con un progressivo aumento del pH (ambiente sempre più a carattere basico) diventando un processo autocatalitico.

La velocità di corrosione per fatica statica può essere influenzata da diversi fattori. Lo stato fisico dell'acqua, ad esempio, è determinante: la corrosione in acqua allo stato liquido è più lenta che in vapore, alla stessa temperatura, perchè, a causa della diluizione, il pH cresce meno velocemente nei prodotti di corrosione.

Oltre a ciò, sembra che anche lo stato termodinamico del vetro e la sua densità influenzino la velocità di corrosione. La corrosione a opera del vapore acqueo in una struttura vetrosa espansa (T fittizia alta) procede più velocemente rispetto alla corrosione in una struttura compatta.

Sulla superficie di frattura, un'estensione della cricca causata da SCG lascia un segno caratteristico: una linea semiellittica che circonda la cricca iniziale, come mostrato in figura 2.9.



Figura 2.9: la fatica statica nei vetri lascia una linea semiellittica che corrisponde circa alla dimensione critica di cricca.

Capitolo 3

Il contenitore in vetro

I contenitori in vetro sono inerti e con una assoluta impermeabilità ai gas e all'umidità, il che li rende i più apprezzati per usi che richiedano il mantenimento della freschezza e del sapore del prodotto. Il vetro inoltre può sopportare processi ad alta temperatura, può essere formato secondo diverse geometrie e può essere colorato, passando dalla perfetta trasparenza alla quasi totale opacità che lo rende un ottimo filtro per le radiazioni. Le principali limitazioni al suo utilizzo sono rappresentate dal peso eccessivo e dalla sua fragilità. In questo capitolo si andranno a descrivere i processi di produzione e le caratteristiche del contenitore in vetro; si daranno inoltre alcuni cenni di frattografia e si andrà a descrivere la prova di resistenza alla pressione interna su bottiglie di vetro.

3.1 Processi di produzione del vetro cavo

Con il termine vetro cavo ci si riferisce ai contenitori in vetro. Tutti i contenitori in vetro vengono prodotti in due stadi: alla massa di vetro fusa viene data una prima forma (abbozzo) dallo stampo abbozzatore, che viene poi trasformata nell'oggetto finale, dallo stampo finitore. La formazione dell'abbozzo è di fondamentale importanza poichè è da questo primo passaggio che dipende la distribuzione-vetro dell'oggetto finito. Per ottenere una buona qualità, è essenziale che la temperatura della *posta* (goccia del fuso), prelevata a monte, sia il più uniforme possibile, per permettere uno scorrimento omogeneo della massa di vetro all'interno dello stampo. È chiaro che i processi di formatura e i precedenti processi di fusione e omogeneizzazione devono essere intimamente collegati, per permettere la produzione di un prodotto con buone caratteristiche.

Mentre l'abbozzo può essere preparato per soffiatura o per pressatura, la forma finale viene sempre ottenuta per soffiatura. Si distinguono allora due processi di produzione del vetro cavo: presso-soffio e soffio-soffio.

3.1.1 Soffio-soffio

Una volta separata dalla massa fusa omogeneizzata, la goccia di vetro viene inserita nel primo stampo, lo stampo abbozzatore. La goccia viene spinta verso il basso dello stampo, dove si trova il negativo di quello che sarà, nel prodotto finale, il collo e l'imboccatura del contenitore. Dell'aria viene insufflata dal fondo, fino alla formazione completa dell'abbozzo. Lo stampo viene quindi aperto, l'abbozzo viene estratto dallo stampo e viene movimentato fino allo stampo finitore attraverso l'imboccatura formata. Qui avviene la soffiatura finale, che permette di ottenere la bottiglia finita. Il prodotto viene quindi estratto dallo stampo, e portato alla zona successiva mediante un nastro trasportatore.

Questo processo viene principalmente utilizzato per la produzione di contenitori ad imboccatura stretta, come le bottiglie. Per ottimizzare i tempi, ad oggi vengono utilizzate macchine automatiche che riescono ad abbozzare e soffiare molti contenitori contemporaneamente.

3.1.2 Presso-soffio

L'unica differenza rispetto al processo soffio-soffio sta nella formatura dell'abbozzo. Quando la posta viene inserita nello stampo abbozzatore, viene pressata da un punzone che ne dà una prima forma. L'abbozzo viene quindi prelevato per poi essere soffiato nella sua conformazione definitiva, all'interno dello stampo finitore.

Questo processo viene utilizzato per contenitori con imboccatura larga, come ad esempio i vasi.

3.1.3 Ricottura

Nel vetro possono essere presenti delle tensioni residue non uniformi, indotte da gradienti di temperatura nella lavorazione o da un raffreddamento troppo rapido. Queste tensioni possono essere tali da portare alla rottura spontanea del contenitore.

Per ridurre o eliminare le tensioni presenti, il contenitore deve essere sottoposto ad un processo di ricottura. La ricottura si articola in tre stadi: inizialmente l'oggetto viene riscaldato fino ad una temperatura superiore a quella di trasformazione; segue il mantenimento per un tempo tale da permettere l'eliminazione delle tensioni; infine, si conclude con un raffreddamento lento, per impedire la formazione di ulteriori tensioni permanenti, fino al punto di tensione.

3.2 Forma del contenitore

Anche se le bottiglie di vetro possono avere forme diverse, è possibile identificare alcune parti comuni a tutte, a cui ci si riferisce con nomi specifici (figura 3.1).

Partendo dal basso, la prima zona che si trova è il fondo o picura (*push-up*). Questa porzione può avere una concavità più o meno accentuata, e solitamente è la zona in cui lo spessore del vetro è maggiore. Nella zona del fondo è presente solitamente un segno circolare prodotto in formatura dallo stampo abbozzatore, detto *baffle mark*. Il fondo è circondato dalla superficie d'appoggio (*bearing surface*), una zona ad anello in cui sono presenti le cosiddette barrette. Le barrette sono segmenti di vetro sporgenti rispetto allo spessore della parete, che fungono da organi sacrificali, andando a danneggiarsi al posto della superficie d'appoggio.

La zona di raccordo tra superficie d'appoggio e corpo del contenitore è detta tallone (*heel*). È possibile che questa zona risulti essere leggermente sporgente rispetto al corpo cilindrico; in

questo caso la stretta fascia in cui bottiglie adiacenti possono danneggiarsi per mutuo sfregamento è detta zona di contatto tallone (*lower contact* o *heel contact*).

Il corpo (*sidewall*) è la porzione cilindrica della bottiglia. Quando questa zona inizia a curvare per raccordarsi al collo, prende il nome di spalla (*shoulder*). Anche nella zona della spalla è possibile identificare una porzione di contatto, detta appunto zona di contatto spalla (*upper contact* o *shoulder contact*).

Infine, la parte terminale della bottiglia che va dalla spalla alla bocca (*finish*) è detta collo (*neck*).



Figura 3.1: bottiglia in vetro con rispettive zone indicate.

3.2.1 Danneggiamenti nei contenitori

La resistenza meccanica di un contenitore di vetro è legata a diversi fattori, correlati tra loro, come ad esempio la forma, lo spessore della parete e la sua variazione, che comportano a loro volta una variazione nell'entità dello stress percepito nelle diverse zone del contenitore stesso. Lo stress di frattura in ogni posizione della bottiglia può essere espresso come funzione di queste variabili, oltre che come funzione del tipo di difetto riscontrato in ogni zona della bottiglia corredato della sua probabilità.

I difetti riscontrabili nei contenitori sono essenzialmente di due tipi: difetti di origine meccanica, dovuti ad urti, strisciamenti, tra bottiglie, e difetti dovuti alla formatura.

I difetti di origine meccanica sono frequentemente generati dallo strisciamento tra bottiglie, o durante l'imbottigliamento o durante il trasporto. Questo tipo di difetti può essere riscontrato in punti specifici del contenitore, ossia i punti di contatto tra bottiglie. I contenitori in vetro usati per il packaging alimentare vengono spesso coatizzati superficialmente per permettere una buona lubrificazione nella linea di produzione, che diminuisce i danneggiamenti da abrasione.

I simulatori di linea permettono di studiare come i processi industriali post-produzione influenzino la resistenza meccanica dei contenitori, andando a riprodurre in scala ridotta una linea di confezionamento.

3.2.2 Altri difetti del contenitore

Nel vetro possono essere presenti difetti non riconducibili a un danneggiamento, ma riconducibili alla produzione della materia prima e alla sua lavorazione. Per la maggior parte, questi difetti si originano quando il vetro è ancora allo stato fuso, e possono manifestarsi in varie forme, come ad esempio inclusioni, bolle o disomogeneità composizionali.

Tipiche imperfezioni sono infusi o devetrificati. Gli infusi sono particelle di materiale ceramico che, durante la fusione, sono rimaste allo stato solido. Possono provenire dal rottame utilizzato come materia prima, oppure dalla corrosione dei refrattari che rivestono internamente i forni da vetro. Possono essere individuati grazie alla differente colorazione o alle tensioni indotte nel vetro a causa del differente coefficiente di dilatazione termica rispetto alla matrice vetrosa. Accanto a queste discontinuità vi sono i devetrificati, ossia porzioni di materiale vetroso che, a causa di impurità che favoriscono la nucleazione o per motivi termici, cristallizza. Sono identificabili al microscopio grazie alla differente riflettività rispetto al vetro.

Oltre a questi, è possibile trovare delle bolle di gas all'interno della massa vetrosa, oppure le cosiddette *striae*, ossia strisce di vetro disomogeneo, identificabili perchè hanno un indice di rifrazione diverso dalla matrice di vetro.

3.3 Analisi della frattura

L'analisi frattografica permette, tramite mirate osservazioni, di ricavare informazioni riguardanti un evento di rottura. In questo paragrafo si andrà ad approfondire la fenomenologia della frattura del vetro cavo.

3.3.1 Principi generali

Una bottiglia, seppur rotta, può essere riassemblata in ogni suo frammento a formare il manufatto originario. La forma dei frammenti e la conformazione delle fratture permette di identificare il punto in cui ha avuto origine la rottura e può essere utilizzata per determinare anche il tipo di carico che ha causato la frattura.

In genere le bottiglie possono essere soggette a tipologie di carico specifiche, come pressione interna, impatto, shock termico e carico assiale. Gli stress da pressione interna, ad esempio, sono riscontrabili in contenitori di bevande gassate, mentre i carichi da impatto possono

essere dovuti a urti nella linea di imbottigliamento. Le tensioni generate da shock termico, al contrario, sono riscontrabili solo se il contenitore è sottoposto a cicli che prevedono l'attraversamento di gradienti termici importanti (ad esempio pastorizzazione, sterilizzazione e successivi raffreddamenti), mentre tensioni da carico assiale sono generate al momento della tappatura e durante lo stoccaggio nei pallet sovrapposti.

Questi carichi producono delle tensioni agenti alle pareti del contenitore di entità variabile, dipendente sia dal carico applicato che dalla geometria del contenitore.

È utile classificare le tensioni secondo tre categorie:

1. Sistema di stress uniforme: in tutto lo spessore di parete agisce lo stesso tipo di tensione (di compressione o di trazione). Ne sono esempi gli stress generati dalla pressione interna (in prima approssimazione) e dal carico assiale nella regione cilindrica del corpo.

2. Sistema di stress di tipo flessionale: la tensione passa da positiva a negativa spostandosi da una faccia a quella opposta della parete del contenitore.

3. Sistema di stress da contatto: sono dovuti a carichi di elevata entità localizzati in una regione molto ristretta che circonda il punto di contatto tra contenitore e un oggetto di elevata rigidità e durezza.

3.3.2 Tecniche di diagnosi

Anche se la frattura si propaga completamente in pochi millisecondi, l'evoluzione della frammentazione segue una sequenza precisa. Per ogni evento di rottura c'è un punto preciso in cui inizia la frammentazione, noto come $origine^2$.

L'origine è associata a un difetto o ad una discontinuità preesistente che agisce da concentratore degli sforzi. Per il vetro cavo, la maggior parte delle volte, l'origine è posizionata sulla superficie esterna del contenitore, maggiormente soggetta ad urti, abrasioni, e in generale danneggiamenti meccanici. È comunque possibile che la frattura si origini dalla superficie interna del contenitore, quando è presente, ad esempio, un infuso.

Andando ad analizzare la superficie di frattura, è possibile individuare dei segni caratteristici, che forniscono informazioni quantitative e qualitative riguardanti la frattura stessa.

Uno dei più evidenti è il cosiddetto specchio di frattura. Quando una discontinuità della superficie inizia a propagarsi e formare una frattura, allo stadio iniziale della propagazione forma una superficie planare molto liscia e altamente riflettente attorno all'origine, nota come specchio di frattura. Se lo stress tensionale è di bassa entità, l'intensità dello stress rimarrà bassa all'apice della cricca durante tutto il processo di frattura e lo specchio si estenderà per una porzione molto ampia. Se la tensione invece è elevata, l'intensità dello stress all'apice della cricca aumenterà continuamente al propagarsi della rottura, formando molto

² In rari casi è possibile che vi sia più di una origine di frattura, a significare che più di un sistema di frattura si è sviluppato.

precocemente delle instabilità sul fronte di frattura, con la formazione di una superficie non più liscia. La zona rugosa che si va così a creare è detta *mist*, e si va a formare quando la velocità di propagazione raggiunge la massima possibile nel materiale. La notevole energia elastica immagazzinata nel vetro, al momento della frattura, viene in parte dissipata con la creazione di questa superficie rugosa, ma se questo non è sufficiente il fronte di frattura può ramificarsi con la creazione di linee appuntite sulla superficie di frattura, dette *velocity hackle*. *Mist* e *velocity hackle* delimitano lo specchio di frattura. La dimensione dello specchio di frattura è molto utile perchè grazie a questo dato è possibile determinare l'intensità della tensione che ha causato la rottura (si rimanda al paragrafo 3.3.4).

La forma dello specchio dipende dal tipo di stato tensionale agente al momento della rottura. Nel caso di trazione uniforme lo specchio risulta essere chiuso completamente da *mist* e *velocity hackle* (come quello rappresentato in figura 3.2), assumendo una forma semicircolare centrata sull'origine. Nel caso di stress flessionali, lo specchio è delimitato dalla zona *mist* solo in corrispondenza della superficie su cui si trova l'origine, perchè il fronte di frattura viene ostacolato dagli sforzi compressivi. Lo stesso accade per stress non uniformi, per cui la tensione agente sulla parete è massima sulla superficie ma diminuisce rapidamente di intensità nello spessore.





Figura 3.2: rappresentazione e fotografia al microscopio dell'origine di frattura, dello specchio, della zona mist e della zona dei velocity hackle.

Sulla superficie di frattura è possibile identificare altri segni molto utili:

 Linee di Wallner: sono linee curve identificabili sulla superficie di frattura nella maggior parte dei casi. Sono dovute ad ondulazioni del piano di frattura causate dall'interferenza tra l'avanzamento del fronte di frattura e l'onda elastica trasversale, creata dall'avanzamento della frattura stessa e riflessa dalle pareti del contenitore o da discontinuità. Questa interferenza causa una deviazione temporanea della direzione locale dello sforzo principale: dal momento che il fronte di frattura si mantiene perpendicolare allo sforzo, si inclina momentaneamente fuori dal suo piano originario, creando queste increspature. Le linee di Wallner sono i segni più utili per determinare la direzione di propagazione, e possono essere anche utilizzate per determinare la velocità della propagazione stessa. La direzione di propagazione è sempre dal lato concavo a quello convesso delle linee di Wallner, e questa peculiarità permette di risalire al punto in cui è posizionata l'origine (figura 3.3).



Figura 3.3: linee di Wallner

Un caso particolare è costituito dalle linee di Wallner terziarie: sono rappresentative di fenomeni d'urto, e appaiono come linee semicircolari molto evidenti, centrate sull'origine. Sono prodotte dall'interferenza tra l'avanzamento del fronte di frattura e l'impulso elastico generato da vibrazioni del campione dovute al rilascio della tensione al momento della rottura.

- Linea di arresto: se, procedendo, la frattura arriva in una regione dove lo stress applicato è insufficiente a provocarne la successiva propagazione, oppure il carico viene rimosso, la frattura si arresta. È però possibile che, dopo un certo tempo, la frattura inizi a ripropagarsi, sotto un diverso campo di tensione, in direzione differente rispetto alla precedente, creando un segno sulla superficie di frattura detto appunto linea d'arresto. La linea d'arresto è molto simile ad una linea di Wallner ma è più marcata, ed indica che la frattura si è fermata per un tempo finito.
- Hackle: linea parallela alla direzione locale di propagazione che separa due porzioni parallele, ma non complanari, della superficie di rottura.
- Striature: è possibile che su alcune superfici di frattura siano presenti delle linee tra loro affiancate, maggiormente definite delle linee di Wallner e ad esse perpendicolari, parallele alla direzione di propagazione. Derivano dalla sovrapposizione di uno sforzo di taglio allo sforzo di trazione principale e sono associate a fratture che stanno cambiando direzione o che si stanno spegnendo.

3.3.3 Frattura da pressione interna

Alcuni prodotti, che contengono gas disciolto, comportano una certa pressione sulle pareti del contenitore, dipendente dal volume dissolto e dalla temperatura.

In genere la frattura da pressione interna origina dalla superficie esterna della bottiglia. La frattura forma in primo luogo una separazione verticale lineare; all'interno di questa separazione è possibile rintracciare lo specchio di frattura circondato da *hackle*.

La superficie esterna è più soggetta a difetti perciò è da qui che generalmente si originano le fratture. Inoltre, l'orientamento longitudinale della fessura iniziale è congruente con il fatto che lo stress circonferenziale in un contenitore cilindrico è doppio rispetto allo stress in direzione longitudinale. Dopo la fenditura iniziale, la frattura si ramifica ad entrambe le estremità generando un certo numero di ramificazioni (figura 3.4).



Figura 3.4: pattern di frattura da pressione interna a pressioni progressivamente maggiori. Una maggiore ramificazione indica una maggiore pressione a cui si è rotta la bottiglia.

Il gruppo inferiore di ramificazioni corre vicino alla superficie di appoggio perchè uno sforzo compressivo impedisce alle fessurazioni di passare sul fondo attraverso la zona del tallone.

La lunghezza della fessura iniziale dipende dall'entità della tensione di trazione nella zona in cui si trova l'origine. Se la bottiglia si rompe a bassi livelli di tensione è possibile che non si biforchi affatto. In questo caso si produce una singola lunga fessurazione che va a morire sul collo della bottiglia, oppure crea un loop chiuso sulla spalla.

In generale gli stress sul collo sono molto minori rispetto a quelli sul corpo. Fratture da pressione interna molto raramente si originano quindi da questa zona. Diverso è invece il caso del fondo, dove gli stress sono molto maggiori che nel corpo, per cui è possibile che la frattura abbia origine in questo luogo.

Sulla superficie d'appoggio gli sforzi circonferenziali sono maggiori di quelli orientati radialmente. Se la frattura origina in questo punto, solitamente a causa di difetti sulle barrette d'appoggio, quello che ne risulta è la divisione del fondo in due pezzi a forma di D. Anche se, come detto, lo stress radiale è minore, può creare una frattura se è presente un difetto

sufficientemente severo allineato con lo sforzo. Ad esempio errori di formatura del *baffle mark* possono causare la rottura, per poi propagarsi verso la superficie d'appoggio.

La regione in cui gli stress raggiungono l'intensità maggiore è vicino o in corrispondenza del centro del fondo. Poichè questa zona è rientrante e protetta da danneggiamenti, in genere la resistenza del vetro è alta e raramente la frattura origina in questo punto. Se però è avvenuto un danneggiamento la frattura ha origine proprio sul fondo, e si genera un pattern di frattura come quello descritto per la parete del corpo della bottiglia.

Raramente la frattura origina al raccordo della zona d'appoggio, dato che la superficie esterna è in compressione e la superficie interna di un contenitore di vetro è quasi sempre priva di difetti. Se però è presente una qualche difettosità la frattura può originare un questo punto (*inside knuckle*).

3.3.4 Specchio di frattura e determinazione degli sforzi

La meccanica della frattura è molto utile associata alla frattografia, perchè permette di valutare le dimensioni del difetto critico, stimare lo stress che ha determinato la frattura, e capire se la dimensione del difetto effettivamente misurata sia congruente.

La dimensione dello specchio è legata allo stress presente all'origine al momento della frattura. La relazione empirica di Orr correla la tensione all'origine all'istante di rottura, σ , il raggio dello specchio, *R*, e la costante dello specchio, *A* (espressa in MPa \sqrt{m}) considerata una proprietà del materiale.

$$\sigma\sqrt{R} = A, \quad se \ R < 0.442 \cdot t \tag{3.1}$$

Il significato pratico dell'equazione (3.1) è che lo stress netto agente sul difetto, comprendente contributi termici, meccanici e di tensioni residue, può essere facilmente calcolato dalla misura del raggio dello specchio, mediante l'utilizzo della costante *A* tabulata.

La relazione può essere utilizzata sia con il raggio dello specchio fino alla regione di *mist*, che con il raggio della zona *mist-hackle*, ognuna con la propria costante A caratteristica. In genere, ci si riferisce al raggio della zona *mist* come raggio interno, mentre ci si riferisce al raggio del confine *mist-hackle* come raggio esterno, e di conseguenza alle costanti rispettive come A_i e A_o .

Per i vetri sodico calcici, la costante A_i è stata valutata 1,8-2,0 MPa/ \sqrt{m} , che corrispondono a 56,9-63,2 MPa/ \sqrt{mm} . In media, la costante, ricavata da tabelle, risulterebbe essere 60,05 MPa/ \sqrt{mm} . I dati storici ricavati da numerose prove hanno tuttavia suggerito un valore della costante più accurato corrispondente a 60,8 MPa/ \sqrt{mm} . Pertanto, questo è stato il valore utilizzato nei fogli di calcolo.

Mentre la dimensione dello specchio è facile da determinare, mediante un comune microscopio ottico, la dimensione del difetto appare di più difficile valutazione.
Krohn e Hasselman hanno ricavato una relazione tra dimensione del difetto e dimensione dello specchio, andando a sostituire allo sforzo σ l'espressione ricavata da Griffith, dipendente dalla dimensione caratteristica della cricca *c*. La relazione ottenuta è la seguente:

$$r_M = \frac{4A^2}{\pi K_{Ic}^2} c \tag{3.2}$$

Per un dato materiale, *A* e K_{lc} sono costanti. Andando a sostituire i valori tipici ottenuti per un vetro soda-lime, la relazione che si ottiene è $r \approx 10c$.

Una valutazione più accurata, ricavata da Mecholsky, Rice e Freiman, ha portato alla formulazione della relazione (3.3).

$$\sigma \cdot a^{1/2} = Y \sqrt{E \cdot \gamma} \tag{3.3}$$

In effetti, è bene sottolineare come la relazione (3.1) sia una relazione empirica. Per la valutazione della meccanica della frattura risulta essere più corretto riferirsi a uno stress di intensità critico.

Come già spiegato, in una struttura a cui è applicato un certo carico, lo stress percepito in corrispondenza di una discontinuità risulta molto maggiore dello stress teorico di una quantità detta fattore di concentrazione dello sforzo. Come si è visto, dalla teoria di Irwin, l'intensità del campo nella zona dell'apice della cricca, viene quantificata dal fattore K_I , e il difetto si propaga quando il fattore di intensità di sforzo raggiunge un valore critico K_{Ic} .

$$K_{IC} = Y\sigma_f \sqrt{c} \tag{3.4}$$

Y è il fattore di intensificazione dello sforzo, che è una costante adimensionale che combina i vari fattori geometrici.

L'equazione (3.4) può essere utilizzata in modi diversi, a seconda che si voglia valutare la forma e dimensione del difetto, la tenacità del materiale o la tensione applicata al momento della frattura. Mentre K_{IC} si trova facilmente tabulato, di più difficile valutazione è il fattore geometrico *Y*. La conoscenza di questo fattore è fondamentale per determinare lo stress di rottura, nota la dimensione del difetto, ed è molto utile per verificare che la dimensione del difetto misurata porti ad ottenere uno stress congruente con quello ricavato dalla più facile misura della dimensione dello specchio.

3.3.4.1 Fattore di intensificazione delle tensioni di Newman e Raju

Nel 1981 Newman e Raju ricavarono un'equazione empirica, basata su una relazione precedentemente ottenuta da una analisi agli elementi finiti, per la valutazione del fattore di intensificazione delle tensioni per una cricca semiellittica superficiale. L'equazione ricavata

dipendeva dall'angolo parametrico, dalla profondità di cricca, dalla sua lunghezza, dalla geometria del campione, nonchè dal tipo di stato tensionale applicato.

Questa relazione si rivela molto utile nello studio della meccanica della frattura del vetro, perchè per questo materiale le cricche critiche si trovano soprattutto sulla superficie.

Una successiva correzione di tali espressioni, ha portato alle equazioni sotto riportate, per una geometria come quella in figura 3.5, per una tensione di flessione:



Figura 3.5: geometria considerata per la determinazione del fattore Y secondo Newman e Raju

. .

$$Y_{depth} = \frac{M}{\sqrt{Q}} H_2 \sqrt{\pi}$$
(3.5)

$$Y_{surface} = S \frac{M}{\sqrt{Q}} H_1 \sqrt{\pi}$$
(3.6)

Con Y_{depth} si intende il fattore geometrico corrispondente alla parte più profonda della cricca, mentre $Y_{surface}$ corrisponde alla superficie. Queste equazioni non comprendono un termine presente sulla formulazione data in origine da Newman e Raju, ossia f_w . Questo termine è stato omesso poichè nel caso dei vetri molto spesso la larghezza della cricca 2c è più piccola rispetto alla profondità del componente: in questo caso il valore di f_w risulta essere 1. Le equazioni riportate si riferiscono ad un componente in flessione, tuttavia si può facilmente passare alle espressioni per un componente in trazione andando a introdurre un valore molto grande, ad esempio 1000, per lo spessore del piatto *t*.

I valori M, Q, H₂, H₁ e S sono fattori geometrici così definiti:

$$M = \left[1,13 - 0,09\left(\frac{a}{c}\right)\right] + \left[-0,54 + \frac{0,89}{0,2 + \left(\frac{a}{c}\right)}\right] \cdot \left(\frac{a}{t}\right)^2 + \left[0,5 - \frac{1}{0,65 + \left(\frac{a}{c}\right)} + 14 \cdot \left(1 - \left(\frac{a}{c}\right)\right)^{24}\right] \cdot \left(\frac{a}{t}\right)^4$$
(3.7)

$$H_1 = 1 - \left(0,34 + 0,11\left(\frac{a}{c}\right)\right) \cdot \left(\frac{a}{t}\right)$$
(3.8)

$$H_{2} = 1 - \left(1,22 + 0,12\left(\frac{a}{c}\right)\right) \cdot \left(\frac{a}{t}\right) + \left[0,55 - 1,05\left(\frac{a}{c}\right)^{0,75} + 0,47\left(\frac{a}{c}\right)^{1,5}\right] \cdot \left(\frac{a}{t}\right)^{2}$$
(3.9)

$$\sqrt{Q} = \sqrt{1 + 1,464 \cdot \left(\frac{a}{c}\right)^{1,65}} \quad per \ \frac{a}{c} \le 1$$
 (3.10)

$$S = \left(1, 1+0, 35\left(\frac{a}{t}\right)^2\right) \sqrt{\left(\frac{a}{c}\right)}$$
(3.11)

Evidenze sperimentali hanno dimostrato come i fattori calcolati con le equazioni così definite siano molto accurati.

Una volta calcolati i valori di Y_{depth} e $Y_{surface}$, per determinare l'entità dello sforzo viene utilizzato il valore maggiore dei due. In genere, più ellittica è la cricca, maggiore è il fattore in corrispondenza del punto più profondo.

Questi calcoli servono soprattutto a confermare che la dimensione della cricca misurata sia corretta. La normativa ASTM C1322 stabilisce che se la dimensione di cricca calcolata e misurata non sono concordi entro un fattore 2 o 3, l'origine deve essere riesaminata.

Ovviamente, assumendo K_{Ic} costante e tratto da tabelle, si va a commettere un certo errore.

3.3.4.2 Considerazioni sulla dimensione dello specchio

Si è visto, nel paragrafo 3.3.4, che la correlazione tra dimensione dello specchio e sforzo applicato secondo la legge di Orr è valida per dimensioni relative tra specchio e spessore entro certi limiti.

In effetti, le misure eseguite sui campioni simulati sono nella maggior parte oltre questi limiti, per cui i valori trovati dello sforzo al momento della rottura potrebbero non essere corretti.

Per questo motivo, per ogni campione, sono state eseguite misure sia sullo specchio che sulla dimensione del difetto, per andare a confrontare i valori di sforzo.

Sorprendentemente, anche per specchi molto ampi, i valori di tensione calcolati sono risultati essere comparabili con quelli calcolati dalla dimensione del difetto. I valori di tensione ricavati sono stati rappresentati su di un grafico (figura 3.6).



Figura 3.6: grafico della tensione calcolata tramite la dimensione dello specchio e tramite la dimensione del difetto misurato.

Il grafico riportato si riferisce al gruppo di campioni per cui le dimensioni degli specchi sono risultate essere le maggiori. Ogni punto è dato da un valore di ascissa pari alla tensione misurata dallo specchio, e un valore in ordinata pari alla tensione misurata dalla dimensione della cricca.

Se le tensioni calcolate dallo specchio e dalla dimensione della cricca sono uguali, il punto generato sul grafico giace sulla retta di pendenza unitaria rappresentata in nero. Come si vede, anche per specchi molto grandi, la corrispondenza è buona.

In media, per i dati considerati, il rapporto tra raggio dello specchio e spessore è del 118%, con soli tre campioni su 59 all'interno del range per cui è valida la legge di Orr.

3.4 Resistenza meccanica a pressione interna

La prova di pressione interna viene utilizzata per misurare la resistenza del contenitore in vetro all'applicazione di una pressione uniforme. Il test di rottura per pressione interna è molto importante, perchè permette di raccogliere informazioni sulla resistenza meccanica del vetro. Infatti dall'analisi ottica dell'origine di frattura è quasi sempre possibile andare a misurare lo specchio di frattura dal quale stimare (in maniera abbastanza attendibile) lo sforzo di trazione al momento della rottura del contenitore.

I contenitori vengono testati secondo la normativa *ASTM C147-86 Standard Tests Methods for Internal Pressure Strength of Glass Containers*, tramite una AGR Ramp Pressure Tester 2. La normativa riporta due metodi di test:

A. Applicazione di pressione interna uniforme per un tempo determinato

B. Applicazione di pressione interna che aumenta nel tempo con una velocità determinata Nello specifico caso trattato, le prove sono state eseguite secondo il metodo B.

L'apparato di prova deve sottostare a determinate caratteristiche: le bottiglie devono essere assicurate alla macchina in modo che non siano serrate, ma sospese dal collo, e la pressione deve essere incrementata con una velocità costante fino alla rottura del campione o fino a quando un determinato livello di pressione vene raggiunto (60 kg/cm²). L'AGR Ramp Pressure Tester 2 è costituita da due serraggi (figura 3.7), in cui è possibile collocare il collo di una bottiglia, che rimane quindi sospesa, da due ugelli da cui fuoriesce l'acqua che riempie i contenitori, corredati da una guarnizione che funge da dispositivo di tenuta di pressione, e da due sportelli di protezione.

Nessuna normativa definisce la pressione minima da garantire nella prova di resistenza a pressione interna in modo vincolante. Per bibite gassate o vini spumante la pressione minima è indicata in documenti tecnici degli imbottigliatori in relazione alla quantità di anidride carbonica. Usualmente, nel controllo di produzione degli spumanti, ci si riferisce a una pressione minima a 1 minuto \pm 2 secondi di 21 kg/cm².



Figura 3.7: bottiglia posizionata nell'AGR Ramp Pressure Tester 2

Il contenitore una volta posizionato, viene dapprima riempito d'acqua, per poi essere sottoposto ad una pressione crescente con un tasso di incremento di $5,9\pm1$ (kg/cm²)/s fino a rottura. Prima di essere testati, i contenitori vengono avvolti con del nastro adesivo per permettere, successivamente, una più facile individuazione dell'origine di frattura e il suo recupero.

L'apparato di misura restituisce un valore di pressione che non è quello istantaneo reale alla rottura, bensì una pressione equivalente che, se applicata per 1 minuto, causerebbe la rottura del contenitore.

La pressione istantanea, in kg/cm², può essere calcolata mediante la formula suggerita dall'AGR, coerente a quella prevista dallo standard di prova:

$$p_R = \frac{1}{0.72} (p_{1min} + 1.2) \tag{3.12}$$

con p_R pressione reale, e p_{1min} la pressione restituita dall'apparato di misura.

La relazione (3.12) è in accordo con la relazione ricavata teoricamente dall'integrazione della (2.9) ipotizzando una relazione di proporzionalità diretta tra tensione e pressione ($\sigma = k \cdot p$):

$$p_{1min} = p_i \frac{n+1}{n} \cdot \left[\frac{1}{\dot{p} \cdot (n+1) \cdot t_{rif}} \right]^{1/n}$$
(3.13)

con n costante della fatica statica, pari a 15,8 per i vetri sodico calcici, \dot{p} tasso di incremento della pressione e t_{rif} tempo di applicazione della pressione costante (ossia, per p_{1min} , pari a 60 secondi). Sia la (3.12) che la (3.13) danno un ottimo fitting dei dati sperimentali nell'intervallo di misura. Tuttavia, mediante la relazione ricavata teoricamente, è possibile andare a stimare la resistenza a una pressione costante mantenuta per tempi di carico diversi da un minuto, mediante la (3.14).

$$p_t = p_{1min} \cdot \left(\frac{60}{t}\right)^{1/n} \tag{3.14}$$

Nella stima della resistenza di un contenitore nel tempo, è importante considerare che la cricca può propagarsi per tensocorrosione, se è presente una tensione applicata, ma solo se il fattore di intensificazione dello sforzo, K_I, è superiore a un valore di soglia K₀. Ribadendo l'ipotesi che la tensione sia proporzionale alla pressione, e quindi anche K_I lo sia, è possibile ricavare un valore di soglia della pressione, p₀, assumendo che il rapporto tra questa e la pressione istantanea di rottura sia uguale al rapporto K₀/K_{IC}. Si ricava così una semplice relazione per cui $p_0/p_R = K_0/K_{IC} = 0,36$.

Nota la pressione di soglia, è possibile fare delle previsioni sull'incidenza delle rotture di contenitori mantenuti sotto pressione nel tempo.

La resistenza alla pressione interna di un contenitore dipende da:

- resistenza meccanica del vetro, che dipende sostanzialmente dalla dimensione delle cricche superficiali. Viene stimata mediante analisi statistica degli sforzi di rottura.

- distribuzione dello sforzo di trazione sulla superficie esterna, che dipende dalla forma del contenitore e dalla distribuzione del vetro. Viene stimata andando a calcolare la tensione generata, all'origine di frattura, da una pressione prestabilita, ad esempio 20 kg/cm² (σ_{20ate}); viene calcolata partendo dalla pressione effettiva di rottura e dallo sforzo ottenuto dalla dimensione dello specchio, ipotizzando una dipendenza lineare tra tensione e pressione

interna. Conoscendo le posizioni delle origini di frattura, è possibile tracciare una mappa della distribuzione della σ_{20ate} . Questo parametro è rappresentativo della distribuzione vetro.

3.4.1 Recupero delle origini

Una volta rotte, dalle bottiglie vengono recuperati i frammenti da cui ha avuto origine la rottura. I frammenti vengono identificati osservando il pattern di frattura che si presenta sulla bottiglia.

Contestualmente al recupero, vengono misurate l'altezza alla quale è stata identificata l'origine, e la posizione angolare. Quest'ultima viene ricavata posizionando la bottiglia su di un goniometro, ponendo l'angolo 0° in una posizione specifica, uguale per tutte le bottiglie. Solitamente, per comodità, viene preso come zero la giunzione stampo che si trova a destra (o a sinistra) del numero di stampo riportato vicino al tallone della bottiglia.

I danneggiamenti sono poi misurati e osservati mediante un microscopio ottico Olympus SZX12 (ingrandimento fino a 90x) e un microscopio ottico Leica M205A (ingrandimento fino a 160x).

3.5 Interpretazione statistica di Weibull

La resistenza meccanica del vetro dipende dalla dimensione e dalla forma del campione, ma anche dalla tipologia di carico. La resistenza dei campioni varia inoltre in base alla variazione di dimensione, severità, posizione e densità di difettosità presenti. La variabilità nella resistenza è analizzata alla luce della distribuzione di Weibull, che si basa sul presupposto che in un corpo la resistenza sia controllata dal punto più debole. Per i materiali fragili, i risultati ottenuti da prove di resistenza appaiono molto dispersi, a causa della dispersione della severità dei difetti.

L'analisi statistica di Weibull definisce il cosiddetto rischio di rottura, a partire dalla probabilità di sopravvivenza di un certo numero di campioni, aventi volume V, sottoposti ad un certo sforzo σ . Detta P la probabilità di frattura di un campione sotto un certo sforzo σ , e definita la probabilità di sopravvivenza S come (1-P), il rischio di rottura R di un certo volume di campionatura è:

$$R = -V \cdot \ln\left(1 - P\right) \tag{3.15}$$

Il rischio di rottura può essere valutato anche per un certo numero di campioni di superficie A, in cui la difettosità si trovi sulla superficie sottoposta a un certo sforzo σ . In questo caso si ha:

$$R = -A \cdot \ln\left(1 - P\right) \tag{3.16}$$

Nel caso del vetro quest'ultima espressione è preferita, perchè la difettosità più critica è limitata alla superficie dei campioni.

Se si considera ora un corpo avente forma qualsiasi, soggetto ad una distribuzione di sforzo arbitraria, si avrà che ogni elemento di volume o di superficie avrà un definito rischio di rottura dR, esprimibile come:

$$dR = -\ln(1 - P) \, dV \tag{3.17}$$

$$dR = -\ln(1 - P) \, dA \tag{3.18}$$

(2,10)

La probabilità di sopravvivenza (1-P), per difetti distribuiti in modo casuale, è funzione solo della tensione σ . Sia $f(\sigma)$ =-ln(1-P), allora

$$R = \int_{V} f(\sigma) dV \tag{3.19}$$

$$R = \int_{A} f(\sigma) dA \tag{3.20}$$

La funzione $f(\sigma)$ dipende solo dallo stato tensionale, e Weibull ne ricavò empiricamente l'espressione a due parametri, accertandone la correttezza grazie al confronto con i dati sperimentali:

$$f(\sigma) = \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m \tag{3.21}$$

Dal momento che, per i materiali fragili, solo gli sforzi di trazione contribuiscono alla rottura, allora è possibile definire la probabilità P che il provino ceda ad uno sforzo σ , in uno stato di tensione monoassiale, come:

$$\begin{cases} P = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] per \ \sigma > 0 \\ P = 0 \ per \ \sigma \le 0 \end{cases}$$
(3.22)

Dove *m* è il modulo di Weibull e σ_0 è la resistenza caratteristica di Weibull. Il modulo *m* caratterizza la natura, la severità e la dispersione dei difetti; è un indice della omogeneità o del numero relativo dei difetti nel materiale ed è collegato alla dispersione dei dati ottenuti dalle prove di misura.

Un valore di *m* basso indica un materiale in cui la severità dei difetti è molto variabile oppure un materiale in cui i difetti sono dispersi in maniera molto disomogenea. Bassi valori di *m* sono caratteristici per i materiali fragili. Un alto valore di m invece comporta una bassa dispersione degli sforzi di frattura e di conseguenza una curva di distribuzione dei dati sperimentali relativamente stretta.

La resistenza caratteristica σ_0 è una sorta di livello di riferimento dello sforzo, varia con la dimensione e geometria del provino e dipende dallo stato di tensione. Rappresenta la tensione

alla quale il provino ha una probabilità di frattura del 63,2%. Questa grandezza dipende dallo stato di tensione ma anche dalla geometria del provino.

3.5.1 Normativa ASTM C1239-13

La normativa ASTM C1239-13 *Standard practice for reporting uniaxial Strength data and estimating Weibull distribution parameters for advanced ceramics* illustra il metodo della massima probabilità per la stima dei parametri della distribuzione di Weibull (modulo m e resistenza caratteristica σ_0), di materiali che cedono per frattura fragile. I parametri stimati vengono usati per andare a confrontare la qualità statistica di gruppi di dati diversi, e per andare a predire la probabilità di frattura per un dato oggetto. Questa norma è limitata all'assunzione che la distribuzione sottostante i dati di resistenza meccanica sia una distribuzione di Weibull a due parametri. Il procedimento è valido se i provini sono soggetti a uno stato di tensione monoassiale e se la popolazione di difetti è stabile nel tempo, per cui non siano presenti fenomeni di lento accrescimento della cricca (fatica statica). La norma inoltre fornisce una procedura per la correzione degli errori sui parametri stimati e per il calcolo dei limiti di confidenza, per una distribuzione in cui tutti i fenomeni di frattura originano da una sola popolazione di difetti.

Questo metodo include tecniche di censura che valgono per distribuzioni di difetti concorrenti. La conferma della presenza di distribuzioni di difetti multiple richiede l'analisi frattografica dell'origine della frattura di ciascun provino.

Distribuzioni di difetti multiple fanno sì che vi sia una deviazione dalla linearità dei dati da una distribuzione di Weibull singola, in un diagramma doppio logaritmico.

È possibile che in alcuni provini non sia possibile identificare l'origine della frattura. In questo caso sono percorribili quattro opzioni:

a) assegnarlo, in base a tutte le informazioni ricavate dalla frattografia, a una distribuzione di difetti precedentemente identificata;

b) assegnarlo alla distribuzione di difetti del provino con resistenza meccanica più prossima;

c) assegnarlo ad una distribuzione di difetti nuova e non ancora identificata;

d) rimuoverlo dalla campionatura.

Se sono disponibili informazioni frattografiche parziali l'opzione a) è fortemente consigliata mentre in genere l'opzione d) è sconsigliata a meno che non ci siano importanti giustificazioni.

Sia $f(\sigma) = dP/d\sigma$ la funzione densità di probabilità della frattura. Nel caso di N dati di resistenza meccanica appartenenti ad una singola distribuzione di difetti, la funzione di probabilità L è data dal produttorio della funzione di densità di probabilità valutata per i singoli sforzi di frattura osservati:

$$L = \prod_{i=1}^{N} f(\sigma_i)$$
(3.23)

Nel caso di distribuzioni di difetti multiple, L relativa ad una particolare distribuzione di difetti è data dal produttorio della funzione densità di probabilità degli r singoli sforzi di rottura di quella famiglia di difetti, moltiplicata per il produttorio della probabilità di sopravvivenza valutata per gli N-r sforzi di rottura osservati nei restanti provini:

$$L = \left[\prod_{i=1}^{r} f(\sigma_i)\right] \cdot \left\{\prod_{j=r+1}^{N} [1 - P(\sigma_i)]\right\}$$
(3.24)

Il metodo della massima probabilità per la stima di parametri della distribuzione di Weibull, prevede di determinare i valori di m e di σ_0 che rendono massima la funzione L, ovvero che ne massimizzano il logaritmo naturale.

Si ottiene allora il seguente sistema da risolvere:

$$\begin{cases} \frac{1}{r} \sum_{i=1}^{r} \ln(\sigma_i) + \frac{1}{m} - \frac{\sum_{i=1}^{N} [(\sigma_i)^m \cdot \ln(\sigma_i)]}{\sum_{i=1}^{N} (\sigma_i)^m} = 0 \\ \sigma_0 = \left[\frac{1}{r} \sum_{i=1}^{N} (\sigma_i)^m \right]^{1/m} \end{cases}$$
(3.25)

La prima espressione viene risolta mediante metodi numerici, come ad esempio il metodo di Newton-Raphson. Il sistema deve essere risolto per ciascuna delle distribuzioni di difetti attiva.

Se le campionature analizzate non richiedono censura, il sistema viene risolto ponendo r=N.

Nel caso di campionature in cui risultano attive distribuzioni di difetti multiple la probabilità di frattura combinata si otterrà come:

$$P = 1 - \prod_{tipo \ di \ difetto} \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_{0,tipo \ difetto}}\right)^{m,tipo \ difetto}\right]$$
(3.26)

3.5.1.1 Rappresentazione

Per la rappresentazione dei dati sperimentali la norma ASTM 1239-13 prevede di ordinare in modo crescente i dati di resistenza meccanica ottenuti dalla prova, e assegnare a ciascuno una probabilità di frattura stimata secondo³:

$$P(\sigma_i) = \frac{i - 0.5}{N} \tag{3.27}$$

I dati vengono riportati in un diagramma con ascissa ln (σ_i), e ordinata ln[$-\ln(1 - P)$]. Ne risultano rette di pendenza *m*.

Nella rappresentazione grafica è necessario inserire anche la retta data dalla funzione di P dipendente dai due parametri della distribuzione di Weibull, definita dalla seguente espressione matematica:

$$P_f = 1 - exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_{\theta}}\right)^m\right]$$
(3.28)

3.5.1.2 Intervalli di confidenza

La stima del modulo di Weibull m manifesta un errore statistico dipendente dal numero di provini testati. Una stima corretta del modulo, m_t , si ottiene moltiplicando m per un fattore di correzione UF, che dipende dalla numerosità della campionatura (la normativa riporta delle tabelle con i valori di UF).

I limiti dell'intervallo di confidenza quantificano l'incertezza associata con la stima puntuale dei parametri della popolazione. La dimensione dell'intervallo di confidenza, per le stime secondo il metodo della massima probabilità, diminuirà all'aumentare della dimensione della campionatura.

L'intervallo di confidenza del 90% sul modulo di Weibull si ottiene dai percentili 5% e 95%, tabulati, della distribuzione del rapporto m/m_t (m_t = modulo vero della popolazione):

$$m_{upper} = \frac{m}{q_{0,05}}$$
 (3.29)

$$m_{lower} = \frac{m}{q_{0.95}}$$
 (3.30)

Per costruire i limiti dell'intervallo di confidenza del 90% sulla stima della resistenza caratteristica σ_0 si utilizzano i percentili 5% e 95% in funzione della numerosità della campionatura della distribuzione *t* definita:

$$P(\sigma_i) = \frac{1 - 0.3}{N + 0.4}$$

³ Per la valutazione della probabilità P è possibile utilizzare anche una seconda espressione, suggerita sempre dalla normativa:

$$t = m \ln \left(\frac{\sigma_0}{\sigma_{0_T}}\right) \tag{3.31}$$

dove $\sigma_{0 T}$ è la resistenza caratteristica vera.

$$\sigma_{0,upper} = \sigma_0 \exp\left(-\frac{t_{0,05}}{m}\right) \tag{3.32}$$

$$\sigma_{0,lower} = \sigma_0 \exp\left(-\frac{t_{0,95}}{m}\right) \tag{3.33}$$

I limiti a sinistra della curva di Weibull stimata si ottengono utilizzando $\sigma_{0,lower}$ e m_{upper} , per probabilità di rottura superiori al 63,2%, m_{lower} per probabilità di frattura inferiori al 63,2%.

I limiti a destra della curva di Weibull sono costruiti utilizzando $\sigma_{0,upper}$ e m_{lower} per probabilità di frattura sopra il 63,2%, m_{upper} per probabilità di frattura inferiori al 63,2%.

$$SX \begin{cases} 1 - \exp\left[\left(-\frac{\sigma}{\sigma_{0,lower}}\right)^{m_{upper}}\right] & P > 63,2\% \\ 1 - \exp\left[\left(-\frac{\sigma}{\sigma_{0,lower}}\right)^{m_{lower}}\right] & P < 63,2\% \end{cases}$$

$$DX \begin{cases} 1 - \exp\left[\left(-\frac{\sigma}{\sigma_{0,upper}}\right)^{m_{lower}}\right] & P > 63,2\% \\ 1 - \exp\left[\left(-\frac{\sigma}{\sigma_{0,upper}}\right)^{m_{upper}}\right] & P < 63,2\% \end{cases}$$

$$(3.35)$$

3.5.2 Normativa EN 12603

La norma EN 12603:2002 *Glass in Building. Procedures for goodness of fit and confidence intervals for Weibull distributed glass strength data*, fornisce un metodo per la stima dei parametri della distribuzione di Weibull (modulo e resistenza caratteristica), ponendo come unica condizione che i dati di resistenza meccanica di partenza possano essere rappresentati da una singola distribuzione di Weibull a due parametri. Il calcolo può essere basato sia su un campione censurato che non-censurato: in questo caso la censura è effettuata in base al livello della sollecitazione, indipendentemente dal tipo di difetto critico corrispondente, e nella stima dei parametri si tiene conto soltanto degli r dati sperimentali al di sotto del livello di censura. Per verificare l'ipotesi che i dati sperimentali ottenuti dalla campionatura di numerosità n

siano distribuiti secondo una singola statistica di Weibull si esegue il seguente test.

Ordinati gli *r* dati sperimentali misurati in ordine crescente, per ciascun valore x_i , con i da *l* a *r*-*l*, si valuta l'espressione:

$$l_{i} = \frac{\ln(x_{i+1}) - \ln(x_{i})}{\ln\left[\ln\left(\frac{4(n-i-1)+3}{4n+1}\right) / n\left(\frac{4(n-i)+3}{4n+1}\right)\right]}$$
(3.36)

Per poi calcolare la quantità:

$$L = \frac{\sum_{i=int}^{r-1} \frac{l_i}{int\left(\frac{r}{2}\right) + 1} \frac{l_i}{int\left(\frac{r-1}{2}\right)}}{\sum_{i=1}^{int\left(\frac{r}{2}\right)} \frac{l_i}{int\left(\frac{r}{2}\right)}}$$
(3.37)

L'ipotesi che i dati sano rappresentati da una distribuzione di Weibull è da considerarsi non vera a un livello di significatività α se:

$$L \ge F_{1-\alpha}\left(2 \cdot int\left(\frac{r-1}{2}\right), 2 \cdot int\left(\frac{r}{2}\right)\right)$$
(3.38)

I valori di $F_{1-\alpha}$ per $\alpha=5\%$ sono riportati in tabella 3.1.

Soltanto se l'ipotesi è soddisfatta, i dati sperimentali possono essere utilizzati per la stima dei parametri di Weibull.

								v	'1						
		4	5	6	7	8	10	12	15	20	24	30	40	60	120
	4	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	5.96	5.91	5.86	5.80	5.77	5.75	5.72	5.69	5.66
	5	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.74	4.68	4.62	4.56	4.53	4.50	4.46	4.43	4.40
	6	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.06	4.00	3.94	3.87	3.84	3.81	3.77	3.74	3.70
	7	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.64	3.57	3.51	3.44	3.41	3.38	3.34	3.30	3.27
	8	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.35	3.28	3.22	3.15	3.12	3.08	3.04	3.01	2.97
	10	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	2.98	2.91	2.85	2.77	2.74	2.70	2.66	2.62	2.58
61	12	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.75	2.69	2.62	2.54	2.51	2.47	2.43	2.38	2.34
>	15	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.54	2.48	2.40	2.33	2.29	2.25	2.20	2.16	2.11
	20	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.35	2.28	2.20	2.12	2.08	2.04	1.99	1.95	1.90
	24	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.25	2.18	2.11	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.79
	30	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.16	2.09	2.01	1.93	1.89	1.84	1.79	1.74	1.68
	40	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.08	2.00	1.92	1.84	1.79	1.74	1.69	1.64	1.58
	60	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	1.99	1.92	1.84	1.75	1.70	1.65	1.59	1.53	1.47
	120	2.45	2.29	2.18	2.09	2.02	1.91	1.83	1.75	1.66	1.61	1.55	1.50	1.43	1.35

Tabella 3.1: percentili superiori di F. Valori di F1- $\alpha(v1,v2)$ per alfa=5% (UNI ISO 2854 prospetto IV)

Il metodo proposto prevede l'utilizzo di coefficienti numerici tabulati in funzione della numerosità campionaria n e del numero di dati sperimentali misurati r, da introdurre nelle due coppie di equazioni seguenti, valide per campioni censurati o meno (completi).

Per il campione censurato:

$$m = \frac{n \cdot k_{r,n}}{r \cdot \ln(x_r) - \sum_{i=1}^{r} \ln(x_i)}$$
(3.39)

$$\sigma_0 = exp\left[\ln(x_r) - C_{r,n}\frac{1}{m}\right]$$
(3.40)

I fattori $k_{r,n}$ e $C_{r,n}$ sono riportati nelle tabelle 3.2 e 3.3. Per il campione completo:

$$m = \frac{n \cdot k_n}{\frac{int(0.84n)}{n - int(0.84n)} \sum_{i=int(0.84n)+1}^{n} \ln(x_i) - \sum_{i=1}^{int(0.84n)} \ln(x_i)}$$
(3.41)

$$\sigma_0 = exp\left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^n \ln(x_i) - 0.5772\frac{1}{m}\right]$$
(3.42)

I fattori k_n sono riportati in tabella 3.4.

					r/n				
n	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
5				0.2231		0.4813		0.8018	
10		0.1054	0.2172	0.3369	0.4667	0.6098	0.7715	0.9616	1.202
20	0.0513	0.1583	0.2721	0.3944	0.5277	0.6756	0.8448	1.048	1.316
30	0.0684	0.1759	0.2904	0.4137	0.5482	0.6979	0.8697	1.077	1.357
40	0.0770	0.1848	0.2996	0.4233	0.5584	0.7090	0.8822	1.092	1.378
50	0.0821	0.1901	0.3051	0.4291	0.5646	0.7158	0.8898	1.101	1.391
60	0.0855	0.1936	0.3088	0.4330	0.5687	0.7202	0.8949	1.108	1.400
70	0.0879	0.1961	0.3114	0.4357	0.5717	0.7235	0.8985	1.112	1.406
80	0.0898	0.1980	0.3134	0.4378	0.5739	0.7259	0.9012	1.115	1.410
90	0.0912	0.1995	0.3149	0.4394	0.5756	0.7277	0.9033	1.118	1.414
100	0.0924	0.2007	0.3162	0.4407	0.5770	0.7292	0.9050	1.120	1.417
кр	0.10265	0.21129	0.32723	0.45234	0.58937	0.74274	0.92026	1.1382	1.4436
d1	-1.0271	-1.0622	-1.1060	-1.1634	-1.2415	-1.3540	-1.5313	-1.8567	-2.6929
d2	0.000	0.030	0.054	0.089	0.145	0.242	0.433	0.906	2.796
Stima	asintotica pe	r elevate n	umerosità	del campi	one n:	к _{г,n} = 1	κ _p + d _l /n	+ d ₂ /n ²	

Tabella 3.2: fattori k_{r,n}

			-		r/n				
n	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
10	-2.880	-1.826	-1.267	-0.8681	-0.5436	-0.2574	0.0120	0.2837	0.5846
20	-2.547	-1.658	-1.147	-0.7691	-0.4548	-0.1727	0.0979	0.3776	0.7022
30	-2.444	-1.605	-1.108	-0.7364	-0.4253	-0.1443	0.1269	0.4098	0.7446
40	-2.394	-1.578	-1.089	-0.7202	-0.4106	-0.1301	0.1415	0.4262	0.7664
50	-2.365	-1.562	-1.077	-0.7105	-0.4018	-0.1216	0.1503	0.4360	0.7796
60	-2.345	-1.522	-1.069	-0.7040	-0.3959	-0.1159	0.1562	0.4426	0.7885
70	-2.331	-1.544	-1.064	-0.6994	-0.3917	-0.1118	0.1604	0.4473	0.7949
80	-2.321	-1.539	-1.060	-0.6959	-0.3886	-0.1088	0.1635	0.4509	0.7998
90	-2.313	-1.534	-1.056	-0.6932	-0.3861	-0.1064	0.1660	0.4537	0.8035
100	-2.307	-1.531	-1.054	-0.6911	-0.3841	-0.1045	0.1679	0.4559	0.8065
cp	-2.2504	-1.4999	-1.0309	-0.67173	-0.36651	-0.08742	0.18563	0.47589	0.83403
al	-5.5743	-3.0740	-2.2859	-1.9301	-1.7619	-1.7114	-1.7727	-2.0110	-2.7773
a ₂	-7.201	-1.886	-0.767	-0.335	-0.091	0.111	0.369	0.891	2.825
Stima asint	totica per e	elevate nu	merosità	del campi	one n:	C _{r,n}	= c _p + a1/	$n + a_2/n^2$	

 Tabella 3.3: coefficienti C_{r,n}

n	Kn	n	Kn
2	0.6931	32	1.4665
3	0.9808	33	1.4795
4	1.1507	34	1.4920
5	1.2674	35	1.5040
6	1.3545	36	1.5156
7	1.1828	37	1.5266
8	1.2547	38	1.4795
9	1.3141	39	1.4904
10	1.3644	40	1.5009
11	1.4079	41	1.5110
12	1.4461	42	1.5208
13	1.3332	43	1.5303
14	1.3686	44	1.4891
15	1.4004	45	1.4984
16	1.4293	46	1.5075
17	1.4556	47	1.5163
18	1.4799	48	1.5248
19	1.3960	49	1.5331
20	1.4192	50	1.5411
21	1.4408	51	1.5046
22	1.4609	52	1.5126
23	1.4797	53	1.5204
24	1.4975	54	1.5279
25	1.5142	55	1.5352
26	1.4479	56	1.5424
27	1.4642	57	1.5096
28	1.4796	58	1.5167
29	1.4943	59	1.5236
30	1.5083	60	1.5304
31	1.5216	00	1.5692

Tabella 3.4: coefficienti kn

Per la rappresentazione grafica dei dati sperimentali, la norma EN 12603:2002 prevede di ordinare in modo crescente i valori di x_i di resistenza meccanica ottenuti dalla prova e assegnare a ciascuno una probabilità di frattura stimata secondo la relazione:

$$G(x_i) = \frac{i - 0.3}{n + 0.4} \tag{3.43}$$

da confrontare con quella teorica ottenuta dall'equazione:

$$G(x_i) = 1 - exp\left[-\left(\frac{x_i}{\sigma_0}\right)^m\right]$$
(3.44)

3.5.2.1 Intervalli di confidenza

I limiti dell'intervallo di confidenza $(1-\alpha)$ della probabilità di frattura G(x), corrispondente a un dato valore x della sollecitazione, vengono calcolati introducendo le seguenti tre funzioni ausiliarie:

$$y = m \cdot \ln\left(\frac{\sigma_0}{x}\right) = -\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1 - G(x)}\right)\right]$$
(3.45)

$$v = A + B \cdot y^2 - 2C \cdot y \tag{3.46}$$

$$\gamma = \exp\left(-y + H(f_2)\right) \tag{3.47}$$

Le costanti A, B e C della (3.46) si ricavano dalle tabelle fornite dalla normativa in funzione della numerosità del campione n e del numero di dati sperimentali misurati r.

-					1	r/n				
n	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
					1	A∙n				
10		39.04	12.052	5.609	3.233	2.172	1.650	1.384	1.255	1.170
20	140.7	23.96	9.136	4.666	2.850	2.000	1.570	1.350	1.248	1.159
30	100.4	20.96	8.416	4.410	2.743	1.949	1.546	1.339	1.248	1.165
40	87.06	19.68	8.088	4.292	2.692	1.925	1.534	1.335	1.249	1.161
50	80.39	18.97	7.901	4.223	2.662	1.911	1.528	1.332	1.249	1.165
60	76.40	18.52	7.781	4.179	2.643	1.902	1.524	1.331	1.249	1.162
8	60.53	16.50	7.219	3.967	2.550	1.859	1.503	1.323	1.251	1.162
					I	B∙n				
10		9.488	4.609	2.979	2.161	1.667	1.336	1.096	0.9197	0.7405
20	19.49	6.324	3.686	2.552	1.920	1.515	1.234	1.028	0.8784	0.6919
30	14.62	5.691	3.455	2.436	1.851	1.471	1.204	1.008	0.8683	0.6761
40	13.00	5.420	3.350	2.382	1.819	1.450	1.189	0.9981	0.8641	0.6687
50	12.18	5.269	3.290	2.350	1.800	1.437	1.181	0.9925	0.8619	0.6647
60	11.70	5.173	3.251	2.330	1.787	1.429	1.175	0.9888	0.8605	0.6616
80	11.14	5.058	3.204	2.305	1.772	1.419	1.168	0.9840	0.8590	0.6584
100	10.83	4.991	3.177	2.290	1.763	1.413	1.164	0.9816	0.8580	0.6564
00	9.746	4.742	3.070	2.232	1.728	1.390	1.148	0.9710	0.8549	0.6482
						C∙n				
10		17.58	6.109	2.868	1.474	0.7502	0.3344	0.0826	-0.0694	-0.1981
20	49.91	10.75	4.505	2.254	1.184	0.5975	0.2500	0.0373	-0.0856	-0.2216
30	35.98	9.397	4.107	2.089	1.102	0.5533	0.2253	0.0245	-0.0883	-0.2206
40	31.36	8.819	3.927	2.012	1.064	0.5323	0.2136	0.0185	-0.0891	-0.2262
50	29.06	8.499	3.825	1.967	1.041	0.5200	0.2068	0.0150	-0.0894	-0.2238
60	27.68	8.296	3.750	1.938	1.026	0.5120	0.2023	0.0127	-0.0895	-0.2271
80	26.10	8.050	3.680	1.900	1.008	0.5020	0.1970	0.0100	-0.089	-0.2287
100	25.30	7.910	3.630	1.880	0.9980	0.4960	0.1940	0.0080	-0.089	-0.2292
00	22.19	7.383	3.450	1.801	0.9562	0.4734	0.1807	0.0019	-0.0891	-0.2309

Tabella 3.5: valori di A e B e C

Per campioni completi (r=n) una buona approssimazione è data dalle seguenti equazioni: A = 1.162/n (3.48)

$$B = \frac{0.6482}{n} + \frac{0.805}{n^2} + \frac{1.13}{n^3}$$
(3.49)

$$C = -\frac{0.2309}{n} + \frac{0.15}{n^2} + \frac{1.78}{n^3}$$
(3.50)

I valori di f_2 e di $H(f_2)$ della (3.47) sono tabulati.

ν	0.221	0.490	1.645	1.774	1.923	2.096	2.299	2.541	2.681	
f ₂	10.00	5.000	2.000	1.900	1.800	1.700	1.600	1.500	1.450	
H (f ₂)	0.103	0.213	0.577	0.611	0.650	0.693	0.742	0.798	0.830	
v	2.834	3.003	3.191	3.401	3.636	3.901	4.201	4.543	4.935	
f ₂	1.400	1.350	1.300	1.250	1.200	1.150	1.100	1.105	1.000	
H(f ₂)	0.863	0.900	0.940	0.983	1.030	1.081	1.138	1.201	1.270	
Valgono le	espressio	ni matem	atiche seg	uenti:						
$v \le 2$	f ₂ = (8 v	$(v^2 + 12)/(v^2)$	+ 6 v)							
	$H(f_2) = 0$	$(15 f_2^2 + 5)$	$f_2 + 6)/(1$	$5 f_2^3 + 6 f_3$	2)					
$2 \le \nu \le 5$	$f_2 = 3.509 - 1.3055 v + 0.2480 v^2 - 0.0175 v^3$									
	$H(f_2) = 0$	0.08832 +	0.3218 v	- 0.0167 v	,2					

Tabella 3.6: valori di $f_2 e H(f_2)$ in funzione della variabile ausiliaria v.

I limiti superiore e inferiore dell'intervallo di confidenza G sono dati dalle:

$$G_{upper} = 1 - exp\left(-\gamma \frac{\chi^2_{f_2;1-\alpha/2}}{f_2}\right)$$

$$G_{lower} = 1 - exp\left(\gamma \frac{\chi^2_{f_2;\alpha/2}}{f_2}\right)$$
(3.51)
(3.52)

I valori di χ^2 sono riportati in tabella 3.7.

f	2.5%	97.5%	f	2.5%	97.5%	f	2.5%	97.5%	f	2.5%	97.5%
1	0.001	5.024	10	3.247	20.483	19	8.907	32.852	28	15.308	44.461
2	0.051	7.378	11	3.816	21.920	20	9.591	34.170	29	16.047	45.722
3	0.216	9.348	12	4.404	23.337	21	10.283	35.479	30	16.791	46.979
4	0.484	11.143	13	5.009	24.736	22	10.982	36.781	40	24.433	59.342
5	0.831	12.832	14	5.629	26.119	23	11.689	38.076	50	32.357	71.420
6	1.237	14.449	15	6.262	27.488	24	12.401	39.364	60	40.482	83.298
7	1.690	16.013	16	6.908	28.845	25	13.120	40.646	70	48.758	95.023
8	2.180	17.535	17	7.564	30.191	26	13.844	41.923	90	65.647	118.136
9	2.700	19.023	18	8.231	31.526	27	14.573	43.195	100	74.222	129.561

Tabella 3.7: Percentili 2,5% e 97,5% della distribuzione χ^2

3.5.3 Rappresentazione dimensione del difetto

Dalla meccanica della frattura elastica lineare, la rottura si verifica quando il fattore di intensificazione della tensione per il modo I raggiunge il valore di K_{IC} del materiale. Dal momento che la tensione alla rottura può essere scritta come:

$$\sigma_R = \frac{K_{IC}}{Y(a,c,t) \cdot \sqrt{\pi \cdot a}} \propto \frac{1}{\sqrt{a}}$$
(3.53)

Allora, in prima approssimazione, si può assumere che i dati dell'inverso della radice quadrata della profondità di cricca critica possono essere rappresentati da una distribuzione alla Weibull.

Capitolo 4

Simulazione del processo di danneggiamento e sua caratterizzazione

4.1 Linea di imbottigliamento: com'è fatta

Nella linea di imbottigliamento le bottiglie vengono riempite e preparate per essere introdotte nel mercato. È possibile andare a riconoscere, per ogni linea, degli elementi comuni (figura 4.1).



Figura 4.1: rappresentazione schematica di una linea di imbottigliamento

Innanzitutto le bottiglie arrivano dalla produzione impilate in grandi pallet. Il primo macchinario che si incontra è un *depallettizzatore*: questa macchina sfila automaticamente ogni piano del pallet, e ne sposta le bottiglie su di un primo nastro movimentatore. I nastri che movimentano tutta la linea sono generalmente lubrificati tramite ugelli che spruzzano acqua saponata.

Le bottiglie vengono spostate lungo la linea mediante nastri trasportatori. La velocità delle bottiglie dipende dalla velocità dei nastri stessi, ma anche dallo spazio che esse hanno davanti. In altre parole, se le bottiglie non possono fisicamente procedere lungo la linea perchè vi è un accumulo di bottiglie che impedisce lo scorrere di quelle che si trovano a monte, si fermano, nonostante il nastro sottostante continui a muoversi. Questo è il caso delle cosiddette *zone di*

accumulo. Le zone di accumulo sono molto importanti perchè permettono di avere una produzione continua, e fanno sì che le macchine a valle possano lavorare senza interruzioni. Le bottiglie vengono quindi sottoposte a lavaggio. Anche se nuove, le bottiglie presentano residui di polvere o sporcizia, per cui questo è un passaggio fondamentale. Il lavaggio delle bottiglie avviene nel *lavabottiglie a tunnel* o nelle *sciacquatrici*. Quando le bottiglie entrano nella lavabottiglie vengono sottoposte ad un ciclo di lavaggio della durata di circa 30 minuti, in cui vengono gradualmente riscaldate alla temperatura di lavaggio per poi essere raffreddate in modo sempre graduale, fino a temperatura ambiente. Le sciacquatrici (figura 4.2) sono invece macchinari rotativi in cui, mediante dei metodi di ancoraggio, le bottiglie vengono sollevate dal collo, capovolte, sciacquate e infine capovolte nuovamente e reintrodotte in linea. Le sciacquatrici sono utilizzate dove non vi sia necessità di staccare l'etichetta o dove non siano necessari lavaggi troppo accurati.



Figura 4.2: sciacquatrice. Immagine da <u>http://wallart-equipment.com/equipments/bottle-rinser-75-cl-x-10000-bph/</u>

Passate dalla sciacquatrice le bottiglie sostano in una zona di accumulo prima di essere riempite dalla *riempitrice* (figura 4.3). La meccanica della riempitrice dipende dal tipo di bevanda che deve essere inserita all'interno dei contenitori (e principalmente dal fatto che questa sia o meno gassata) o dalla modalità di riempimento (depressione, gravità, isobarica). La riempitrice è un macchinario in cui sono presenti un certo numero di ugelli, che possono permettere un riempimento in pressione o meno, collegata direttamente alla *tappatrice*. Il numero di bottiglie/ora che passano dalla tappatrice e dalla riempitrice deve essere lo stesso. La tappatrice, come suggerisce il nome, applica il tappo alle bottiglie.



Figura 4.3: riempitrice, a destra, preceduta dalla sciacquatrice. Immagine da <u>http://france3-regions.francetvinfo.fr/bourgogne-franche-comte/2014/12/09/les-cuvees-de-la-saint-vincent-tournante-sont-mis-en-bouteille-609538.html</u>

Se necessaria, dopo la tappatrice, c'è la zona di *pastorizzazione*: le bottiglie transitano attraverso un lungo tunnel che presenta al suo interno una certa variazione di temperatura, per permettere appunto la pastorizzazione.

Le bottiglie arrivano quindi all'*etichettatrice* dopo una ulteriore zona di accumulo. Le bottiglie entrano nella macchina e iniziano a ruotare, mentre altri sistemi meccanici trovano il punto di centraggio per apporre l'etichetta nella posizione corretta. Spesso i sistemi di centraggio sono costituiti da perni che vanno a inserirsi in tacche di posizionamento della bottiglia (presenti solo in alcune tipologie di bottiglie).

Infine le bottiglie arrivano all'*inscatolatrice* che le divide in gruppi e le inserisce in scatole, che vengono poi mandate al *pallettizzatore*, che le prepara per la spedizione finale.

Oltre ai macchinari descritti, è possibile che in alcun e zone siano presenti delle macchine di controllo, ad esempio dimensionali o composizionali, che vanno a controllare le bottiglie che transitano in linea.

Analisi condotte mediante la bottiglia strumentata⁴ hanno evidenziato come le zone più critiche siano l'etichettatrice e le zone di accumulo. Le bottiglie, in queste zone, subiscono urti ripetuti e di maggiore entità rispetto alle altre parti della linea.

⁴ Una bottiglia strumentata è una bottiglia dotata di accelerometri in grado di misurare gli urti subiti dalle bottiglie in una linea, per evidenziarne eventuali criticità.

4.2 Simulatore di linea

L'*AGR Line Simulator* è uno strumento che permette di realizzare in laboratorio un degrado accelerato in condizioni di trattamento riproducibili e standardizzate, per simulare le abrasioni caratteristiche delle normali linee di imbottigliamento. Il simulatore di linea consta di un disco di trasmissione circolare in alluminio, coperto da un disco non metallico sul quale vengono trasportate le bottiglie. Questi dischi hanno un diametro di 61 cm e vengono azionati da un motore che li fa ruotare a 35 g/min, che equivalgono a una velocità di 840 bottiglie al minuto, riferita a bottigliette da 355 ml (fonte: manuale AGR Line Simulator).

Le bottiglie appoggiate al disco, vengono guidate lungo un percorso circolare mediante due paia di guide in plastica, che formano un canale la cui larghezza è superiore a quelle delle bottiglie del 10% circa. Per poter testare bottiglie di diversa altezza, sono previsti tre dischi spaziatori in modo da poter variare la posizione dei dischi mobili. È presente anche un cancelletto gommato, attivato da una molla regolabile, che interrompe il flusso di contenitori attraverso il canale. Le bottiglie che colpiscono il cancelletto vengono rallentate, iniziano a ruotare su se stesse e subiscono un colpo nel riagganciarsi alle successive.

Il simulatore è dotato anche di uno spruzzatore d'acqua e di un temporizzatore, regolabile tra 5 secondi e 5 minuti, che permette di controllare la durata del processo.

I materiali usati per le guide, per il disco di protezione e per il cancelletto non sono metallici, in modo da non provocare abrasioni sulla superficie dei recipienti. Tutti i danni sulle bottiglie che vengono processate nel simulatore di linea, sono dovuti al contatto tra bottiglie stesse.

Oltre alla dotazione standard, è possibile aggiungere alla piastra mobile uno spessore in materiale plastico, per ottenere un movimento verticale durante il processo, detto kit per l'abrasione del fondo. Il gruppo per l'abrasione del fondo è composto da uno spessore di forma di cuneo, con un'altezza di caduta di 12 mm, e da una piastra di acciaio temprato inserita nella piastra della motrice. Le bottiglie, durante la simulazione, transitano sul cuneo per poi ricadere sulla piastra in acciaio. In questo modo, anche la superficie d'appoggio viene danneggiata. Viene consigliato di utilizzare il gruppo per abrasione quando occorre preparare le bottiglie non soggette a reso a prove di pressione interna e di resistenza agli sbalzi di temperatura.



Figura 4.4: AGR Line Simulator. Le bottiglie vengono fatte ruotare all'interno del simulatore a velocità determinate. Il mutuo sfregamento provoca danneggiamenti sulla superficie esterna dei contenitori.

4.2.1 Regolazioni di macchina

I dischi motore e di protezione devono essere regolati all'altezza adatta sull'albero motore per far sì che le guide tocchino i recipienti circa a livello del baricentro delle bottiglie, in modo da evitare il ribaltamento delle stesse durante il passaggio attraverso il cancelletto, anch'esso regolato a livello del baricentro dei contenitori simulati.

La tensione della molla sul cancelletto regolabile serve a far rallentare la velocità dei recipienti e va determinata per ogni recipiente da sottoporre al processo di maltrattamento. La velocità massima per le bottiglie dovrebbe essere uguale alla velocità della piastra motrice. Comprimendo la molla di regolazione si fa rallentare la velocità delle bottiglie. Tale rallentamento si misura in termini di percentuale di slittamento (d-b)/d, dove *d* rappresenta la velocità della piastra (35 giri/min), mentre *b* è la velocità di una bottiglia in giri al minuto. AGR raccomanda che la percentuale di slittamento sia superiore al 20% fino a un massimo di 50%.

Dal momento che la costante della molla cambia con l'uso, è necessario determinare periodicamente la percentuale di slittamento per le bottiglie che si vanno a simulare.

4.2.2 Condizioni di esercizio

Le bottiglie possono essere sottoposte al processo di abrasione sia da piene che da vuote, sia da bagnate che da asciutte. Dato che ognuna di queste condizioni ha conseguenze sulla quantità e serietà del danneggiamento, esse dovranno essere specificate per ogni prova. AGR afferma che in bottiglie vuote e bagnate sottoposte a maltrattamento per un minuto, si

riproducono danneggiamenti simili a quelli delle bottiglie dopo produzione. Per quanto riguarda il servizio multiplo (bottiglie vuoto a rendere), si è osservato che esso viene simulato al meglio sottoponendo a processo bottiglie piene e bagnate per cinque minuti. Per condurre le prove in condizioni di bottiglie bagnate è necessario regolare lo spruzzatore in modo che il getto d'acqua colpisca la spalla delle bottiglie.

Se si vogliono condurre prove comparative è importante non modificare il numero di bottiglie sottoposte al processo di maltrattamento durante ogni passaggio. Il numero massimo di bottiglie che si può sistemare sull'apparecchio viene determinato da quante bottiglie possono essere posizionate in modo che si tocchino tra loro, ma non siano in contatto con il cancelletto.

4.2.3 Durata del maltrattamento

La durata del maltrattamento viene usata per controllare in modo riproducibile il grado di abrasione prodotto durante il processo. Secondo AGR, un minuto di maltrattamento permette di ottenere scalfitture riproducibili soltanto sulle pareti laterali dei recipienti. Ciò significa che un minuto di maltrattamenti sulle bottiglie vuote fa scendere la resistenza alla pressione delle pareti laterali delle bottiglie nuove a livelli di resistenza approssimativamente simili a quelli delle bottiglie non soggette a reso, durante il loro normale utilizzo in commercio. Cinque minuti di maltrattamento su bottiglie piene produrranno resistenze alla pressione delle pareti laterali paragonabili a quelle associate alle bottiglie soggette a reso durante lunghi periodi di utilizzo in commercio. Il manuale afferma che, dato che la relazione tra la resistenza e la durata del maltrattamento è di tipo iperbolico, i periodi di maltrattamento superiori a cinque minuti non avranno conseguenza significativa sulla resistenza dei recipienti.

Per ottenere invece scalfitture riproducibili sia sulle pareti laterali che sul fondo, è necessario utilizzare il gruppo per l'abrasione del fondo.

La trasmissione a velocità variabile consente di simulare le condizioni delle linee di imbottigliamento a velocità variabile. Il manuale riporta che, esperimenti condotti con il simulatore, hanno dimostrato che esiste una correlazione diretta tra la velocità della piastra di trasmissione e il tasso di resistenza delle bottiglie sottoposte ad abrasione a quella determinata velocità, rispetto alle bottiglie sottoposte al trattamento di abrasione alla velocità di 35 giri al minuto. Se D è la velocità della piastra di trasmissione espressa in giri al minuto e S₃₅ la resistenza alla pressione delle bottiglie sottoposte ad abrasione a 35 giri/min, è possibile determinare la SD (ossia la resistenza alla pressione delle bottiglie sottoposte ad abrasione alla velocità di piastra D) mediante la seguente equazione: SD=S₃₅(1,2-0,0058D). Questa espressione può essere applicata alle bottiglie aventi capacità compresa tra 207 ml e 1,9 l per velocità di piastra fino a 40 giri/min.

4.2.4 Invecchiamento e resistenza

AGR afferma che l'entità delle scalfitture fresche diminuisce di gravità durante l'immagazzinamento delle bottiglie, e quindi occorre consentir loro di invecchiare in atmosfera ambiente per periodi di tempo standard prima di condurre prove di resistenza. Il manuale d'uso del simulatore di linea, suggerisce di adottare tempi di invecchiamento standard di almeno mezzora. Il manuale riporta anche una tabella con fattori di moltiplicazione (tabella 4.1), da applicare ai valori medi di resistenza per scopi comparativi. Questi fattori di moltiplicazione riportano i livelli di resistenza misurati a quelli corrispondenti ad un tempo di invecchiamento di 30 minuti.

Invecchiamento	Fattore di moltiplicazione	Variazione percentuale
10 minuti	1,016	+1,6
20 minuti	1,006	+0,6
30 minuti	1,000	0
60 minuti	0,991	-0,9
120 minuti	0,982	-1,8
24 ore	0.947	-4.3

Tabella 4.1: fattori per la correzione dei valori medi di resistenza a un tempo di invecchiamento standard di 30 minuti

4.3 Bottiglie vuoto a rendere: effetto dei ripetuti passaggi in linea sulla resistenza meccanica

Le bottiglie "vuoto a rendere" sono un perfetto esempio di come il passaggio in linea di imbottigliamento, in questo caso ripetuto, si ripercuota negativamente sulla resistenza meccanica del contenitore. Le bottiglie soggette a reso presentano, dopo un certo tempo di permanenza sul mercato, una resistenza meccanica notevolmente inferiore rispetto alle bottiglie nuove. I danneggiamenti dati da sfregamenti e contatto ripetuto tra le bottiglie stesse sono la causa del decadimento delle proprietà meccaniche. Questi sono dovuti principalmente al trasporto, al passaggio ripetuto in linea e al rimaneggiamento.

Si riportano come esempio i dati ricavati da test a pressione interna e successiva analisi frattografica, su bottiglie diverse per forma, peso e capacità, sia da nuove che dopo un certo periodo di permanenza sul mercato.

4.3.1 Esempio n.1: Bottiglia di Acqua naturale

Il primo esempio che si riporta è quello di una bottiglia d'acqua naturale, di capacità 100 cl e di peso variabile tra i 430 e i 470 grammi (figura 4.5).



Figura 4.5: bottiglia d'acqua naturale, esempio n.1

Si riportano nelle tabelle che seguono, i dati ricavati per pressione di rottura, tensione di rottura e dimensione dei difetti critici misurati.

New									
P media (kg/cm ²)	P Push up (kg/cm ²)	P bearing surface (kg/cm ²)	P Upper contact (kg/cm ²)	P Sidewall (kg/cm ²)	σ Push up (MPa)	σ bearing surface (MPa)	σ Upper contact (MPa)	σ sidewall (MPa)	
$16,5\pm4,1$	16,7±4	15,9±4,2	19,1±4,6	16,7±2,9	57±13,4	62,8±16,1	55,7±18,3	47,5±9,6	
	5%	63%	13%	18%					

 Tabella 4.2: dati di pressione di rottura e tensioni di rottura per le diverse zone della bottiglia nuova

	Returned									
P media	Р	Р	Р	Р	σ	σ	σ	σ		
(kg/cm^2)	Push up	bearing	Upper	Sidewall	Push up	bearing	Upper	sidewall		
	(kg/cm^2)	surface	contact	(kg/cm^2)	(MPa)	surface	contact	(MPa)		
	_	(kg/cm^2)	(kg/cm^2)	_		(MPa)	(MPa)			
8,6±1,6	7,7±2	8±1,4	9±1,4	-	33,3±8,7	31,4±7,1	25,8±3,9	-		
	10%	27%	63%	0%						

Tabella 4.3: dati di pressione di rottura e tensioni di rottura per le diverse zone della bottiglia returned

Dimensione difetti		New							
	a (mm)	2c (mm)	t (mm)	a/c	a/t				
Push up	0,031±0,010	$0,276\pm0,274$	4,7±0,88,	45%	1%				
Bearing	0,043±0,033	$0,167\pm0,120$	$3,24\pm0,41$	67%	1%				
surface									
Upper contact	$0,069\pm0,058$	0,229±0,224	1,62±0,2	67%	4%				

 Tabella 4.4: dimensione dei difetti misurati nelle varie zone per le bottiglie nuove

Dimensione difetti		Retur	ned		
	a (mm)	2c (mm)	t (mm)	a/c	a/t
Push up	0,180±0,133	0,552±0,215	4,25±0,79	67%	5%
Bearing	0,246±0,196	$0,788\pm0,479$	$3,83\pm0,68$	63%	6%
surface					
Upper contact	0,253±0,088	0,970±0,356	$1,7\pm0,24$	54%	15%

 Tabella 4.5: dimensione dei difetti misurati nelle varie zone per le bottiglie returned

Per questa bottiglia la diminuzione di resistenza a pressione è notevole. Le bottiglie ritirate dal mercato hanno, in media, una resistenza a pressione quasi dimezzata (si ricorda comunque che questa bottiglia non era destinata a contenere bevande carbonate). Per questa bottiglia i danneggiamenti maggiori avvengono nella zona del contatto spalla, zona in cui più della metà delle bottiglie *returned* si rompe.

In tabella 4.2 e 4.3 sono riportati anche i valori medi di tensione che causano la rottura. Per tutte le zone considerate si ha una diminuzione di tensione media a rottura: questo è dovuto alla presenza di difetti, ossia concentratori di sforzo, molto più grandi rispetto a quelli presenti sulle bottiglie nuove. È chiaro che tutte le zone vengono danneggiate abbastanza pesantemente, tuttavia se si va a considerare il valore medio di a/t, ossia la profondità della cricca rispetto allo spessore, si nota che l'aumento maggiore si ha per i difetti posizionati sulla zona del contatto superiore.

Le tabelle 4.4 e 4.5 riportano le dimensioni medie dei difetti misurate per le diverse zone della bottiglia. La profondità e la lunghezza media delle cricche aumenta notevolmente in tutte e tre le zone considerate.

4.3.2 Altri esempi: bottiglie di birra

Ovviamente un solo esempio non può essere esplicativo di come le bottiglie vengono danneggiate in uso. Infatti, andando a valutare i danneggiamenti di bottiglie di forma e pesi diversi, si ottengono valori diversi e fratture che originano con maggiore probabilità in punti diversi, a causa della geometria.



Posizione	Bottiglie Birra 33cl - 300 g						
difetti	a (mm)	2c (mm)	t (mm)	a/c	a/t		
Push Up	302±113	1305±511	5,67±0,86	52%	5%		
(66%)							

Figura 4.6: bottiglia di birra 33cl, 300g

La bottiglia di birra in figura 4.6, ad esempio, si rompe preferenzialmente dalla zona della picura. I difetti misurati, come si vede, sono molto gravosi. La bottiglia presenta un fondo con una bassa concavità, più soggetto a possibilità di danneggiamento.

Sand and	
100000	
	· .
1000000	
100000	
	•
13	11 21
1	4
	• • • • •
	and the second second
	•
	and the second second second
and the second second	A CONTRACTOR
	•

Posizione	Bottiglie Birra 20cl - 200 g							
difetti	a (mm)	2c (mm)	t (mm)	a/c	a/t			
Upper contact	221±80	813±243	2,57±0,3	55%	9%			
(37.9%)								
Bearing	253±203	803±486	4,65±0,72	62%	5%			
surface								
(33.9%)								
Sidewall	221±111	867±432	$2,57\pm0,57$	54%	8%			
(13.6%)								
Push up	95±40	383±201	4,65±0,29	52%	2%			
(11.4%)								

Figura 4.7: bottiglia birra 20cl, 200g

La seconda bottiglia considerata (figura 4.7) si comporta in modo diverso. I difetti più gravosi sono distribuiti tra contatto spalla e superficie d'appoggio. A differenza della precedente, i danneggiamenti nella zona del fondo sono molto meno gravosi. Questo potrebbe essere dovuto in parte alla geometria della bottiglia, ma anche dai processi di maneggiamento e trasporto delle bottiglie.

L'ultima bottiglia invece (figura 4.8) presenta difetti sulla zona del contatto superiore (di cui sono visibili i danneggiamenti anche in foto) e sulla picura. I danneggiamenti hanno dimensioni mediamente maggiori rispetto a quelli della bottiglia 4.7, probabilmente anche a causa della diversa massa dei due contenitori.

	Posizione		Bottiglie Bi	rra 50cl - 379) g	
	difetti	a (mm)	2c (mm)	t (mm)	a/c	a/t
÷	Upper contact (39.4%)	304±123	1025±437	2,90±0,46	62%	11%
	Push up (39.4%)	214±109	701±386	4,99±073	65%	4%
	Bearing surface (14.5%)	339±229	905±385	4,81±079	74%	7%

Figura 4.8: bottiglia birra 50cl, 379g

Nonostante tutte queste bottiglie appartengano alla stessa categoria (bottiglie di birra), e quindi presumibilmente vengano processate mediante macchine della stessa tipologia, a causa della geometria e, probabilmente, a causa di caratteristiche diverse per ogni impianto, si comportano in modo totalmente diverso, e presentano danneggiamenti di dimensioni differenti e in diverse posizioni.

4.3.3 Simulazioni bottiglie "vuoto a rendere": dati storici

Per valutare l'effetto del simulatore di linea su bottiglie di questo tipo, sono stati condotti test utilizzando i parametri suggeriti dal manuale (bottiglie piene e bagnate), andando a variare i tempi di permanenza nella macchina. Queste prove hanno evidenziato che per tempi maggiori di 15 minuti, la diminuzione di resistenza a pressione non è più sensibile (tabella 4.6). Inoltre, andando a rappresentare i dati di pressione a rottura secondo una statistica di Weibull, per tempi pari o superiori a 15 minuti, le curve ottenute sono comparabili.

Oltre a questo, le prove hanno evidenziato come, nel simulatore, le bottiglie si danneggino soprattutto nelle zone di contatto (in questo caso superiore e inferiore), a differenza di quanto accade realmente. Infatti bottiglie uguali a quelle simulate, ritirate dal mercato, mostravano percentuali di rottura maggiori nella zona d'appoggio o sul fondo.

Campione	Durata	$p_{avee} \pm$	Deviazione		% di rottura	
	[min]	STD [kg/cm ²]	STD della media [kg/cm ²]	bearing surface [%]	heel contact [%]	shoulder contact [%]
LS0	0	$34,9 \pm 4,8$	1,0	96,0%	0,0%	0,0%
LS1	1	$28,3 \pm 4,6$	0,9	60,0%	4,0%	32,0%
LS5	5	$26,5 \pm 2,4$	0,5	23,5%	20,6%	52,9%
LS10	10	$24,6 \pm 2,5$	0,5	9,1%	38,6%	50,0%
LS15	15	$24,1 \pm 2,8$	0,6	15,6%	56,3%	28,1%
LS20	20	$23,9 \pm 2,4$	0,5	16,7%	60,0%	23,3%

 Tabella 4.6: prove di simulazione su bottiglie returnable. Per ogni prova sono stati considerati 25 campioni

4.4 Effetto sulle bottiglie One-Way

Anche le bottiglie cosiddette *"one way"*, ossia non soggette a reso, manifestano una diminuzione della resistenza meccanica dopo il passaggio in linea di imbottigliamento, e una conseguente diminuzione della resistenza a pressione interna.

Ci si accorge subito, osservando sia le pressioni a rottura, sia le dimensioni dei difetti critiche, che ogni linea può essere considerata come un caso a sé e non è possibile generalizzare andando a definire un decadimento di resistenza a pressione o un incremento della dimensione dei difetti "standard".

Sono state prese in considerazione due tipologie di bottiglie, che transitano attraverso due diverse linee: una bottiglia di spumante di capacità 75 cl per 429 grammi di peso, a cui ci si riferirà come *campione 1*, e una bottiglia di acqua di capacità 100 cl per 470 grammi di peso, a cui ci si riferirà come *campione 2*.



Figura 4.9: campione 1



Figura 4.10: campione 2

Di entrambi i campioni, sono state testate a pressione interna bottiglie sia nuove che passate attraverso la linea. Per tutti i campioni è stata svolta una analisi frattografica, per determinare la dimensione e la tipologia del difetto che aveva causato la rottura.

Andando confrontare le posizioni di rottura delle due diverse bottiglie, si nota immediatamente che la geometria influenza i punti preferenziali di rottura, o meglio, determini quali zone risultino essere maggiormente danneggiate in seguito al passaggio in linea.



4.4.1 Campione 1

Figura 4.11: posizioni di rottura a confronto per bottiglie as received e after filling, campione 1. In ordinata è riportata l'altezza a cui è stata misurata l'origine della frattura, mentre in ordinata è stata riportata la posizione angolare rispetto un punto fissato uguale per tutte le bottiglie.

Campione 1	p media 1 min	p media UC 1	a UC	2c UC	t UC	a/c UC	a/t UC
	(kg/cm^2)	min (kg/cm ²)	(µm)	(µm)	(mm)		
As Received	33,2±7	30,3±6,7	58 ± 31	179 ± 115	2,21 ± 0,38	72%	3%
After Filling	26,3±6,5	26,5±6,1	57 ± 32	217 ± 119	$1,99 \pm 0,34$	57%	3%

 Tabella 4.7: dati ottenuti per il campione 1 da campionature di 120 bottiglie. Con UC ci si riferisce alla zona di contatto superiore (upper contact)

In tabella 4.7 sono riportati i valori di pressione media di rottura a 1 minuto e per la zona di contatto superiore. Sono poi riportati, per questa zona di rottura, le dimensioni medie dei difetti misurate al microscopio.

Per il campione 1 si può notare come le zone più gravose e da cui origina la frattura, per bottiglie nuove, siano la zona di contatto superiore (40,8%) e la superficie d'appoggio (28,3%). Dopo riempimento, la zona più gravosa resta il contatto spalla, ma con una percentuale di bottiglie rotte in questa zona, sul totale, maggiore rispetto al precedente (64,2%). Dal momento che questi erano risultati essere i danneggiamenti più gravosi, sono stati misurate le dimensioni solo di questi difetti. Si è potuto appurare che le dimensioni dei difetti in questa zona per bottiglie *as received* e *after filling* sono ampiamente comparabili. In effetti, la diminuzione di pressione media al contatto superiore tra bottiglie nuove e *after filling* è molto bassa, andando anche a considerare la deviazione associata alla misura.



Figura 4.12: istogrammi della frequenza della profondità di cricca e della larghezza dei difetti per le bottiglie as received e after filling, del campione 1.

Il fatto che bottiglie nuove e bottiglie che sono passate attraverso una linea abbiano danneggiamenti confrontabili non è di facile spiegazione. C'è tuttavia una considerazione da fare: le due tipologie di bottiglie sono state trasportate con imballaggi diversi. Mentre le bottiglie *after filling* sono state imballate singolarmente e con molta cura, per cui è lecito

aspettarsi che i danneggiamenti misurati rispecchino realmente quelli prodotti dalla linea in questione, le bottiglie *as received* sono state trasportate in pallet, e tra loro accostate; è quindi possibile che alcuni danneggiamenti siano stati prodotti dal trasporto e dal mutuo sfregamento delle bottiglie stesse.

Chiaramente non è possibile accertare questa ipotesi, anche se, con i dati disponibili, sembra essere plausibile.

Se invece si ammette che i danneggiamenti misurati nei due casi rispecchino la realtà, è possibile fare considerazioni diverse. Si immagini che effettivamente la linea produca danneggiamenti delle stesse dimensioni di quelli che si trovano sulle bottiglie nuove, uscite dalla produzione. È possibile immaginare che, nel caso in esame, nella linea si producano danneggiamenti della stessa entità ma con maggiore frequenza, per cui è più probabile che un danneggiamento vada ad interessare una zona per cui risulta essere un difetto critico. In questo caso entrano in gioco considerazioni sulla variazione dello spessore della parete di vetro. Infatti, idealmente, la bottiglia in ogni sua sezione presenta uno spessore uniforme, ma nella realtà così non è, perchè il soffiaggio finale è sempre una fase critica della formatura, e a causa di raffreddamenti non uniformi della massa di vetro si possono avere variazioni di viscosità che determinano variazioni dello spessore. È possibile infatti che, per bottiglie appartenenti a lotti di produzione diversi, gli spessori possano variare in modo tale da determinare una pressione di rottura minore.

È chiaro quindi che, se in una linea, il difetto si produce uniformemente in tutte le posizioni angolari per una stessa zona del contenitore, la probabilità che esso vada ad interessare un punto in cui lo spessore è minore è più elevata rispetto che nelle bottiglie *as received* e pertanto la rottura avverrà a pressione inferiore. In effetti, ritornando alla tabella 4.7, la media degli spessori all'origine di frattura delle bottiglie *after filling* è risultata essere minore rispetto a quella calcolata per le *as received*, probabilmente perchè appartenenti a un diverso lotto di produzione.





Figura 4.13: posizioni di rottura a confronto per bottiglie as received e after filling, campione 2.

Campione	p media 1	p media UC	а	2c	t	a/c	a/t
$\overline{2}$	min	1 min	UC	UC	UC	UC	UC
	(kg/cm^2)	(kg/cm^2)	(µm)	(µm)	(mm)		
As	$28,3 \pm 5$	$28,4 \pm 4,9$	93 ± 41	269 ± 107	$2{,}79\pm0{,}34$	74%	3%
Received							
After	$20,4 \pm 3$	$22,3 \pm 2,2$	166 ± 45	519 ± 200	$2{,}97 \pm 0{,}31$	70%	6%
Filling							

Tabella 4.8: dati ottenuti per il campione 2 da campionature di 100 bottiglie

Il grafico riportato in figura 4.13 rappresenta i dati forniti dal campione 2. In questo caso è evidente come le zone di rottura preferenziali si spostino dalla zona di contatto spalla (87%), per le bottiglie nuove, alla zona della superficie di appoggio (27%) e picura (53%), per le bottiglie passate in linea. In questo caso l'analisi frattografica ha evidenziato come i difetti critici in picura, zona inusuale, fossero presumibilmente causati da un malfunzionamento della linea di imbottigliamento stessa in qualche punto. A parte ciò, i danneggiamenti più critici si ritrovano ad essere sulla superficie d'appoggio. Questo caso è molto diverso dal precedente e dà una prima idea del perchè non sia possibile andare a generalizzare ciò che accade in una linea di imbottigliamento. Anche la dimensione dei danneggiamenti è molto diversa, anche se considerata per la zona di contatto superiore, nonostante le due bottiglie presentino pesi simili.

	Upper c	ontact	Push	-Up
	$\sigma_{1\min}$ (MPa)	$\sigma_{20}(MPa)$	$\sigma_{1\min}(MPa)$	$\sigma_{20}(MPa)$
New	$47,4 \pm 7,6$	32,1 ± 4,2	67,9 ± 15,6	39,4 ± 2,9
After filling	32 ± 3,4	27,4 ± 3,4	$40,4 \pm 5,8$	37,9 ± 4,9

I valori delle tensioni calcolate sono riportati in tabella 4.9.

Si nota che lo sforzo equivalente all'applicazione di pressione per 1 minuto medio (σ_{1min}) diminuisce in tutte e due le zone considerate. La diminuzione maggiore si ha per la zona del fondo, che risulta infatti quella da cui originano in percentuale maggiore le fratture. È interessante notare che lo sforzo a pressione determinata (σ_{20}) non subisce notevoli variazioni, indice che la distribuzione vetro è costante.

In figura 4.13 vengono riportati gli istogrammi corrispondenti alle distribuzioni delle dimensioni dei difetti sul punto di contatto superiore.



Figura 4.13: istogrammi della dimensione dei difetti sul punto di contatto superiore per il campione 2, per bottiglie as received e after filling. A sinistra, sopra e sotto, sono riportati i grafici per la profondità di cricca a, mentre a destra sono riportati gli istogrammi della larghezza di cricca 2c.

Tabella 4.9: dati di tensioni a rottura calcolate per le bottiglie nuove e after filling
Effettivamente, già dai dati medi era possibile riscontrare un aumento rilevante sia della profondità di cricca che della sua larghezza, passando dalle bottiglie nuove a quelle passate in linea. Come si vede, le distribuzioni si spostano verso destra, per cui il massimo in media aumenta.

4.5 Simulazioni effettuate

Avendo a disposizione una numerosità molto alta di bottiglie di spumante, su queste sono stati condotti la maggior parte dei test.

Le bottiglie sono state simulate per tempi e scorrimenti diversi, per andare a valutare l'influenza di questi parametri sul danneggiamento indotto e quindi sulla resistenza a pressione interna. Sono stati inoltre condotti dei test preventivi per valutare se la resistenza a pressione venisse influenzata dal tempo di riposo del campione tra la simulazione e il test a pressione interna, per tempi superiori alle 24 ore.

4.5.1 Test a 1 e 2 giorni di distanza

Due gruppi di bottiglie, da 60 campioni ciascuno, sono state simulate con gli stessi parametri; per la simulazione si è scelto di usare i parametri indicati dal manuale del simulatore come condizioni per ottenere una resistenza a pressione interna comparabile con quella di bottiglie dopo riempimento.

Le bottiglie quindi sono state simulate 1 minuto da vuote, bagnate, utilizzando il cuneo per il danneggiamento del fondo, con uno slittamento del 20% partendo da 35 giri/min. Il primo gruppo da 60 bottiglie è stato rotto a pressione interna dopo 24 ore, il secondo gruppo dopo 48 ore.

Questo test è stato eseguito per valutare quale fosse l'influenza del tempo di riposo sulla resistenza a pressione delle bottiglie. Infatti, lo stesso manuale indicava come tempi di riposo inferiori a 30 minuti potessero inficiare i risultati della prova, e forniva dei coefficienti di correzione per prove condotte da 10 minuti dopo la simulazione a 24 ore dopo, prendendo come tempo standard di giacenza 30 minuti.

Rispettivamente 49 bottiglie e 53 bottiglie (su 60) si sono rotte dal contatto spalla, per i gruppi testati a pressione interna dopo 24 e 48 ore. Da questi dati è possibile ricavare già una prima informazione: almeno per queste bottiglie, il danneggiamento maggiore nel simulatore avviene nella zona di contatto spalla, come nel caso del passaggio in linea.

I risultati ottenuti sono riportati in tabella 4.10.

	P rottura	%	P rottura	a	2c	t	a/c
	1 min	rottura	1 min	Contatto	Contatto	Contatto	Contatto
	(kg/cm^2)	da	contatto	spalla	spalla	spalla	spalla
		contatto	spalla	(µm)	(µm)	(mm)	
		spalla	(kg/cm^2)				
Test 1	$20\pm 5,6$	83,1%	19,2±4,9	$0,194\pm0,081$	$0,560\pm0,228$	2,31±0,35	70%
giorno							
Test 2	19,3±5,5	88,3%	19,5±5,6	$0,179\pm0,088$	0,521±0,229	2,28±0,25	69%
giorni							

 Tabella 4.10: Valori medi di pressione a rottura e dimensione dei difetti critici per bottiglie simulate con le stesse condizioni, ma testate a pressione interna dopo 1 e 2 giorni.

Sia i valori di pressione di rottura che le dimensioni dei difetti sono confrontabili. Si è appurato quindi che per tempi superiori a 24 ore e fino a 48 ore non vi siano grandi differenze per quanto concerne la pressione di rottura. In figura 4.15 sono riportati i valori della profondità di cricca per i campioni lasciati a riposo un giorno e due giorni, rappresentati secondo la statistica di Weibull: le due distribuzioni sono equivalenti. Si vuole inoltre far presente che, la non linearità delle distribuzioni, è dovuta al fatto che la rappresentazione è stata fatta su un grafico in cui solo la scala delle ordinate è di tipo logaritmico.



Figura 4.15: valori di 1/\da rappresentati secondo una distribuzione di Weibull, per bottiglie lasciate riposare 24 e 48 ore prima del test a pressione interna. Le distribuzioni sono equivalenti.

È comunque interessante notare come i valori ottenuti, sia di pressione che di dimensione del danneggiamento, non siano neanche lontanamente comparabili con quelli ottenuti dai campioni prelevati dopo il passaggio in linea. È chiaro che le indicazioni date dal manuale non possono essere applicate in modo sistematico ad ogni tipologia di bottiglia. Nel caso specifico, il danneggiamento causato dal simulatore è molto più gravoso di quello dato dalla linea. Come prima ipotesi, potrebbe essere plausibile affermare che il simulatore fosse stato tarato e concepito basandosi sui dati ottenuti da linee più vecchie, e quindi meno efficienti dal punto di vista del danneggiamento, rispetto a quelle attuali.

4.5.2 Effetto della durata del trattamento di degrado

Sono stati condotti test variando il tempo di permanenza nel simulatore, mantenendo costante il valore dello slittamento: si è tenuto come standard uno slittamento del 20% partendo da 35 giri/min.

Le bottiglie sono state testate per 30 secondi (i danneggiamenti a 1 minuto erano troppo gravosi), a 1 minuto e a 5 minuti, per andare a valutare l'influenza del tempo di permanenza nel simulatore sulla resistenza a pressione, e quindi sul danneggiamento.

	Numero bottiglie rotte	Pressione media UC (kg/cm^2)	a media UC (mm)	2c media UC (mm)	Spessore (mm)
	abrasione	(kg/cm)			
LS 5 minuti b,v,s	54 (su 60)	13,7 ± 1,9	$0,243 \pm 0,062$	0,811 ± 0,219	2,1 ±0,9
LS 1 min b,v,s 05/07- 06/07	42 (su 60)	19,2 ± 4,9	0,194 ± 0,081	0,560 ± 0,228	2,3 ±0,4
LS 1 min b,v,s 05/07- 07/07	47 (su 60)	19,5 ± 5,6	0,179 ± 0,088	0,521 ± 0,229	$2,2 \pm 0,3$
LS 30 secondi b,v,s	48 (su 60)	17,2 ± 2,5	0,176 ± 0,059	0,510 ± 0,213	2,1 ± 0,2

 Tabella 4.11: valori medi di pressione e dimensione dei difetti critici per bottiglie simulate in condizioni di slittamento costante e tempo variabile.



Figura 4.16: istogramma della frequenza di profondità di cricca per i diversi tempi di simulazione.



Figura 4.17: istogramma della frequenza della lunghezza di cricca per diversi tempi di simulazione

Dai dati ottenuti sembra che tempi di 30 secondi portino a danneggiamenti, e quindi a resistenza a pressione, equivalenti a quelli ottenuti per 1 minuto. La durata ha effetto per tempi superiori, infatti per 5 minuti di simulazione il danneggiamento risulta essere, in media, più gravoso. Inoltre, per 5 minuti di simulazione, non sono più rilevati i danneggiamenti di piccole dimensioni. I difetti di maggiori dimensioni hanno un effetto di censura su quelli più piccoli.

Sembra inoltre che l'effetto maggiore si abbia sulla larghezza del difetto, più che sulla profondità. In effetti, l'analisi frattografica su campioni simulati 5 minuti ha evidenziato difetti sovrapposti (figura 4.18), che non si riscontrano nei campioni prelevati per tempi di simulazione inferiori.

In figura si notano chiaramente due cricche semiellittiche accostate. In questo caso il difetto produce un'intensificazione della tensione pari a un difetto di uguale profondità e di lunghezza pari alla lunghezza totale delle due cricche sovrapposte.

Il grafico in figura 4.19 mostra i dati dell'inverso della radice quadrata della profondità di cricca, rappresentati secondo una distribuzione alla Weibull. Come prima cosa appare subito chiaro che le simulazioni effettuate non danno risultati comparabili a quelli riscontrati per le bottiglie *after filling*, nemmeno per un tempo di simulazione di 30 secondi. I dati delle bottiglie *after filling*, rappresentati in rosso, differiscono totalmente dalle altre distribuzioni.

La distribuzione dei difetti delle bottiglie simulate 1 minuto si discosta nella zona in basso a sinistra rispetto ai dati corrispondenti alle bottiglie simulate 30 secondi, indice che i danneggiamenti più gravosi aumentano di dimensioni. In generale però, le due distribuzioni possono essere considerate equivalenti.

Il contrario accade per le distribuzioni dei dati ricavati dalle simulazioni di 1 minuto e 5 minuti. In questo caso appare chiaro che i danneggiamenti minimi misurati per 5 minuti di simulazione sono più gravosi rispetto ai danneggiamenti per tempi inferiori. La dimensione massima dei difetti, invece, non si discosta molto da quella misurata per le bottiglie simulate 1 minuto.



Figura 4.18: immagine della cricca che ha causato la frattura (sopra) e immagine della superficie abrasa in corrispondenza dell'origine (sotto). Si nota che la cricca all'origine è formata da due cricche semiellittiche adiacenti.



Figura 4.19: valori di 1/√a rappresentati secondo una distribuzione di Weibull, per i diversi tempi di simulazione. Gli intervalli di confidenza si riferiscono ai dati delle bottiglie simulate 30 secondi.

In figura 4.20, 4.21 e 4.22 sono riportati degli esempi di cricche misurate per i diversi tempi di simulazione. Si nota che l'effetto maggiore, sopra il minuto, è l'allungamento della cricca. Le cricche, a tempi maggiori, cambiano forma, risultando sempre semiellittiche ma più allungate. Per tempi elevati di simulazione, le abrasioni diventano evidenti anche a occhio nudo. In figura 4.23 è riportata la foto di una bottiglia simulata 5 minuti. La freccia rossa indica la zona in cui sono presenti le abrasioni.



Figura 4.20: cricca da abrasione; Line Simulator AGR 30 secondi, bottiglie vuote, bagnate, con cuneo per l'abrasione del fondo, slittamento 20% da 35 giri/min.



Figura 4.21: cricca da abrasione; Line Simulator AGR 1 minuto, bottiglie vuote, bagnate, con cuneo per l'abrasione del fondo, slittamento 20% da 35 giri/min.



Figura 4.22: cricca da abrasione; Line Simulator AGR 5 minuti, bottiglie vuote, bagnate, con cuneo per l'abrasione del fondo, slittamento 20% da 35 giri/min.



Figura 4.23: bottiglia simulata 5 minuti. La freccia rossa indica i danneggiamenti da abrasione ben visibili sulla superficie della bottiglia, nella zona del contatto spalla.

4.5.3 Effetto dello slittamento

Per andare a valutare l'effetto dello slittamento sono stati condotti tre test con uguali tempi di permanenza nel simulatore, e diversi slittamenti: primo test con slittamento 0%, secondo test con slittamento 10% e terzo test con slittamento 20%.

Effettivamente, per tempi uguali di permanenza, sembra che lo slittamento sia il parametro che incide in modo più gravoso sulla severità dei difetti.

Grazie ai grafici rappresentati in figura 4.24 e 4.25 è possibile notare come la distribuzione di difetti si sposti progressivamente verso massimi sempre più alti, sia in termini di profondità che in termini di lunghezza del difetto.



Figura 4.24: istogramma della profondità di cricca in funzione dello slittamento impostato



Figura 4.25: istogramma della lunghezza di cricca in funzione dello slittamento impostato

Ipotizzando una distribuzione vetro uniforme, questo comporta una progressiva diminuzione di resistenza meccanica, effettivamente riscontrata.

In tabella 4.12 vengono riportati i valori misurati.

	Numero	Pressione	a media UC	2c media UC	Spessore
	bottiglie rotte	media UC	(mm)	(mm)	(mm)
	UC -	(kg/cm^2)			
	abrasione				
LS 0%	24 (su 60)	$26,7 \pm 5,5$	$0,060 \pm 0,027$	$0,220\pm0,168$	$2,06 \pm 0,39$
slittamento					
LS 10%	49 (su 60)	$19 \pm 4,2$	$0,141 \pm 0,062$	0,430±0,227	$2,06 \pm 0,34$
slittamento					
LS 20%	43 (su 60)	$19,2 \pm 4,9$	$0,194 \pm 0,081$	$0,560\pm0,228$	2,31 ±0,35
slittamento					

 Tabella 4.12: Risultati ottenuti dalle bottiglie testate dopo simulazioni a tempi costanti e slittamenti variabili.

È importante andare a commentare gli spessori medi di parete misurati. Nei primi due gruppi di bottiglie gli spessori sono molto simili: per questo cricche mediamente più gravose portano la resistenza a pressione a diminuire notevolmente. Nel caso del penultimo ed ultimo gruppo invece, se si andasse solo a valutare la resistenza a pressione, si andrebbe a concludere che i danneggiamenti prodotti per uno slittamento del 10% e del 20% sono comparabili. L'analisi frattografica rivela invece che non è così, e che il fatto che cricche più gravose portino a una resistenza a pressione comparabile è dovuto allo spessore medio maggiore per questo secondo gruppo di bottiglie testate.

Se si vanno a rappresentare secondo una distribuzione di Weibull le dimensioni delle cricche misurate, si nota come questi gruppi appartengano a distribuzioni diverse non sovrapponibili.

Il grafico in figura 4.26 rappresenta i dati di $1/\sqrt{a}$ secondo una distribuzione alla Weibull. In blu sono rappresentati i dati corrispondenti ad uno slittamento dello 0% e in rosso i dati ottenuti dalle bottiglie *after filling*. Le due distribuzioni sono sovrapponibili e stanno all'interno degli intervalli di confidenza. Per il campione 1, questo settaggio del simulatore di linea riesce a riprodurre i danneggiamenti dati dalla linea. In verde e in arancione sono rappresentati rispettivamente i dati ottenuti con uno slittamento del 10% e del 20%. Le curve si spostano verso sinistra, ossia verso danneggiamenti più gravosi. Le due curve non sono sovrapponibili e mostrano l'aumento della severità del danneggiamento con lo slittamento applicato.

Si vuole ricordare che il manuale del simulatore raccomandava uno slittamento di almeno il 20%. È stato tuttavia appurato che, slittamenti imposti molto elevati non permettono di condurre alcuna prova. Le bottiglie infatti si bloccano a livello del cancelletto e non riescono più a proseguire.



Figura 4.26: distribuzione di Weibull dell'inverso della radice quadrata del difetto, per slittamenti impostati diversi e tempi di simulazione mantenuti costanti



Figura 4.27: cricca da abrasione; Line Simulator AGR 1 minuto, bottiglie vuote, bagnate, con cuneo per l'abrasione del fondo, slittamento 0% da 35 giri/min.



Figura 4.28: cricca da abrasione; Line Simulator AGR 1 minuto, bottiglie vuote, bagnate, con cuneo per l'abrasione del fondo, slittamento 10% da 35 giri/min.

4.5.4 Dati del campione 2

Per il campione 2 (bottiglie per acqua minerale) sono state simulate 54 bottiglie, e 39 di queste (72,2%) si sono rotte dalla zona del contatto superiore, mentre solo 10 (18,5%) si sono rotte dalla zona di appoggio, a differenza di quanto accadeva per le stesse bottiglie transitate in linea.

Si riportano i dati di pressione di rottura e dimensione delle cricche delle bottiglie testate a confronto con i dati ricavati dalle bottiglie *as received* e *after filling*.

	p media 1	p media	а	2c	t	a/c	a/t
	min	UC 1 min	UC	UC	UC	UC	UC
	(kg/cm^2)	(kg/cm^2)	(µm)	(µm)	(mm)		
As Received	$28,3 \pm 5$	$28,4 \pm 4,9$	93 ± 41	269±107	2,79±0,34	74%	3%
After Filling	$20,4 \pm 3$	$22,3 \pm 2,2$	166 ± 45	519±200	2,97±0,31	70%	6%
Line simulator	$21,2 \pm 3,5$	$21,5 \pm 3,4$	137 ± 60	394±176	2,74±0,23	71%	5%
1 minuto,							
vuote,							
bagnate,							
cuneo -							
slittamento							
20%							

 Tabella 4.13: tabella della pressione di rottura del campione 2, per le bottiglie nuove, after filling e simulate nelle condizioni consigliate dal simulatore.

In questo caso i danneggiamenti ottenuti utilizzando le specifiche date dal manuale risultano essere comparabili con quanto misurato sulle bottiglie transitate attraverso la linea di imbottigliamento. Come si vede, sia profondità che larghezza di cricca sono confrontabili, anche se in media i danneggiamenti dati dal simulatore sono meno gravosi. Inoltre, la forma delle cricche è congruente con quella trovata sui campioni testati.

Il fatto che le bottiglie siano *returnable* influenza il trattamento superficiale. Ci si aspetta che, per bottiglie che devono passare ripetutamente in linea, il trattamento superficiale sia più performante e renda più difficile il danneggiamento per abrasione. Questo spiegherebbe come mai il danneggiamento medio, in questo caso, sia meno gravoso rispetto a quello misurato per il campione 1, nelle stesse condizioni di test.

Allo stesso tempo però è presumibile che la linea in cui transitano le bottiglie del campione 2 sia costituita da elementi che ne aumentano la gravosità, e danneggiano più severamente le bottiglie, visto che la dimensione media dei difetti, misurata in bottiglie *after filling*, è molto maggiore rispetto a quella del campione 1 nonostante i pesi molto simili.

In figura 4.29 e 4.30 sono riportati gli istogrammi ottenuti per la profondità e la lunghezza di cricca sul punto di contatto superiore. Si vede chiaramente che, sebbene le distribuzioni delle

dimensioni dei difetti sulle bottiglie simulate e su quelle dopo passaggio in linea non siano sovrapponibili, la simulazione protratta per 1 minuto in condizioni di bottiglie vuote e bagnate, con slittamento del 20%, riproduce un danneggiamento sulla parete del contenitore comparabile a quello inferto realmente dalla linea di imbottigliamento.



Figura 4.29: istogramma della profondità di cricca per i campioni nuovi, dopo riempimento e simulati 1 minuto con uno slittamento del 20%



Figura 4.30: istogramma della lunghezza di cricca per campioni nuovi, dopo riempimento e simulati 1 minuto con uno slittamento del 20%



Figura 4.31: rappresentazione dei dati della profondità di cricca secondo una distribuzione alla Weibull. I dati ottenuti dalla simulazione non sono comparabili con quelli ottenuti dopo riempimento

In figura 4.31 sono rappresentati i dati della radice quadrata della profondità di cricca $1/\sqrt{a}$ secondo una distribuzione di Weibull, che evidenzia come i danneggiamenti fatti dal simulatore non siano perfettamente sovrapponibili a quelli dati dalla linea, mentre danneggiamenti più severi siano confrontabili. Tuttavia, è necessario considerare la variazione statistica associata alle misure.

4.5.5 Altre considerazioni

4.5.5.1 Bottiglia utilizzata e spessore di parete

La bottiglia a cui ci si è riferito come *campione 1* è una bottiglia appartenente alla famiglia delle cosiddette *lightweight*. Le bottiglie lightweight sono bottiglie molto più leggere delle normali bottiglie di uguale capacità normalmente utilizzate. Sono ottenibili grazie ai progressi tecnologici nel campo della formatura del vetro e i vantaggi principali sono il minor peso, utile soprattutto per il trasporto, un minor utilizzo di materia prima e una minore massa di vetro conferita al riciclo, oltre che un complessivo minor impatto ambientale.

Le bottiglie, per essere commercialmente vendibili devono essere prodotte in grandi quantità e ad elevate velocità. Tuttavia, la formatura di un oggetto cavo è più complessa della formatura di un solido pieno. La complessità maggiore sta nel riuscire a fare in modo che il vetro si distribuisca in modo adeguato. Il processo di formatura inoltre può portare a microscopici danni superficiali: la soluzione adottata genericamente è un aumento dello spessore.

Ovviamente per poter avere bottiglie leggere e ugualmente performanti è necessario un adeguato design. Una ulteriore complessità è infatti data dal fatto che le bottiglie per vino spumante devono resistere alla pressione generata dal vino stesso. Oltre a ciò, le pressioni generate da vino spumante non sono uniformi ma dipendono molto anche dal processo di produzione del vino. La European Union Wine Regulation definisce un vino spumante come un vino che ha almeno una pressione di 3 bar a 20°C in un contenitore chiuso, anche se la maggior parte dei vini sono pressurizzati a 6 bar a 20°C.

Per la formazione delle bottiglie, oltre al tradizionale metodo soffio-soffio, ha preso piede anche il metodo NNPB ossia Narrow Neck Press and Blow. In questo caso, un punzone distribuisce il vetro all'interno dello stampo abbozzatore prima che avvenga il soffiaggio nello stampo finitore. Una delle principali differenze è che la distribuzione di vetro alla parete è migliorata tramite il processo NNPB, e questo contribuisce a diminuire il peso della bottiglia. Oltre a questo, una migliore distribuzione vetro determina prestazioni migliori dal punto di vista della resistenza meccanica, sia per gli urti che per il carico assiale, anche rispetto alle bottiglie non lightweight e anche dopo simulazione del processo di danneggiamento. Tuttavia, anche se test condotti su bottiglie identiche prodotte secondo BB o NNPB hanno dimostrato che quest'ultimo processo consente di ottenere una migliore distribuzione vetro, la maggior parte delle bottiglie resta tuttora prodotta mediante il metodo soffio-soffio. Il metodo NNPB viene infatti utilizzato solo per bottiglie di piccole dimensioni, questo perchè uno dei principali problemi riscontrati per grandi masse di vetro è l'eccessivo riscaldamento del punzone metallico che ne causa il deterioramento. Questo comporta da una parte un costo, per la manutenzione del punzone, e dall'altro problemi di residui metallici all'interno delle bottiglie che costituiscono concentratori di sforzo ben più critici che quelli dati dai danneggiamenti meccanici.

Quindi, come già detto, molto spesso le bottiglie vengono prodotte sovradimensionando gli spessori alla parete per sopperire alla difficoltà di ottenere una distribuzione vetro uniforme.

Concludendo, è chiaro che la distribuzione vetro della bottiglia riveste un ruolo molto importante. Più questa è uniforme, maggiore è la qualità del manufatto perchè non sussiste la possibilità che un danneggiamento vada ad interessare una zona di spessore minore e quindi diventi critico per pressioni non adeguate.

Per questo non è possibile andare solo a considerare la diminuzione di pressione che genera rottura, perchè la resistenza a pressione non è solo determinata dal danneggiamento, ma anche dallo spessore, e se questo non è uniforme si potrebbe giungere ad errate considerazioni.

4.5.5.2 Geometria della cricca

Dalle foto riportate nei paragrafi precedenti, si è visto come i danneggiamenti prodotti dal simulatore fossero in forma di cricche semiellittiche. Il rapporto a/c permette di valutare la geometria dei danneggiamenti misurati. Più questo rapporto è vicino a 1 (o 100%) più la cricca assume la forma di un semicerchio. Spostandosi verso valori di a/c sempre minori invece, si passa a cricche sempre più allungate, per le quali la lunghezza è la dimensione maggiore.

Condiz	zioni di maltrattamento	a/c	a/t
		(contatto spalla)	(contatto spalla)
	30 secondi, bottiglie vuote,	73%	8%
	bagnate, cuneo - 20%		
	slittamento		
	1 minuto, bottiglie vuote,	70%	8%
	bagnate, cuneo - 20%		
	slittamento		
Campione 1	(prova dopo 1 giorno)		
	1 minuto, bottiglie vuote,	69%	8%
	bagnate, cuneo - 20%		
	slittamento		
	(prova dopo 2 giorni)		
	5 minuti, bottiglie vuote,	61%	16%
	bagnate, cuneo - 20%		
	slittamento		
	1 minuto, bottiglie vuote,	61%	3%
	bagnate, cuneo - 0%		
	slittamento		
	1 minuto, bottiglie vuote,	71%	7%
	bagnate, cuneo - 10%		
	slittamento		
Campione 2	1 minuto, bottiglie vuote,	71%	5%
	bagnate, cuneo - 20%		
	slittamento		

In tabella 4.14 sono riassunti i risultati ottenuti.

Questi dati possono essere confrontati con quelli ottenuti dalle due linee, riportati in tabella 4.15.

Tabella 4.14: valori di a/c e a/t per i test effettuati

Linea	a/c (contatto spalla)	a/t (contatto spalla)
Campione 1 - bottiglia spumante	57%	3%
Campione 2 - bottiglia acqua	70%	6%
Tobello 1 15: valori di ale e	alt attenuti dalla hattialia af	ton filling

Tabella 4.15: valori di a/c e a/t ottenuti dalle bottiglie after filling

Per il campione 2 la simulazione con i parametri consigliati dal manuale ha riprodotto danneggiamenti confrontabili con quelli ottenuti dalla linea. Oltre alle profondità comparabili, anche la forma delle cricche è risultata essere geometricamente la stessa di quelle misurate sulle bottiglie after filling.

Per il campione 1, invece, le stesse condizioni hanno prodotto danneggiamenti non comparabili con quelli ottenuti dalla linea. Anche la forma delle cricche semiellittiche misurate è risultata essere differente. Variando le condizioni, e in particolare utilizzando uno slittamento nullo per un tempo standard di 1 minuto, sono state ottenute cricche, non solo di profondità confrontabili con quelle misurate per le bottiglie after filling, ma anche di geometria comparabile.

Dai dati ricavati sembra che il tempo di simulazione influenzi la forma delle cricche come già evidenziato. Spostandosi verso tempi maggiori, la cricca risulta essere più allungata, anche per il fenomeno di sovrapposizione dei danneggiamenti già descritto.

Il contrario accade passando da uno slittamento nullo a slittamenti sempre maggiori. Un valore nullo di slittamento ha prodotto difetti poco allungati. Slittamenti del 10% e 20% producono invece difetti di geometria confrontabile.

Per le due bottiglie, seppur diverse, tempi e slittamenti identici hanno prodotto cricche della stessa forma, anche se, come già detto, meno profonde per il campione 2.

Conclusioni

Utilizzando un simulatore di linea, sono stati studiati i parametri che influenzano il danneggiamento in una vera linea di imbottigliamento. I danneggiamenti meccanici prodotti in linea, a meno di eventi specifici, sono riconducibili a mutuo sfregamento tra bottiglie nelle zone di accumulo e danneggiamenti dati da alcuni macchinari critici, come l'etichettatrice. Il simulatore di linea permette di produrre danni da abrasione sulla superficie esterna delle bottiglie.

Benchè effettivamente i danni prodotti dal simulatore, per una stessa bottiglia nelle stesse condizioni, siano riproducibili, non è possibile andare a definire dei parametri standard universali che permettano di andare a studiare l'effetto di una linea di imbottigliamento su una bottiglia qualsiasi. Inoltre, pur conoscendo il danno prodotto dalla linea, non è possibile a priori andare a riprodurlo con il simulatore, perchè non sono note le correlazioni che determinano le relazioni tra il danno prodotto e la velocità impostata, il tempo di permanenza o lo slittamento.

È inoltre chiaro che bottiglie diverse, transitate in linee diverse si comportano in maniera differente alla rottura e presentano differenti zone di danneggiamento, eppure con il simulatore i danneggiamenti maggiori vengono prodotti sempre nelle stesse posizioni (contatto superiore o inferiore).

Alla luce di queste considerazioni, il simulatore di linea non sembra essere uno strumento valido nel caso si vogliano ottenere informazioni, ad esempio, sul design di una bottiglia appena prodotta, perchè non permette di andare a valutare l'effetto reale di una linea.

Il simulatore permette invece di studiare come, alcuni parametri, influenzino il danneggiamento prodotto per abrasione sulla superficie delle bottiglie.

Innanzitutto, test condotti variando solo il tempo di permanenza nel simulatore, hanno mostrato come tempi superiori a 1 minuto aggravino le dimensioni dei difetti sia in termini di profondità che di lunghezza di cricca. Tuttavia, considerando l'andamento iperbolico tra tempo di permanenza nel simulatore e gravità del danneggiamento, vi sarà un tempo oltre il quale non vi sarà più una sensibile caduta di pressione. Questo viene confermato da test condotti in precedenza, alla Stazione Sperimentale del Vetro, su bottiglie *returnable*: per tempi superiori a 15 minuti non si riscontrano evidenti differenze sui dati di resistenza a pressione.

Lo slittamento influenza notevolmente il danneggiamento. Tuttavia, risulta fisicamente impossibile andare a impostare, nel simulatore, slittamenti molto elevati: il cancelletto utilizzato per rallentare le bottiglie rispetto al disco motore arriva ad impedire totalmente il passaggio delle bottiglie già con slittamenti poco superiori al 20%. Passando da slittamenti nulli a slittamenti del 20% è possibile notare un progressivo aumento della gravosità dei

difetti, sia in profondità che in lunghezza. Maggiore è lo slittamento, e quindi il rallentamento rispetto al nastro trasportatore, maggiore è il danneggiamento sulle bottiglie.

Queste considerazioni possono essere trasposte al caso reale di una linea. Idealmente, una linea in cui vi siano tante zone di accumulo (bottiglie quasi ferme rispetto al nastro, per cui slittamento molto elevato) e, contemporaneamente, velocità in macchina molto elevate, porterà a bottiglie molto danneggiate. Al contrario, poche zone di accumulo e velocità non troppo elevate potrebbero garantire un danneggiamento minimo sulla superficie esterna delle bottiglie.

Il tempo di permanenza in linea è un altro parametro da considerare. Purtroppo, anche in questo caso, non è possibile generalizzare. Sono stati infatti misurati tempi di permanenza in linea della singola bottiglia (sempre grazie all'ausilio di una bottiglia strumentata), che vanno dagli 11 minuti ai 45 minuti. È chiaro che, se la maggior parte del tempo la bottiglia si trova in zone di accumulo, questo comporterà danneggiamenti abbastanza gravosi.

Un'ultima doverosa considerazione riguarda il trasporto. La bottiglia arriva all'utente finale non come appena uscita dall'imbottigliamento, ma dopo il trasporto. Ovviamente anche questa fase influisce notevolmente sul danneggiamento finale, e un parametro essenziale risulta essere l'imballaggio. Anche questo stadio, quindi, dovrebbe essere considerato e studiato adeguatamente.

Ringraziamenti

Innanzitutto ringrazio tutto il personale della Stazione Sperimentale del Vetro per avermi ospitata, e in particolare il mio tutor Alberto, per avermi istruito ed aver dato risposta alle mie domande, e i miei compagni di ufficio, Cristiano e Duccio, per la loro pazienza e gentilezza, senza i quali questa tesi non sarebbe stata possibile.

Un grazie doveroso va al professor Colombo, che ha accettato di farmi da relatore e ha dimostrato sempre piena disponibilità nei miei confronti e interesse per il mio lavoro di tesi.

Ringrazio poi Sebastiano, che mi ha sempre sostenuta e ha sopportato tutte le mie insicurezze durante questi anni, e chi prima di lui mi è stato vicino: grazie mamma, papà e Aurora.

Infine ringrazio i miei familiari e i miei compagni di avventura, gli amici dell'università e del liceo, e chi sta festeggiando con me oggi la fine di questo percorso.

Riferimenti

- 1. G. Scarinci, T. Toninato, B. Locardi (1977). "Vetri". Casa editrice Ambrosiana
- 2. A. D'Este, R. Dall'Igna (2009). "Stima dei parametri della distribuzione di Weibull secondo EN 12603:2002", *Stazione Sperimentale del Vetro*
- 3. A. D'Este, R. Dall'Igna (2005) "Analisi della Resistenza Meccanica del Vetro Cavo", *Rivista della Stazione Sperimentale del Vetro*, **1**: 5-25
- 4. E. B. Shand (1954). "Experimental Study of Fracture of Glass: I, The Fracture Process". J. of The Am. Cer. Soc. 37 [2] 52-60
- S. B. Mendoza Jaime, S. A. Ortiz, T. Bassani Dantas, C. Ferreira Damasceno (2002). "A Comparison of the Performance of Lightweight Glass Containers Manufactured by the P&B and B&B Process", *Packag. Technol. Sci.* 15: 225-230
- 6. J. B. Kepple, J. S. Wasylyk (1994) "Fractography of Glass", *Edited by R.C. Bradt and R.E. Tessler, Plenum Press, New York,* 207-252
- 7. S. M. Wiederhorn, B. R. Lawn (1979) "Strength Degradation of Glass Impacted with Sharp Particles: I", *J. of The Am. Cer. Soc.* **62** [1-2] 66-70
- 8. D. A. Krohn, D. P. Hasselman (1971) "Relation of Flaw Size to Mirror in the Fracture of Glass", *J. of The Am. Cer. Soc.* **54** [9] 411
- J. J. Mecholsky, R. W. Rice, S. W. Freiman (1974) "Prediction of Fracture Energy and Flaw Size in Glasses form Measurements of Mirror Size", *J. of The Am. Cer. Soc.* 57 [10] 440-443
- D. B. Marshall, B. R. Lawn, A. G. Evans (1982) "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics", J. of The Am. Cer. Soc. 65 [11] 561-566
- J. C. Newman JR, I. S. Raju (1981) "An Empirical Stress-Intensity Factor Equation For the Surface Crack", *Engineering Fracture Mechanics* 15 [1-2] 185-192
- R. Lawn (1998) "Indentation of Ceramics with Spheres: a Century after Hertz", J. of The Am. Cer. Soc. 81 [8] 1977-94
- 13. "Manuale AGR Line Simulator", AGR
- 14. ASTM C147-86 (2015) "Standard Test Methods for Internal Pressure Strength of Glass Containers"
- 15. ASTM C1322-15 "Standard Practice for Fractography and Characterization of Fracture Origins on Advanced Ceramics"
- 16. ASTM C1239-13 "Standard practice for reporting uniaxial strength data and estimating Weibull distribution Parameters for advanced ceramics"
- 17. Brian Lawn (1975). Fracture of Brittle Solids. Cambridge University Press
- George D. Quinn (2016) "Fractography of Ceramics and Glasses" NIST National Institute of Standards and Technology

- R. J. Charles (1958) "Static Fatigue of Glass. I" Journal of Applied Physics 29 [11] 1549-53
- 20. Prof. P. Colombo (2016). Appunti dal corso Glass Science and Technology. *Università degli studi di Padova*.
- 21. Prof. M. Guglielmi (2016). Appunti dal corso Scienza e Tecnologia dei materiali Ceramici. *Università degli studi di Padova*.
- 22. Wrap (2010) "Glass Lightweighting potential in the sparkling wine sector"
- 23. Informazioni su sciacquatrice: http://enologicapetrillo.it/imbottigliamento-vino/