



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

FACOLTA' DI INGEGNERIA

DIPARTIMENTO DI PROCESSI CHIMICI PER L'INGEGNERIA,

SETTORE MATERIALI

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

TESI DI LAUREA

**STUDIO E MESSA A PUNTO DEL PROCESSO DI TARATURA DI UNO
STRUMENTO PER STRESS-RUPTURE MULTIPROVINO.**

Relatore: Dott.ssa Irene Calliari

Correlatore: P.i. Alberto Miola, Ing. Denis Cescato

Laureanda: Laura Fontanella

ANNO ACCADEMICO 2010-2011

Indice

Indice.....	3
Introduzione	5
1 Creep e stress-rupture.....	7
1.1 Prova di creep.....	7
1.2 Prova di stress-rupture.....	10
1.3 Meccanismi di deformazione della struttura	12
1.4 Tipi di frattura ad elevata temperatura	15
1.5 Materiali resistenti alle alte temperature	17
1.6 Sintesi delle normative in vigore.....	18
1.6.1 ASTM E8-09 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.....	18
1.6.2 E139-06 Standard Test Methods for conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials.....	20
1.6.3 UNI 5111:69 Prova di scorrimento a temperature elevate per l'acciaio.....	22
1.7 Stato dell'arte	23
2 Strumenti per la taratura.....	27
2.1 Misura della temperatura.....	27
2.1.1 Termocoppie	28
2.1.2 Taratura termocoppie	35
2.1.3 Taratura catene termometriche	42
2.1.4 Calcolo dell'incertezza.....	44
2.1.5 Dati ottenuti dalla taratura delle termocoppie e catene termometriche	52
2.2 Cella di carico.....	53
2.2.1 Principi di misura.....	54

2.2.2	Criteri meccanici.....	56
2.2.3	Forme principali delle celle di carico elettroniche.....	56
3	Analisi dei risultati sperimentali	59
3.1	Descrizione della macchina per stress-rupture.....	59
3.2	Determinazione delle temperature all'interno del forno	66
3.2.1	Risultati ottenuti.....	69
3.2.2	Cambiamenti effettuati.....	82
3.3	Taratura della macchina per stress-rupture	83
3.4	Verifica del corretto funzionamento della macchina	94
3.4.1	Svolgimento della prova	95
4	Conclusioni	103
	Bibliografia	105

Introduzione

Il lavoro di tesi ha avuto come obiettivo la messa a punto di uno strumento per l'esecuzione di prove di stress-rupture multi provino. Tale attività è stata svolta presso l'azienda RMT Breda s.r.l. di Carrè (VI). Le scarse informazioni disponibili sulle modalità di funzionamento dello strumento hanno reso il lavoro di messa a punto molto complesso.

La prova di stress-rupture ha lo scopo di valutare il tempo richiesto da un provino, realizzato in un certo materiale, per giungere a rottura qualora sottoposto all'azione di un certo carico in corrispondenza di una certa temperatura. La prova viene generalmente eseguita in condizioni di elevata temperatura, superiore ad un terzo della temperatura di fusione del materiale, in corrispondenza di valori di carico relativamente modesti, richiedendo di conseguenza tempistiche di prova piuttosto elevate.

La tipologia di esame presenta analogie con la prova di creep, differenziandosi per il fatto che lo stress-rupture non prevede il continuo monitoraggio dell'allungamento. Entrambe le tipologie di prove sono mirate alla valutazione dei processi di deformazione anelastica che si sviluppano in conseguenza all'applicazione di carichi inferiori al carico di rottura ed in condizioni di elevata temperatura, fornendo quindi informazioni per lo sviluppo e la validazione di modelli di previsione di vita.

Le prove assumono quindi rilevanza ai fini della progettazione di componenti assoggettati a carichi meccanici in condizioni di elevata temperatura, come accade negli impianti di produzione di energia elettrica, negli impianti chimici, nelle turbine, nei motori a combustione interna. La valutazione della resistenza allo scorrimento a caldo dello specifico materiale adottato risulta quindi fondamentale nella progettazione ingegneristica, permettendo, ad esempio, di ottimizzare l'efficienza termica degli impianti energetici a vapore/gas e riducendo l'incidenza del costo del carburante.

In relazione alla specifica strumentazione analizzata in questo lavoro di tesi, l'interesse è principalmente legato alla possibilità di svolgere la prova di stress-rupture contemporaneamente su un numero elevato di provini (ventiquattro), permettendo inoltre la sostituzione progressiva dei provini rotti senza necessità di interruzione della prova e

spegnimento del forno. Questi fattori permettono una riduzione significativa dei consumi di corrente elettrica legati al funzionamento del forno stesso.

Nello specifico del lavoro di tesi sviluppato, questo presenta la seguente strutturazione. Nel primo capitolo sono descritte e confrontate le prove di creep e di stress-rupture. Mediante una approfondita ricerca bibliografica sono state messe in luce le analogie e le differenze tra le due prove, considerando i conseguenti vantaggi e svantaggi. Concentrandosi sulla prova di stress-rupture, si illustrano le normative necessarie per effettuare correttamente la prova. Successivamente vengono fornite note indicative il comportamento dei materiali in corrispondenza di temperatura elevata, identificando i meccanismi che stanno alla base dei processi di scorrimento anelastico, nonché le modalità di intervento sul materiale per ostacolare lo svilupparsi del fenomeno.

Nel secondo capitolo viene fornita ampia descrizione dei vari aspetti procedurali che sono stati necessari ai fini della messa a punto della strumentazione utilizzata per l'esecuzione di prove di stress-rupture multi provino. Particolare attenzione viene rivolta alle normative per la taratura delle termocoppie e delle condizioni di carico imposte.

Nell'ultimo capitolo vengono descritti gli aspetti di natura prettamente sperimentale, con riferimento alla mappatura del forno alle varie temperature ed alle procedure di taratura dei carichi applicati attraverso celle di carico. Viene infine descritta la validazione del corretto funzionamento della strumentazione così messa a punto. Tale validazione ha luogo mediante lo sviluppo diretto di prove di stress-rupture ed il confronto dei risultati ottenuti con dati da letteratura.

Creep e stress-rupture

Le prove di stress-rupture e di creep si effettuano ad alte temperature (superiore ad un terzo della temperatura di fusione del materiale da testare) con dei tempi molto lunghi e con carichi applicati inferiori allo sforzo di rottura. Con questi esami si identifica il comportamento meccanico del materiale a temperature elevate. I metalli vengono utilizzati molto frequentemente nelle industrie del settore energetico e aeronautico. In tal senso un miglioramento dei materiali permette di aumentare l'efficienza termica degli impianti di energia a vapore/gas di combustione ed un aumento della previsione di vita dell'impianto⁰.

I meccanismi di scorrimento a caldo si manifestano con comportamento anelastico. Ciò significa che l'applicazione del carico alle alte temperature provoca delle deformazioni permanenti sui metalli.

1.1 Prova di creep

Con il termine creep si intende un processo di progressiva deformazione nel tempo che un materiale subisce sotto l'azione di uno sforzo costante. Durante una prova di creep un carico viene applicato ad un provino mantenendo condizioni di temperatura costante. Contemporaneamente vengono collegati degli estensimetri alle due estremità del campione per monitorare l'evoluzione della deformazione nel tempo. Con i risultati ottenuti si previene alla curva di scorrimento a carico costante[2].

La curva di scorrimento, visibile nelle Grafico 1.1.1, ha come ascisse la deformazione mentre come ordinata il tempo. La pendenza della curva identifica la velocità di scorrimento. Analizzando la curva si osserva che può essere suddivisa in tre fasi. Successivamente all'allungamento istantaneo dovuto all'applicazione del carico, la prima fase della curva presenta un rapido allungamento del campione. Nella seconda fase, la deformazione diminuisce per raggiungere essenzialmente uno stato stazionario (creep rate) in cui la sua variazione risulta essere quasi indipendente dal tempo. Nella terza fase si verifica un rapido aumento della velocità di scorrimento fino a rottura. Le dimensioni delle tre fasi sono fortemente influenzate della tensione applicata e delle temperatura.

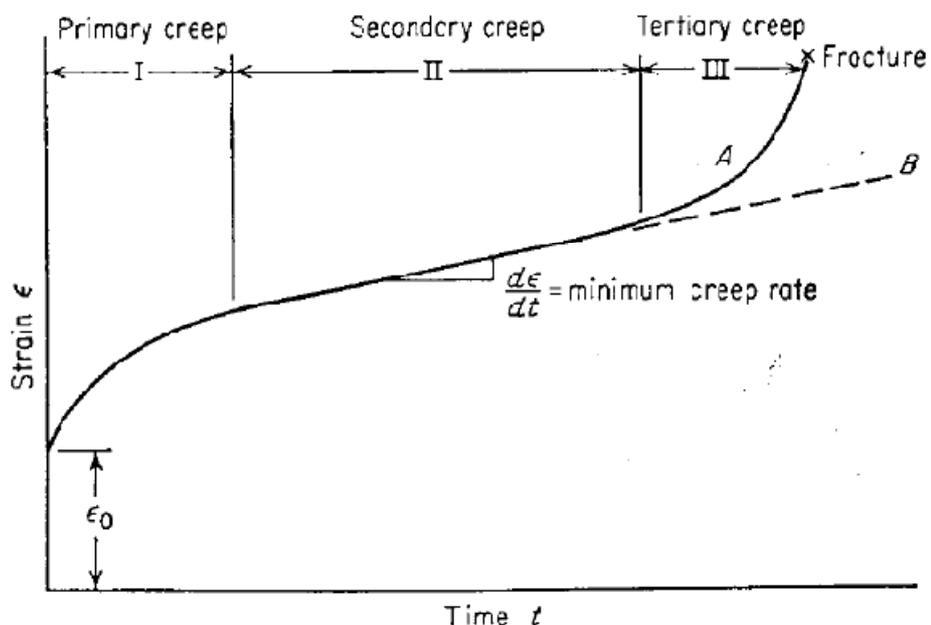


Grafico 1.1.1: Grafico dello scorrimento a caldo.

La deformazione istantanea (ϵ_0), che si verifica istantaneamente con l'applicazione del carico, risulta essere di tipo anelastica. Una parte della deformazione istantanea ϵ_0 si recupera immediatamente dopo l'uscita del carico (deformazione elastica), mentre un'altra porzione si riottiene con il tempo (deformazione anelastica), la parte restante è irreversibile (deformazione plastica). La ϵ_0 può costituire una frazione considerevole della deformazione totale.

Nella prima fase di creep, conosciuta come scorrimento primario, si ha un periodo di scorrimento prevalentemente transitorio in cui la resistenza al creep del materiale aumenta con la sua deformazione. Il valore medio della velocità di scorrimento durante la deformazione secondaria è chiamata velocità minima di creep. Questo parametro è il dato più importante perché è il più utilizzato nell'ambito progettuale.

Nella seconda fase del creep, noto anche come scorrimento secondario, si presenta come un periodo di deformazione quasi costante nel tempo. Questo comportamento deriva da un equilibrio tra i processi concorrenti di incrudimento e di recupero. Per tale motivo il creep secondario è solitamente indicato come stato stazionario del creep.

Scorrimento terzo stadio o terziario si verifica principalmente nelle prove effettuate con carichi e temperature elevate. In questi ambienti si ha una riduzione della sezione efficace, generata dalla strizione o dalla formazione di microvuoti interni, che porta a un aumento della velocità di scorrimento fino alla rottura.

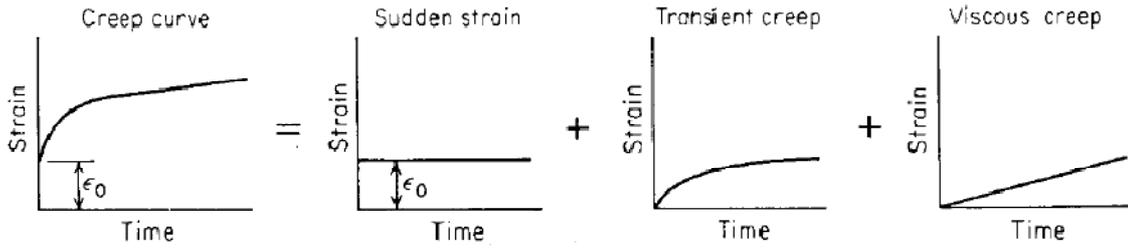


Figura 1.1.1: Meccanismi che generano la curva di creep.

Nella Figura 1.1.1 si visualizzano i meccanismi che determinano la curva di creep. La curva di scorrimento è determinata dalla sovrapposizione di tre processi distinti che si verificano durante l'applicazione del carico. Appena si inserisce il carico si verifica lo scorrimento istantaneo che rimane costante nel tempo. Successivamente, durante la prova, si riscontra transient creep che tende progressivamente ad un valore stazionario e contemporaneamente si manifesta lo scorrimento viscoso con andamento lineare.

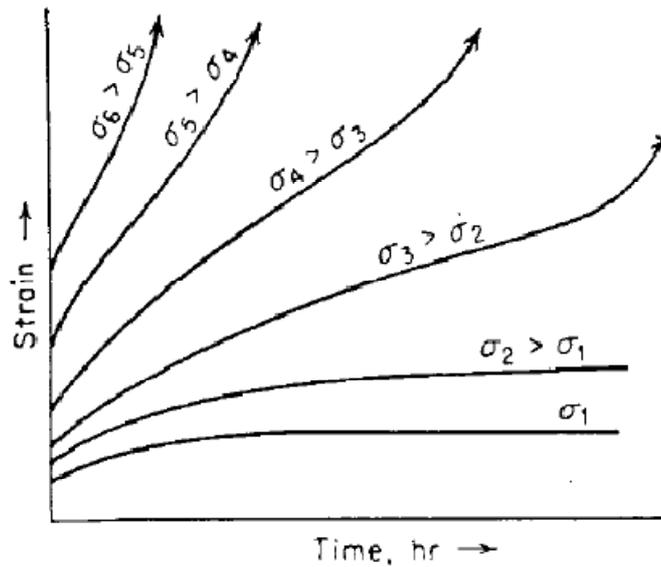


Grafico 1.1.2: Variazione dell'andamento della curva di deformazione.

Nella Grafico 1.1.2 si riporta l'andamento della velocità di scorrimento al variare del carico applicato a temperatura costante. Si nota che la suddivisione in tre fasi è ben definita solo per alcuni valori di stress e di temperatura.

Le curve di deformazioni a carico costante e temperatura variabili sono molto simili. A basse temperature, cioè con T/T_m minore di 0.3, compare solo lo stadio primario. Tutto questo si riporta nel Grafico 1.2.3.

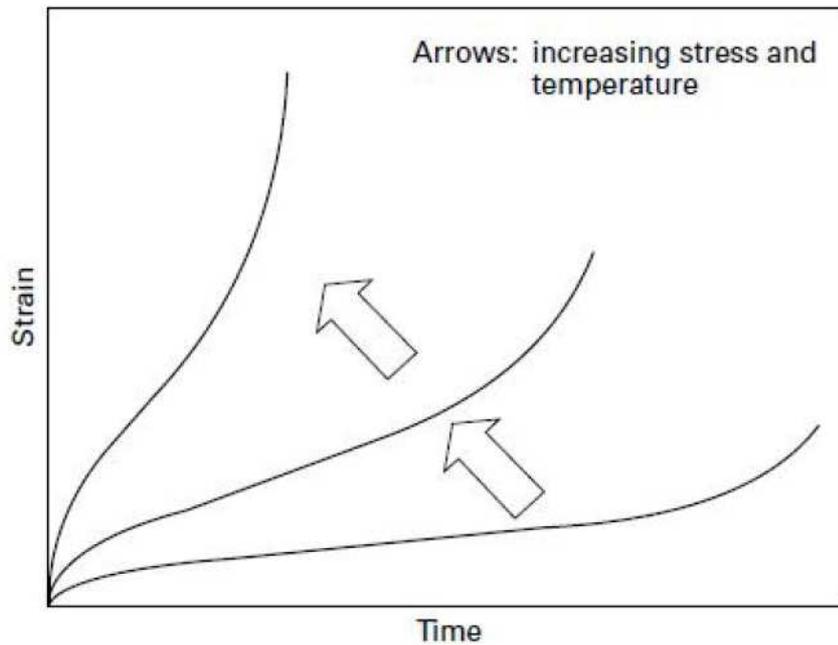


Grafico 1.2.3: Variazione dell'andamento della curva di creep a temperatura variabile.

La misura di resistenza al creep richiede una notevole attenzione e cura. Nel Paragrafo 1.6 si descriveranno le procedure presenti nelle normative.

1.2 Prova di stress-rupture

La prova di stress-rupture consiste nell'applicazione al provino di un carico che viene mantenuto costante fino alla rottura del materiale. In questa prova si utilizzano carichi più elevati rispetto alla prova di creep perciò la velocità di scorrimento risulta essere più elevata. Normalmente nelle prove di creep si effettuano sollecitazioni relativamente basse in modo da evitare la fase terziaria, facendo ciò si determina con precisione la deformazione e la velocità minima di scorrimento. Queste prove possono durare dalle 2.000 h fino alle 10.000 h. Nelle prove di creep la deformazione totale è spesso inferiore allo 0,5%, invece nella prova di stress-rupture la deformazione finale si aggira intorno al 50%[2].

La prova di stress-rupture richiede un'attrezzatura più semplice per mantenere e gestire lo scorrimento del campione; per tale motivo queste macchine di prova si possono presentare con unità di test multipli, come nel caso della macchina analizzata nella tesi. Le elevate tensioni e velocità di scorrimento applicate generano cambiamenti strutturali in

periodi più brevi di quanto sarebbe normalmente osservato nelle prove di creep. Di conseguenza i tempi di rottura per le prove di stress-rupture sono di circa 1000 h. Queste note positive hanno contribuito a un maggior utilizzo del test; soprattutto per le leghe resistenti ad alte temperature come le leghe di Nickel e in applicazioni dove la deformazione può essere tollerata.

Con la prova di stress-rupture si determina il tempo necessario per ottenere la rottura sul provino al quale si applica un carico costante a temperatura costante. Inoltre è possibile identificare l'allungamento e la strizione dell'area del campione in funzione del tempo. Con questi dati si ricava la velocità minima di scorrimento e il Grafico 1.2.1.

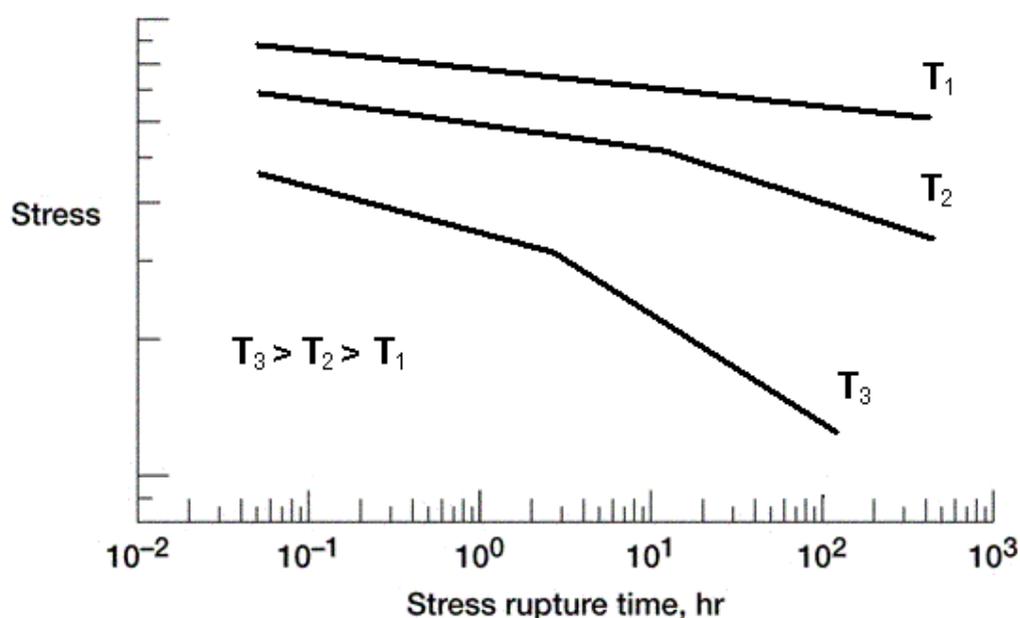


Grafico 1.2.1: Grafico ottenuto dalla prova di stress-rupture

Il Grafico 1.2.1 presenta una scala doppia logaritmica che come ascissa presenta il carico applicato mentre come ordinata ha il tempo. Ogni retta definisce il tempo necessario perché avvenga la rottura in condizioni di carico e temperatura nota. Le variazioni della linea di pendenza sono causati dai cambiamenti strutturali che si verificano nel materiale, ad esempio, passaggio da una frattura transgranulare ad intergranulare ecc.

1.3 Meccanismi di deformazione della struttura

Analizzando le fasi descritte nel Grafico 1.1.1 si nota che la velocità di scorrimento varia in ogni zona. Dal momento che il carico e la temperatura sono costanti, questa variazione è il risultato di cambiamenti strutturali interni al materiale.

I principali processi di deformazione a temperatura elevata che provocano un cambiamento strutturale sono lo slip, i subgrani e lo scorrimento a bordo grano. Esistono altri processi secondari che includono le bande antiscorrimento, le bande kink, e la migrazione del bordo grano. A queste temperature le deformazioni si caratterizzano da una estrema disomogeneità.

Nei punti successivi si analizzano i principali processi di scorrimento:

- Deformazione per slip: corrisponde al movimento delle dislocazioni dal centro al bordo grano. A causa dell'alta temperatura i loop possono aggregarsi o annichilirsi a seconda del loro valore del fattore di Burgers.
- Formazione di subgrani: Le dislocazioni, libere di muoversi perché si trovano ad alta temperatura, si dispongono in loop a basso angolo formando delle celle all'interno del grano che prendono il nome di subgrani. La densità delle dislocazioni nelle celle aumenta durante lo scorrimento primario e rimane essenzialmente costante durante lo stadio secondario e terziario del creep. Le dimensioni dei subgrani dipendono dal carico applicato e dalla temperatura.

Scorrimento a bordo grano: i grani nei metalli si muovono l'uno rispetto all'altro. Lo scorrimento si verifica lungo il loro bordo con un movimento di massa. È un processo che si verifica in condizioni di sforzo di taglio nella direzione del bordo e si agevola aumentando la temperatura o diminuendo la velocità di deformazione. Lo scorrimento dei bordi si svolge in tempi discontinui e la quantità di deformazione di taglio non è uniforme lungo il bordo di grano. Gli studi hanno mostrato che la deformazione dovuta a questo processo corrisponde circa al 50% della ϵ totale.

Ashby propose una mappa dei meccanismi di deformazione durante il creep, basata sull'ipotesi che tutti i meccanismi siano indipendenti e che operano in un modo parallelo. Come illustrato schematicamente in Figura 1.3.1, la mappa dei meccanismi di

deformazione viene costruita sugli assi σ/G , dove G è il modulo di taglio, e T/T_m , con T_m la temperatura omologa. La mappa contiene vari campi. All'interno di ogni campo è dominante un solo meccanismo ciò significa che ha uno strain rate maggiore di tutti gli altri. I meccanismi di deformazione includono: dislocazione Glide, dislocazione creep, diffusione Creep (Nabarro-Harring e Coble), scorrimento a bordo grano e twinning. Il twinning rappresenta solo un numero limitato di deformazioni e di solito non compare nella mappa dei meccanismi di deformazione. Da notare che Ashby considera solo il flusso stazionario ma non la rottura.

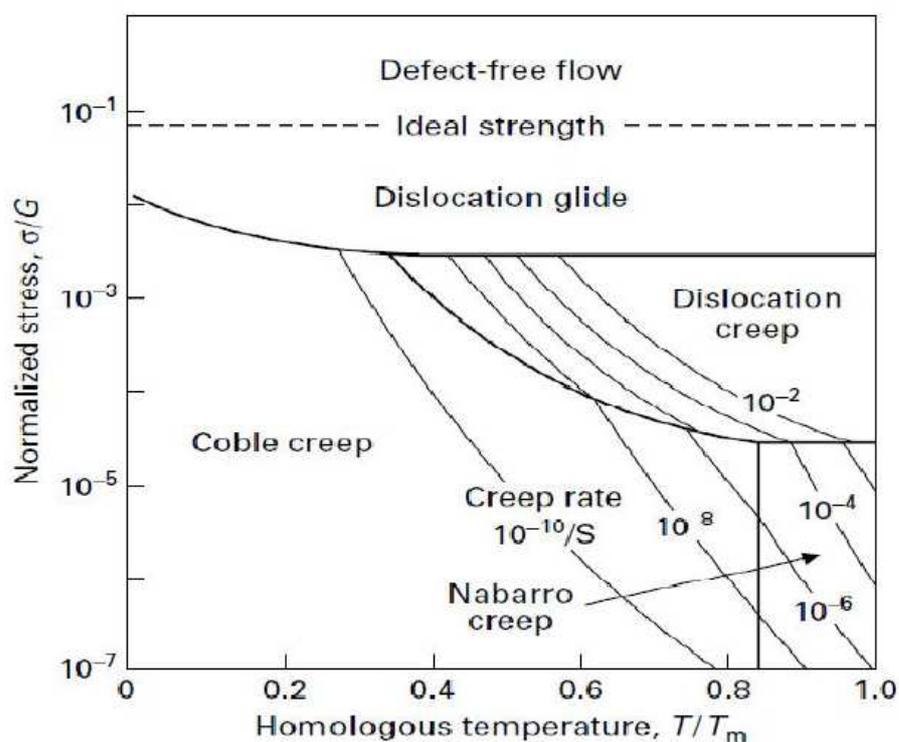


Figura 1.3.1: Mappe dei meccanismi di deformazione con creep rate costante

Nei seguenti punti si analizzano i vari meccanismi di dislocazioni presenti nella mappa di Ashby.

- *Dislocazione Glide*: meccanismo che si verifica ad alti livelli di tensione molto rare nelle prove di creep. Il creep rate viene stabilito dalla difficoltà delle dislocazioni di attraversare ostacoli come precipitati, atomi di soluto e altre dislocazioni.
- *Dislocazione Creep*: in questo caso lo scorrimento delle dislocazioni viene aiutato dalla diffusione delle vacanze. La velocità minima di deformazione si rappresenta come equilibrio tra l'incrudimento, il riassetto dato dal recupero termico e

l'annichilimento di dislocazioni. Lo stato stazionario si formerà in condizione di riassetto abbastanza veloce e d'incrudimento abbastanza lento.

- *Diffusione Creep*: diffusione lenta diventa il meccanismo di controllo ad alte temperature e a carichi applicati bassi.
- *Nabarro-Herring* hanno proposto un processo di deformazione controllato dal carico applicato. La tensione applicata cambia il potenziale chimico degli atomi sulle superfici dei grani. Questo fenomeno crea un flusso di vacanze che si muove internamente al grano come mostrato in Figura 1.3.2. Allo stesso tempo si genera uno spostamento di atomi nella direzione opposta che porta l'allungamento del grano.

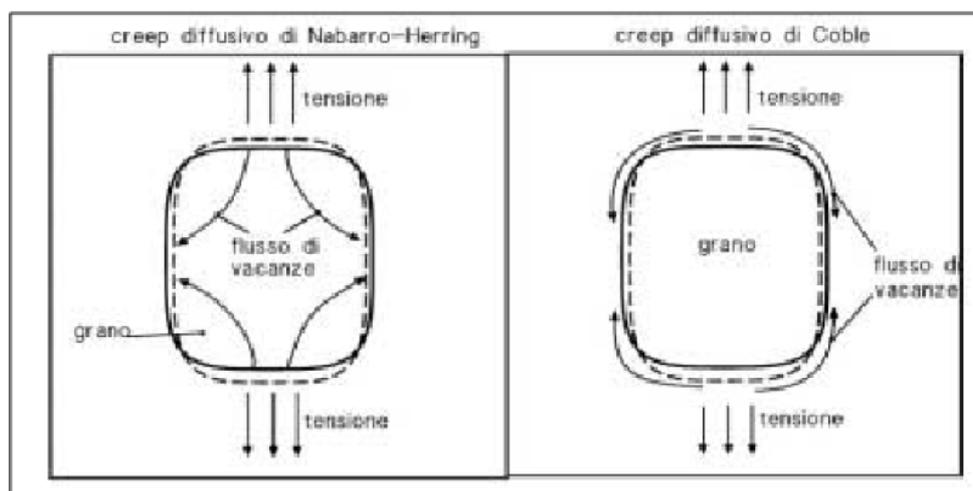


Figura 1.3.2: Meccanismi del creep diffusivo

- Il meccanismo di *Coble* corrisponde a un flusso di vacanze che si muovono sul bordo grano, visibile in Figura 1.3.2. Anche in questo caso si avrà una diffusione di atomi in verso contrario che porterà ad un allungamento del grano. Il meccanismo di Coble è più lento a parità di dimensione del grano rispetto al Nabarro-Herring.
- *Scorrimento a bordo grano*: questo meccanismo non contribuisce significativamente allo stato stazionario del creep. Ma è all'origine della frattura intergranulare. Inoltre si è dimostrato che lo scorrimento a bordo grano deve essere presente per mantenere una continuità degli altri meccanismi.

1.4 Tipi di frattura ad elevata temperatura

Ashby propone delle mappe dei meccanismi di frattura per metalli e leghe aventi struttura cristallina cubica a facce centrate (CFC). Il grafico, presente in Figura 1.4.1, ha come ordinata σ/G e come ascissa T/T_m . Le curve sono riportate a temperature costanti. Tale grafico fornisce informazioni riguardo il meccanismo di frattura dominante.

Le mappe dei meccanismi di frattura sono più importanti di quelle dei meccanismi di deformazione, in quanto forniscono delle informazioni sui processi di danneggiamento e di frattura. Da tali dati è possibile pervenire a delle linee guida per la valutazione del danno e per la stima della vita rimanente.

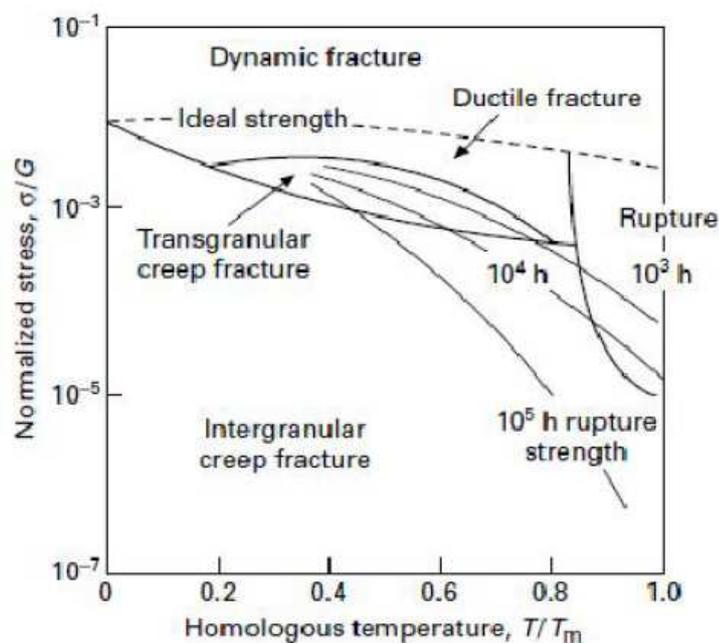


Figura 1.4.1: Mappa dei meccanismi di frattura

La resistenza ideale compare come limite superiore di resistenza a rottura che supera le forze interatomiche nei materiali senza difetti. Per sforzi più bassi della resistenza ideale, la frattura avviene con modalità duttile e transgranulare. In regime di creep, un campo di frattura per creep transgranulare e un campo di frattura per creep intergranulare compaiono, rispettivamente, per alti sforzi e per bassi sforzi. Per alte temperature e strain rate relativamente alti, la ricristallizzazione dinamica permette al materiale di deformarsi in modo esteso cosicché la deformazione si localizza nella zona di necking e la rottura è causata dalla strizione del provino.

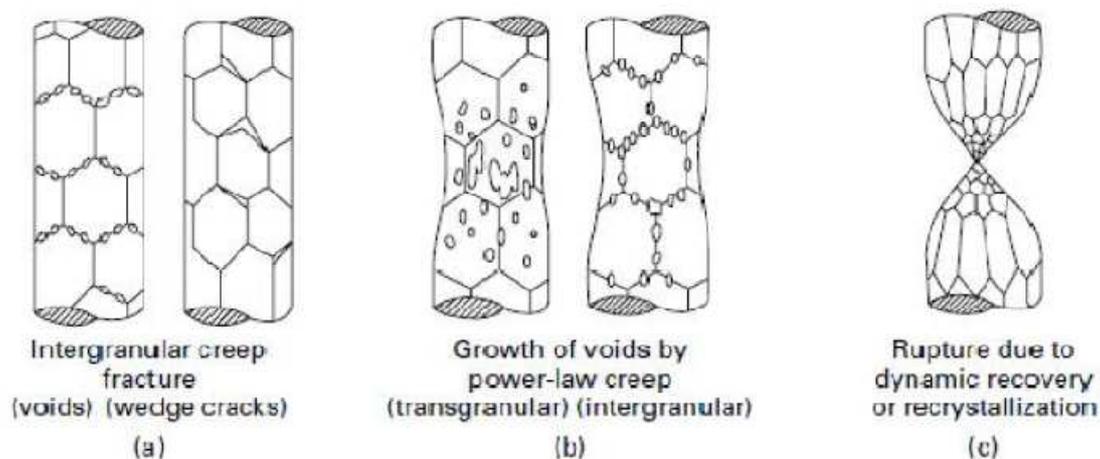


Figura 1.5.1: Meccanismi di frattura alle alte temperature

Nella Figura 1.5.1 si mostrano i vari meccanismi di frattura, l'elenco viene riportato dalla rottura più fragile alla più duttile. Successivamente si descrivono i vari tipi di frattura.

- **Frattura intergranulare fragile:** ad aspetto fragile con poca deformazione plastica e strizione. È generalmente caratterizzata dalla enucleazione di notevoli quantità di cavità, prima tondeggianti poi lenticolari sui bordi di grano.
- **Frattura intergranulare duttile:** ad aspetto duttile con consistente deformazione plastica ma poca strizione. Tipicamente questa frattura avviene per scorrimento che è controllato da diffusione (meccanismi di Coble), scorrimento bordo grano e dalle dislocazioni per creep. La rottura nasce spesso dalla coalescenza di strappi cuneiformi ai punti tripli dei bordi grano o di vuoti fino alla formazione di cricche in grado di propagare a creep.
- **Frattura duttile transgranulare:** con una notevole deformazione plastica e strizione. La rottura è solita per materiali soggetti a scorrimento per tempi brevi e quindi per carichi elevati o per temperature alte. In queste condizioni il meccanismo che controlla la deformazione nel creep terziario è detto "del power law breakdown". Questo meccanismo non ha le tipiche caratteristiche del creep ma è più simile alla deformazione attiva per produrre l'allungamento istantaneo in una prova di trazione.

1.5 Materiali resistenti alle alte temperature

Le leghe utilizzabili ad alte temperature sono materiali complessi e spesso appositamente sviluppati per specifiche applicazioni, ottenuti analizzando le variazioni del comportamento di resistenza al creep in funzione della composizione e della microstruttura[2].

In Tabella 1.5.1 vengono riportate le principali leghe, con le rispettive composizioni chimiche, utilizzate ad elevate temperature.

Alloy	C	Cr	Ni	Mo	Co	W	Nb	Ti	Al	Fe	Other
Ferritic steels											
1.25CrMo	0,10	1,25	-	0,50						Bal.	
5 CrMo	0,20	5,00	-	0,50						Bal.	
13-2	0,12	13,0	2,0			3,0				Bal.	
Austenitic steels											
316	0,08	13,0	12,0	2,50						Bal.	
16-25-6	0,10	16,0	25,0	6,00						Bal.	
A-286	0,05	15,0	26,0	1,25				1,95	0,20	Bal.	
Nickel-based alloys											
Astroloy	0,06	15,0	56,5	5,25	15,0			3,5	4,4		
Inconel	0,04	15,5	76,0							7,0	
Inconel 718	0,04	19,0	Bal.	3,00			5,0	0,8	0,6	18,0	
Renè 41	0,10	19,0	Bal.	10,00	11,0			3,2	1,6	2,0	
Mar-M-200	0,15	9,0	Bal.		10,0	12,5	1,0	2,0	5,0		
TRW 1900	0,11	10,3	Bal.		10,0	9,0	1,5	1,0	6,3		
Udimet 700	0,15	15,0	Bal.	5,2	18,5			3,5	4,25	1,0	
In-100	0,15	10,0	Bal.	3	15,0			4,7	5,5		1,0 V
TD Nickel			Bal.								2,0 ThO _n
Cobalt-based alloys											
HS-21	0,25	27,0	3,0	5,0	Bal.					1,0	
S-816	0,4	20,0	20,0	4,0	Bal.	4,0		4,0		3,0	

Tabella 1.5.1: Composizioni dei metalli utilizzati alle alte temperature

In generale la resistenza ad alta temperatura assume valori crescenti all'aumentare del punto di fusione del metallo, poiché lo scorrimento cristallino è minore in metalli con una elevata T_m .

La presenza di atomi in soluzione solida o di precipitati fanno diminuire la mobilità delle dislocazioni migliorando la resistenza dei materiali. Nel caso delle superleghe a base di nichel si inseriscono piccole quantità di Al o Ti [3] che, reagendo con la matrice, formano composti intermetallici molto fini, negli acciai resistenti al creep si utilizzano dei carburi come VC, TiC, NbC, Mo₂C o Cr₂₃C₆ [4]. La nascita di questi precipitati può avvenire attraverso un trattamento termico o durante l'esercizio ad alta temperatura. Tali precipitati devono avere una buona stabilità termica, altrimenti potrebbero sciogliersi nella matrice, ed un lento accrescimento in modo da posizionarsi in maniera uniformemente distribuita al fine di ottenere le migliori prestazioni.

Un altro punto importante che influenza le proprietà meccaniche alle alte temperature è la lavorazione del componente. La presenza di saldature o di incrudimento nella struttura provoca una diminuzione delle proprietà di resistenza a caldo.

I metalli, inoltre, non devono degradarsi nell'ambiente in cui operano. Alcune leghe, come il molibdeno, hanno ottime proprietà meccaniche a caldo, ma una resistenza all'ossidazione inadeguata. Per questi tipi di metalli, perciò, è necessario effettuare rivestimenti superficiali se si utilizzano ad temperature elevate. Tutto questo introduce problemi di affidabilità, controllo qualità e sulla lavorazione.

1.6 Sintesi delle normative in vigore

Nel paragrafo si sintetizzano le norme utilizzate per effettuare una prova di stress-rupture. Le norme utilizzate sono ASTM E8-09, ASTM E139-06 e UNI 5111:69. Per ciascuna norma si svilupperà un sottoparagrafo, dove si riporteranno i punti utilizzati durante la prova[5].

1.6.1 ASTM E8-09 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials

La norma ASTM E8-09 contiene i metodi di prova per test di tensione su materiali metallici di qualsiasi forma a temperatura ambiente e viene utilizzata per identificare le dimensioni di alcuni provini e l'applicazione del carico[6].

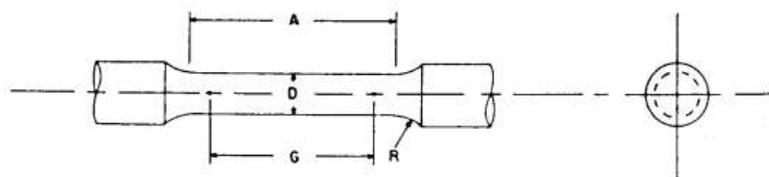
In particolare si descrivono i metodi di determinazione del carico di snervamento, allungamento, resistenza alla trazione e la strizione. La temperatura di prova deve essere

compresa tra 10° a 38°C [50 a 100°F] in caso contrario deve essere specificato a quale temperatura si opera.

I valori vengono indicati con l'unità di misura del SI e devono essere considerati come unità combinate, ad esempio pollici/libbra. Questo perché combinando i valori di due sistemi diversi si creano delle unità di misura non conformi alla norma.

Nel capitolo 5 del ASTM E8-09 si sviluppano i vari dispositivi di presa che possono essere utilizzati per trasmettere la forza applicata dalla macchina ai campioni di prova. Per garantire una sollecitazione a trazione assiale all'interno del sistema, l'asse del provino deve coincidere con la linea centrale delle teste della macchina. Se non si rispetta questo requisito si possono introdurre delle sollecitazioni di flessione al provino che inciderebbero sul risultato della prova.

Nel punto successivo sono specificate le dimensioni del campione di prova. I provini dopo la lavorazione devono essere controllati per verificare se rientrano nella specifica riportata in Figura 1.6.1.



Dimensions, mm [in.] For Test Specimens with Gage Length Four times the Diameter [E8]					
	Standard Specimen	Small-Size Specimens Proportional to Standard			
	Specimen 1	Specimen 2	Specimen 3	Specimen 4	Specimen 5
G—Gage length	50.0 ± 0.1 [2.000 ± 0.005]	36.0 ± 0.1 [1.400 ± 0.005]	24.0 ± 0.1 [1.000 ± 0.005]	16.0 ± 0.1 [0.640 ± 0.005]	10.0 ± 0.1 [0.450 ± 0.005]
D—Diameter (Note 1)	12.5 ± 0.2 [0.500 ± 0.010]	9.0 ± 0.1 [0.350 ± 0.007]	6.0 ± 0.1 [0.250 ± 0.005]	4.0 ± 0.1 [0.160 ± 0.003]	2.5 ± 0.1 [0.113 ± 0.002]
R—Radius of fillet, min	10 [0.375]	8 [0.25]	6 [0.188]	4 [0.156]	2 [0.094]
A—Length of reduced section, min (Note 2)	56 [2.25]	45 [1.75]	30 [1.25]	20 [0.75]	16 [0.625]

Dimensions, mm [in.] For Test Specimens with Gage Length Five times the Diameter [E8M]					
	Standard Specimen	Small-Size Specimens Proportional to Standard			
	Specimen 1	Specimen 2	Specimen 3	Specimen 4	Specimen 5
G—Gage length	62.5 ± 0.1 [2.500 ± 0.005]	45.0 ± 0.1 [1.750 ± 0.005]	30.0 ± 0.1 [1.250 ± 0.005]	20.0 ± 0.1 [0.800 ± 0.005]	12.5 ± 0.1 [0.565 ± 0.005]
D—Diameter (Note 1)	12.5 ± 0.2 [0.500 ± 0.010]	9.0 ± 0.1 [0.350 ± 0.007]	6.0 ± 0.1 [0.250 ± 0.005]	4.0 ± 0.1 [0.160 ± 0.003]	2.5 ± 0.1 [0.113 ± 0.002]
R—Radius of fillet, min	10 [0.375]	8 [0.25]	6 [0.188]	4 [0.156]	2 [0.094]
A—Length of reduced section, min (Note 2)	75 [3.0]	54 [2.0]	36 [1.4]	24 [1.0]	20 [0.75]

Figura 1.6.1: Dimensione dei provini

La sezione centrale del campione, come si nota dalla Figura 1.6.1, è più piccola al centro. Questa zona viene chiamata sezione ridotta o tratto utile e ha il compito di assicurare

frattura all'interno del suo range. Per tale motivo quella zona deve essere priva di tracce di lavorazione a freddo, tacche, solchi, scalfitture, sbavature, superfici ruvide o bordi, surriscaldamento, o qualsiasi altra condizione che può influire sulle proprietà dei materiali da misurare. Nella norma si riportano anche le misure dei campioni ricavati da materiali metallici a forma di piatti, fili, tubi o con altri profili particolari. Inoltre si indica il verso corretto per prelevare provini su materiali forgiati, saldati ecc.

Nel capitolo 7 si spiega come applicare il carico durante il test. La macchina di prova deve essere costituita in modo tale che all'indicazione forza zero si ha uno stato di forza zero sul campione. Ogni forza (o precarico) impartita durante la messa in opera della prova deve essere indicata. Inoltre non possono essere rimossi attraverso metodi artificiali, come la calibrazione a zero del carico, o rimossi matematicamente attraverso l'utilizzo di un software, in quanto queste possono influire sulla precisione dei risultati della prova.

La velocità di applicazione del carico, trattata nello stesso capitolo, deve essere specificata in riferimento ai materiali per i quali le differenti velocità portino risultati non soddisfacenti. In tali casi la norma specifica i tempi di applicazione dei carichi. Dato che la velocità di prova influisce sui risultati a causa della sensibilità e del surriscaldamento del materiale, questa informazione è rilevante per la prova di creep, dove è necessario inserire un estensimetro sensibile ai carichi applicati.

In fine la norma definisce i casi nei quali le proprietà del campione possono essere state modificate. Le cause principali sono una scarsa lavorazione, una procedura di prova non corretta, la frattura fuori dalla zona ridotta o un malfunzionamento delle apparecchiature di collaudo.

1.6.2 E139-06 Standard Test Methods for conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials

La norma E139-06 indica come determinare la quantità di deformazione in funzione del tempo (prove di creep) e la misurazione del tempo di frattura (prova di stress-rupture) per i materiali sottoposti a forze di trazione a temperatura costante. Inoltre comprende i requisiti essenziali per attrezzature necessarie per la prova[7].

Nei primi capitoli si riportano i termini utilizzati nella scrittura e i documenti di riferimento.

Nel capitolo 5 si riportano le apparecchiature utilizzate. La macchina utilizzata dalla prova deve essere tarata secondo la normativa ASTM E4-10. Il carico di esercizio è applicato assialmente, anche se ciò è difficile da ottenere. Per tale motivo è concessa una deformazione massima a flessione del 10% della tensione caricata, tranne casi particolari che sono specificati. Il metodo di misurazione della temperatura deve avvenire con strumenti sufficientemente sensibili e affidabili per assicurare che rientri nei range definiti dalla norma. In generale si determina attraverso una termocoppia collegata ad un acquisitore che regola la potenza del forno, si possono utilizzare altri metodi di calibrazione della temperatura se si tarano rispetto a una termocoppia standardizzata. Le TC utilizzate devono essere tarate secondo normativa ASTM 220.

Il sesto capitolo si riporta alla norma E8-09, dove si descrive la scelta di prelevamento del campione dal materiale base. Nella norma E139-06 viene aggiunto il provino riportato in Figura 1.6.2. Le sue dimensioni ricalcano le dimensioni degli altri provini, mentre la sua particolarità è la presenza di due intagli ai lati della sezione ridotta. Il diametro degli intagli è uguale a quello della sezione centrale e permette di determinare il tipo di frattura del materiale. Di conseguenza, se la frattura ha caratteristiche fragili, ha luogo nell'intaglio, mentre se la frattura è di tipo duttile si verifica nella sezione ridotta.

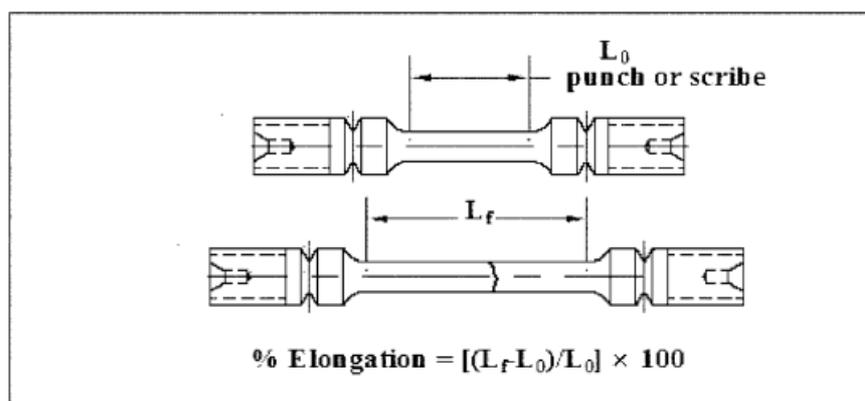


Figura 1.6.2: Tipologia di provino per stress-rupture

Nella sezione successiva si individua la frequenza delle tarature dei singoli strumenti per garantire che gli errori rimangano tollerabili per ciascuna prova. Il periodo massimo tra le tarature e le verifiche sono le seguenti:

- Misura del sistema di forze: 1 anno,
- Estensimetri: 1 anno;

- Micrometri e calibri: 6 mesi;
- Sistemi di registrazione: 6 mesi;
- Apparecchiature per la misurazione della temperatura/sistema: 3 mesi;
- Pesi: 5 anni.

Nel capitolo 8 viene riportata la procedura di esecuzione della prova. Il campione prima di essere sottoposto alla prova deve essere opportunamente lavato ed esente da graffi o scalfitture che potrebbero incidere negativamente sui risultati. Le termocoppie si posizionano a contatto con il provino. Nel caso di campioni inferiori ai 50mm si consiglia utilizzo di due TC poste all'estremità della sezione utile, qualora le dimensioni siano maggiori si inserirà la terza termocoppia al centro. Le temperature durante la prova devono rientrare nei seguenti range.

- Sotto 1000°C: $\pm 2^{\circ}\text{C}$;
- Sopra 1000°C: $\pm 3^{\circ}\text{C}$.

Se le temperature escono dai limiti è necessario identificare il tempo e la temperatura della variazione e valutare se questa differenza può influenzare il risultato della prova.

La prima fase della messa in opera corrisponde a disporre il provino all'interno del forno e applicare una piccola frazione della forza di prova (minore del 10% per acciai inossidabili). Il riscaldamento del forno avverrà con il provino all'interno. Anche in questa fase non deve avvenire il superamento della temperatura stabilita per la prova. Una volta raggiunta la temperatura prima di applicare il resto del carico è necessario aspettare un'ora. La piccola applicazione del carico nella prima fase solitamente diminuisce i momenti flessionali della forza riducendo lo spostamento del campione. Il resto del carico deve essere applicato lentamente evitando urti.

Alla fine della prova si riporteranno i seguenti risultati per una prova di stress-rupture: allungamento (formula riportata in Figura 1.6.2), strizione, durata del test (in ore) e il tipo di rottura.

1.6.3 UNI 5111:69 Prova di scorrimento a temperature elevate per l'acciaio

La UNI5111:69 è una direttiva nazionale che da informazioni simili al ASTM E139-06. Anche in questo caso lo scopo della prova è di determinare il comportamento nel tempo del materiale sottoposto a carico di trazione e una temperatura costante[8].

La sezione dei provini (o provette) risulta essere solitamente circolare, quadrata, rettangolare anche se, per determinati casi, può assumere anche altra forma. Per ulteriori informazioni sulle dimensioni è necessario leggere la UNI556, che però non viene trattata in questa tesi.

Per la determinazione dell'allungamento e strizione la norma utilizza le stesse formule del ASTM E139.

In questo caso la UNI 5111:69 richiede dei range più larghi rispetto la normativa europea, che vengono riportati successivamente.

- Sotto 600°C: $\pm 3^\circ\text{C}$;
- Tra 600°C e 800°C: $\pm 4^\circ\text{C}$;
- Tra 800°C e 1000°C: $\pm 6^\circ\text{C}$;
- Per temperature superiori ai 1000°C la variazione ammessa è 1%.

Anche in questa norma si consiglia l'utilizzo di tre termocoppie nel tratto utile della provetta. Inoltre precisa che per macchine multi provino, si deve fornire un numero sufficiente di termocoppie in modo da mappare tutto il forno.

Sul riscaldamento delle provette e il controllo della temperatura la norma riporta informazioni simili al ASTM E139-06.

Nel capitolo dell'applicazione del carico la norma dichiara che l'errore ammissibile è 1% della tensione da porre. Per una prova di stress-rupture il carico può essere applicato in una sola volta evitando gli urti.

I dati ricavati da riportare nel rapporto di prova sono i seguenti: allungamento, coefficiente di strizione, tempo di rottura a temperatura e carico costante ed eventuali interruzioni di prova.

1.7 Stato dell'arte

L'argomento trattato in questo paragrafo riguarda gli sviluppi avvenuti negli ultimi anni in riferimento alle prove di stress-rupture. Questa prova risulta essere di grande interesse grazie al fatto che fornisce informazioni utili sulle proprietà dei materiali ad elevate temperature ed è relativamente poco costosa e molto pratica. La prova viene principalmente utilizzata per determinare il comportamento delle turbine a gas, tubi e

serbatoi che prestato servizio ad alta temperature e altri componenti che lavorano a temperature estreme.

Analizzando la letteratura degli ultimi anni si nota che molti studi hanno lo scopo di migliorare la proprietà di creep agendo sulla composizione, lavorazione, tecniche di colata o sulla solidificazione. In tutti i casi si considerano leghe particolarmente adatte alle alte temperature come Inconel718Plus[®], AISI304 o DZ951. Un caso interessante è il lavoro svolto da Liu et al. (2008)[9] che analizza l'influenza dell'effetto del taglio dei piani cristallini sulla prova di stress-rupture per una superlega monocristallina a 871°C/552 MPa e 1010°C/248 MPa. I provini hanno le seguenti direzioni dei piani in superficie [001], [011] e [111]. I risultati della prova vengono riportati in Figura 1.7.1 Si nota che i campioni [011] hanno una vita più corta rispetto ai provini corrispondenti alle altre due direzioni. La risposta al taglio varia in funzione della temperature. Infatti a 871°C i dati più prestanti vengono forniti dalla direzione [001] mentre a 1010°C la direzione vincente è [111].

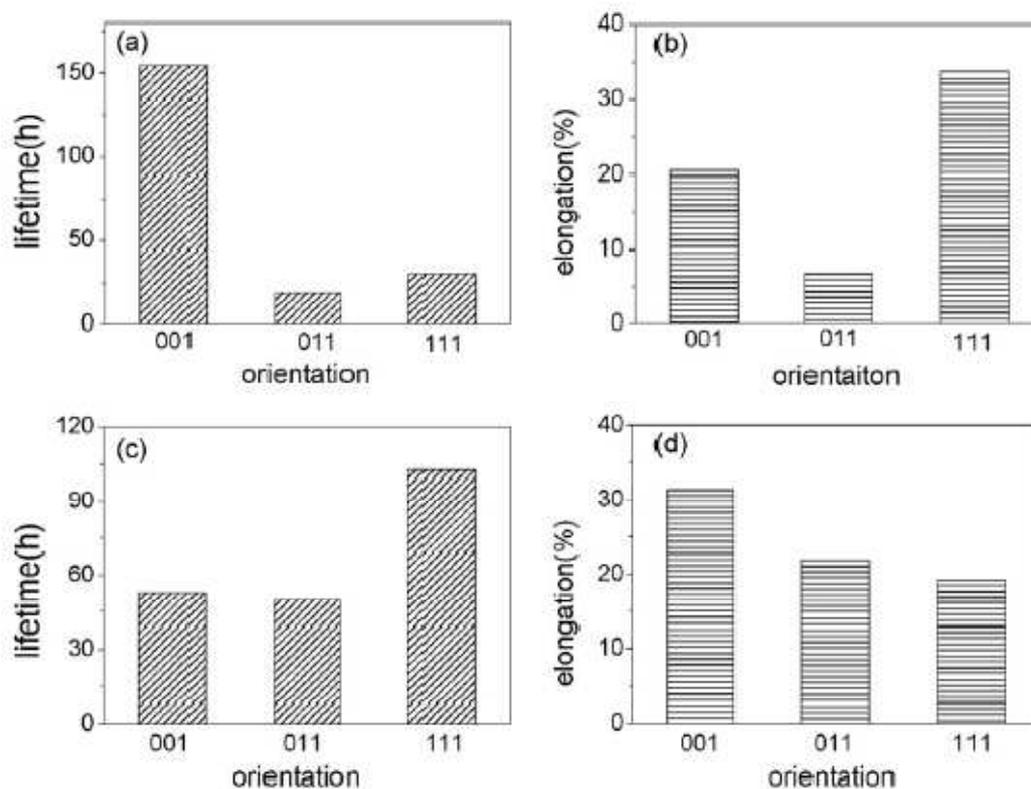


Figura 1.7.1: Risultati della prova di stress-rupture al variare dell'orientamento, (a) e (b) sono riferiti agli 871°C/552MPa mentre (c) e (d) sono per 1010°C/248MPa.

Per gli acciai classici, dove la prova di stress-rupture è stata abbondantemente studiata negli anni scorsi, si sono sviluppati principalmente due rami di studio. Il primo ha lo scopo di migliorare la proprietà di creep inserendo elementi raramente presenti nelle leghe. Nel secondo si studia il comportamento dell'acciaio sottoposto a stress-rupture multiassiale. Il lavoro di Zhang et al. (2009)[10] ha lo scopo di studiare il comportamento del AISI304 a temperatura di 700°C e con un carico di trazione biassiale. In queste condizioni di prova, la rottura e lo scorrimento avviene più velocemente rispetto al test monoassiale, anche se si utilizza la stessa tensione equivalente di Von Mises. Questi dati vengono utilizzati per la scelta dello spessore di tubi impiegati ad alta temperatura e aventi pressione interna elevata.

Negli ultimi anni si sono sviluppati modelli matematici sofisticati per ricavare il comportamento di stress-rupture a seconda del materiale e della temperatura attraverso identificazione di parametri fissi. In alcuni casi sono stati sviluppati anche tramite gli elementi finiti .

Un esempio di modello matematico è presente nel lavoro di Šeruga e Nagode (2011)[11]. Nell'articolo si propone un parametro unificato di tempo-temperatura che rappresenta una modifica del Manson-Brown ed inoltre incorpora come casi speciali quelli più comunemente usati come Larson-Miller, Manson-Haford e Orr Sherby Dorn. La procedura sceglie la curva più appropriata per i dati del test e calcola i coefficienti corrispondenti da utilizzare poi nel modello matematico.

Strumenti per la taratura

Come scritto nell'introduzione lo scopo della tesi è la messa a punto di una macchina di stress-rupture multiprovino. Per la messa in opera della macchina è necessario inserire determinare la temperatura e verificare la forza applicata dalla macchina al provino. In questo capitolo si descriveranno entrambi questi punti.

Nella prima parte si riportano le tecniche utilizzate per le misurazione della temperatura, descrivendo con particolare attenzione lo strumento utilizzato durante la tesi, il quale corrisponde alla termocoppia. Purtroppo questo strumento, prima della messa in opera, necessita di una taratura. Perciò nei prossimi paragrafi si spiegheranno i vari passaggi utilizzati per effettuarla.

Nella seconda parte, verifica della forza applicata della macchina al provino, si descriveranno i vari meccanismo utilizzabili per misurare tale valore. Successivamente si identifica il suo funzionamento e la procedura necessaria per tarare lo strumento.

2.1 Misura della temperatura

La misura ad alte temperature non è di facile determinazione, in questi casi è necessario definire una relazione tra una grandezza di facile misura e la temperatura. Perciò il valore misurato è semplicemente di natura empirica. Si elencano brevemente i termometri i più utilizzati.

- **Termoresistenza:** sfrutta la variazione della resistività di alcuni materiali al variare della temperatura,
- **Termocoppie:** tecnica di misura largamente usata, fonda il suo funzionamento sull'effetto Seebeck,
- **Pirometro ottico:** si basa sul confronto dell'intensità luminosa della radiazione visibile proveniente dal corpo incognito con l'intensità luminosa del campione.

Per taratura della macchina per stress-rupture multiprovino sono stata utilizzate delle termocoppie perciò si approfondirà solo questa tecnica di misurazione.

2.1.1 Termocoppie

Le termocoppie sono gli strumenti più ampiamente utilizzati perché economici, facilmente sostituibili, standardizzati e possono misurare un ampio intervallo di temperature. Il loro limite più grande è l'accuratezza, infatti errori sistematici minori di un grado Celsius sono difficili da ottenere[16].

Il principio di funzionamento delle termocoppie è noto come effetto Seebeck: se si prende un filo metallico avente due temperature differenti alle sue estremità, viene a formarsi una forza elettromotrice nota come Seebeck electromotive force (fem). Questo fenomeno avviene se il materiale non è tutto alla stessa temperatura e non necessita di avere un circuito chiuso.

Una termocoppia è costituita da due fili metallici collegati ad un estremo avente una certa T_1 (giunto caldo) e aventi all'altro estremo una T_2 (giunto freddo). La tensione che si va a misurare sul giunto freddo agli estremi dei due fili è strettamente correlata con la differenza di temperatura tra i due giunti.

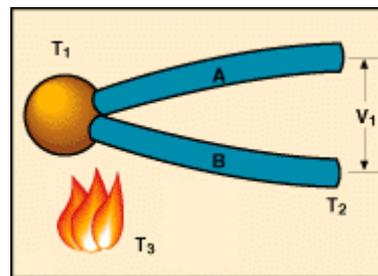


Figura 2.1.1: Effetto Seebeck in una termocoppia.

Da quanto detto la differenza di potenziale si sviluppa in ognuno dei due fili e non perché i due fili sono uniti assieme. L'effetto Seebeck (fem) c'è in tutti i metalli e non necessita di accoppiamento tra metalli diversi e non si sviluppa tra la giunzione dei due metalli. Ogni materiale quindi svilupperà una certa fem secondo la legge riportata nell'Equazione 2.2.1.

$$E_{\sigma} = \int_{T_2}^{T_1} \sigma(T) dT$$

Equazione 2.2.1: effetto di Seebeck

Riscrivibile anche come $E_{\sigma} = E_{\sigma}(T_1) - E_{\sigma}(T_2)$ dove E_{σ} è il potenziale dato dal coefficiente di Seebeck assoluto definito come $\sigma(T) = dE_{\sigma} / dT$. Questo valore è una proprietà intrinseca del materiale.

In una zona dove il potenziale è sufficientemente lineare e di conseguenza il coefficiente di Seebeck è circa costante, l'Equazione 2.2.1 è approssimabile come $E_{\sigma} = \sigma(T_1 - T_2)$.

Nella pratica si prende sempre in considerazione la non linearità di E_{σ} perciò si utilizza l'Equazione 2.2.1. Inoltre, se si prende una coppia di fili diversi (rispettivamente A e R) a formare una termocoppia tra le T_1 e T_2 , si impiegherà un coefficiente relativo dato da $\sigma_{AR} = \sigma_A - \sigma_R$ e l'equazione viene riportata qui sotto.

$$E_{\sigma} = \int_{T_2}^{T_1} \sigma_{AR}(T) dT$$

Equazione 2.2.2: Effetto di Seebeck con due fili di materiali diversi.

Le termocoppie in commercio sono composte da due materiali diversi, il motivo di questa scelta si intuisce analizzando la Figura 2.2.2.

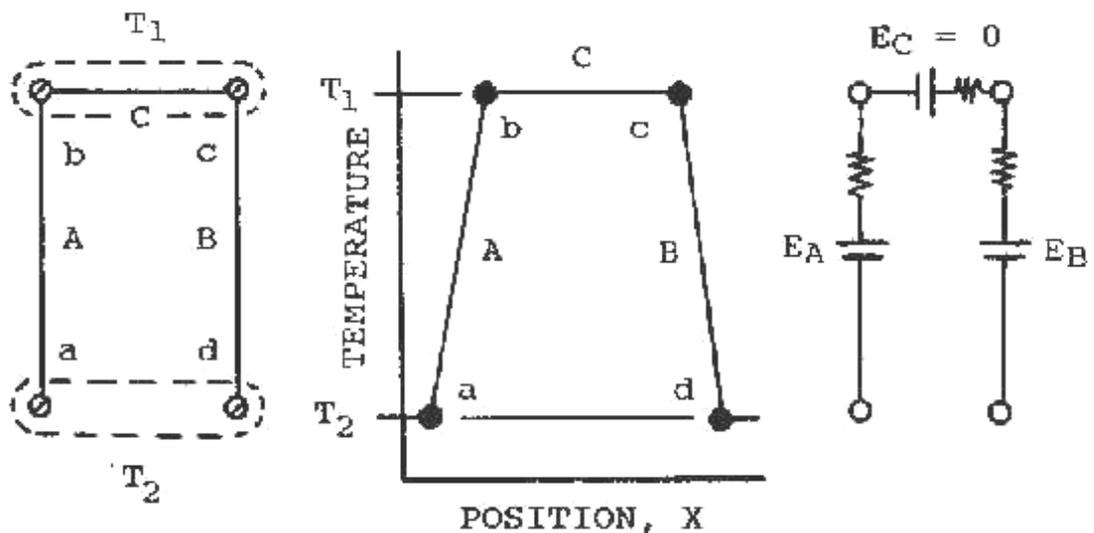


Figura 2.2.2: T/X plot di tre elementi (A,B,C) posti a temperature T_1 e T_2 .

La X rappresenta la posizione che ha ciascun elemento mentre la T corrisponde alla temperatura. Guardando la Figura 2.2.2 si nota che si svilupperà una fem lungo ciascun ramo del circuito solo nel caso che gli estremi dello stesso siano posti a temperature differenti. Per poter misurare con facilità una tensione, gli estremi devono essere piuttosto

vicini anche se il ramo C non dà nessun contributo alla forza elettromotrice totale misurata ai capi (a,d) dato che $T_b=T_c=T_1$. Considerando i punti riportati in precedenza si riporta l'Equazione 2.2.3.

$$E_{\sigma} = \int_{T_2}^{T_1} \sigma_A(T) dT + \int_{T_1}^{T_1} \sigma_C(T) dT + \int_{T_1}^{T_2} \sigma_B(T) dT$$
$$E_{\sigma} = \int_{T_2}^{T_1} \sigma_A(T) dT + 0 + \int_{T_1}^{T_2} \sigma_B(T) dT$$

Equazione 2.2.3: Effetto Seebeck della Figura 2.2.2.

Da questa formula si capisce che se i rami A e B fossero costituiti dallo stesso metallo, avrei $\sigma_A = \sigma_B$ e quindi il potenziale totale ai capi (a,d) diventerebbe nulla. Perciò è necessario che i A e B siano composti da due metalli differenti.

È importante ricordare che i fili devono essere omogenei e senza danneggiamenti che porterebbero dare voltaggi errati.

La natura dell'effetto Seebeck contiene alcuni principi molto utili che vengono sfruttati nell'ambito tecnologico.

- *La legge dei metalli intermedi:* in assenza di un gradiente di temperatura fra due giunzioni di una coppia di fili non si presenta alcun voltaggio. In questo modo è possibile inserire fili e circuiti tra gli estremi di una termocoppia senza alterarne il voltaggio; inoltre le giunzioni possono essere costituite da ogni tipo di materiale di connessione.
- *La legge dei metalli successivi:* dati tre metalli A, B e C e fatte le giunzioni AB, BC e AC i voltaggi che si sviluppano tra le giunzioni sono legati dalla relazione $E_{AC} = E_{AB} + E_{BC}$. Questa legge permette di calcolare la tabella dei voltaggi di AC se note le tabelle per AB e BC.
- Se nella termocoppia si genera un voltaggio V_a con le giunzioni alle temperature T_1 e T_2 e per un voltaggio V_b le temperature T_2 e T_3 , allora si svilupperà un voltaggio $V_a + V_b$ con gli estremi alle temperature T_1 e T_3 .

Questa legge permette di ignorare i gradienti di temperatura lungo la termocoppia, dato che la Seebeck fem dipende solo dalle temperature alle giunzioni; inoltre è utile nel calcolo della temperatura del giunto caldo indipendentemente da quella del giunto freddo.

Lo schema riportato nella Figura 2.2.3 mostra come si misura la differenza di potenziale. Una delle due giunzioni è alla temperatura che vogliamo misurare, l'altra è la giunzione di riferimento ad una certa temperatura. Nelle tabelle fornite dalle case produttrici è data una forza elettromotrice riferita al giunto di riferimento avente temperatura di 0°C.

La presenza di un collegamento dalla giunzione di riferimento al voltmetro non introduce nessuna forza elettromotrice per quanto detto nei punti precedenti.

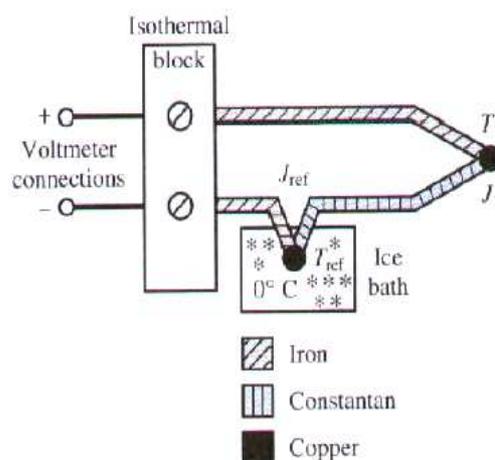


Figura 2.2.3: schema per la determinazione della forza elettromotrice

La scarsa conoscenza nonché la variabilità della temperatura del giunto freddo/di riferimento si riflette in un'incertezza della temperatura da misurare. Si ricorre ad una operazione detta di compensazione, ciò significa operare in modo che la temperatura del giunto freddo non influenzi la misura della tensione e quindi della temperatura. È possibile migliorare questa operazione agendo con i due metodi riportati.

1. la cold junction è mantenuta ad una temperatura nota, di solito si utilizza un bagno di ghiaccio fuso,
2. si introduce una tensione che bilancia la temperatura del giunto freddo.

Tipi di giunto e tempo di risposta.

La realizzazione del giunto di misura nelle termocoppie può essere di tre tipi e la scelta del tipo dipende dalle condizioni di impiego della termocoppia stessa.

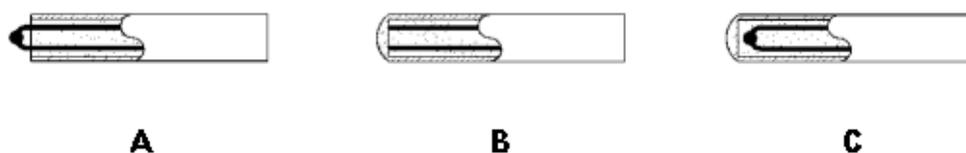


Figura 2.2.4: tipi di giunto di una termocoppia.

E' importante tener presente che i giunti di tipo B e C sono tipici di termocoppie con insolazione ceramica compatta (vedi pagina 29). Per le termocoppie classiche cioè con i due fili isolati semplicemente in PVC o fibra ci troviamo sempre nel caso A. In questo caso il tempo di risposta è praticamente immediato.

A-Giunto caldo esposto: caratterizzato da un ridottissimo tempo di risposta dovuto al diretto contatto con l'ambiente in cui si deve misurare la temperatura; in ambienti corrosivi è sconsigliato l'uso.

B-Giunto caldo a massa: è parte integrante della guaina di protezione e di conseguenza il tempo di risposta è abbastanza ridotto, l'esecuzione dello stesso è conforme alle norme ASTM E235. Consigliato in presenza di alte pressioni fino a 3300 atm.

C-Giunto caldo isolato: è completamente isolato dalla guaina di protezione in conseguenza di ciò è particolarmente indicato nei casi in cui correnti parassite potrebbero falsare la misura. A causa della separazione con l'ambiente la lettura della temperatura sarà più lenta rispetto agli altri tipi di giunti. L'esecuzione dello stesso è conforme alle norme ASTM E235.

Tipi di termocoppie

Per avere dei valori di Seebeck fem più alti possibili una delle due tensioni deve essere predominante rispetto all'altra, ad esempio $E_A > E_B$.

Si scelgono così fili di metalli diversi che vengono chiamati *positive leg*, P o + (E_A nell'esempio precedente) e l'altro definito *negative leg*, N o - (E_B nell'esempio precedente). Nella Tabella 2.2.1 si riportano le termocoppie più usate in commercio con i range di temperatura dove possono essere utilizzate. La differenza di composizione viene identificata da una designazione alfabetica secondo la Instrument society of America riconosciuta internazionalmente. I materiali vengono dati nell'ordine *positive leg / negative leg*.

Tipo	Composizione	Campo di temperatura (°C)
R	Pt - 13%Rh/Pt	0 + 1550
S	Pt - 10%Rh/Pt	0 + 1550
B	Pt - 30%Rh/Pt - 6%Rh	600 + 1600
J	Fe/Cu - Ni	0 + 760
T	Cu/Cu - Ni	-196 + 330
E	Ni - Cr/Cu - Ni	-196 + 770
K	Ni - Cr/Ni - Al	0 + 1000
N	Ni - Cr - Si/Ni - Si	0 + 1000
-	W - 3%Re/W - 25%Re	1000 + 2300
-	W - 5%Re/W - 26%Re	1000 + 2300
-	Au/Pt	0 + 1000
-	Pt/Pd	0 + 1250

Tabella 2.2.1: termocoppie più utilizzate

Le sigle Co, Al e Cr sono relative non all'elemento chimico ma a delle leghe particolari cioè alla costantana, all' Alumel® e al Chromel®. Gli ultimi due elementi sono marchi registrati dalla Hoskins Manufacturing Company.

La scelta di un tipo di termocoppie in ambito industriale dipende oltre alla resistenza alle alte temperature, anche altre proprietà quali per esempio la resistenza ad ambienti aggressivi, all'ossidazione e la precisione della misura.

Comunque ciascuna termocoppia ha i suoi ambiti di utilizzo; la possibilità di scegliere fra diversi tipi, ciascuno con i suoi campi di impiego, ha permesso alla termocoppia di essere lo strumento più usato nella misura di temperatura in campo industriale. Si elencano le varie caratteristiche.

- **Tipo T (rame/costantana):** resistente alla corrosione in ambiente umido e può essere usata per temperature inferiori allo zero. L'uso per temperature elevate in ambiente ossidante è limitato a causa dell'ossidazione del rame. Può comunque essere usata per alte temperature ma in assenza di O₂.
- **Tipo J (ferro/costantana):** il range di utilizzo è in realtà inferiore a quello dato dalla tabella. Infatti per temperature superiori ai 540°C il ferro tende ad ossidarsi; naturalmente è possibile lavorare in ambiente privo di O₂ a temperature superiori ai 540°C.

- **Tipo E (Chromel®/costantana):** in ambiente ossidante o inerte ho l'intervallo di utilizzo dato dalla tabella. Se l'ambiente è riducente ho le stesse limitazioni della termocoppia di tipo K. Le termocoppie di tipo E hanno il coefficiente di Seebeck più elevato; questo porta ad una maggior sensibilità che le rende le più utilizzate.
- **Tipo K (Chromel®/Alumel®):** sono molto resistenti ad ambienti ossidanti e per questo vengono usate in questo caso anche a T superiori ai 600°C. Le termocoppie di tipo K non vanno utilizzate in atmosfere riducenti o alternatamente ossidanti e riducenti e anche in atmosfere ricche di zolfo, in quanto questo elemento attacca entrambe i costituenti portando ad infragilimento e rottura. Si sconsiglia, inoltre, l'utilizzo sotto-vuoto, in quanto il cromo tende ad evaporare dal Chromel® portando alla perdita di calibrazione della termocoppia. Atmosfere che facilitano la corrosione nota come "green-rot" al termoelemento positivo. Avviene per basse percentuali di ossigeno e causa problemi di calibrazione per alte temperature
- **Tipo N (nicrosil/nisil):** è simile alla termocoppia K ma con l'aggiunta di silicio a entrambe i fili e di cromo al chromel. Questo porta ad una buona desensibilizzazione alla "green-rot".
- **Tipo R e S (Pt e Ro rispettivamente al 13 e al 10%platino):** sono consigliate per temperature da appena sotto lo zero a temperature dell'ordine dei 1500°C. Ad alte temperature il platino tende ad ingrossare il grano e quindi il pezzo può rompersi.
- **Tipo B (a base di platino e rodio<30%):** sono usate per alte temperature. Ho meno problemi in questo caso di crescita del grano.

Oltre a queste termocoppie ce ne sono altre di non standardizzate; queste occupano un ruolo di minor rilievo in ambito industriale. Si trovano comunque termocoppie Iridio/Rodio, Nickel/Cromo e Nickel/Molibdeno oltre alle termocoppie in metallo prezioso (oro).

Le termocoppie sono uno strumento in grado di misurare la temperatura. Ciò permette di identificare le temperature presenti in ogni istante all'interno del forno. Prima della messa in opera devono essere tarate. Le TC vengono collegate all'acquisitore di dati attraverso dei connettori verificare che il giunto e acquisitore non facciano errori gravi, si segue la procedura descritta nel prossimo paragrafo.

2.1.2 Taratura termocoppie

Per la taratura delle termocoppie è stata seguita una procedura interna che rispetta la norma UNI 9052. Si descrivono le operazioni e le metodologie da seguire nella taratura per confronto di termocoppie. Questo metodo viene applicato per alcuni tipi di termoresistenze e alle termocoppie tipo “K”, “S”, “J”, “N” con diametro massimo della guaina di 14 mm e lunghezza minima di 550 mm. I range di temperatura dove vengono svolte le tarature corrispondono al punto 0°C col utilizzo del Vaso Dewar, da 50÷200°C col bagno termostatico, da 300÷1100°C con il forno elettrico verticale e da 1100÷1500 °C si impiega il forno tubolare orizzontale[12].

Per la taratura delle termocoppie utilizzate nel prova viene effettuata per confronto con termoresistenze, a basse temperature, e termocoppie, alle elevate. Queste termocoppie e termoresistenze prendono il nome di “primarie” e si tarano ogni circa 100°C a temperature in un bagno dove il materiale presenta due o tre fasi come il punto di fusione del ghiaccio. Nella tabella 2.1.2 si riportano i punti utilizzati, questa taratura non è stata effettuata in azienda, per tale motivo non si riporterà in questa tesi.

La taratura delle termocoppie per confronto deve essere eseguita in ambiente a temperatura controllata di $23 \pm 2^\circ\text{C}$, in assenza di vibrazioni tali da alterare le caratteristiche della strumentazione utilizzata.

Prima di effettuare le tarature viene svolta una pulizia che deve essere eseguita con solventi adatti al materiale costituente i campioni e i misuratori. I solventi non devono favorire i processi di ossidazione e non alterare le caratteristiche degli strumenti (es. erosione delle righe depositate). Se possibile evitare il contatto con la superficie di misura; in ogni caso servirsi di materiale molto morbido per scartare qualsiasi effetto abrasivo. Nel maneggiare gli strumenti non bisogna portargli a contatto diretto con le mani, quindi viene consigliato utilizzo pinze o guanti preferibilmente atermici. Durante l'operazione si limiti al massimo la variazione di temperatura indotta su di essi.

Campioni, strumenti ed accessori vanno preparati circa 12 ore prima del posizionamento per ottenere l'equilibrio termico con l'ambiente. La taratura nel nostro caso viene svolta tra 0°C e 1100°C quindi è necessario preparare:

- il riferimento a 0°C con il ghiaccio fondente nel vaso Dewar;
- alimentare: il bagno termostatico (impostare temperatura a 50°C) e il forno verticale (impostare temperatura a 300°C).

Si attende per un tempo sufficiente alla stabilizzazione termica approssimativamente 1 ora.

Verifica di taratura a zero gradi con l'utilizzo del vaso di Dewar

Per la verifica di taratura di termocoppie e termoresistenze al punto 0°C procedere secondo quanto indicato:

- Preparare il riferimento a 0°C con il punto del ghiaccio fondente (vaso Dewar);
- Inserire la termocoppia in taratura con 260 mm circa di immersione nel ghiaccio fondente;
- Inserire la termoresistenza campione Pt100 con 260 mm circa di immersione nel ghiaccio fondente;
- Collegare, al calibratore multifunzione, la termoresistenza campione e la termocoppia in taratura (vedi Figura 2.2.5) e attendere 15 min;
- Verificare la stabilità del segnale della termoresistenza ($\pm 0,02 \Omega$) ed effettuare cinque letture intervalli di 10 secondi del valore di resistenza della termoresistenza campione (Ω), calcolare il valore medio e risalire così alla temperatura di prova (°C);
- Effettuare cinque letture ad intervalli di 10 secondi della termocoppia in taratura (mV), calcolarne il valore medio e risalire così alla temperatura di prova (°C) utilizzando la tabella di conversione della norma CEI EN 60584-1 “Termocoppie: Parte 1 - Tabelle di riferimento”;



Figura 2.1.2: vaso Dewar con termocoppia di riferimento e del campione.

- Si svolge la media per entrambi gli strumenti e si confrontano con i cinque punti ottenuti, in caso di anomalie svolgere un'altra misura per cambiare quella non conforme.
- Verificare la ripetibilità dei dati ottenuti (la temperatura deve rimanere costante quindi gli scostamenti devono rientrare nel range $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$; in caso contrario ripetere le letture).

Taratura tra i 50°C - 200°C con il bagno termostatico

Il bagno termostatico è costituito da un liquido siliconico scaldato con resistenze ed agitato per ottenere una migliore uniformità della temperatura del bagno. Per la verifica di taratura di termocoppie e termoresistenze nel campo $50\div 200^{\circ}\text{C}$ procedere secondo quanto indicato:

- Preparare il riferimento a 0°C con il punto del ghiaccio fondente (vaso Dewar);
- Impostare la temperatura di taratura del bagno termostatico, attendere la stabilità, inserire la termoresistenza campione Pt100 e la termocoppia in taratura con una profondità di 260 mm (vedi Figura 2.2.6);



Figura 2.2.6: bagno termostatico, termometro a resistenza, vaso Dewar

- Collegare il calibratore multifunzione alla termoresistenza campione Pt100 e alla termocoppia in taratura (la termocoppia deve essere collegata tramite il cavo di estensione e inserire il giunto di riferimento della termocoppia nel ghiaccio fondente con circa 400 mm circa di immersione);
- Attendere 15 minuti dal momento in cui è stato inserito il giunto di riferimento nel vaso Dewar;
- Effettuare le cinque letture ad intervalli di 10 secondi della termocoppia in taratura (mV), calcolarne il valore medio e risalire così alla temperatura di prova ($^{\circ}\text{C}$);
- Effettuare le cinque letture ad intervalli di 10 secondi del valore di resistenza della termoresistenza campione Pt100 (Ω), ricalcolare il valore medio e confrontarlo con i valori determinati e verificare la stabilità di temperatura del bagno. Se si riscontrano differenze di temperatura ripetere le letture;
- Prima di passare al punto di taratura successivo verificare la ripetibilità dei dati ottenuti (la temperatura deve rimanere costante quindi gli scostamenti devono rientrare nel range $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$; in caso contrario ripetere le letture);
- La taratura viene effettuata alla temperatura di 100°C , 200°C .

Taratura tra i 300°C - 1100°C con il forno elettrico verticale

Per la verifica di taratura di termocoppie o termoresistenze nel campo $300\div 1100^{\circ}\text{C}$ con l'utilizzo di un forno elettrico verticale si procedere secondo quanto indicato nei seguenti punti. A differenza delle due tarature precedenti si usa una termocoppia di tipo "S" tarata

dal centro specializzato al posto della termoresistenza Pt100, la scelta è dovuta alla maggior stabilità e durata data dalla TC alle elevate temperature.

- Preparare il riferimento a 0°C con il punto del ghiaccio fondente (vaso Dewar);
- Inserire la termocoppia campione tipo “S” e la termocoppia in taratura con 530 mm circa di immersione nel forno elettrico verticale;
- Collegare all’acquisitore alla termocoppia campione e alla termocoppia in taratura (vedi Figura 2.2.7), in modo da ottenere i dati ricavati nelle tarature precedenti in maniera automatizzata. Le termocoppie devono essere collegate tramite cavi di estensione e inserite i giunti di riferimento delle termocoppie nel ghiaccio fondente con 400 mm circa di immersione.



Figura 2.2.7: Forno elettrico verticale con TC campione e vaso di Dewar.

- Questo forno è collegato a un software in grado di acquisire per ogni temperatura perciò le letture vengono eseguite in automatico. Se il criterio di stabilità è stato soddisfatto, il programma acquisisce le cinque misure della termocoppia in taratura e ne calcola il valore medio; i rimanenti punti di taratura devono soddisfare gli stessi requisiti.

Nella Tabella 2.2.2 si riportano una della tabella presenti nella norma CEI UNI 60584-01. Nelle quali vengono mostrati al valore della forza elettromotrice la temperatura corrispondente in gradi per una termocoppie di tipo “S”. Le termocoppie utilizzate durante le prove sono di tipo “S”, presenti nell’intercapedine del forno, e di tipo “N”,

utilizzati all'interno. In entrambi i casi le termocoppie provengono dallo stesso coil, perciò possiedono errori molto simili, quindi la taratura si è svolta solo per una singola TC campione.

Una volta determinato il valore della termocoppia alle varie temperature si costruisce un polinomio caratteristico per le temperatura dove non si è svolta la taratura. Questo processo viene effettuato per la TC primaria e per quella in taratura.

Platino - 10% rodio/platino_Platinum - 10% Rhodium/platinum
 Forza elettromotrice in funzione della temperatura_Electromotive force as a function of temperature

Tipo S_Type S

t ₁ /°C	0	1	2	3	4	E/V	5	6	7	8	9	t ₂ /°C
300	2 323	2 332	2 341	2 350	2 360	2 369	2 378	2 387	2 397	2 405	2 415	300
310	2 415	2 424	2 433	2 442	2 451	2 461	2 470	2 479	2 488	2 497	2 507	310
320	2 507	2 516	2 525	2 534	2 544	2 553	2 562	2 571	2 581	2 590	2 599	320
330	2 599	2 609	2 618	2 627	2 636	2 646	2 655	2 664	2 674	2 683	2 693	330
340	2 692	2 702	2 711	2 720	2 730	2 739	2 748	2 758	2 767	2 776	2 786	340
350	2 786	2 795	2 805	2 814	2 823	2 833	2 842	2 851	2 861	2 870	2 880	350
360	2 880	2 889	2 899	2 908	2 917	2 927	2 936	2 946	2 955	2 965	2 975	360
370	2 974	2 983	2 993	3 002	3 012	3 021	3 031	3 040	3 050	3 059	3 069	370
380	3 069	3 078	3 088	3 097	3 107	3 116	3 126	3 135	3 145	3 154	3 164	380
390	3 164	3 173	3 183	3 192	3 202	3 212	3 221	3 231	3 240	3 250	3 259	390
400	3 259	3 269	3 279	3 289	3 298	3 307	3 317	3 326	3 336	3 346	3 355	400
410	3 355	3 365	3 374	3 384	3 394	3 403	3 413	3 423	3 432	3 442	3 452	410
420	3 451	3 461	3 471	3 480	3 490	3 500	3 509	3 519	3 529	3 538	3 548	420
430	3 548	3 558	3 567	3 577	3 587	3 596	3 606	3 616	3 626	3 635	3 645	430
440	3 645	3 655	3 664	3 674	3 684	3 694	3 703	3 713	3 723	3 732	3 742	440
450	3 742	3 752	3 762	3 771	3 781	3 791	3 801	3 810	3 820	3 830	3 840	450
460	3 840	3 850	3 859	3 869	3 879	3 889	3 898	3 908	3 918	3 928	3 938	460
470	3 938	3 947	3 957	3 967	3 977	3 987	3 997	4 006	4 016	4 026	4 036	470
480	4 036	4 046	4 056	4 065	4 075	4 085	4 095	4 105	4 115	4 125	4 135	480
490	4 134	4 144	4 154	4 164	4 174	4 184	4 194	4 204	4 213	4 223	4 233	490
500	4 233	4 243	4 253	4 263	4 273	4 283	4 293	4 303	4 313	4 323	4 333	500
510	4 332	4 342	4 352	4 362	4 372	4 382	4 392	4 402	4 412	4 422	4 432	510
520	4 432	4 442	4 452	4 462	4 472	4 482	4 492	4 502	4 512	4 522	4 532	520
530	4 532	4 542	4 552	4 562	4 572	4 582	4 592	4 602	4 612	4 622	4 632	530
540	4 632	4 642	4 652	4 662	4 672	4 682	4 692	4 702	4 712	4 722	4 732	540
550	4 732	4 742	4 752	4 762	4 772	4 782	4 793	4 803	4 813	4 823	4 833	550
560	4 833	4 843	4 853	4 863	4 873	4 883	4 893	4 904	4 914	4 924	4 934	560
570	4 934	4 944	4 954	4 964	4 974	4 984	4 995	5 005	5 015	5 025	5 035	570
580	5 035	5 045	5 055	5 065	5 076	5 086	5 096	5 106	5 116	5 127	5 137	580
590	5 137	5 147	5 157	5 167	5 178	5 188	5 198	5 208	5 218	5 228	5 238	590

Continua/Continued

Tabella 2.2.2: Relazione tra la temperatura e forza elettromotrice per la termocoppia di tipo “S”.

Nella Tabella 2.2.3 si elencano i range concessi per le varie termocoppie secondo la normativa CEI EN 60584-2.

Tab. 1 **Classi di tolleranza per le termocoppie (giunto di riferimento a 0 °C)**

Tipi	Classe di tolleranza 1	Classe di tolleranza 2	Classe di tolleranza 3 (1)
Tipo T			
Intervallo di temperatura	da - 40 a + 125 °C	da - 40 a + 133 °C	da - 67 a + 40 °C
Tolleranza	± 0,5 °C	± 1 °C	± 1 °C
Intervallo di temperatura	da 125 a 350 °C	da 133 a 350 °C	da - 200 a - 67 °C
Tolleranza	± 0,004 · t	± 0,0075 · t	± 0,015 · t
Tipo E			
Intervallo di temperatura	da - 40 a + 375 °C	da - 40 a + 333 °C	da - 167 a + 40 °C
Tolleranza	± 1,5 °C	± 2,5 °C	± 2,5 °C
Intervallo di temperatura	da 375 a 800 °C	da 333 a 900 °C	da - 200 a - 167 °C
Tolleranza	± 0,004 · t	± 0,0075 · t	± 0,015 · t
Tipo J			
Intervallo di temperatura	da - 40 a + 375 °C	da - 40 a + 333 °C	-
Tolleranza	± 1,5 °C	± 2,5 °C	-
Intervallo di temperatura	da 375 a 750 °C	da 333 a 750 °C	-
Tolleranza	± 0,004 · t	± 0,0075 · t	-
Tipo K, tipo N			
Intervallo di temperatura	da - 40 a + 375 °C	da 40 a + 333 °C	da - 167 a + 40 °C
Tolleranza	± 1,5 °C	± 2,5 °C	± 2,5 °C
Intervallo di temperatura	da 375 a 1000 °C	da 333 a 1200 °C	da - 200 a - 167 °C
Tolleranza	± 0,004 · t	± 0,0075 · t	± 0,015 · t
Tipo R, tipo S			
Intervallo di temperatura	da 0 a 1100 °C	da 0 a 600 °C	-
Tolleranza	± 1 °C	± 1,5 °C	-
Intervallo di temperatura	da 1100 a 1600 °C	da 600 a 1600 °C	-
Tolleranza	± [1 + 0,003 (t-1 100)] °C	± 0,0025 · t	-
Tipo B			
Intervallo di temperatura	-	-	da 600 a 800 °C
Tolleranza	-	-	+ 4 °C
Intervallo di temperatura	-	da 600 a 1700 °C	da 800 a 1700 °C
Tolleranza	-	± 0,0025 · t	± 0,005 · t

(1) I materiali per le termocoppie sono generalmente forniti per rispondere alle tolleranze di fabbricazione specificate nella tabella per le temperature superiori a - 40 °C. Tuttavia questi materiali possono non rispondere alle tolleranze di fabbricazione, per le basse temperature indicate nella Classe 3, per le termocoppie dei tipi T, E, K e N, se le termocoppie devono soddisfare contemporaneamente i limiti della Classe 3 e quelli della Classe 1 e/o Classe 2. L'acquirente dovrà espressamente richiedere che sia soddisfatta questa condizione, generalmente per mezzo di una selezione dei materiali.

Tabella 2.2.3: Range ammissibili per tipo di termocoppia

2.1.3 Taratura catene termometriche

Le catene termometriche corrispondono ai fili di collegamento tra le termocoppie e l'acquisitore o regolatore. Anche lui ha una certa resistenza che influisce sulla lettura dei risultati, per tale motivo si necessita identificare il suo errore attraverso una taratura[13].

Le linee guida per la taratura delle catene termometriche utilizzate per la taratura dei segnali elettrici generati da termocoppie; termoresistenze e/o la lettura dei segnali elettrici

rilevati dai regolatori di temperatura destinati alla programmazione del set-point di temperatura impostato per lo svolgimento delle varie attività. La presente si applica ai segnali elettrici di catene termometriche equivalenti a termocoppie, segnali in mV, segnali in V, segnali in Ohm.

La taratura degli strumenti deve essere eseguita nella zona predisposta, in ambiente a temperatura controllata di $23 \pm 2^\circ\text{C}$, in assenza di vibrazioni tali da alterare le caratteristiche della strumentazione utilizzata.

Come per la taratura della termocoppie risulta necessario svolgere una pulizia con solventi adatti al materiale costituente i campioni e i misurandi; i solventi non devono favorire i processi di ossidazione e non alterare le caratteristiche degli strumenti (es. erosione delle righe depositate). Se possibile evitare il contatto con la superficie di misura; in ogni caso servirsi di materiale molto morbido per evitare qualsiasi effetto abrasivo. Nel maneggiare gli strumenti evitare il contatto diretto con le mani, utilizzando pinze o guanti preferibilmente atermici.

Il generatore di segnali (calibratore multifunzione), gli acquisitori dati e i termoregolatori vanno preparati e accesi almeno 30 minuti prima dell'utilizzo o comunque per un tempo necessario per assicurare la massima stabilità del segnale elettrico (fem= Forza elettromotrice) o di resistenza per simulare i sensori collegabili (termocoppie).

Inoltre, prima della taratura è necessario che lo strumento permanga nel locale del laboratorio in cui vengono eseguite le misure per il tempo necessario affinché raggiunga l'equilibrio termico con l'ambiente per almeno 30'.

L'operazione di taratura consiste nella generazione di un segnale elettrico tale da simulare la fem generata da termocoppie o il segnale in Ohm per termoresistenze in funzione della temperatura. Con il calibratore multifunzione su una scala di valori compresa tra 300 e 1100 °C (ove non diversamente specificato) e nella lettura dei corrispondenti valori sugli acquisitori dati e/o sui termoregolatori.

Dalla taratura del calibratore multifunzione si costruisce un polinomio di grado appropriato (generalmente quarto) per interpolare i valori intermedi di taratura. Tali valori permettono di correggere le temperature di riferimento, come verrà riportato nel prossimo sottoparagrafo.

Collegare il calibratore multifunzione all'inizio della catena termometrica con un adeguato cavo di compensazione a seconda del tipo di sensore ad essa collegata (in Fig.

2.2.8) dove si sta generando un segnale di 600 °C su una catena termometrica per termocoppia di tipo N.

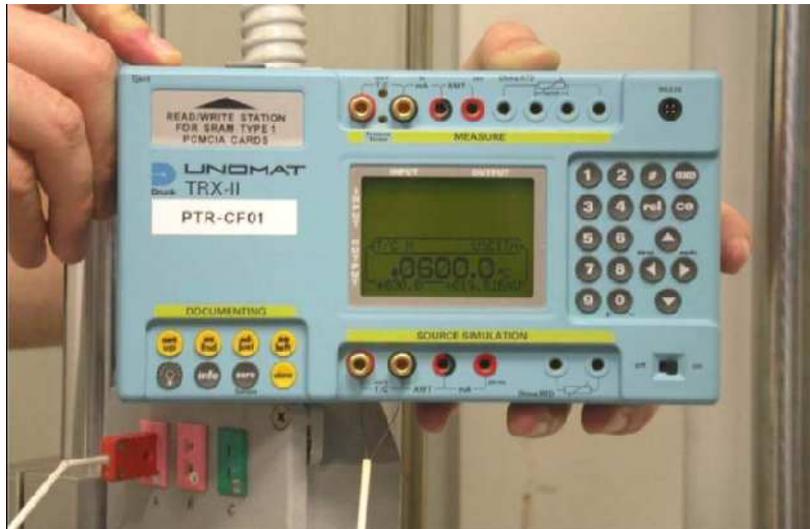


Figura 2.2.8: Generazione segnale a 600°C riferita ad una TC di tipo N.

2.1.4 Calcolo dell'incertezza

Una volta determinato le temperature di taratura per la termocoppie utilizzate è necessario verificare l'incertezza del valore misurato. La determinazione dell'incertezza di misura segue la procedura generale di seguito riportata. Il primo obiettivo durante la determinazione dell'incertezza del misurando y è identificare tutte le “m-esime” fonti di incertezza x_i ($i=1,2,\dots,m$) che influiscono sulla misura di y , quantificandone poi il contributo all'incertezza totale. In base al valore numerico di ogni contributo di incertezza (“rilevanza”), è quindi possibile eliminare quelle fonti che introducono un'incertezza trascurabile o poco significativa, in genere quantificabile in non più di un quinto del valore dell'incertezza del contributo maggiore[12].

I contributi vengono in seguito classificati, sulla base del modo in cui vengono valutati, in contributi di Tipo A e di Tipo B. I primi vengono quantificati calcolando la deviazione standard s di un set di “n” misure $x_{i,j}$ ($i=1,2,\dots,m$ e $j=1,2,\dots,n$) ripetute della stessa grandezza x_i . Le seconde, invece, richiedono maggior circospezione da parte dello sperimentatore, che dovrà usare adeguate informazioni in suo possesso (o reperirne di adeguate) per definire in base a correlazioni o certificazioni valori di incertezza numerica per ogni fonte x_i .

Per la determinazione dell'incertezza di tipo A: Per una serie di n misure ripetute della fonte x_i , il valore medio $\bar{x}_i = \sum_{j=0}^n x_{i,j}$, è la stima del valore "vero" di x_i . L'incertezza descrive il range attorno ad $x_{i,m}$ all'interno del quale con una data probabilità P è presente il valore vero. Quindi, per P=68%, l'incertezza cosiddetta "standard" $u(x_i)$ rispetto alla media è calcolata attraverso la seguente relazione:

$$u(x_i) = s(x_{i,j})$$

dove la deviazione standard s è stimata come

$$s(x_{i,j}) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{j=1}^n (x_{i,j} - \bar{x}_i)^2}$$

Dove $x_{i,j}$ è il j-esimo risultato delle n misure effettuate del contributo x_i , \bar{x}_i è la media delle misure effettuate. Maggiore è il numero delle misure disponibili, migliore sarà la stima dell'errore. Solitamente dieci misure sono sufficienti per una buona stima.

Per la determinazione dell'incertezza di tipo B: L'incertezza standard di una quantità che non è stata ottenuta attraverso misure ripetute, deve essere valutata attraverso un'analisi basata su tutte le informazioni disponibili riguardo i fattori che contribuiscono alla formazione dell'incertezza. Le informazioni possono includere:

- i dati di calibrazione ed i certificati;
- i dati del produttore;
- storico delle misure passate;
- esperienza o conoscenze generali del comportamento degli strumenti e dei materiali;
- incertezza assegnata a materiali di riferimento;
- incertezza relativa a dati di riferimento presi da manuali.

Per la maggior parte delle valutazioni di Tipo B, è possibile soltanto stimare i limiti superiore $x_{i,max}$ ed inferiore $x_{i,min}$ del range di valori al cui interno la fonte x_i viene a

cadere. Per la determinazione dell'incertezza come deviazione standard della distribuzione di frequenza della grandezza x_i è quindi necessario assumere una distribuzione probabilistica, per semplicità spesso intesa come rettangolare. La deviazione standard e quindi l'incertezza standard $u(x_i)$ in questo caso sono:

$$u(x_i) = \frac{x_{i,max} - x_{i,min}}{\sqrt{3}}$$

Se invece per esempio un certificato di taratura riporta direttamente un'incertezza $U(x_i)$ della fonte x_i , tipicamente relativa ad una grandezza con distribuzione probabilistica normale, l'incertezza riportata sui certificati di calibrazione è da ricondurre alla deviazione/incertezza standard (P=68%) $u(x_i)$ tramite:

$$u(x_i) = \frac{U(x_i)}{k}$$

dove $U(x_i)$ è l'incertezza espansa e k è il fattore di copertura, per distribuzioni normali $k=2$.

Una volta calcolata l'incertezza standard $u(x_i)$, è necessario combinare le "m" incertezze standard di tutte le diverse fonti x_i (con $i=1,2,..m$) per calcolare l'incertezza complessiva del misurando y , detta appunto incertezza combinata $u_c(y)$, come segue:

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^m [u(x_i)]^2}$$

L'incertezza così combinata corrisponde ad una deviazione standard di una distribuzione probabilistica normale del misurando y , dove la misura eseguita è ipotizzata come miglior stima del valore vero di y e quindi è intuita come valore medio della distribuzione normale. Il livello di confidenza P associato al range $y \pm u_c(y)$, ovvero la probabilità che il valore vero di y cada nell'intervallo di incertezza attorno alla misura che sto dichiarando, è pari a $P=68.27\%$.

L'ultimo passo consiste nel calcolare l'incertezza espansa $U(y)$ moltiplicando l'incertezza combinata $u_c(y)$ calcolata, per un fattore di copertura k scelto in base al livello di confidenza desiderato. In questo modo ampliamo la possibilità che il valore vero di y sia contenuto nell'intervallo di incertezza attorno alla misura dichiarata. Per una distribuzione normale viene solitamente utilizzato un fattore di copertura pari a 2, corrispondente ad un livello di confidenza $P=95.45\%$.

Calcolo dell'incertezza di taratura di termocoppie per in forno elettrico verticale tra i 300°-1100°C

Il presente calcolo di incertezza è applicabile alla taratura di termocoppie di tipo K, N ed S, in un range di temperature da 300°C a 1100°C. Per il calcolo sono stati presi in considerazione i seguenti contributi:

- Acquisitore dati del canale al quale è collegata la sonda campione di tipo S;
- Acquisitore dati sul canale al quale è collegata la termocoppia da tarare;
- Sonda campione (di tipo S);
- Cavo compensato;
- Ice Point;
- Stabilità del blocco equalizzatore;
- Uniformità del blocco equalizzatore;
- Conversione mV-°C;
- Profondità di immersione della termocoppia (considerata trascurabile).

Sono stati inoltre valutati gli ulteriori contributi dovuti all'inserimento di più termocoppie nello stesso foro e l'eventuale deformazione delle stesse. Tali contributi sono stati, in seguito a prove sperimentali, giudicati trascurabili. Per poter essere combinati, i contributi devono avere un livello di confidenza del 68%, pertanto ogni valore è stato opportunamente elaborato per questo scopo. Analizziamo ogni contributo in maniera approfondita.

1. Acquisitore dati del canale della termocoppia campione e quella in taratura

I contributi di incertezza considerati per questo strumento sono i seguenti:

- Errore massimo accettabile dallo strumento in misurazione;
- Incertezza ottenuta dalla taratura dello strumento in misurazione;

- Risoluzione dello strumento;

Le tra incertezze possiedono metodi diversi per la determinazione della probabilità.

Nel caso della termocoppia in taratura la valutazione viene effettuata per le scale corrispondenti al tipo della TC da tarare.

2. Sonda Campione (Tipo S)

I contributi considerati sono i seguenti:

- Errore della sonda ricavato dal polinomio interpolatore; è necessario ricavare lo scostamento massimo dei dati ricavati attraverso il polinomio interpolatore dai dati reali forniti durante la taratura della termocoppia;
- Incertezza di taratura della termocoppia.

Anche in questo caso è possibile determinare le varie probabilità per ogni punto.

3. Cavo compensato (Canale T/C)

Questo contributo è stato rilevato dalla norma EA-10/11 “Guidelines on the Calibration of Temperature Indicators and Simulators by Electrical Simulation and Measurement” risulta essere pari a 0,065 °C. Non è necessario nessun ulteriore calcolo essendo già contato il contributo della probabilità.

4. Ice Point

Questo contributo è stato rilevato dalla norma EA-10/11 e risulta essere pari a 0,03 °C. Non è necessario nessun ulteriore calcolo essendo un contributo della probabilità pari al 68%.

5. Stabilità temporale del blocco equalizzatore

Valutata come la capacità di mantenere una certa temperatura nel tempo, questo contributo viene impostato manualmente sulla macchina di prova ed è pari a 0,07 °C. in questo caso risulta necessario identificare la distribuzione di probabilità.

6. Uniformità nello spazio del blocco equalizzatore

Valutata come la capacità del blocco equalizzatore di mantenere una temperatura uniforme in ogni suo punto. Da prove sperimentali interne, lo scostamento massimo è risultato essere pari a 0,1 °C.

7. Conversione mV - °C

Tutti i contributi sono espressi in mV e devono essere convertiti in °C. Per farlo è possibile utilizzare le tabelle di conversione normate per il tipo di termocoppia utilizzata. Sono riportate le temperature corrispondenti ai valori di tensione restituiti dalla termocoppia, ad intervalli di 10°C. Il coefficiente di sensitività sarà dunque:

$$c_i = \frac{\partial f(x_i)}{\partial x_i} = \frac{\partial V}{\partial T} = \frac{V_2 - V_1}{T_2 - T_1}$$

Per essere cautelativi andrà valutato l'intervallo di tensione $V_2 - V_1$ che massimizza il valore del coefficiente di sensitività.

Calcolo dell'incertezza di taratura di termocoppie per $50^\circ \leq T \leq 200^\circ$ °C in bagno termostatico

Il presente calcolo di incertezza è applicabile alla taratura di termocoppie di tipo K, N ed S, in un range di temperature da 50°C a 200°C. Per il calcolo sono stati presi in considerazione i seguenti contributi:

- Calibratore Multifunzione sul canale al quale è collegata la sonda campione di tipo PT100;
- Calibratore Multifunzione sul canale al quale è collegata la termocoppia da tarare;
- Sonda campione (di tipo PT100);
- Cavo compensato;
- Ice Point;
- Stabilità del blocco equalizzatore;
- Uniformità del blocco equalizzatore;
- Conversione Ω -°C;
- Profondità di immersione della termocoppia/termoresistenza (non rilevante).

Sono stati inoltre valutati gli ulteriori contributi dovuti all'inserimento di più termocoppie nello stesso foro e l'eventuale deformazione delle stesse. Tali contributi sono stati, in seguito a prove sperimentali, giudicati trascurabili. Per poter essere combinati, i contributi devono avere un livello di confidenza del 68%, pertanto ogni valore è stato opportunamente elaborato per questo scopo.

L'errore del cavo compensato e del Ice Point sono stati precedentemente descritti quindi non verranno riportate in questo caso. Il calcolo dell'incertezza totale sarà dato delle somma al quadrato sotto radice.

1. Calibratore multifunzione per il canale della termoresistenza campione e TC in taratura

I contributi di incertezza considerati per questo strumento sono i seguenti:

- Errore massimo accettabile dallo strumento in misurazione;
- Incertezza dichiarata nel certificato di taratura dello strumento in misurazione;
- Risoluzione dello strumento;

Per ogni punto è necessario identificare la probabilità del errore, ma lo lasciamo ad uno studio più approfondito della tematica.

2. Sonda campione

I contributi considerati sono i seguenti:

- Errore della sonda ricavato dal polinomio interpolatore;
- Incertezza di taratura della termoresistenza, ricavabile dalla taratura della stessa.

1. Stabilità temporale ed uniformità del bagno termostatico

Valutata la capacità di mantenere una certa temperatura nel tempo, questo contributo viene rilevato dal manuale del forno ed è pari a 0,05 °C nella taratura delle termocoppie. Invece nel caso dell'uniformità della temperatura in ogni suo punto. Il dato viene rilevato dal manuale del forno ed è pari a 0,05 °C.

2. Conversione Ω - °C

Tutti i contributi sono espressi in Ω e devono essere convertiti in °C. Per farlo è possibile utilizzare le tabelle di conversione normate per il tipo di termocoppia utilizzata. Sono riportate le temperature corrispondenti ai valori di tensione restituiti dalla termocoppia, ad intervalli di 10°C. Il coefficiente di sensitività sarà dunque:

$$c_i = \frac{\partial f(x_i)}{\partial x_i} = \frac{\partial V}{\partial T} = \frac{V_2 - V_1}{T_2 - T_1}$$

Per essere cautelativi andrà valutato l'intervallo di tensione $V_2 - V_1$ che massimizza il valore del coefficiente di sensitività.

Calcolo dell'incertezza di taratura di termocoppie a 0 °C in vaso di Dewar

Il presente calcolo di incertezza è applicabile alla taratura di termocoppie di tipo K, N ed S alla temperatura di 0°C. Per il calcolo sono stati presi in considerazione i seguenti contributi:

- Calibratore Multifunzione sul canale al quale è collegata la sonda campione di tipo PT100;
- Calibratore Multifunzione sul canale al quale è collegata la termocoppia da tarare;
- Sonda campione (di tipo PT100);
- Cavo compensato;
- Ice Point;
- Conversione Ω -°C;
- Profondità di immersione della termocoppia.

Sono stati inoltre valutati gli ulteriori contributi dovuti all'inserimento di più termocoppie nello stesso foro e l'eventuale deformazione delle stesse. Tali contributi sono stati, in seguito a prove sperimentali, giudicati trascurabili. Tutti i punti sono stati precedenti spiegati.

Calcolo dell'incertezza delle catene termometriche

Il presente calcolo di incertezza si applica alla taratura di catene termometriche di tipo K, N, S, J e T in un range di temperature rispettivamente di:

- 0 – 1200 °C per catene termometriche di tipo N e K;
- 0 – 1400 °C per catene termometriche di tipo S;
- -200 – 800 °C per catene termometriche di tipo J;
- -200 – 400 °C per catene termometriche di tipo T.

Per il calcolo sono stati presi in considerazione i contributi relativi ai seguenti componenti della catena di taratura:

- Calibratore multifunzione;
- Cavi di estensione;
- Strumento da tarare.

Per poter essere combinati, i contributi devono avere un livello di confidenza del 68%, pertanto ogni valore è stato opportunamente elaborato per questo scopo.

Il calibrato multifunzione e i cavi di estensione presentano le stesse incertezze della taratura della termocoppie quindi non vengono riportati.

Per il calcolo della incertezza combinata risulterà pari alla somma degli errori elevati al quadrato sotto radice.

1. Strumento da tarare

I contributi di incertezza per questo strumento è la sua risoluzione; tale contributo è espresso in °C e non necessita di conversioni.

2.1.5 Dati ottenuti dalla taratura delle termocoppie e catene termometriche

Per effettuare la taratura della macchina multiprovino per stress-rupture è stato necessario svolgere la taratura delle termocoppie utilizzate durante la prova e delle rispettive catene termometriche. Le termocoppie utilizzate sono cinque di tipo “S in più altre undici di tipo “N” provenienti per entrambi i casi dallo stesso coil. Per tale motivo basta svolgere una taratura singola per tipo perché i risultati saranno molto simili, come si può notare dalla tabella 2.2.4. Nei primi punto la differenza di misurazione tra le temperature lette tra le TC differenti non risulta comunque rilevante anche se ci si trova a temperatura dove le TC N non sono molto stabili.

N. punti	TC 1	TC 2	TC 3	TC 4	TC 5	TC 6	TC 7	TC 8	TC 9	TC 10	TC 11	media
1°	1098,9	1098,3	1097,5	1097,4	1097,6	1097,7	1097,9	1099,0	1098,8	1099,0	1098,9	1098,3
2°	970,6	970,5	970,0	970,0	970,0	970,1	970,2	970,3	970,7	970,6	970,6	970,3
3°	841,1	841,1	840,8	840,8	840,8	840,9	840,9	840,9	841,3	841,2	841,2	841,0
4°	710,7	710,9	710,7	710,7	710,6	710,8	710,7	710,8	711,0	710,9	710,9	710,8
5°	580,2	580,4	580,4	580,4	580,2	580,4	580,3	580,4	580,5	580,4	580,4	580,4
6°	451,0	451,3	451,3	451,3	451,2	451,3	451,2	451,3	451,4	451,3	451,3	451,3
7°	330,4	330,5	330,7	330,6	330,4	330,7	330,6	330,7	330,8	330,8	330,7	330,6
8°	199,4	199,6	199,5	199,6	199,6	199,6	199,5	199,7	199,5	199,4	199,4	199,5
9°	89,4	89,4	89,4	89,4	89,4	89,4	89,5	89,5	89,4	89,4	89,4	89,4

Tabella 2.1.4: Taratura delle termocoppie di tipo N.

Nella Tabella 2.2.5 viene riportati i polinomio delle tarature delle termocoppie di tipo N collegate al regolatore e all'acquisitore portatile.

ZA	$y = -3,204502E-12x^4 + 2,069332E-09x^3 + 1,886968E-06x^2 + 8,453321E-04x + 2,891309E-01$
ZMA	$y = -3,204502E-12x^4 + 2,069332E-09x^3 + 1,886968E-06x^2 + 8,453321E-04x + 8,891309E-01$
ZMA	$y = 5,244691E-12x^4 - 1,981350E-08x^3 + 2,140771E-05x^2 - 6,100834E-03x + 1,558738$
ZMB	$y = -1,340281E-11x^4 + 3,036349E-08x^3 - 2,602396E-05x^2 + 1,255073E-02x - 1,361452$
ZB	$y = 4,662338E-12x^4 - 2,070861E-08x^3 + 2,489881E-05x^2 - 8,575646E-03x + 1,705231$

Tabella 2.2.5: Polinomio caratteristico delle termocoppia di tipo N collegate al regolatore.

2.2 Cella di carico

La cella di carico è un trasduttore in grado di convertire un peso o una forza applicata lungo il proprio asse, in un segnale elettrico che risulta proporzionale alla deformazione causata dalla forza sulla parte meccanica dello stesso.

Fondamentalmente una cella di carico è costituita da un corpo in metallo che assume varie forme in funzione delle seguenti necessità:

- Entità del carico da misurare;
- Tipologia delle applicazioni;
- Condizioni ambientali.

È implicito che ogni forma costruttiva presenti vantaggi e/o svantaggi poiché una cella di carico che possa soddisfare brillantemente ogni applicazione non è, purtroppo, ancora stata inventata[14].

La cella di carico può avere come applicazioni tutti i campi dove ci sia la necessità di pesare, di misurare, dosare o controllare una forza. Alcuni esempi classici in cui vengono applicate possono dunque essere i seguenti: bilance, sistemi di pesatura per tramogge o serbatoi, pedane per la pesatura di automezzi, gru, impianti per il dosaggio degli alimenti, sistemi di imballaggio.

Sebbene la maggior parte delle celle di carico sia di tipo elettronico, ve ne sono anche di altri tipi. Quelle idrauliche (o idrostatiche) seguono per importanza. Questa tecnologia è usata per eliminare alcuni problemi che si presentano con le celle di carico elettroniche. Ad esempio le celle di carico idrauliche non sono soggette a disturbi elettrici per cui sono più facilmente utilizzabili nelle applicazioni all'aperto.

Particolarmente sofisticate sono le celle di carico a compensazione elettromagnetica, vere e proprie bilance che non usano estensimetri e che garantiscono precisione e velocità di pesatura non raggiungibili dalle celle di carico a estensimetro.

In questo paragrafo si descrive il funzionamento delle celle di carico di tipo elettronico perché corrisponde a quella utilizzata durante la taratura della macchina di stress-rupture multiprovino[15].

2.2.1 Principi di misura

Fondamentalmente una cella di carico è costituita da un corpo, generalmente in metallo ad alta tenacità opportunamente dimensionato e di forma appropriata, che costituisce l'organo recettore del carico e l'elemento elastico di misura. Su questo corpo sono incollati, in opportune posizioni e con raffinate tecniche, gli estensimetri elettrici che variano la loro resistenza proporzionalmente alle micro deformazioni del corpo stesso. Normalmente su ogni cella di carico sono impiegati quattro od otto estensimetri che sono collegati fra di loro in una configurazione a ponte di Weastone che, alimentato fra una diagonale a tensione costante, fornisce in uscita, sull'altra diagonale, un segnale proporzionale sia alla tensione d'alimentazione sia allo sbilanciamento resistivo del ponte stesso. Nella Figura 2.2.1 si riporta lo schema elettrico della cella di carico.

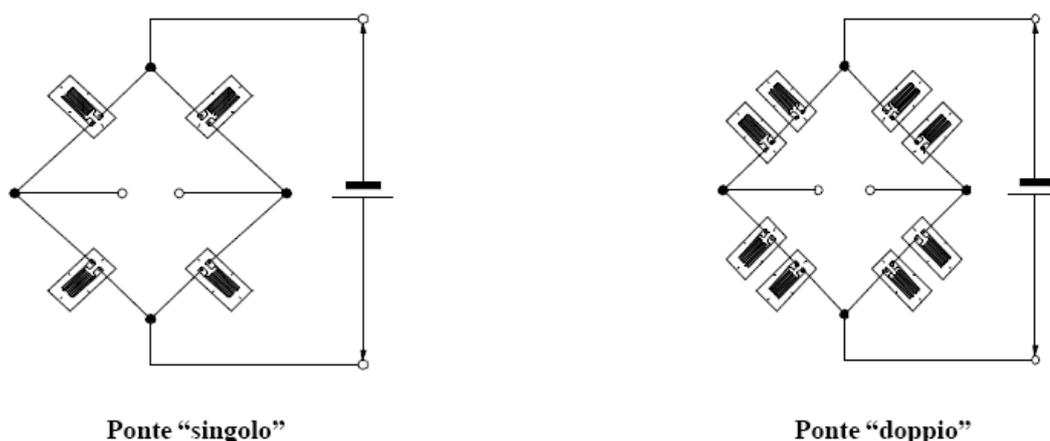


Figura 2.2.1: Schema elettrico della cella di carico.

Normalmente il "rapporto d'uscita" è espresso in mV/V, che rappresenta il segnale d'uscita in mV per ogni Volt d'alimentazione alla portata nominale della cella di carico. Come sarà trattato in seguito il rapporto d'uscita, unitamente al principio di

funzionamento della cella di carico (compressione, taglio, flessione) é un'importante indice di sollecitazione del materiale e fornisce indicazioni sulla possibilità di sopportare sovraccarichi più o meno elevati.

Dopo aver visto i principi di funzionamento il ponte, per funzionare con precisione, sarà corredato d'opportuni circuiti ausiliari quali:

- Circuito d'azzeramento del ponte: implementato nell'angolo del ponte connesso ad un terminale d'uscita, il quale "bilanciando" il ponte permette di avere un'uscita prossima allo zero senza carico applicato.
- Circuito di compensazione delle variazioni di temperatura sullo zero: implementato sull'altro angolo del ponte connesso all'altro terminale d'uscita, permette di eliminare l'apparire di un segnale in uscita dovuto alle sole variazioni di temperatura ambiente a carico nullo.
- Circuito di compensazione delle variazioni del modulo elastico del materiale dovuto ai cambiamenti della temperatura ambiente. Detti circuiti consistono in termo-resistenze incollate sul corpo elastico e collegate in serie al circuito d'alimentazione provvedono a cambiare la stessa ai capi del ponte in maniera proporzionale alla temperatura.
- Celle di carico di precisione richiedono un aggiustaggio fine di dette termo-resistenze.
- Circuiti di calibrazione del segnale d'uscita, realizzati tramite resistenze ad alta stabilità poste in serie alla tensione d'alimentazione, occorrenti per "normalizzare" il segnale d'uscita e quindi permettere l'eventuale sostituzione di una cella di carico senza dover ricorrere ad una ricalibrazione della strumentazione di misura.
- I circuiti di compensazione del modulo elastico e di calibrazione del segnale d'uscita devono essere divisi in maniera simmetrica sul circuito d'alimentazione in modo da evitare circolazioni parassite di corrente fra i vari rami dei ponti collegati in parallelo in sistemi utilizzando più celle di carico.
- In opzione una resistenza posta in parallelo alla diagonale d'alimentazione "normalizza" la resistenza del ponte al valore nominale. Detta resistenza normalmente è omessa in modo da avere la resistenza del ponte più alta e conseguentemente diminuire la corrente assorbita dai circuiti d'alimentazione.

2.2.2 Criteri meccanici

A tutte le celle di carico dovrebbe essere applicato il carico da misurare solo ed esclusivamente lungo l'asse di misura per la quale sono state progettate. E' da tener presente che ogni carico deviante dalla condizione sopradetta crea errori più o meno grandi ed in alcuni casi può mettere in pericolo l'integrità strutturale della cella di carico. Normalmente sono previsti opportune forme costruttive e l'utilizzo di specifici accessori per minimizzare gli effetti dei carichi indesiderati che, comunque, esistono quasi sempre. Qualora le superfici di carico siano d'area consistente dovranno essere presi opportuni accorgimenti per distribuire il carico sulla superficie nella maniera più uniforme possibile. Particolare attenzione dovrà essere fatta nei dimensionamenti delle strutture d'appoggio per non oltrepassare i carichi di sicurezza dei materiali interessati. Nella Figura 2.2.2 viene riportata una cella di carico con le tensioni generate in caso sollecitata a compressione.

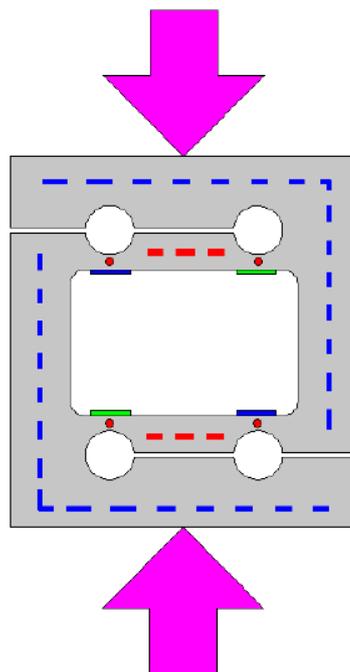


Figura 2.2.2: Tensioni generate per una cella di carico sottoposta a compressione.

2.2.3 Forme principali delle celle di carico elettroniche

In questo paragrafo vengono esaminate le celle di carico elettroniche presenti in commercio[14].

- *Flessione semplice*: sono fondamentalmente delle travi incastrate da un lato e caricate sull'estremo libero funzionanti sul principio dei momenti flettenti. Sono poco diffuse a causa della loro elevata sensibilità al punto d'applicazione del carico e alla loro bassa frequenza di risonanza
- *Flessione doppia*: molto diffuse per piccole portate (2-300 Kg) offrono una buona risposta anche in sistemi con elevata dinamica e la loro relativa insensibilità al punto d'applicazione del carico le rendono utilizzabili anche per la pesatura di piccole piattaforme o contenitori dove il baricentro non subisce grandi spostamenti.
- *Flessione portanti per piatti*: sono particolarmente utilizzate in sistemi di piccola e media portata dove è richiesto un piano di pesatura particolarmente insensibile al punto d'applicazione del carico. Normalmente sono costruite in alluminio e la loro particolare forma costruttiva, salvo costose varianti, ne impedisce la sigillatura ermetica tanto da sconsigliarne l'utilizzo in ambienti con alto tasso d'umidità e/o in presenza d'aggressivi chimici.
- *Taglio*: sono utilizzate in sistemi di media portata ma richiedono basi di fissaggio molto robuste e ben ancorate per sopportare gli elevati momenti flettenti che si creano. Non sopportano, a causa della loro sezione di misura a "H", elevati carichi trasversali.
- *Doppio taglio*: normalmente impiegate per alte portate offrono una gran praticità di montaggio dopo aver valutato attentamente le condizioni d'utilizzo. Sopportano, se opportunamente costruite, elevati carichi trasversali.
- *Membrana*: utilizzate per pesature di media portata offrono una buona praticità di montaggio e un'elevata resistenza ai carichi trasversali.
- *Compressione a colonna*: utilizzate in sistemi di media o grande portata offrono una grande semplicità di montaggio.
- *Perni*: utilizzati su mezzi di sollevamento e macchine operatrici, hanno il pregio di poter sostituire perni già in opera senza richiedere alcuna modifica.
- *Flangia*: utilizzate principalmente su mezzi di sollevamento a fune richiedono adeguate sedi d'alloggiamento.
- *Toroidale*: normalmente usate su macchine di prova e presse offrono un'elevata resistenza ai carichi trasversali.

- *Universali trazione/compressione*: utilizzate in sistemi di media portata, su mezzi di sollevamento, in apparecchiature di prova, consentono misure di spinta e trazione. Possono sostenere carichi elevati, nella Figura 2.2.3 si riporta lo schema di questo tipo di cella utilizzata per la taratura della macchina di stress-rupture multiprovino.

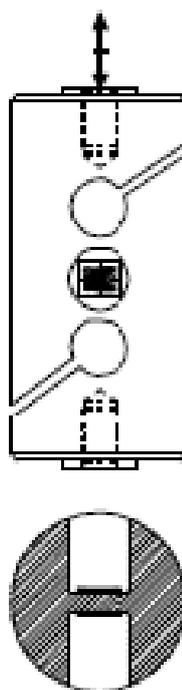


Figura 2.2.3: Cella di carico universale e trazione/compressione

Analisi dei risultati sperimentali

Nei capitoli precedenti si è riportato l'importanza della prova di stress-rupture nell'ambito metallurgico per capire il comportamento del materiale alle alte temperature, mentre nel seguente si sono descritti gli strumenti utilizzati per la prova.

In questo capitolo si riportano i passaggi effettuati e i risultati ottenuti per la taratura della macchina. I punti necessari per il set-up sono i seguenti:

- Analizzare possibilità di inserire strumenti in grado di migliorare le operazioni di carico/carico della macchina;
- Valutare la scelta della posizione del termocoppie all'interno del forno;
- Verificare l'omogeneità e creare una serie di temperature di set-point, in modo da non necessitare durante la prova di termocoppie all'interno del forno;
- Determinare il rapporto di leva e verificare i carichi applicati;
- Svolgere la taratura della macchina di prova e verifica la conformità secondo la normativa UNI 7500-2:2001 e ASTM E4-10;
- Scegliere le provette più corrette da utilizzare per effettuare le prova al meglio;
- Verificare che la macchina fornisca dati corretti, confrontando i risultati ottenuti con una macchina di stress-rupture già tarata.

3.1 Descrizione della macchina per stress-rupture

La macchina di stress-rupture multiprovino, riportata nella Figura 3.1.1, è stata acquistata quest'anno da un'altra azienda e questo non ha permesso di ottenere adeguate informazioni sul suo funzionamento. Di conseguenza il lavoro di taratura e messa in opera ha richiesto molta attenzione.

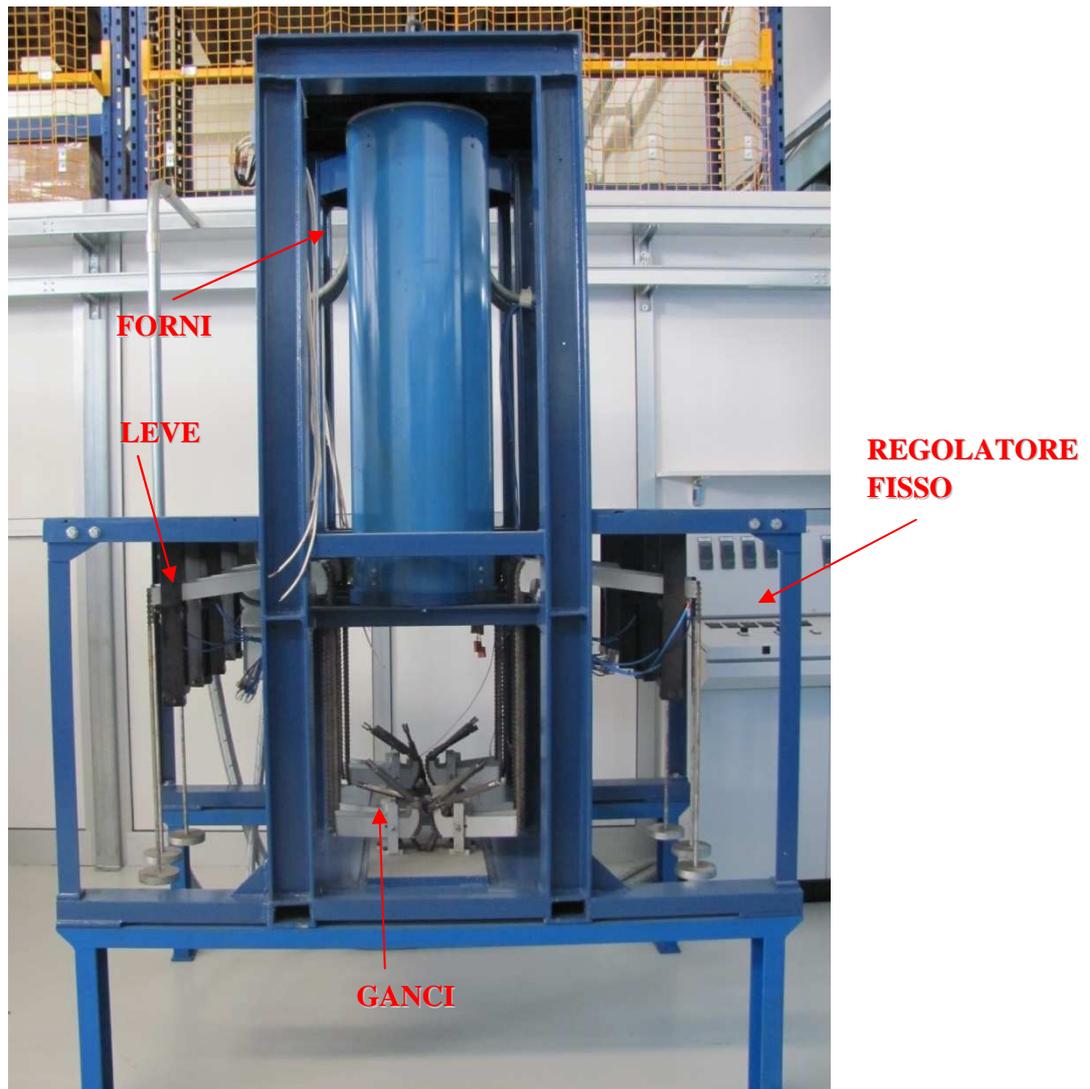


Figura 3.1.1: macchina di stress-rupture multiprovino.

Come si nota dalla Figura 3.3.1 la macchina è composta da due forni, nei quali vengono inserite le aste con i provini, da alcuni ganci per collegare le aste con le leve dove si applicano i carichi e da una struttura meccanica per mantenere la macchina sollevata. Inoltre viene collegata ad una macchina di comando, il regolatore fisso, per ottenere informazioni sulla temperatura e sul tempo di prova.

I due forni sono di forma cilindrica cavi. I forni presentano al loro interno cinque resistenze posizionate orizzontalmente nell'intercapedine del refrattario. Le resistenze dividono il forno in cinque zone della stessa dimensione e possono essere regolate singolarmente dal regolatore. Nella Figura 3.3.2 si riporta una schematizzazione dei forni con la suddivisione delle zone e le loro potenze.

Zona 1 e 5:
Vtaggio 220V
Corrente 9,5 A
Potenza 2090 W

Zona 2,3 e 4
Vtaggio 220V
Corrente 7,1 A
Potenza 1562 W

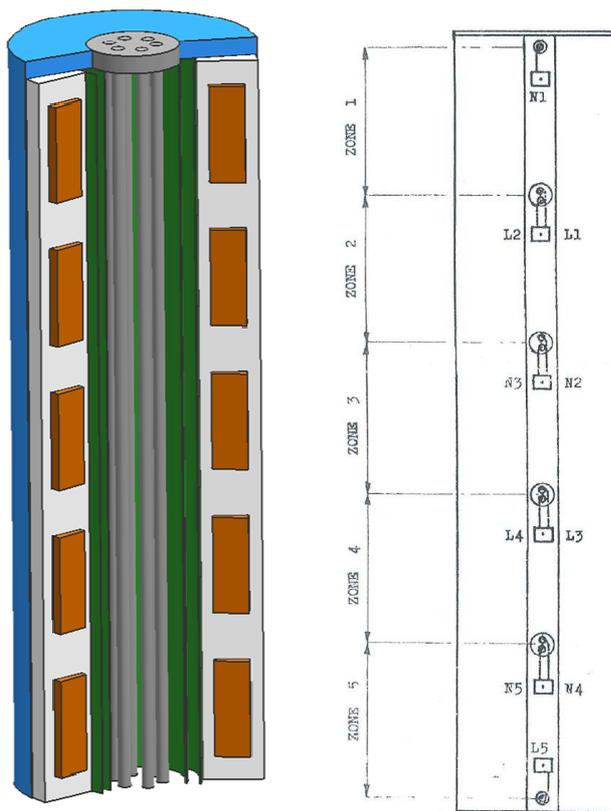


Figura 3.3.2: Suddivisione delle zone del forno.

Il forno presenta dei fori nell'intercapedine del refrattario, Figura 3.3.3, la cui profondità corrisponde al centro delle cinque zone. All'interno si inseriscono delle termocoppie di tipo S e si collegano con la macchina di comando con il compito di regolare la potenza data alle cinque resistenze. Ovviamente la temperatura percepita dalla termocoppia risulta più elevata rispetto a quella presente all'interno del forno. Per determinare il set-point necessario per ottenere la temperatura all'interno del forno sono state inserite altre cinque termocoppie al posto delle aste. La tecnica utilizzata non ha portato a risultati soddisfacenti ed alla fine si è optato per l'inserimento delle TC di regolazione direttamente all'interno del forno. Maggiori dettagli verranno forniti nel prossimo capitolo.



Figura 3.3.3: Fori per la termocoppie di regolazione.

La macchina di comando, mostrata in Figura 3.3.4, regola la temperatura all'interno del forno attraverso cinque termocoppie posizionate nell'intercapedine con un foro del forno vicino alle cinque resistenze, il foro si vede di Figura 3.3.3.



Figura 3.3.4: Regolatore temperatura e tempo di prova.

Inoltre sono presenti sei contatori di ore ognuno legato ad una leva della macchina, il collegamento si segna con una freccia rossa in Figura 3.3.4. Alla rottura del provino la leva, prima tesa a causa della trasmissione del carico, scende e tocca il contatto che ferma

il conteggio del tempo per la leva. Da questo istante la macchina di comando può funzionare in due modi. Il primo corrisponde allo spegnimento del forno e dei contatori del tempo alla rottura del primo provino. Il secondo consiste nel lasciare accesa la macchina dopo la rottura del primo provino. Il primo modo viene utilizzato quando si inseriscono provini dello stesso materiale e si vuole determinare il carico minimo, mentre il secondo viene utilizzato per gli altri casi.

Durante la prova all'interno del forno si inserisce una struttura presente in Figura 3.3.5 che permette di tenere le aste porta provini più verticali possibili, in modo da evitare disallineamenti durante l'agganciamento alla leva di carico ed il contatto tra i provini di aste diverse. La ghiera presenta sei fori equidistanti ed ogni apertura viene utilizzata per l'inserimento di un'asta. Questa struttura è stata costruita in azienda, la scelta dei sei fori è dovuta alla presenza dei sei ganci per applicazione del carico.



Figura 3.3.5: Flangia utilizzata all'interno del forno.

La macchina può portare come massimo carico 270 N, la scelta è dovuta a un motivo pratico, corrisponde alla portata massima dell'asta porta carichi. Il rapporto di leva della macchina è circa 9,3 questo significa che il carico massimo che viene trasmesso al provino corrisponde a circa 2700N. Il valore è molto basso perciò si è deciso di utilizzare provini con un diametro di 2mm.

Insieme alla macchina sono stati forniti dei pesi da applicare al provino durante la prova, delle aste di diverse lunghezze ed una struttura da inserire all'interno del forno per effettuare le prove in ambiente inerte.

I pesi della macchina di stress-rupture sono stati puliti e pesati. I loro valori devono rientrare nella UNI ISO EN 7500-2 che dichiara un errore $\pm 0,1\%$ rispetto al peso intero in Newton. Dato che la maggior parte dei pesi non rientravano nella condizione, per renderli

utilizzabili è stato asportato materiale, attraverso l'asportazione di truciolo, o aggiunto, attraverso la saldatura. Nella Tabella 3.3.1 si riporta un inventario dei pesi presenti. I valori sono molto particolari a causa dei dati dei pesi di partenza.

Num. Pesi	Peso nominale	Massa nominale
	[N]	[g]
10	1	102
8	4	407,9
14	5	509,9
3	8	815,0
11	9	917,8
4	18	1835,6
5	19	1937,6
1	44	4487,0
9	45	4589,0
19	46	4691,0

Tabella 3.3.1: Inventario pesi.

Le aste presenti insieme alla macchina di stress-rupture sono di varie dimensioni in modo da poter regolare le dimensioni dell'asta di prova. Si sono prodotte altre aste ma di un materiale AISI316 da utilizzare alle basse temperature. Si riportano in Tabella 3.3.2 le dimensioni e il numero di aste presenti.

Resistenza a bassa temperatura (AISI 316)			
	lunghezza [mm]	filetto	n pezzi
Aste filettate	44,3	M8	50
	88,5	M8	50
	170	M8	50
	350	M8	24
	495	M12	13
Boccole filettate	22,5	M8	104
	19	M8-M12	111
Resistenza ad alte temperature (NIMONIC 80A)			
	lunghezza [mm]	Filetto	n pezzi
Aste filettate	44	M8	25
	90	M8	13
	175	M8	4
	350	M8	1
	495	M12	5
	620	M12	30
Boccole filettate	22,5	M8	491
	19	M8-M12	57

Tabella 3.3.2: Inventario aste utilizzabili durante la prova.

Le prove in ambiente inerte vengono utilizzate per determinare il comportamento a caldo di un materiale che ha la tendenza ad ossidarsi facilmente ad temperatura elevate. I provini utilizzati dalla macchina hanno delle dimensioni piccole (circa 2mm di diametro) per tale motivo l'ossido influisce di più rispetto a un componente nello stesso ambiente.

Il forno è lungo 2 metri perciò nella stessa asta è possibile inserire più provini della lunghezza di circa 6 mm. Una volta rotto un provino la leva finisce di fornire il carico a tutta l'asta, perciò le altre provette non saranno più sollecitate. L'asta si sfilava dalla ghiera e si sostituisce la provetta rotta con un'asta o un'altra prova. Poi si infilerà un'altra volta nel forno per finire la prova degli altri campioni. Lo sbalzo termico che subisce l'asta è stato dimostrato non influire sui risultati della prova perché i materiali testati sono ben resistenti ai cambi di temperatura e inoltre il cambio avviene molto velocemente impedendo un effettivo raffreddamento.

La macchina è alta circa 2,5 metri perciò la movimentazione delle aste e ghiera è molta complessa, per tale motivo si è preventivato l'acquisto di una bandiera. Inoltre per rientrare dentro le norme di sicurezza è stata contattata un'azienda di carpenteria per la costruzione di una scaletta e in una ringhiera sulle zone più alte del macchinario.

3.2 Determinazione delle temperature all'interno del forno

In questo paragrafo si riportano i passaggi effettuati per la determinare la taratura del forno e le eventuali modifiche apportate. Come scritto nel Paragrafo 3.1 è molto importante identificare la temperatura di set-point, cioè la potenza che deve essere fornita alla resistenza, in modo da ottenere la temperatura desiderata all'interno del forno.

Le temperature verranno misurate in due aree del forno. Nella prima regione le termocoppie si posizionano nell'intercapedine del refrattario vicino alle resistenze, come mostrato in Figura 3.1.3. Le TC si collegheranno al regolatore della temperatura e rimarranno all'interno del forno per tutta la loro vita. Il loro compito è mantenere la temperatura di set-point durante le prove. Le termocoppie utilizzate in questa zona sono di tipo S perché rimangono stabili alle alte temperature per molto tempo.

Nella seconda area le termocoppie si collocheranno all'interno del forno. Lo scopo è di rendere la misurazione più verosimile, perciò verranno legate ad un asta porta provini e infilate nella flangia metallica. Questa posizione permetterà di determinare le temperature che avranno i provini durante una prova a pieno regime, cioè con tutte e sei l'aste presenti. Le TC saranno collegate ad un acquisitore portatile in grado di misurare la temperatura percepita, con questi dati sarà possibile regolare le temperature di set-point. Per quest'area sono state utilizzate delle termocoppie di tipo N, collocate alle stesse altezze dei centri delle cinque zone del forno. Il sistema viene riportato Figura 3.2.1 il giallo corrisponde al giunto della termocoppia.

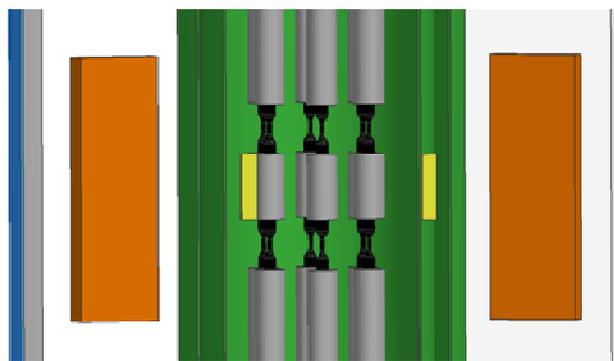


Figura 3.2.1: posizionamento delle TC all'interno del forno.

Per la determinazione del set-point si reiterano i seguenti passaggi:

- Si impostano le temperature nel regolatore fisso;
- Si sistemano le potenze delle resistenze in modo da raggiungere la temperatura designata;
- Si verifica che le temperature di tipo N presenti all'interno del forno, misurate con l'acquisitore portatile, rientrino nei range della taratura. Se non si rispettano i limiti si modifica la temperatura del regolatore fisso, quindi la potenza, delle varie zone del forno in modo da raggiungere la temperatura desiderata all'interno del forno.

Prima di analizzare i risultati ottenuti dalla taratura del forno si ripassano i metodi di trasporto del calore.

- **Convezione:** corrisponde ad un trasporto di materia causato da un gradiente di pressione e di forza di gravità caratterizzato da moti di circolazione interni al fluido che possono essere di tipo forzato o naturale. Nel forno utilizzato per macchina di stress-rupture avviene solo quella naturale.

Il processo di trasporto del calore avviene attraverso l'aumento della temperatura del gas (o liquidi poco viscosi) acquistato grazie al calore fornito dall'ambiente. Con l'aumento della temperatura si genera una diminuzione della densità e di conseguenza della pressione del gas caldo. Ciò comporta un aumento di volume che genera un aumento della velocità dell'aria calda verso le zone più fredde. Il gas caldo quando raggiunge gas a temperatura inferiori si mescola. La velocità di miscelazione dipende della velocità dei due gas e dalla loro viscosità in assenza di moto forzati. Si riporta la legge che comanda la convezione, 'corrisponde al calore scambiato la m è la portata dell'aria che passa in un certo momento $[\frac{g}{s}]$. Il c_p risulta essere capacità termica della materia a pressione costante e si misura in $[\frac{cal}{^{\circ}C g}]$; infine ΔT rappresenta la differenza della temperatura tra i due corpi.

$$\dot{Q} = mc_p\Delta T$$

- **Irraggiamento:** consiste nell'emissione di onde elettromagnetiche da un corpo più caldo a un più freddo, il calore fornito dipende della geometria di entrambi i corpi. L'irraggiamento si compone di tre parti che forniscono tre coefficienti legati

al corpo che assorbe calore. Il primo è il coefficiente di assorbimento che indica la capacità degli atomi del corpo di assorbire le onde irraggiate aumentando la loro energia e di conseguenza di scaldarsi. Il coefficiente di riflessione indica quanta radiazione viene riflessa e aumenta con la diminuzione della rugosità della superficie. L'ultimo è il coefficiente di trasmittanza che indica la lunghezza d'onda in grado di attraversare il corpo.

- **Conduzione:** si intende la trasmissione di calore che avviene in un mezzo solido, liquido o gassoso dalle zone a temperatura maggiore verso quelle con temperatura minore per contatto diretto. Il principio alla base della conduzione è diverso a seconda della struttura fisica del corpo. Nel caso dei gas la conduzione termica è dovuta alla diffusione atomica e molecolare. Questa trasmissione è lenta a causa della bassa conduzione dei gas. L'equazione riportata qui sotto corrisponde alla legge di conduzione. Dove A e L rappresentano la dimensione del mezzo di diffusione, C_{cond} è la costante di diffusione che dipende principalmente dalla materia e ΔT rappresenta il gradiente di temperatura tra la zona più calda e quella più fredda del mezzo di diffusione.

$$\dot{Q} = \frac{A}{L} C_{cond} \Delta T$$

Nel nostro studio è importante analizzare come avviene la trasmissione di calore dalla resistenza al provino. La resistenza si surriscalda per effetto Ohm e di conseguenza cede calore al refrattario in vicinanza. A sua volta, il refrattario, trasporta il calore per mezzo della convezione fino alle pareti all'interno del forno. Alle pareti il calore può essere trasmesso per irraggiamento, convezione e conduzione all'aria che a sua volta lo cederà ai provini. La fase più delicata e sensibile all'ambiente esterno risulta essere lo scambio di calore tra il refrattario e l'aria. I tre meccanismi di trasporto del calore che avvengono in questa fase hanno importanza diversa. L'irraggiamento a 700°C non è molto importante rispetto agli altri due meccanismi. La conduzione dipende dalla conducibilità del materiale risulta essere molto bassa nell'aria, ma anche dello spazio da percorrere tra la parete e il provino che risulta essere di 2 centimetri. Questo porta il meccanismo al secondo posto come rilevanza. La trasmissione di calore più importante è la convezione naturale che si svolge in tutto il forno. L'aria fredda viene risucchiata dall'esterno

all'interno della zona bassa del forno per la depressione presente dovuta all'aria calda all'interno. L'aria fredda entrata aumenta la sua temperatura, il suo volume e, di conseguenza, la sua velocità facendo in modo di far uscire l'aria dal forno e di mescolare il suo calore con l'ambiente esterno.

Inoltre è necessario soffermarsi sulle differenze del comportamento termodinamico dell'aria al variare della concentrazione dell'umidità. L'aria umida ha un c_p minore rispetto all'aria secca, cioè in assenza di umidità, ciò significa una minore capacità di assorbire potenza del gas e quindi un minore aumento della temperatura. L'assorbimento della potenza d'irraggiamento e di conduzione risulta minore nell'aria con molta umidità a causa delle molecole d'acqua presenti.

Con queste piccole basi di termodinamica si tentano di giustificare i comportamenti che si verificano all'interno del forno al variare dei sistemi utilizzati.

Nelle Normative ASTM E139-06 l'errore massimo concesso a una temperatura è di $\pm 2^\circ\text{C}$. Durante la taratura si è tenuto come errore massimo $\pm 1^\circ\text{C}$. Questa maggior precisione è stata una scelta preventiva, in quanto il forno non possiede chiusure ermetiche quindi ogni variazioni nell'ambiente esterno provoca un cambiamento delle temperature interne.

Una volta determinato i set-point tipici delle prove di stress-rupture, per ognuna delle cinque zone si costruirà un polinomio caratteristico. Questo permetterà di identificare i set-point di temperature non tarate con la procedura classica. Il polinomi si è determinato graficamente con programma Microsoft Excel.

I risultati ottenuti con questa tecnica non sono molto soddisfacenti perché le variazioni dell'ambiente esterno, soprattutto le variazioni d'umidità, influiscono fortemente sul set-point. Per tale motivo per le prove reali di stress-rupture si è scelto di inserire le termocoppie regolatori della potenza all'interno del forno. Questa tecnica renderà la temperatura dell'interno del forno più stabile anche in presenza di sbalzi termici.

3.2.1 Risultati ottenuti

Le prove di stress-rupture generalmente si applicano intorno ai 650°C , per tale motivo si è scelto di tarare le prove alle temperature di 500° , 600° , 650° , 700° e 900°C . I punti più estremi sono stati scelti per definire i limiti applicabili nelle prove. Nelle tabelle successive si riportano le temperature di prova con i relativi set-point.

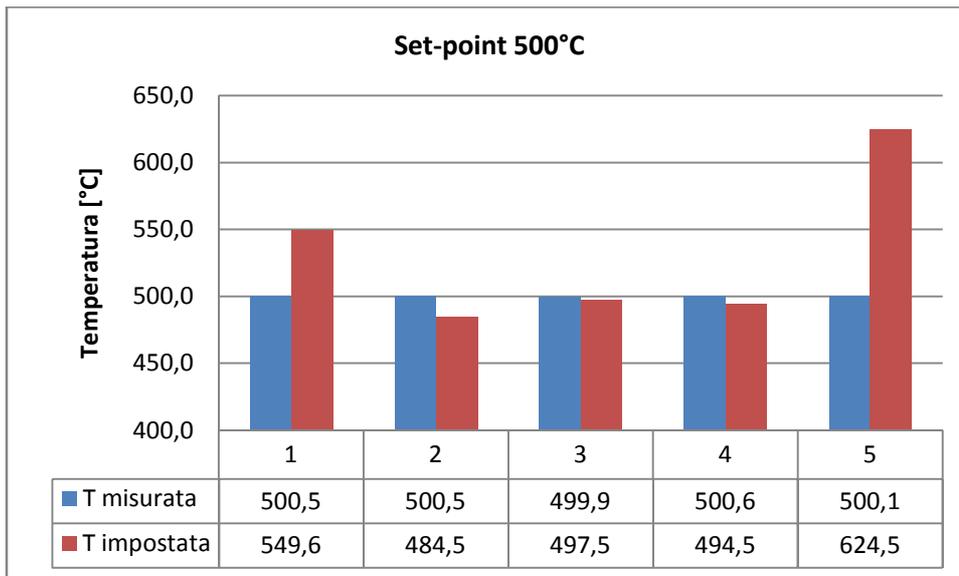


Tabella 3.2.1: Temperature impostate e misurata a 500°C.

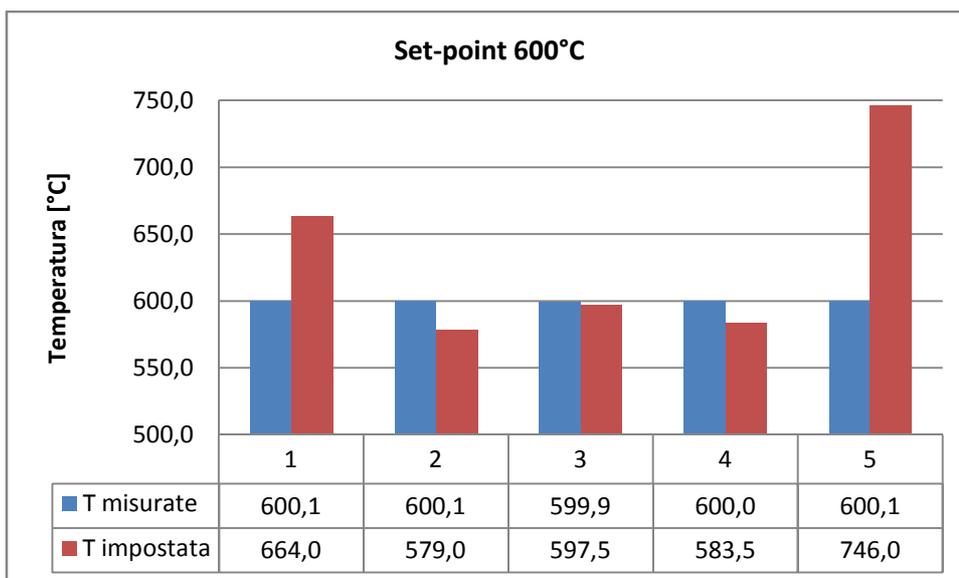


Tabella 3.2.2: Temperature impostate e misurata a 600°C.

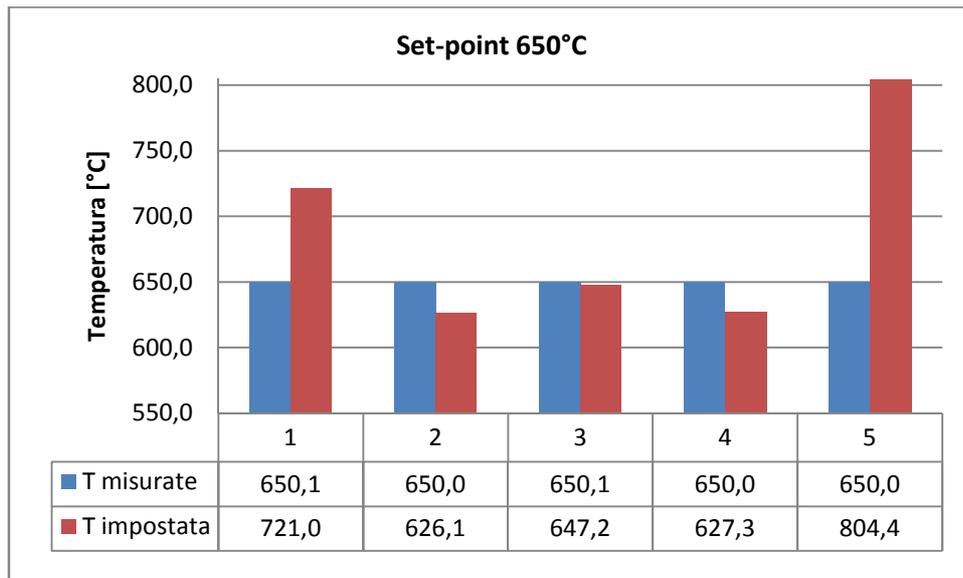


Tabella 3.2.3: Temperature impostate e misurata a 650°C.

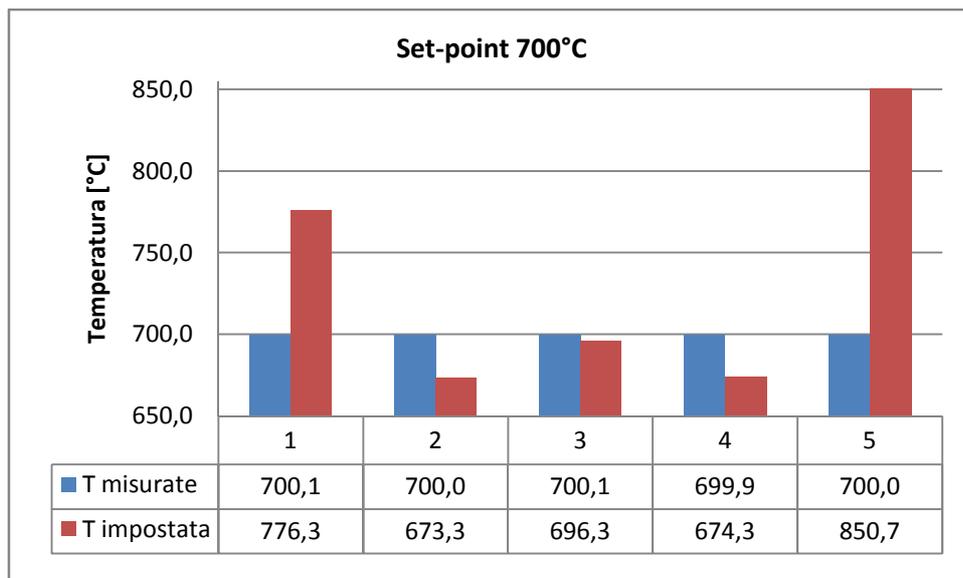


Tabella 3.2.4: Temperature impostate e misurata a 700°C.

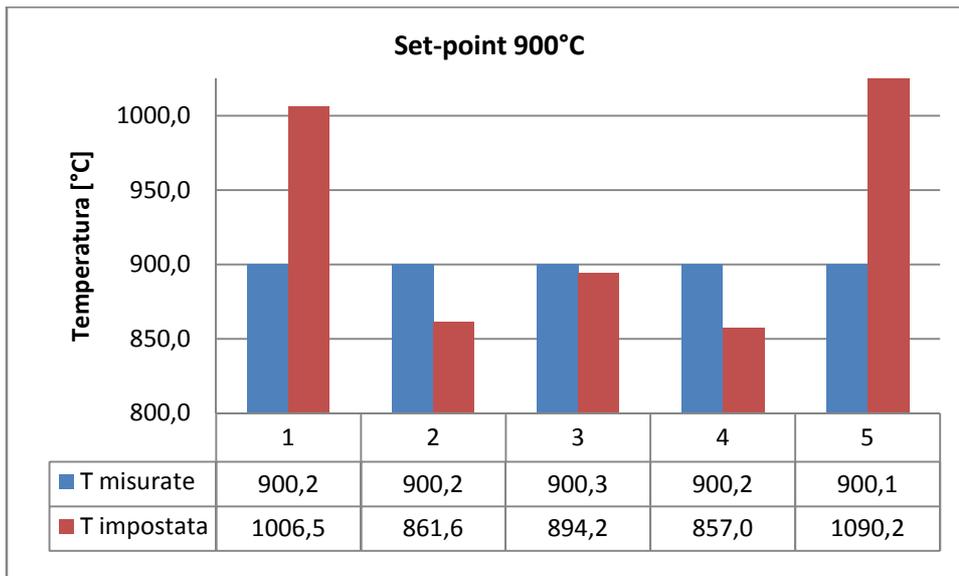


Tabella 3.2.5: Temperature impostate e misurata a 900°C.

Dai dati ottenuti per tutti i cinque set-point si nota:

- Zona 5 (bassa): il set-point è molto più alto della temperatura percepita dalla termocoppia interna. Questa variazione di temperatura è dovuta alla grossa perdita di calore che avviene dal flusso dell'aria che va verso l'alto a causa del meccanismo di convezione.
- Zone 2,3 e 4 (medie): la temperatura delle TC interne sono superiori a quelle di set-point grazie al flusso di aria calda che arriva dalla zona bassa;
- Zona 1 (alta): anche in questa zona la temperatura data dal forno è più alta rispetto alla temperatura interna al forno perde parte del suo calore a causa del flusso dell'aria verso l'alto.

Una volta determinata la temperatura di set-point si lascia che si stabilizzi per circa 12 ore, con lo scopo di capire quanto può variare la temperatura a causa dell'escursione termica e della variazione di umidità che avviene dal giorno alla notte. Si riportano l'andamento solo per il set-point a 650°C in quanto gli altri grafici danno un risultato simile.

Nel Grafico 3.2.6 le zone vengono indicate con i seguenti numeri.

- 03499 Zona 1
- 03500 Zona 2

- 03501 Zona 3
- 03502 Zona 4
- 03503 Zona 5.

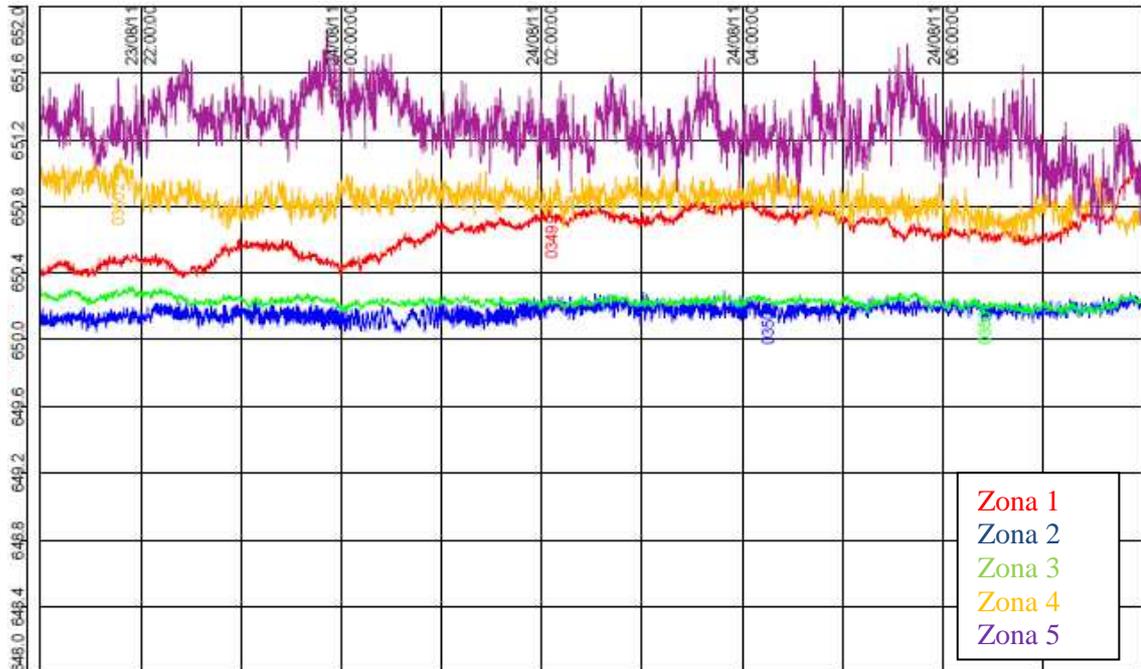


Grafico 3.2.6: Andamento della temperatura a 650°C nel tempo.

Il Grafico 3.2.6 ha come ascisse l'andamento la temperatura si riportato le variazioni accettabile per la normativa ASTM E139-06, mentre nell'ascisse viene riportato il tempo trascorso. I dati riportati non sono stati corretti dal polinomio caratteristico delle termocoppie per facilitare la lettura. Si nota che tutte le temperature all'interno del forno sono aumentate a causa della diminuzione dell'umidità dovuta all'escursione termica, questo è visibile nel Grafico 3.2.7.

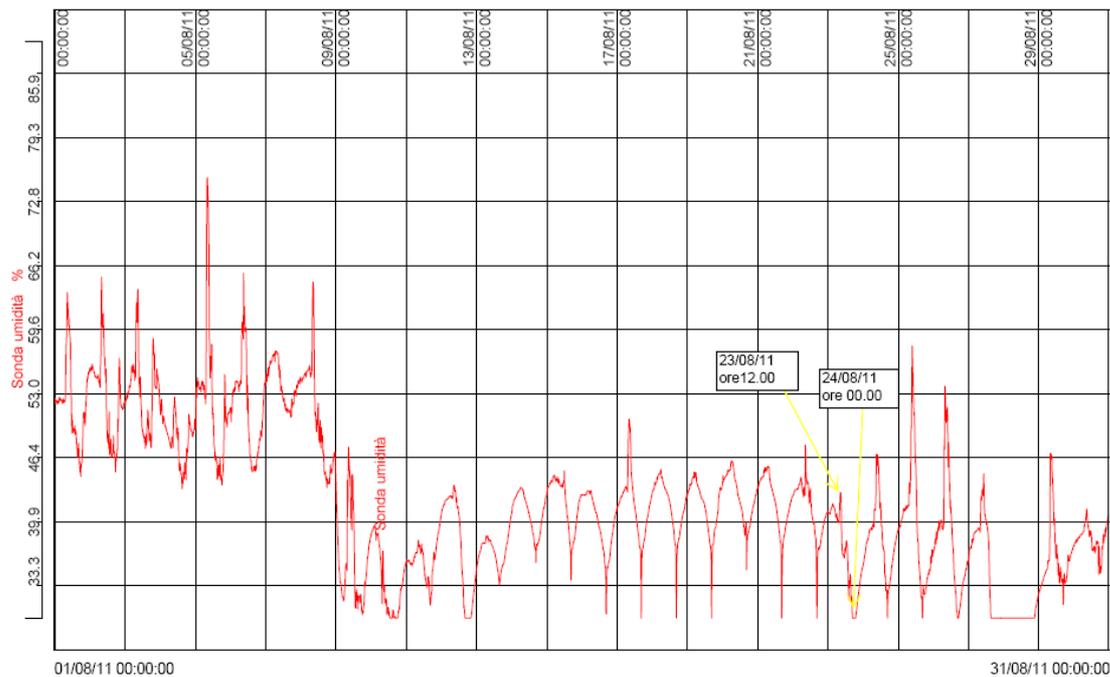


Grafico 3.2.7: Variazione dell'umidità nel mese di agosto.

Inoltre analizzando il grafico 3.2.6 si osserva che le Zone basse sono le più instabili. La causa è dovuta al moto convettivo che fa entrare nella zona bassa l'aria fredda e appena scaldata si sposta verso l'alto. Comunque le temperature acquisite durante la notte rientrano nei limiti stabiliti dalla norma quindi con questo set-point è possibile svolgere delle prove di stress-rupture.

Come già accennato, il forno risulta essere sensibile all'ambiente esterno ed è necessario svolgere una prova per verificare quanto varia il set-point in giorni diversi. Le prove sono state svolte a 650°C in vari giorni tra luglio e agosto i risultati si riportano nel Grafico 3.2.7.

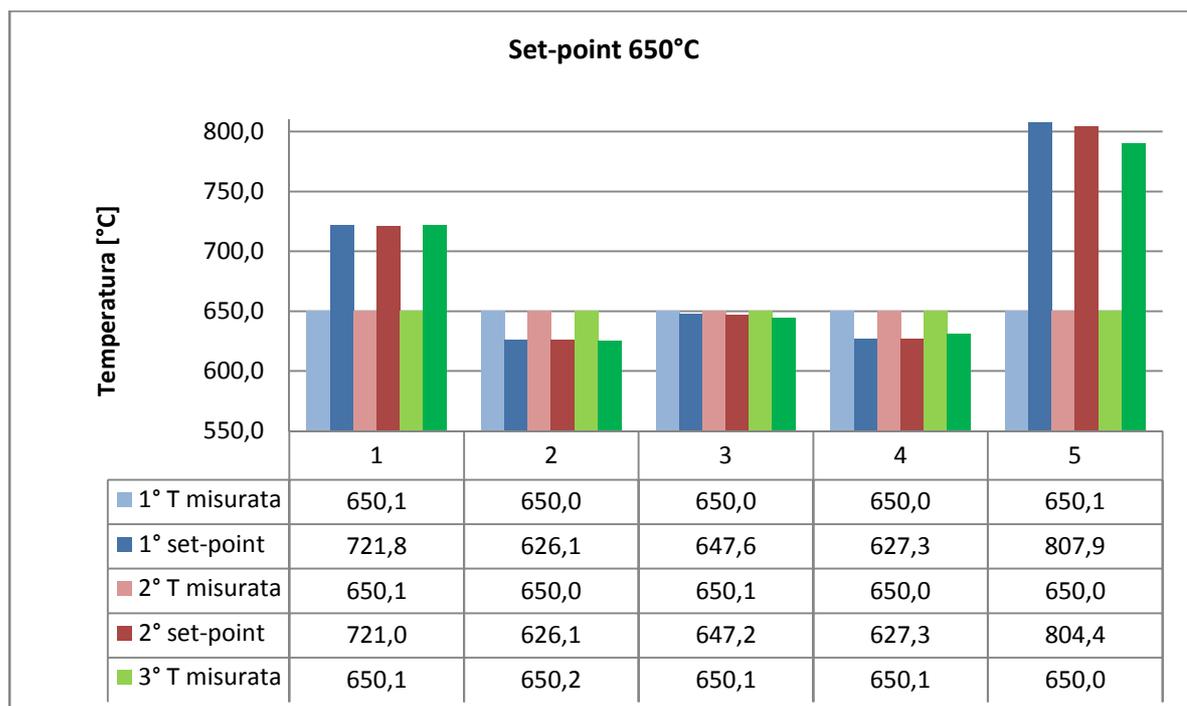


Grafico 3.2.8: Variazione del set-point a 650°C.

I valori di set-point hanno una piccola variazione tranne per la Zona 5. Queste differenze sono dovute alla variazione di umidità dell'ambiente esterno. In particolare nella zona bassa questo meccanismo risulta essere più accentuato a causa dell'arrivo diretto dell'aria fredda a causa del moto convettivo. È importante sottolineare che le prove della variazione del set-point sono state eseguite in estate e le temperature in quel periodo oscillavano tra 23°C-33°C e l'umidità tra i 30%-75%. Se consideriamo il periodo invernale durante il quale la temperatura di notte scende fino ai 15°C e l'umidità può variare a seconda del tempo, la variazione del set-point risulterà superiore. A causa di questi cambiamenti si è deciso di non togliere le TC interne durante le prove in modo da notare e salvaguardare i campioni da eventuali anomalie. Inoltre si è scelto di non inserire campioni di prova nella Zona bassa a causa della sua instabilità visibile nel Grafico 3.2.6 e nel Grafico 3.2.8.

I set-point variano con l'umidità presente nell'ambiente esterno e di conseguenza i polinomi caratteristici determinati per ogni zona avranno solo un valore indicativo. Per determinarlo vengono utilizzati grafici simili a quello riportato in Grafico 3.2.9. In tale grafico, le ascisse indicano le temperature del centro del forno mentre le ordinate indicano le temperature misurate in vicinanza delle cinque resistenze, cioè quelle di set-point. Nel Grafico 3.2.8 si riportano le equazioni per ogni zona.

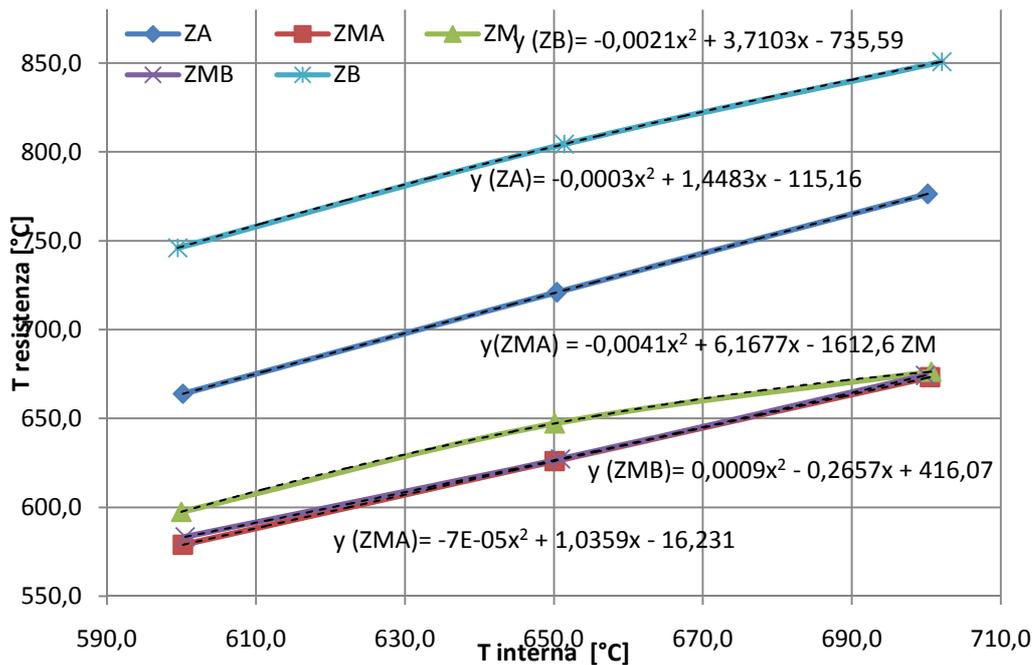


Grafico 3.2.9: Polinomio di set-point tra i 600°C e i 700°C.

I polinomi sono stati costruiti solo tra i 600°-700°C perché le maggior parte della prove vengono svolte in tale range di temperature. L'equazioni interpretano molto bene i dati ricavati dagli esami svolti.

La macchina di stress-rupture viene utilizzata per effettuare prove in continuo ed è quindi necessario analizzare il caso in cui si ha un cambio di asta a causa della rottura di un provino. Di conseguenza, si è proceduto sfilando un'asta (ipotizzata contenere il provino rotto) ed inserendo al suo posto un'asta di lunghezza minore (44 mm) con lo scopo di rallentare il flusso d'aria calda uscente dal forno. L'asta corta è stata lasciata nel forno per il tempo necessario a cambiare il provino sull'asta estratta (circa un'ora). Nel Grafico 3.2.10 si riporta l'andamento della temperatura all'interno del forno.

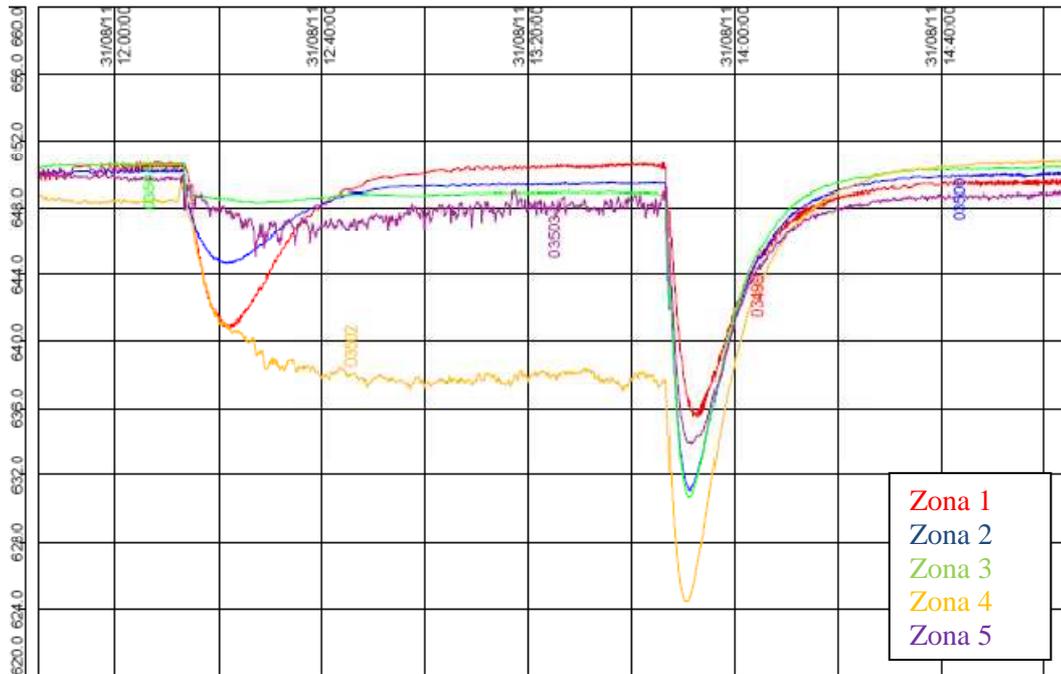


Grafico 3.2.10: Andamento della temperatura all'interno del forno.

Un'ulteriore analisi è stata svolta al fine di valutare l'influenza della variazione della posizione delle termocoppie all'interno del forno. Le termocoppie di regolazione precedentemente posizionate nell'intercapedine sono state rimosse e altre termocoppie sono state inserite all'interno del forno attaccate all'asta, in posizione opposta (180°) alle TC d'acquisizione, come riportato in Figura 3.2.2. In particolare, le due termocoppie sono state posizionate alla stessa altezza che corrisponde ai punti centrali delle cinque zone. Le termocoppie di regolazione, utilizzate in questo caso, sono state di tipo N. Se il risultato sarà migliore rispetto ai dati ottenuti con la sistemazione descritta precedentemente, le termocoppie di tipo N saranno sostituite con TC di tipo S, che presentano una durata maggiore.

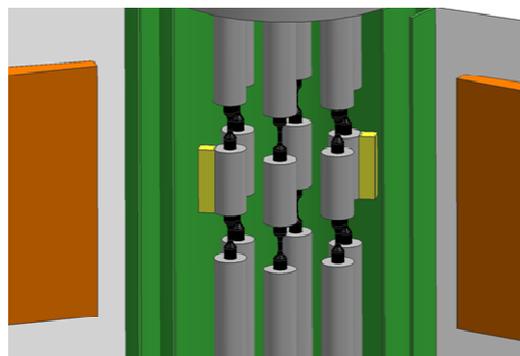


Figura 3.2.2: posizione termocoppie all'interno del forno.

Le termocoppie d'acquisizione hanno inoltre permesso di valutare la distribuzione omogenea del calore all'interno del forno.

	ZA	ZMA	ZM	ZMB	ZB
T misurata	499,5	499,3	499,4	524,4	571,0
T regolazione	500,0	500,0	500,0	500,0	500,0

Tabella 3.2.2: Verifica dell'omogeneità all'interno del forno.

Le temperature di regolazione e di acquisizione sono stati corretti dai polinomi caratteristici che correggono l'errore delle TC e delle catene termometriche.

Dalla Tabella 3.2.2 si nota immediatamente che il forno non risulta omogeneo a parità di distanza dalla parete del forno e a parità di altezza. Questo è dovuto a un gioco non perfetto tra la flangia e il forno o tra la flangia e l'asta che porta ad una "corsia preferenziale" per l'entrata di aria fredda nella zona bassa del forno provocando grosse differenze di temperatura. Questi valori così differenti nelle ZMB e ZB hanno portato alla scelta di non utilizzare queste zone per le prove. Nel altre tre zone la temperatura risulta essere omogenea perché il flusso d'aria più calda si mescola con quella più fredda mentre salgono nel forno per il moto convettivo.

I valori ottenuti con questo metodo risultano essere più stabili rispetto al caso precedente. Inoltre, nel caso in cui succedesse un forte variazione di umidità o temperatura che porterebbe causare una variazione della temperatura all'interno del forno, le TC di regolazione sarebbero in grado di aumentare la potenza in modo da rimanere alla temperatura prestabilita.

Le termocoppie sono state quindi spostate nelle zone centrali in modo da tenere la zona utilizzata durante le prove più controllata. La posizione della termocoppia centrale di regolazione è rimasta nella stesso posto mentre le altre quattro sono state avvicinate al fine di distare 20 cm l'una dall'altra rispetto ai 25 cm della prima sistemazione. Inoltre per verificare l'omogeneità del forno, in ogni asta sono state tolte le TC d'acquisizione e sono state inserite altre due TC di tipo N posizionate a 120° l'una dall'altra ed in contemporanea a 120° dalla termocoppia di regolazione. Le termocoppie nelle differenti zone sono state posizionate in maniera sfalsata al fine di valutare fino a che altezza è possibile inserire i provini. In particolare la figura 3.2.1 riporta la posizione delle TC per la zona medio-alta e alta.

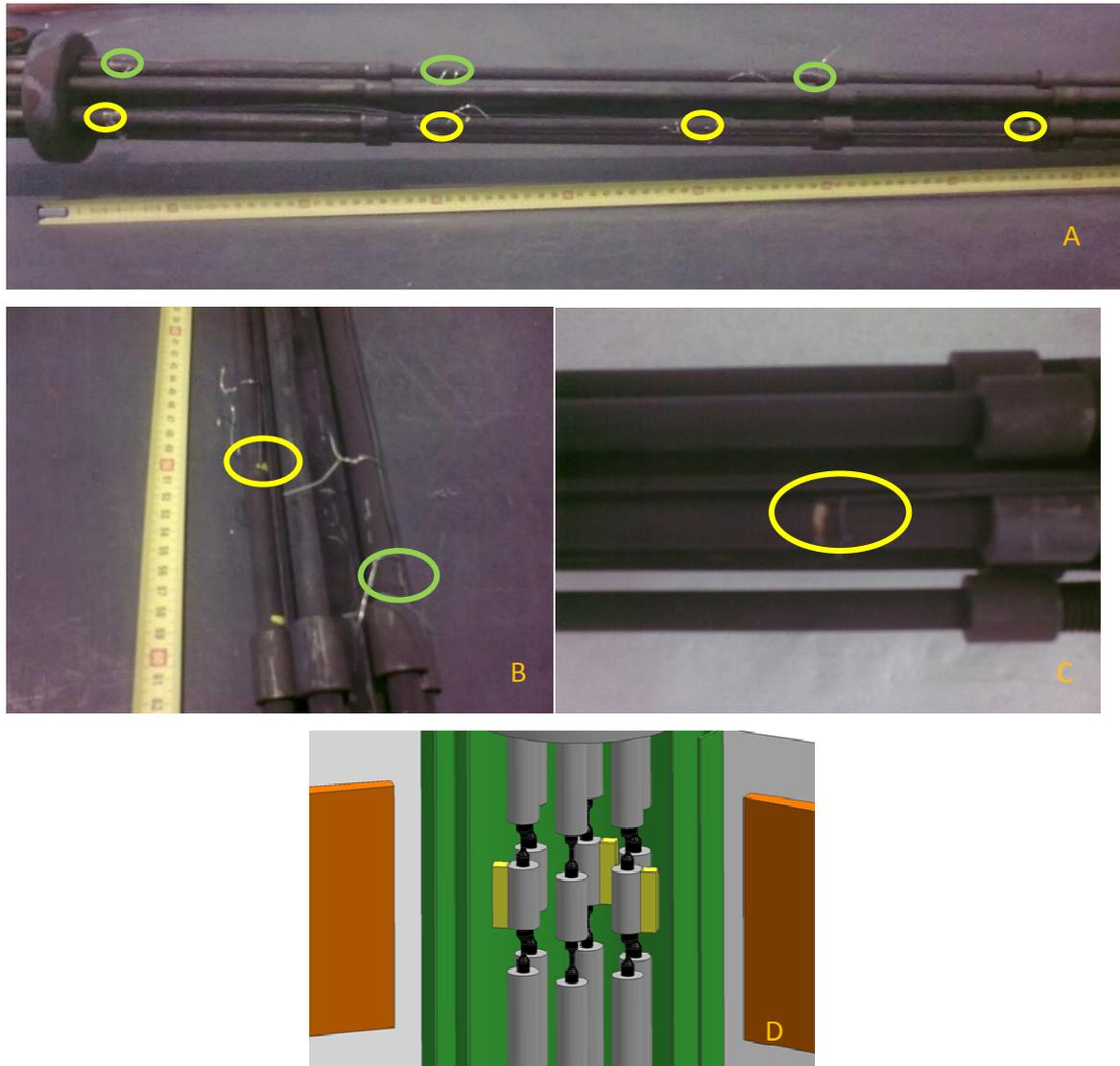


Figura 3.2.3: A. Si mostra la flangia con le aste, i punti segnati con il cerchio giallo dove sono posizionate le termocoppie. B. Ingrandimento della zona centrale a sinistra le TC di regolazione e a destra quella di acquisizione. C. Ingrandimento di una singola termocoppia. D: scheme di posizionamento delle TC.

Nella tabella 3.2.3 si riporta l'andamento della temperatura a 650°C corretta dal polinomio caratteristico delle termocoppie e catene termometriche. A questa temperatura la correzione corrisponde a togliere dal valore letto $1,6^{\circ}\text{C}$. Si nota che l'andamento delle tre zone è abbastanza omogeneo e la temperatura rientra nei limiti.

	ZA	ZMA	ZM	ZMB	ZB
T regolatrice	650,0	650,0	650,0	650,0	650,0
T misurata 1	652,5	651,9	652,6	/	/
T misurata 2	651,4	651,3	651,5	/	/

Tabella 3.2.3: Valori misurati dalla termocoppie in vari punti all'interno del forno.

Il problema di questa tipologia di sistema è dovuto al fatto che durante la fase di riscaldamento e nel cambio dell'asta nelle zone dove andranno a posizionarsi i provini il forno va in overheating, cioè supera i limiti impostati dalla norma, come si nota nel Grafico 3.2.11. Il superamento della temperatura avviene a causa del tempo necessario al calore di essere trasportato dalla resistenza all'asta dove è appoggiata la termocoppia. Infatti la termocoppia regolatrice percepisce una temperatura inferiore a quella impostata, di conseguenza fa aumentare la potenza da fornire alla resistenza, che a sua volta per effetto Ohm aumenta la temperatura perciò il suo calore. Il calore viene ceduto per conduzione al refrattario. Il refrattario non è un buon conduttore per tale motivo il calore ci metterà un certo periodo ad arrivare alla superficie interna del forno, durante il quale il regolatore continua a fornire calore. Perciò alla fine all'interno del forno si percepisce una temperatura superiore a quella richiesta a causa del continuo fornimento di calore che avviene dalla resistenza. I picchi sono maggiori nella zone centrali e la responsabilità di questo comportamento è dovuto al moto convettivo che porta il flusso d'aria calda verso l'alto. Il picco non è presente nella zona alta grazie alla vicinanza con l'ambiente esterno e quindi il flusso d'aria calda si mescola.

Nel Grafico 3.2.11 le zone vengono indicate con i seguenti numeri.

- Zona 1 03499 - 03502
- Zona 2 03500 - 03503
- Zona 3 03501 - 03504.

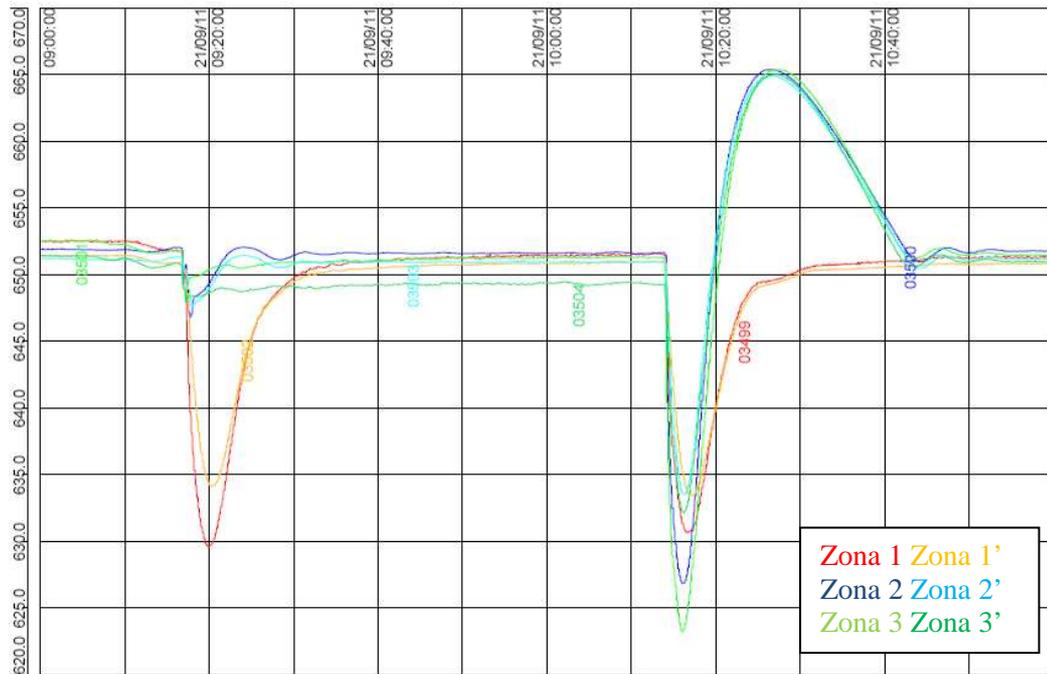


Grafico 3.2.11: andamento delle temperature all'interno del forno durante il cambiamento dell'asta.

Per evitare il comportamento di overheating si è deciso che prima del cambio tra l'asta piccola a quella grande o nella fase di riscaldamento del forno le temperature di regolazione delle tre zone più alte saranno impostate a -50°C rispetto la temperatura che si vuole ottenere. Una volta stabilizzata la temperatura i regolatori verranno impostati ai valori desiderati ma si rallenta la scala d'incremento della temperatura di $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ a $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Il risultato viene mostrato nel Grafico 3.2.12 nel caso del cambio d'asta.

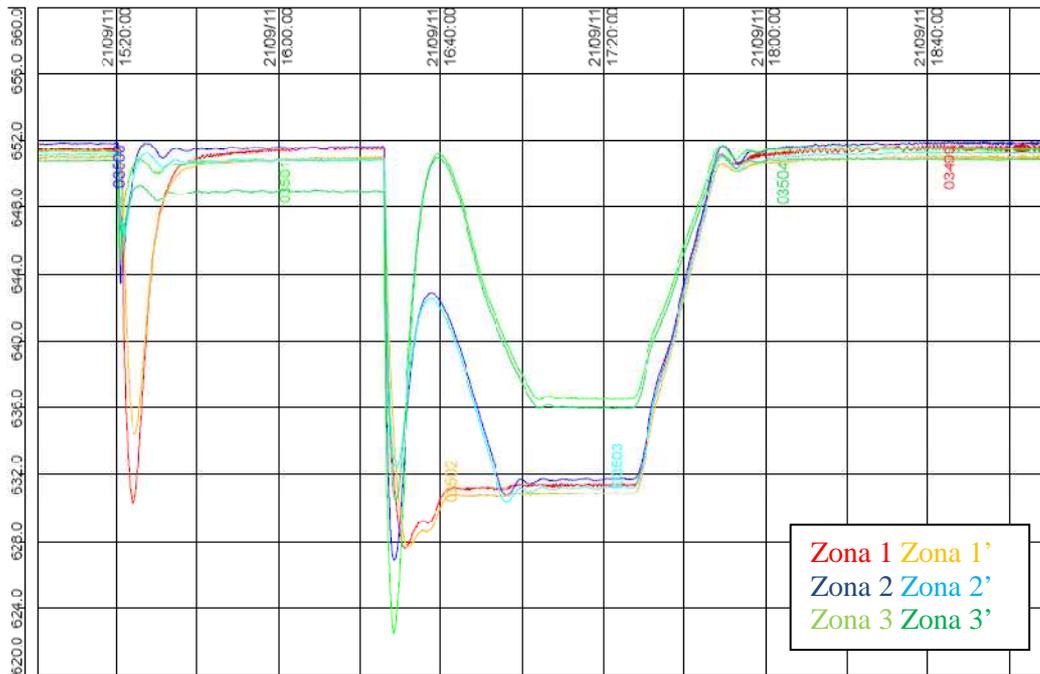


Grafico 3.2.12: andamento delle temperature all'interno del forno durante il cambiamento dell'asta.

La macchina potrebbe non andare in pieno carico, la mancanza di un'asta all'interno del forno provocherebbe in aumento del moto convettivo. Per evitare si è deciso di tenere sempre tutte le sei aste all'interno del forno.

3.2.2 Cambiamenti effettuati

Visto che in alcune zone del forno, la temperatura di set-point è molto superiore rispetto a quella che si trova dentro al forno si è provato a chiudere con delle ghiera metalliche per migliorare l'isolamento. Il materiale ceramico sarebbe stato migliore come isolante ma purtroppo con la sua alta fragilità avrebbe rischiato di rompersi al primo movimento brusco durante l'inserimento o lo sfilamento delle aste. Si era pensato anche alla lana di roccia ma in questo caso avrebbe aumentato le difficoltà nel carico e scarico del provino. Con questo sistema si è provato a determinare il set-point a 500°C, i risultati sono visibili in Tabella 3.2.4. Come si può notare dalle temperature misurate la chiusura non ha portato nessun miglioramento. Infatti le temperature impostate nella Zona Bassa e Zona Alta sono superiori rispetto al set-point della Grafico 3.2.1 inoltre nella Zona media bassa la temperatura impostata era inferiore ai 500°C ma la Zona non è riuscita ad abbassarsi. Questo fenomeno è dovuto al fatto che nelle zone esterne parte del calore verrà disperso perciò è necessario fornire molto calore per ottenere la temperatura desiderata all'interno

del forno. Nelle zone centrali le loro resistenze possono fornire meno calore, ma purtroppo riceverà parte del calore dalle zone più esterne attraverso l'irraggiamento. Perciò la temperatura misurata all'interno del forno è maggiore di quella aspettata.

Zone	ZA	ZMA	ZM	ZMB	ZB
T impostata [°C]	534,6	485,5	495,2	500,0	668,4
T misurata [°C]	501,0	502,1	507,3	533,9	501,0

Tabella 3.2.4: valori dei set-point con le ghiera

3.3 Taratura della macchina per stress-rupture

La taratura della macchina di stress-rupture multiprovino consiste nel controllo generale e nella verifica della forza applicata al provino. Attraverso la determinazione del fattore discriminante, dell'errore di ripetibilità e accuratezza si verifica la conformità della macchina. Per svolgere la prova sono state seguite due norme la ASTM E4 e UNI EN ISO 7500-2. La prova dovrà essere eseguita ogni anno per verificare che la macchina rimanga conforme[17][18].

La prova viene effettuata inserendo una cella di carico tra le asta di prove come riportato in Figura 3.2.1. La cella di carico è collegata ad un acquisitore che leggerà il carico applicato all'asta dalla macchina di prova. Nel caso della macchina di stress-rupture multiprovino sono presenti sei leve, per ognuna sarà necessario effettuare la taratura.



Figura 3.2.1: cella di carico utilizzata per la taratura.

Entrambe le norme riportano alcuni prerequisiti necessari per il completamento della prova. I punti principali sono: evitare sbalza termici, verificare accuratezza del peso e allineamento dell'asta durante la prova.

La prova di taratura della macchina si svolge seguendo i passaggi sotto-riportati.

- Si inserisce l'asta nell'apposita flangia all'interno del forno dopodiché si collega la cella di carico;
- Si allaccia la cella di carico all'acquisitore, viene lasciato assestarsi per mezz'ora circa in modo da ottenere un valore molto stabile. Passato l'arco di tempo si azzerà il valore fornito, perché alla cella non è stato applicato nessun carico;
- Si unisce l'asta al gancio della leva e si porta la leva in bolla;
- Si legge la misura del precarico e si aggiungono gli altri carichi in maniera crescente ogni valore si riporterà in un file Excel, così da determinare gli errori e approvare la conformità;
- Una volta effettuata l'ultima misura, che corrisponde al carico massimo, si sgancia l'asta dalla leva e si verifica che la cella di carico dia un valore di 0 N. In caso contrario è necessario riportare il valore nel file Excel, il dato influirà negativamente sulla conformità della macchina perché significherà che sono presenti tensioni residue nella cella;
- I passaggi si ripetano per altre due volte ruotando 120° la cella di carico e per tutte le sei leve.

I carichi applicati durante la prova sono stati scelti in modo da rispettare entrambe le norme. La norma UNI ISO EN 7500 indica di selezionare dei punti distanti il 20% della forza massima, inoltre consigliano di aggiungere i punti al 5%, 10% e 15% per ottenere misure precise anche a carichi bassi. L'ASTM E4 richiede di eseguire cinque o più misure equidistanti e se necessario svolgere alcune prove a piccoli carichi. Le richieste dell'ASTM rientrano nella norma UNI perciò i punti risultano: 5%, 10%, 15%, 20%, 40%, 60%, 80% e 100% della forza massima applicabile.

Come carico massimo della macchina è stato scelto il valore 270 N, il dato corrisponde al massimo numero di pesi che si possono inserire nell'asta porta carichi. Nella macchina, inoltre, presenta un precarico superiore al 5% della F_{max} , perciò il primo punto si sostituirà con il precarico. In Tabella 3.3.1 si riportano i carichi ideali, quelli secondo

normativa, e i carichi reali, quelli che si applicano durante la prova. La differenza è dovuta alla difficoltà di trovare una corrispondenza tra i carichi ideali e i pesi utilizzabili.

	Forze ideali	Forze reali	Pesi utilizzati						
	[N]	[N]	[N]						
Carico 1	0,0	0,0	0						
Carico 2	7,0	8,0	4	4					
Carico 3	20,5	20,0	8	8	4				
Carico 4	34,0	34,0	19	5	5	5			
Carico 5	88,0	88,0	46	19	19	4			
Carico 6	142,0	142,0	46	46	46	4			
Carico 7	196,0	196,0	46	46	46	45	9	4	
Carico 8	270,0	272,0	46	46	46	45	45	44	
Ritorno allo zero	0,0								

Tabella 3.3.1: Forza ideale e le forze reali applicate per la taratura della macchina.

La cella di carico, come spiegato nel Paragrafo 2.4, presenta un polinomio correttivo determinato durante la sua taratura e riportato nell'equazione 3.3.1. La correzione viene applicata a tutte le misure effettuate, ma risulta rilevante solo con carichi alti perché i valori correttivi sono bassi.

$$F' = -0,1420 + 0,9998F + 3,14 \cdot 10^{-10}F^2 + 2,06 \cdot 10^{-14}F^3$$

Equazione 3.3.1: polinomio caratteristico della cella di carico

Nella tabella 3.3.3 si riportano i dati ricavati della prima leva corretti e non con il polinomio caratteristico della cella di carico. Si nota che il polinomio cambia di poco solo i carichi elevati. Nelle tabelle successive si riporteranno i valori di F'.

	Lecture			Correzione con polinomio caratteristico		
	$F_1 (0^\circ)$	$F_2 (120^\circ)$	$F_3 (240^\circ)$	$F'_1 (0^\circ)$	$F'_2 (120^\circ)$	$F'_3 (240^\circ)$
	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
Carico 1	208	207	206	208	207	206
Carico 2	281	282	282	281	282	282
Carico 3	390	393	393	390	393	393
Carico 4	520	522	522	520	522	522
Carico 5	1019	1022	1020	1019	1022	1020
Carico 6	1517	1522	1521	1517	1522	1521
Carico 7	2015	2020	2019	2015	2020	2019
Carico 8	2718	2723	2722	2717	2722	2721

Tabella 3.3.3.: Differenza tra i dati letti dalla cella di carico e quelli corretti dal polinomio.

Conoscendo i carichi applicati e il valore letto dalla cella di carico è possibile determinare il rapporto di leva. Per identificarlo è sufficiente utilizzare il calcolo presente nell'equazione 3.3.2. L'operazione viene effettuata per ogni carico applicato e si calcola la media dei risultati.

$$L_n = \frac{F_{m_n} - F_0}{F_{r_n}}$$

Equazione 3.3.2: calcolo per la determinazione del rapporto di leva

Dove: L_n : rapporto di leva per n-esimo carico applicato,

F_0 : forza del precarico che corrisponde alla media del primo carico delle tre angolazioni già corretti dal polinomio caratteristico;

F_{m_n} : forza n-esima misurata dalla cella di carico e corretta con il polinomio caratteristico;

F_{r_n} : forza n-esima applicata alla cella di carico.

In Tabella 3.3.4 si riportano i valori del rapporto di leva per le singole leve, i valori sono molto simili come ci si aspettava.

Num. Leva	Rapporto di leva
1° leva	9,2
2° leva	9,1
3° leva	9,2
4° leva	9,3
5° leva	9,2
6° leva	9,1

Tabella 3.3.4: Rapporto di leva.

Una volta determinato il rapporto di leva è possibile verificare la conformità della macchina.

Per la normativa UNI ISO EN 7500-2 è necessario calcolare il fattore discriminante, gli errori di accuratezza e ripetibilità; si riportano l'equazioni utilizzate per la determinazione.

$$\text{Fattore discriminante: } d = \frac{d_{cella}}{F_n} 100$$

d_{cella} :il valore discriminante della cella di carico, nella cella utilizzata corrisponde a 0,12.

$$\text{Errore d'accuratezza: } q = \frac{(F_{i_n} - F_{m_n})}{F_{m_n}} 100$$

F_{i_n} : è il valore atteso si determina $F_{i_n} = F_{m_n} L_n + F_o$

$$\text{Errore di ripetibilità: } r = \frac{F_{max(F_1, F_2, F_3)_n} - F_{min(F_1, F_2, F_3)_n}}{F_{m_n}} 100$$

$F_{max(F_1, F_2, F_3)_n}$: è la forza massima tra le tre forza misurate allo stesso carico ma con angoli di rotazione della cella di carico diversi;

$F_{min(F_1, F_2, F_3)_n}$: è la forza minima tra le tre forza misurate allo stesso carico ma con angoli di rotazione della cella di carico diversi.

A seconda dei risultati alla macchina verrà imposta una classe di appartenenza. Per le prove svolte in azienda la classe accettata è la prima. Nella tabella 3.3.5 vengono riportate le classi.

Class of machine	Maximum permissible values %		
	Relative discrimination threshold	Relative error of	
		repeatability	accuracy
	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>q</i>
0,5	0,25	0,5	± 0,5
1	0,5	1,0	± 1,0
2	1	2,0	± 2,0

Tabella 3.3.5: le classi presenti per la normativa UNI ISO EN 7500-2.

La normativa ASTM E4 richiede che l'errore di ripetibilità e accuratezza siano minori o uguali a 1. Inoltre esige di verificare che la cella non abbia tensioni residue, cioè che il valore di scarico deve rimanga zero. Se questi limiti vengono rispettati la macchina è conforme.

Nelle tabelle successive si presentano i valori misurati per ogni carico e leva corretti dal polinomio caratteristico. I dati ci permettono di dichiarare che la macchina di stress-rupture multiprovino rientra in classe 1 per la normativa UNI EN ISO 7500-2 ed è conforme rispetto l' ASTM E4.

1° leva

	Fi	F ₁ (0°)	F ₂ (120°)	F ₃ (240°)	F _{media}
	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
Carico 1	207	208	207	206	207
Carico 2	280	281	282	282	281
Carico 3	391	390	393	393	392
Carico 4	520	520	522	522	521
Carico 5	1016	1019	1022	1020	1020
Carico 6	1513	1517	1522	1521	1520
Carico 7	2010	2015	2020	2019	2018
Carico 8	2709	2717	2722	2721	2720
Ritorno allo zero		0	0	0	0

	q	B	a
	[%]	[%]	[%]
Carico 1	0,5	1,0	0,48
Carico 2	0,5	0,4	0,36
Carico 3	0,5	0,8	0,26
Carico 4	0,4	0,4	0,19
Carico 5	0,5	0,3	0,10
Carico 6	0,6	0,3	0,07
Carico 7	0,5	0,2	0,05
Carico 8	0,5	0,2	0,04
massimo errore	0,6	1,0	

**Classe macchina
(ISO 7500-2)**

1,0

**Classe macchina
(ASTM E4-10)**

Conforme

2° Leva

	F _i	F _{1 (0°)}	F _{2 (120°)}	F _{3 (240°)}	F _{media}
	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
Carico 1	205	206	205	206	205
Carico 2	278	279	281	281	280
Carico 3	387	389	388	389	388
Carico 4	515	517	515	516	516
Carico 5	1006	1006	1006	1006	1006
Carico 6	1498	1500	1497	1499	1498
Carico 7	1989	1990	1992	1996	1992
Carico 8	2681	2685	2682	2679	2682
Ritorno allo zero		0	0	0	0

	q	B	a
	[%]	[%]	[%]
Carico 1	0,0	0,5	0,06
Carico 2	-0,7	0,7	0,04
Carico 3	-0,3	0,3	0,03
Carico 4	-0,2	0,4	0,02
Carico 5	0,1	0,0	0,01
Carico 6	0,0	0,2	0,01
Carico 7	-0,2	0,3	0,01
Carico 8	-0,1	0,2	0,00
massimo errore	0,7	0,7	

Classe macchina (ISO 7500-2)
1,0

Classe macchina (ASTM E4-10)
Conforme

3° Leva

	F _i	F _{1 (0°)}	F _{2 (120°)}	F _{3 (240°)}	F _{media}
	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
Carico 1	206	207	206	207	206
Carico 2	280	281	281	281	281
Carico 3	390	391	391	392	391
Carico 4	519	520	520	521	520
Carico 5	1016	1020	1020	1022	1020
Carico 6	1513	1519	1518	1524	1520
Carico 7	2010	2018	2017	2024	2019
Carico 8	2709	2723	2721	2727	2724
Ritorno allo zero		0	0	0	0

	q	B	a
	[%]	[%]	[%]
Carico 1	0,0	0,5	0,06
Carico 2	-0,3	0,0	0,04
Carico 3	-0,2	0,3	0,03
Carico 4	-0,2	0,2	0,02
Carico 5	-0,4	0,2	0,01
Carico 6	-0,5	0,4	0,01
Carico 7	-0,5	0,3	0,01
Carico 8	-0,6	0,2	0,00
massimo errore	0,6	0,5	

**Classe macchina
(ISO 7500-2)**

1,0

**Classe macchina
(ASTM E4-10)**

Conforme

4° Leva

	F _i	F _{1 (0°)}	F _{2 (120°)}	F _{3 (240°)}	F _{media}
	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
Carico 1	208	207	208	209	208
Carico 2	282	281	282	283	282
Carico 3	394	391	393	394	392
Carico 4	524	521	523	523	522
Carico 5	1026	1022	1024	1024	1023
Carico 6	1528	1521	1524	1524	1523
Carico 7	2031	2023	2025	2023	2023
Carico 8	2737	2726	2730	2726	2728
Ritorno allo zero		0	0	0	0

	q	B	a
	[%]	[%]	[%]
Carico 1	0,0	1,0	0,06
Carico 2	0,1	0,7	0,04
Carico 3	0,3	0,8	0,03
Carico 4	0,4	0,4	0,02
Carico 5	0,3	0,2	0,01
Carico 6	0,4	0,2	0,01
Carico 7	0,4	0,1	0,01
Carico 8	0,4	0,1	0,00
massimo errore	0,4	1,0	

**Classe macchina
(ISO 7500-2)**

1,0

**Classe macchina
(ASTM E4-10)**

Conforme

5° Leva

	F _i	F _{1 (0°)}	F _{2 (120°)}	F _{3 (240°)}	F _{media}
	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
Carico 1	207	208	207	208	207
Carico 2	281	281	281	282	281
Carico 3	391	391	391	392	391
Carico 4	520	522	521	522	521
Carico 5	1017	1020	1019	1020	1019
Carico 6	1514	1519	1516	1518	1517
Carico 7	2011	2015	2012	2013	2013
Carico 8	2710	2715	2712	2711	2713
Ritorno allo zero		0	0	0	0

	q	B	a
	[%]	[%]	[%]
Carico 1	0,0	0,5	0,06
Carico 2	0,0	0,4	0,04
Carico 3	0,1	0,3	0,03
Carico 4	-0,2	0,2	0,02
Carico 5	-0,2	0,1	0,01
Carico 6	-0,2	0,2	0,01
Carico 7	-0,1	0,1	0,01
Carico 8	-0,1	0,1	0,00
massimo errore	0,2	0,5	

**Classe macchina
(ISO 7500-2)**

1,0

**Classe macchina
(ASTM E4-10)**

Conforme

6° Leva

	F _i	F _{1 (0°)}	F _{2 (120°)}	F _{3 (240°)}	F _{media}
	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
Carico 1	205	204	205	206	205
Carico 2	278	276	277	278	277
Carico 3	387	386	387	389	387
Carico 4	514	514	515	515	514
Carico 5	1006	1009	1009	1010	1009
Carico 6	1497	1503	1508	1503	1504
Carico 7	1988	1997	2000	1992	1996
Carico 8	2680	2694	2692	2692	2693
Ritorno allo zero		0	0	0	0

	q	B	a
	[%]	[%]	[%]
Carico 1	0,0	1,0	0,06
Carico 2	0,3	0,7	0,04
Carico 3	-0,1	0,8	0,03
Carico 4	0,0	0,2	0,02
Carico 5	-0,3	0,1	0,01
Carico 6	-0,5	0,3	0,01
Carico 7	-0,4	0,4	0,01
Carico 8	-0,5	0,1	0,00
massimo errore	0,5	1,0	

Classe macchina (ISO 7500-2)
1,0

Classe macchina (ASTM E4-10)
Conforme

3.4 Verifica del corretto funzionamento della macchina

Una volta effettuata la taratura della macchina, sono state eseguite delle prove di stress-rupture multiprovino per verificarne il corretto funzionamento. Il materiale scelto per testare la macchina è stato un acciaio di tipo X19CrMoVN11-1. Un volta realizzati i provini, questi sono stati inseriti in un asta libera. In dettaglio, sono state svolte due prove. La prima prova è stata svolta ad una temperatura di 650°C con un carico di 180 MPa ed una durata prevista compresa tra le 50-100 ore. Il caso di una rottura durante questo periodo di tempo è significativa che le prova è andata a buon fine. Una seconda prova viene effettuata a 620°C con un carico di 192 MPa. La prova in questo caso deve rientrare nel range tra i 200-400 ore.

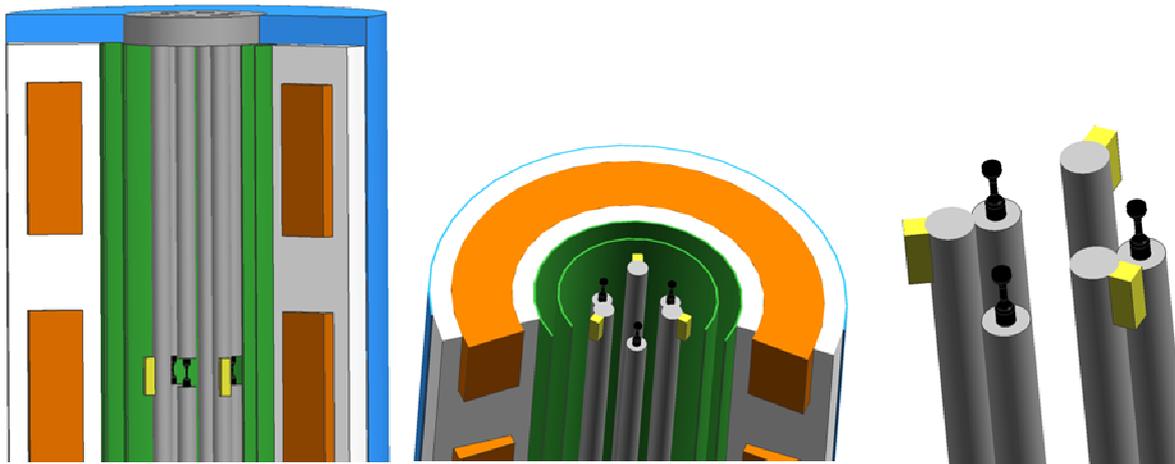


Figura 3.4.1: Schema del posizionamento dei provini e TC durante la verifica di affidabilità.

L'acciaio utilizzato ha subito un trattamento di bonifica e la sua composizione chimica viene riportata in Tabelle 3.4.1[19].

	C	Si	Mn	P [max.]	S [max.]	Al	B	Cr	Mo	Ni	V	Nb	N
X19CrMoVN11-1	0,17-0,23	≤0,50	0,40-0,90	0,025	0,015	≤0,020	≤0,0015	10,0-11,5	0,50-0,80	0,20-0,60	0,10-0,30	0,25-0,55	0,05-0,10

Tabella 3.4.1: Composizione chimica.

3.4.1 Svolgimento della prova

Per verificare l'omogeneità del forno anche durante la prova si è scelto di lasciare all'interno del forno tutte le termocoppie presenti nell'ultimo schema di utilizzo, anche se durante le prove successive si lasceranno solo quelle di regolazione all'interno del forno. Le prove vengono svolte in due fasi. Nella prima fase alla temperatura di 650°C i tre provini si posizionano nelle aste collegate alle leve 1, 3, e 5, mentre nella seconda fase alla temperatura di 620°C i tre provini sono state poste nella aste giunte con le leve 2, 4, e 6. Lo scopo è verificare che ogni meccanismo di trasmissione del carico sia corretto.

Come riportato del Paragrafo 3.3, il carico massimo applicabile è di 2700N. Questo valore risulta essere molto basso per caricare i pesi richiesti in provette di dimensioni accettabili per la normativa ASTM E139-06. Per tale motivo si sono costruite delle provette con le dimensioni e forma riportate nella Figura 3.4.2. Di conseguenza, il tratto utile non corrisponderà a 5 volte il diametro come nel ASTM E139-06 o 4 volte il

diametro come nel UNI 5111:69. L'allungamento è stato misurato effettuando la differenza tra la lunghezza del provino prima e dopo la prova in corrispondenza del tratto utile (distanza tra i due colli del provino). Le dimensioni dei provini è stata misurata attraverso il misuratore ottico.

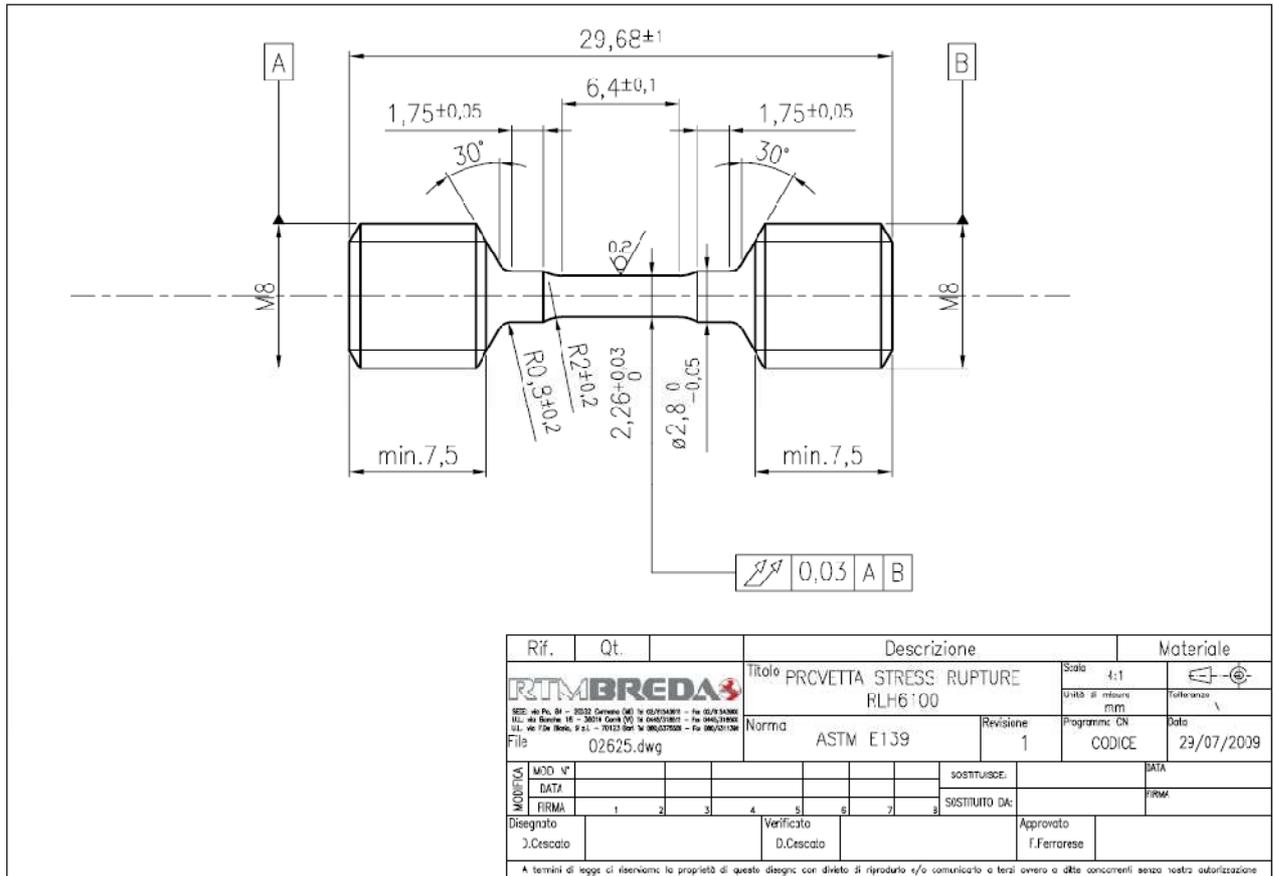


Figura 3.4.2: Dimensioni del provino utilizzato durante la prove.

Le dimensioni dei provini vengono riportate nella Tabella 3.4.1, come si può notare tutte i valori rientrano nei limiti stabiliti dal disegno.

Provino	Diametro [mm]	Tratto utile [mm]	Finitura sup[Ra μ m]
650°C			
n. 1	2,26	6,5	0,05
n. 2	2,27	6,5	0,05
n. 3	2,26	6,4	0,05
620°C			
n. 4	2,26	6,4	0,05
n. 5	2,27	6,5	0,05
n.6	2,27	6,5	0,05

Tabella 3.4.1: Dimensioni dei provini.

Una volta pulite le aste con estrema attenzione, queste vengono collegate nella zona più alta del forno. I provini (Figura 3.4.3) sono molto fragili e possono piegarsi molto facilmente perciò è necessario effettuare questa operazione con molta cura.



Figura 3.4.3: Provini testati.

Una volta posizionate le aste, il forno è stato acceso alla temperatura di 650°C/620°C nelle due zone basse del forno ed ad una temperatura di 600°C/570°C nelle zone alte. Una volta stabilizzata la temperatura è stato necessario alzare al valore prestabilito le tre zone alte diminuendo la rampa da 5°C/min a 1°C/min. Tutte le temperature devono essere corrette dal polinomio caratteristico della termocoppia e della catena termometriche, i valori vengono riportati in Tabella 3.4.2.

	ZA	ZMA	ZM	ZMB	ZB
T impostata 1° [°C]	651,6	652,2	652,1	651,7	651,8
T impostata 2° [°C]	621,6	622,2	622,1	621,7	621,7

Tabella 3.4.2: Temperature impostate per ottenere i 650°C all'interno del forno.

Raggiunta la temperatura è necessario attendere un ora come riportato nella norma ASTM E139-06. La norma consiglia di utilizzare un precarico durante questa fase. Il precarico deve essere massimo il 10% del carico massimo (180 MPa/192 MPa) perciò corrisponde a 18 MPa/19,2 MPa. Il precarico della macchina (50 MPa) riporta però un valore superiore al massimo applicabile e quindi non utilizzabile. Si è quindi considerato come precarico il peso dell'asta collegata al provino che ha il compito di essere unita al gancio che applica il carico (Figura 3.4.2). Il peso dell'asta è di 961,6 g coincidenti con 9,4 N che per una area 4,01 mm², pari all'area delle provette testate, corrisponde a circa 2,4 MPa.

Dopo l'ora di stabilizzazione del provino le aste che portato il test sono state collegate al precarico mediante un gancio. Prima di svolgere la prova, è stato necessario verificare che le leva fosse perfettamente normale all'asta di prova e di conseguenza al test. In caso contrario è necessario aggiustare la direzione mediante un doppio filetto presente nel gancio. Di seguito vengono riportati i conti per i carichi applicati al provino.

$$A = \frac{d^2}{4} \pi \text{ [mm}^2\text{]}$$

$$F_m = \sigma A \text{ [N]}$$

$$F_r = \frac{F_m - F_p - F_a}{R_{leva}}$$

Dove: A, d: sono rispettivamente l'area e il diametro del provino;

σ : è lo sforzo da applicare al provino, che corrisponde a 180 MPa/192 MPa;

F_m : rappresenta la forza da applicare al provino;

F_p : rappresenta la forza del precarico della macchina;

F_a : rappresenta la forza che si genera a causa del peso dell'asta;

R_{leva} : è il rapporto di leva calcolato per ogni singola leva.

I dati ricavati per ogni provino vengono riportati nella Tabella 3.4.3.

	A [mm ²]	F _m [N]	F _p [N]	F _a [N]	R _{leva}	F _r [N]
n 1	4,01	721,8	207	9,4	9,2	54,9
n 2	4,05	729	206	9,4	9,2	55,8
n 3	4,01	721,8	207	9,4	9,2	54,9
n 4	4,01	769,9	205	9,4	9,1	61,0
n 5	4,05	777,6	208	9,4	9,3	60,2
n 6	4,05	777,6	205	9,4	9,1	61,9

Tabella 3.4.2: Dati necessari per l'applicazione del carico.

Durante la fase di aggancio del precarico il provino numero 1 si è rotto. La rottura potrebbe essere attribuita ad una piccola inclusione all'interno del provino, ad grosso sforzo che provoca un danneggiamento al test durante il montaggio o ad un disallineamento della leva 1 rispetto all'asse.

Analizzando la superficie di rottura, presente in Figura 3.4.2, è stata notata l'assenza di inclusioni. A causa della presenza di dummies, si può affermare che la rottura è avvenuta in maniera duttile. Inoltre nel provino non sono presenti alcun tipo di danneggiamento. Per tale motivo la rottura è probabilmente avvenuta a causa del disallineamento della leva rispetto all'asta.

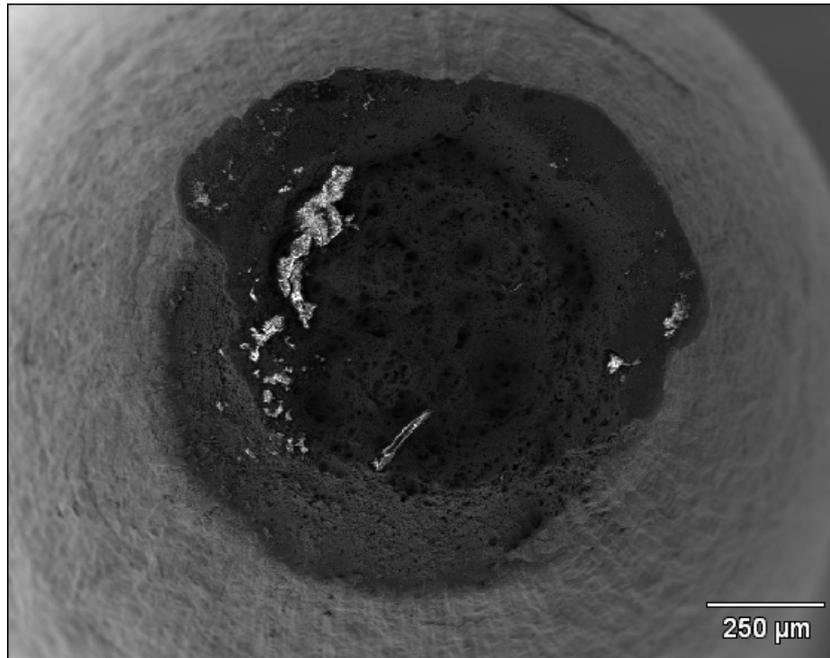


Figura 3.4.2: Frattura duttile del provino 1.

Le altre prove non hanno dato nessun problema i risultati ottenuti vengono riportati in Tabella 3.4.3.

Nome	Tempo durata [h]	Lim. Min. [h]	Lim. Max. [h]
n 2	52	50	100
n 3	57	50	100
n 4	208	200	400
n 5	210	200	400
n 6	213	200	400

Tabella 3.4.3: Risultati della prova di stress-rupture con la macchina multiprovino.

I dati vengono riportati nel grafico di Larson-Miller dove si riportano i dati forniti dalla normativa UNI EN 10269:01 per il materiale testato. Il parametro di Larson-Miller è descritto dall'Equazione 3.4.1.

$$PLM = T(C_t + \log t_R)$$

Equazione 3.4.1.: equazione di Larson-Miller.

Dove: C_t : costante, nel caso degli acciai C_t corrisponde a 18,5;

T: temperatura di svolgimento della prova;

t_R : tempo di rottura.

La formula è determinata ipotizzando che la temperatura sia collegata alla velocità di scorrimento con una legge di tipo Arrenius, riportata nell'Equazione 3.4.2.

$$\dot{\epsilon} = A \exp\left(-\frac{E}{RT}\right)$$

Equazione 3.4.2: equazione di Arrenius.

Dove: $\dot{\epsilon}$: velocità di scorrimento per creep;

A, R: costanti;

E: valore in funzione della tensione;

T: temperatura di svolgimento della prova;

Nel Grafico 3.4.1 si riporta in ascisse il parametro di Larson-Miller, mentre in ordinata si inserisce lo sforzo applicato durante la prova. Come si nota dal grafico 3.4.1 i dati ottenuti in prova sono vicini ai risultati presenti in normativa.

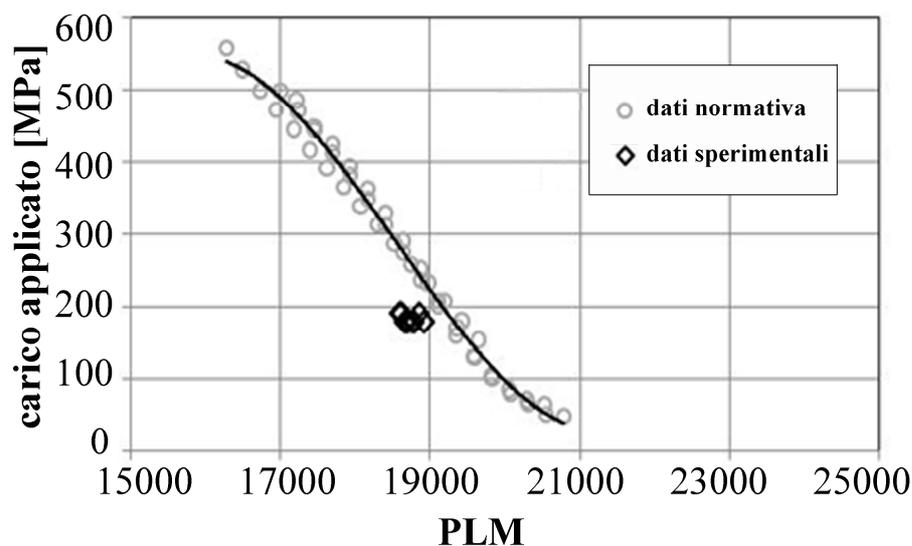


Grafico 3.4.1: Diagramma di Larson-Miller

Da questi risultati si può affermare che la macchina fornisce risultati coerenti con quelli riportati in letteratura. Nel caso di verifica della macchina sono stati utilizzati un solo provino per asta, ma se si facesse attenzione ad evitare l'overheating durante il cambio dall'asta è possibile utilizzare più provini per asta. In dettaglio, se consideriamo che il tratto utilizzabile per l'inserimento dei provini è di 35 centimetri e che ogni provino con la brugola di collegamento all'asta occupa 3,5 centimetri, per ogni asta ipoteticamente è possibile inserire 10 provini. Considerando che un'asta è collegata alle termocoppie e quindi non è sfruttabile, in totale nella macchina possono starci 50 provini. Tale numero di provini risulta essere un numero molto alto per una singola macchina, portando a consigliarne l'utilizzo nel caso in cui è necessario testare molti provini.

Risulta però consigliabile controllare e correggere l'allineamento asta-leva prima di effettuare prove di una certa importanza.

Conclusioni

Il lavoro di tesi svolto ha permesso di effettuare la messa a punto di uno strumento per le prove di stress-rupture necessarie ad individuare il comportamento a caldo dei materiali.

La messa a punto della strumentazione in esame ha richiesto differenti passaggi. In primo luogo si è proceduto all'individuazione delle normative vigenti per lo svolgimento della prova di stress-rupture. Successivamente sono stati presi in considerazione i differenti passaggi necessari alla taratura della macchina, considerando gli strumenti più adatti alla misurazione della temperatura e della forza applicata. In ultimo è stata svolta un'analisi di una prova sperimentale al fine di valutare l'effettiva messa a punto.

Per la determinazione dei set-point di temperatura del forno sono stati analizzati due sistemi diversi. Nel primo si è considerato di inserire delle termocoppie di regolazione delle temperature all'interno dell'intercapedine del forno e delle altre all'interno del forno per identificare la temperatura percepita dai provini. Con questa schematizzazione si è notato che i set-point non sono costanti a causa della variazione igrometriche dell'ambiente esterno. Risulta quindi necessario che le termocoppie siano posizionate all'interno del forno per valutare l'effettiva temperatura dei provini. Nel secondo sistema le termocoppie di regolazione sono state inserite all'interno del forno in modo da non dover determinare i set-point perché si autoregolano. Questa sistemazione è risultata essere più stabile anche in considerazione della regolazione delle variazioni di umidità durante le prove. Inoltre, attraverso ulteriori prove sperimentali, si è notato che nella zona bassa e medio bassa le temperature all'interno del forno non sono omogenee a causa del moto convettivo che si genera, di conseguenza non è consigliabile posizionare provini in questa zona. Il problema che si genera con questa sistemazione risulta essere causato dall'inerzia del forno nelle fase di riscaldamento e del cambio d'asta. Per ovviarlo è necessario abbassare la temperatura delle zone alte fino alla stabilizzazione della temperatura delle zone basse e poi rialzarla alla temperatura desiderata lentamente per evitare overheating. Gli sbalzi termici generati da questa operazione non influenzeranno il risultato dei test presenti all'interno del forno.

La taratura del sistema di carico ha permesso di verificare che risulta conforme alla normativa ASTM E4-10 e che rientra in prima classe per la UNI EN ISO 7500:02. A causa dei limiti imposti dalla macchina, è possibile applicare dei carichi di valore

inferiore 2700N sui provini. Di conseguenza, per ottenere valori di tensione di circa 600 MPa è necessario fabbricare dei provini di diametro 2,26 mm. Le dimensioni di queste provette non rientrano nelle normative studiate perciò i dati ottenuti saranno considerati meno significativi. Inoltre il tempo di lavorazione per produrle è il doppio rispetto a un provino classico e la fase di montaggio risulta essere molto più delicata. L'operazione risulta inoltre più delicata nel caso di provini in parte già testati.

Il numero di provini da testare dipende dalla lunghezza dei provini e della zona utilizzabile all'interno del forno. Ogni provino con le brugole di collegamento all'asta risulta avere una lunghezza di 3,5 centimetri. ed il tratto utilizzabile per ogni asta corrisponde a 35 centimetri. Di conseguenza, per ogni asta possono essere inseriti dieci provini per un totale di cinquanta provini. Il risultato ottenuto è inferiore a quello aspettato, ma comunque positivo.

I primi risultati ottenuti dalle prime analisi risultano essere coerenti rispetto a quelli riportati in letteratura, permettendo di affermare che la macchina di stress-rupture multiprovino è stata correttamente messa in opera.

La messa a punto della macchina ha fatto emergere differenti problemi, primo tra tutti la necessità di aggiungere delle attrezzature per migliorare il processo di prova. Si è quindi provveduto alle procedure necessarie per l'acquisto di una bandiera in grado di migliorare il cambio di attrezzatura nel forno e per la costruzione di un equipaggiamento per migliorare la sicurezza dell'operatore durante la fase di messa in opera.

In conclusione, si può affermare che la taratura della strumentazione è stata svolta correttamente, definendo i pregi ed i limiti della strumentazione. Tale strumentazione risulta essere la più conveniente nel momento in cui è necessario testare molti provini alla stessa temperatura.

Bibliografia

- [1]. Lombardi P. “Modellazione costitutiva e meccanica del danneggiamento di acciai 9% Cr per applicazioni ad alta temperatura”, PhD Thesis, Dipartimento di Meccanica, Strutture, Ambiente e territorio, Università degli studi di Cassino
- [2]. “Mechanical Metallurgy”, G. Dieter (1988)
- [3]. Fan G., Zhou Y., Chen W., Yang S., Ren X., Otsuka K. (2006) “Precipitation kinetics of Ti_3Ni_4 in polycrystalline Ni-rich TiNi alloys and its relation to abnormal multi-stage transformation behavior”, *Materials Science and Engineering: A*, 438-440, 622-626.
- [4]. Jung J., Ghosh G., Isheim D., Olson G.B. “Precipitation of Heusler phase (Ni_2TiAl) from $B2$ -TiAl in Ni-Ti-Al and Ni-Ti-Al-X (X=Hf, Zr) Alloys”
- [5]. “Prova di scorrimento a temperatura elevata”, Rtm Breda s.r.l.
- [6]. “Standard test methods for tension testing of Metallic Materials”, ASTM International, E8/E8M – 09
- [7]. “Standard test methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture tests of Metallic Materials”, ASTM International, E 139 – 06
- [8]. “Prove meccaniche dei materiali ferrosi. Prova di scorrimento a temperature elevate per l'acciaio”, UNI 5111 : 69
- [9]. Liu J.L., Jin T., Sun X.F., Zhang J.H., Guan H.R. e Z.Q. Hu Z.Q. (2008) “Anisotropy of stress rupture properties of a Ni base single crystal superalloy at two temperatures”, *Materials Science and Engineering: A*, 479(1-2), 277-284

- [10]. Zhang S., Wakai T., Sakanea M. (2009) “Creep rupture life and damage evaluation under multiaxial stress state for type 304 stainless steel”, *Materials Science and Engineering: A*, 510-511, 110-114.
- [11]. Šeruga D., Nagode M. (2011) “Unification of the most commonly used time–temperature creep parameters”, *Materials Science and Engineering: A*, 528, 2804-2811.
- [12]. “Taratura termocoppie e termoresistenze”, Rtm Breda s.r.l.
- [13]. “Taratura catene termometriche”, Rtm Breda s.r.l.
- [14]. “Cella di carico”, Celmi S.r.l.
- [15]. <http://www.missilistica.it>
- [16]. <http://www.ing.unitn.it/~colombo/Termocoppie/homepage.htm>
- [17]. “Standard practices for force verification of testing machines”, ASTM International, E4-10
- [18]. “Materiali metallica-Verifica delle macchine di prova statica uniassiale – Parta 2: Macchine per prova di scorrimento a caldo”, UNI EN ISO 7500-2:07
- [19]. “Acciai e leghe di nichel per elementi di fissaggio con proprietà specifiche a elevate e/o basse temperature, UNI EN 10269 : 01

Ringraziamenti

Un grazie alla dott.ssa Irene Calliari e al prof. Del Col per l'aiuto dato durante la fase di stesura della tesi. All'azienda RTM Breda s.r.l. per l'opportunità data e agli operatori per l'aiuto fornito.

Un grande grazie alla mia famiglia, a Sergio e ai miei amici per il sostegno e i momenti indimenticabili dati in questi cinque anni di università.