



**UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA**

**FACOLTÀ DI INGEGNERIA**

**CORSO DI LAUREA IN INGEGNERIA GESTIONALE**

**DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI**

**TESI DI LAUREA TRIENNALE**

**PROVE SPERIMENTALI DI MICROESTRUSIONE IDROSTATICA**

**SU RAME COMMERCIALMENTE PURO**

Relatore: Ch.mo Prof. Guido Berti

Correlatore: Dr. Ing. Manuel Monti

Laureando: Mattia Simonetto

Anno accademico: 2010/2011



## INDICE

|  |    |
|--|----|
| INTRODUZIONE E ARTICOLAZIONE DEL LAVORO.....   | 5  |
| CAPITOLO 1: IL PROCESSO DI MICROESTRUSIONE IDROSTATICA.....  | 7  |
| 1.1 ESTRUSIONE: GENERALITA'.....   | 8  |
| 1.2 PROCESSO DI ESTRUSIONE IDROSTATICA.....  | 10 |
| 1.2.1 ANDAMENTO DELLA PRESSIONE DI ESTRUSIONE.....   | 13 |
| 1.2.2 FENOMENO DELLO "STICK-SLIP" .....  | 14 |
| 1.3 EFFETTI DELLA MINIATURIZZAZIONE SUL COMPORTAMENTO<br>DEL MATERIALE NEI PROCESSI DI MICROFORMATURA..... | 15 |
| 1.3.1 EFFETTO DELLA MINIATURIZZAZIONE SULL'ATTRITO.....  | 15 |
| 1.3.1.1 BREVI CENNI SULLA TEORIA DELL'ATTRITO.....   | 15 |
| 1.3.1.2 OPEN-CLOSED LUBRIFICANT POCKETS.....   | 17 |
| 1.3.2 EFFETTO DELLA MINIATURIZZAZIONE SULLA TENSIONE DI FLUSSO.....  | 19 |
| 1.3.3 MICRO-ANISOTROPIA.....   | 23 |
| CAPITOLO 2: APPARATO SPERIMENTALE.....   | 25 |
| CAPITOLO 3: PROCEDURE SPERIMENTALI.....  | 33 |
| 3.1 PROCESSO SPERIMENTALE DI MICROESTRUSIONE IDROSTATICA.....  | 33 |
| 3.2 ANALISI METALLOGRAFICA E PROVE DI MICRODUREZZA.....  | 40 |
| CAPITOLO 4: ANALISI DEI RISULTATI OTTENUTI.....  | 41 |
| 4.1 PROVE DI MICROESTRUSIONE.....  | 41 |
| 4.2 PROVE DI MICRODUREZZA.....   | 48 |
| APPENDICE .....  | 51 |
| BIBLIOGRAFIA.....  | 55 |



## **Introduzione**

Lo scopo del presente lavoro di tesi è condurre un'analisi sperimentale sul comportamento del materiale e sulla variazione di proprietà meccaniche di fili metallici di dimensioni submillimetriche sottoposti ad un processo di microestrusione idrostatica.

Questa singola esperienza s'inserisce all'interno di un più ampio progetto di ricerca all'interno del Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali (DTG), dell'Università degli Studi di Padova, volto a migliorare la conoscenza riguardo al comportamento di vari materiali durante le operazioni di microformatura massiva.

Diversamente da processi ormai assodati nel campo industriale come la microtrafilatura o la lavorazione dei fogli sottili, i processi di microestrusione non presentano ancora un know-how soddisfacente per essere commercialmente sfruttati e sono normalmente relegati al campo della ricerca sperimentale. Le cause sono da ricercarsi soprattutto nei "Size-Effects" che impediscono di usare leggi note per la deformazione massiva tradizionale anche nel mondo della microformatura.

## **Articolazione del lavoro**

Il lavoro della seguente tesi verrà esposto in quattro capitoli:

Nel primo capitolo si esporranno le principali caratteristiche del processo di estrusione e si metteranno in risalto le principali problematiche che le lavorazioni su micro-scala presentano rispetto a quelle convenzionali.

Nel secondo capitolo verrà illustrata la configurazione dell'apparato sperimentale utilizzato e le caratteristiche dei singoli componenti scelti.

Nel terzo capitolo si elencheranno le procedure sperimentali e il piano sperimentale condotto.

Infine nel quarto e ultimo capitolo si discuteranno i risultati ottenuti confrontando i dati sperimentali con quelli analitici ed esaminando i valori dati dalle prove di microdurezza effettuate su alcuni campioni.



# **CAPITOLO 1**

## ***IL PROCESSO DI MICROESTRUSIONE IDROSTATICA***

In questo primo capitolo sarà brevemente descritto il processo di estrusione, e più in particolare quello di estrusione idrostatica, di cui verranno illustrati vantaggi e svantaggi; saranno poi spiegati i vari effetti che la miniaturizzazione porta sul comportamento dei materiali e dei processi. Lo scopo è avere una panoramica teorica sufficiente a comprendere i risultati ottenuti dal processo sperimentale.

## 1.1 ESTRUSIONE: GENERALITA'

L'estrusione è un processo di formatura massiva che induce un cambiamento nella forma del grezzo di partenza mediante deformazione plastica, a freddo o a caldo. Consiste essenzialmente nel forzare per compressione il materiale, a passare attraverso una matrice (o filiera) che riproduce la forma esterna del pezzo che si vuole ottenere. Non è possibile realizzare una produzione continua in senso stretto. La lunghezza del massello è, infatti, limitata sia dalla corsa del pistone di estrusione, sia dall'aumento delle forze di attrito tra contenitore e billetta stessa nel caso di estrusione diretta o inversa. Con la tecnica dell'estrusione si possono produrre componenti che vanno dai semplici alberi a sezione circolare fino ai componenti più complessi come travi aventi sezione più o meno elaborata.

I macchinari per estrusione si possono suddividere in 4 macro-categorie, discriminate in base alla loro configurazione progettuale: estrusione diretta; estrusione inversa; estrusione ad impatto; estrusione idrostatica.

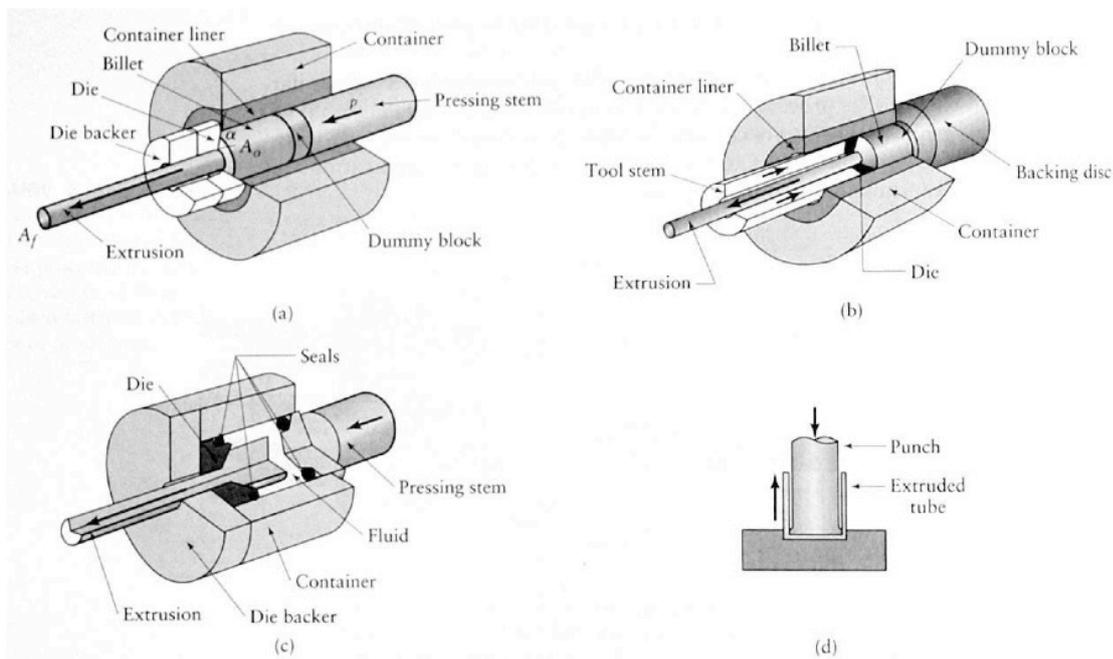


Figura 1.1: Processi di estrusione a) diretta b) inversa c) idrostatica d) ad impatto

- **Estrusione diretta** (fig. 1.1 a): il pistone comprime il massello metallico alloggiato nel contenitore e lo costringe a passare nel foro della matrice realizzando il profilato. Il pezzo estruso fuoriesce dalla matrice spostandosi nello stesso verso secondo cui si sposta il pistone: per questo motivo l'estrusione è denominata "diretta".

- **Estrusione inversa** (fig. 1.1 b): Durante il processo di estrusione il pistone comprime il massello alloggiato nel contenitore e lo costringe a passare nel foro della matrice, in questo caso però la matrice di estrusione è ricavata sul pistone stesso che al suo interno è cavo. A mano a mano che il prodotto viene formato, si verifica anche la contemporanea risalita del materiale attraverso la cavità del pistone. Il prodotto estruso subisce uno spostamento opposto al movimento effettuato dal pistone, da cui il termine “inversa”.
- **Estrusione ad impatto** (fig. 1.1 d): questo processo, che consiste in una particolare forma dell’estrusione indiretta, è tradizionalmente impiegato per la produzione di prodotti cavi metallici. Durante il processo di formatura, la billetta da deformare è posta sul fondo del contenitore, impedendone così il trasferimento. Il pistone/punzone viene accelerato (solitamente da un volano che funge da accumulatore di energia cinetica o, in alternativa, semplicemente per caduta) ed indotto a colpire la billetta con una quantità di moto tale da provocare la deformazione plastica. Essendo il pistone di diametro inferiore rispetto a quello della billetta, questa deformandosi ha modo di risalire attraverso il gioco esistente tra pistone e contenitore. Si ha quindi moto di verso opposto tra pistone e flusso di materiale metallico.
- **Estrusione idrostatica** (fig. 1.1 c): Il processo di estrusione idrostatica differisce dagli altri processi di estrusione per il fatto che il pistone non è posto in contatto diretto con il massello metallico da lavorare ma ha invece il compito di comprimere il liquido con cui è riempito il contenitore. Questi a sua volta forza la billetta entro la matrice, realizzando l’estrusione.

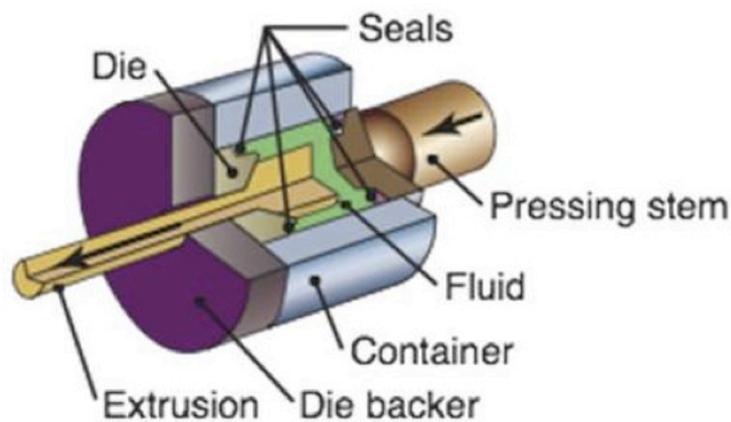
Sarà ora illustrato nel dettaglio proprio quest’ultimo processo che è l’argomento di questa sperimentazione.

## 1.2 PROCESSO DI ESTRUSIONE IDROSTATICA

Nel processo di estrusione idrostatica la billetta posta nella camera viene estrusa attraverso la matrice grazie all'azione del liquido in pressione anziché tramite l'applicazione diretta di un carico con il pistone. Il processo idrostatico differisce fondamentalmente dagli altri metodi di estrusione per il fatto che la billetta è completamente immersa nel fluido, che è sigillato e pressurizzato a sufficienza per estrudere il materiale.

L'estrusione idrostatica può essere fatta a freddo o a caldo e può essere usata per estrudere materiali fragili che non potrebbero essere processati con l'estrusione convenzionale, questo perché viene applicata una pressione idrostatica che contrasta la propagazione di cricche a differenza di uno sforzo monoassiale impresso da estrusione diretta o inversa.

Lo schema generico di un apparato per l'estrusione idrostatica è il seguente:



**Fig 1.2 Estrusione idrostatica**

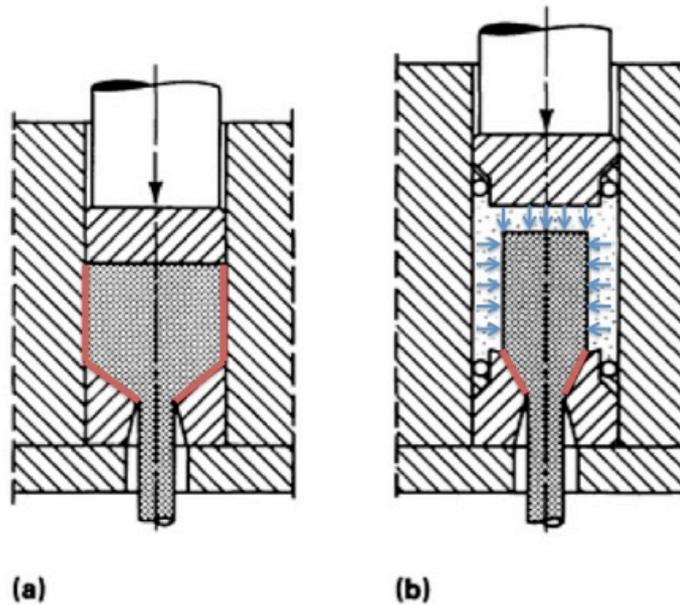
E' composto da:

- Camera di alta pressione (container): serve a contenere fluido e billetta;
- Pistone (pressing steam): scorre nella camera e comprime il fluido;
- Tenute (seals): evitano la fuoriuscita di fluido;
- Matrice (die): imprime la riduzione di sezione alla billetta;

Come si vede il pistone non è a contatto diretto con il materiale da estrudere ma ha la sola funzione di comprimere il fluido e portare la pressione nella camera al valore necessario ad estrudere il pezzo.

Questo processo idrostatico ha diversi **vantaggi**:

- Non vi è attrito tra la billetta e il contenitore (non essendo essi a contatto) perciò non viene sprecata energia a causa dell'attrito con le pareti;



**Figura 1.3 : a) estrusione diretta b) estrusione idrostatica. Evidenziate in rosso le zone di contatto e attrito.**

- L'attrito sulla matrice è significativamente ridotto attraverso un film di lubrificante tra billetta e superficie della matrice;
- Pressioni sono relativamente basse (rispetto alle forze necessarie per l'estrusione diretta) e l'attrito ridotto, questo permette di aumentare l'*extrusion ratio* (rapporto tra sezione iniziale e finale) e di diminuire la temperatura di processo;
- Pressione uniforme permette di estrarre anche billette non dritte;
- Flessibilità di progettazione delle geometrie della camera dato dal disaccoppiamento di dimensioni tra macchinario e pezzo da lavorare, si potranno quindi processare con la stessa attrezzatura billette di forme e dimensioni diverse cambiando solo la matrice;
- Pressione permette la penetrazione di parte del fluido lubrificante sulla superficie del materiale riducendo l'attrito, questo permette l'uso di un angolo della matrice inferiore riducendo la superficie di contatto e quindi lo spreco di lavoro;
- Pressione idrostatica induce una distribuzione uniforme delle tensioni residue portando un miglioramento nelle proprietà meccaniche;
- Il minor attrito e il lubrificante portano anche una tensione sugli utensili e una generazione di calore costanti rendendo la finitura superficiale migliore rispetto all'estrusione tradizionale;
- Il fluido continua a imprimere pressione fino alla fuoriuscita della billetta perciò il pezzo può essere estruso completamente senza scarti di materiale;

A fronte di questi numerosi vantaggi vi sono tuttavia degli aspetti critici, degli **svantaggi**:

- Problema del contenimento del fluido a elevate pressioni necessita la progettazione accurata delle tenute della camera per evitare fuoriuscite, quindi un'attrezzatura più complessa;
- Lunghi tempi morti (e di conseguenza maggiori costi di processo) per lo svuotamento e il riempimento del fluido a ogni ciclo di lavorazione;
- La billetta deve essere presagomata per aderire all'angolo di entrata della matrice;
- Controllo ridotto sulla velocità di estrusione della billetta per la presenza del fluido intermedio la cui pressione è soggetta a fluttuazioni a causa del fenomeno dello "stick-slip".

### 1.2.1 Andamento della pressione di estrusione

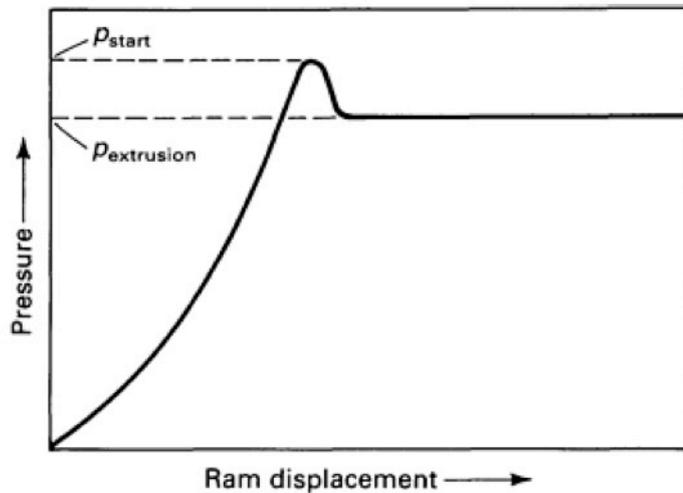


Figura 1.4: variazione della pressione all'avanzare del pistone

L'andamento della pressione di estrusione presenta un picco all'inizio del processo.

Questo è necessario per dare il via al flusso di metallo che è bloccato per la frizione con la matrice finché non inizia ad agire l'effetto del lubrificante; dopo questo picco la pressione decresce rapidamente e questo può portare allo sviluppo di oscillazioni periodiche dovute all'effetto "stick-slip".

Dopo questo transitorio la pressione si mantiene costante per tutto il processo poiché non c'è contatto e frizione tra metallo e camera; questo valore costante è legato al materiale estruso e al rapporto di estrusione.

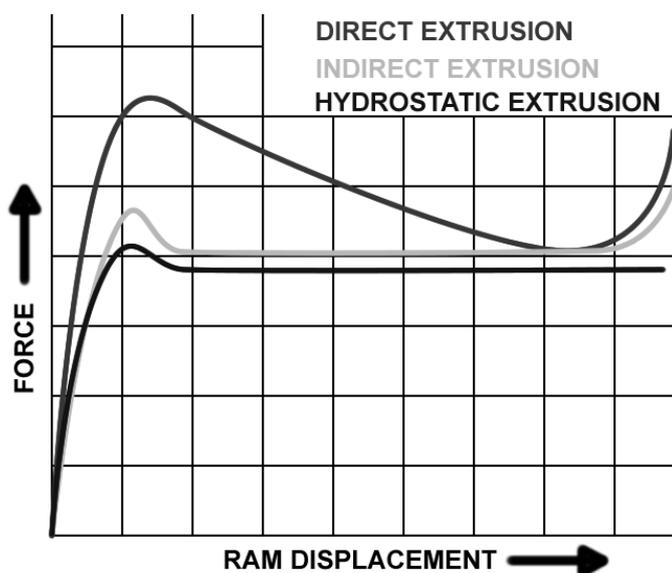
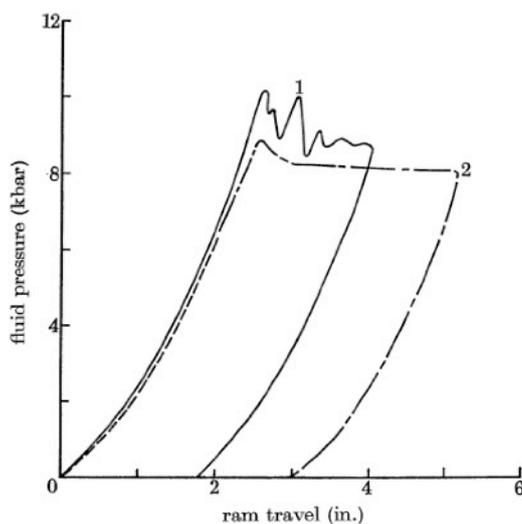


Figura 1.5: andamento delle pressioni nei diversi processi di estrusione.

## 1.2.2 Fenomeno dello “STICK-SLIP”

Come in tutti i processi di formatura anche nell’estrusione idrostatica si presenta il fenomeno dello “stick-slip” che genera difficoltà nel controllo della velocità di estrusione e la formazione di cricche superficiali. Come si nota dall’andamento dal grafico della pressione nel caso reale (1), una volta che la pressione raggiunge il picco necessario all’attivazione del processo di estrusione, ossia una volta che la billetta inizia ad attraversare la matrice, il valore della pressione inizia a diminuire; successivamente al primo distacco billetta/matrice il coefficiente d’attrito diminuisce, inducendo la billetta ad accelerare. L’accelerazione della billetta provoca l’espansione del fluido con conseguente diminuzione della sua pressione interna; ad un certo punto la pressione del fluido raggiunge un minimo locale e non è più sufficiente a far proseguire l’estrusione del materiale che così tende a fermarsi. La decelerazione della billetta provoca un nuovo innalzamento della pressione del fluido ed il ciclo si ripete. Quest’andamento “a scatti” genera microfusioni a freddo provocando la formazione di cricche superficiali. L’effetto di “stick-slip” può essere ridotto modificando alcuni parametri di processo; è necessario agire sul volume del fluido e sulle sue caratteristiche di comprimibilità che siano limitate per le alte pressioni oltre che sul valore di velocità di discesa del pistone.



**Figura 1.6: Andamento della pressione del fluido durante l’estrusione idrostatica  
1)andamento reale, 2) andamento ideale.**

# 1.3 EFFETTO DELLA MINIATURIZZAZIONE SUL COMPORTAMENTO DEL MATERIALE NEI PROCESSI DI MICROFORMATURA

## 1.3.1 EFFETTO DELLA MINIATURIZZAZIONE SULL'ATTRITO

### 1.3.1.1 Brevi cenni sulla teoria dell'attrito

Per spiegare il fenomeno dell'attrito sono state proposte svariate teorie. Un primo modello Coulombiano, da tutti riconosciuto valido, afferma che l'attrito è il risultato dell'interazione meccanica delle superfici rugose dei corpi a contatto e rende necessario applicare una certa forza affinché gli stessi scorrano uno sull'altro. La teoria dell'attrito "per adesione" pone le sue basi proprio su questo modello.

Questa teoria è basata sull'osservazione che due superfici, per quanto possano essere lisce, sono in contatto tra loro solo attraverso una frazione della loro area totale o *area apparente di contatto*.

Il carico all'interfaccia è pertanto supportato dalle piccole asperità (determinate dalla rugosità superficiale) presenti sulle superfici dei corpi in contatto (fig. 1.7 ).

La somma di queste piccole aree di contatto viene denominata "*Area Reale di Contatto*".

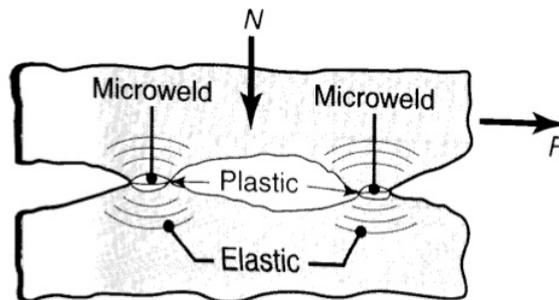


Fig 1.7 punti di contatto all'interfaccia tra 2 corpi

Sotto l'azione di carichi leggeri e con un'elevata area reale di contatto, la tensione normale sulle asperità è causa di una deformazione del materiale che appartiene ancora al campo elastico. All'aumentare del carico le tensioni aumentano fino a causare deformazioni plastiche alle giunzioni (punti di contatto), creando così un vincolo adesivo.

Lo scorrimento tra due corpi posti in contatto e su cui agisce un carico normale  $N$ , è possibile solo applicando una forza tangenziale  $F$ . In accordo con la teoria dell'adesione questa è la forza necessaria a "separare" le giunzioni (**forza d'attrito**).

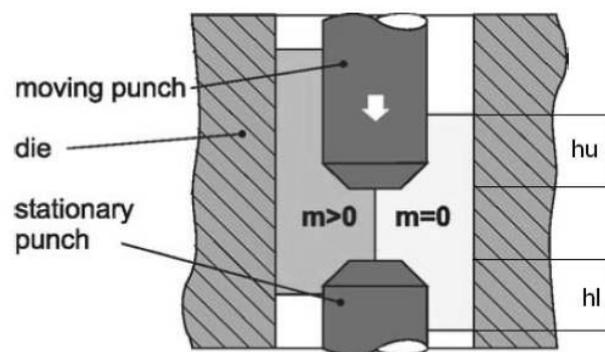
Con l'aumentare del carico applicato aumenta anche l'area reale di contatto in quanto la deformazione delle asperità fa sì che le due superfici si "avvicinino" ulteriormente, dando modo ad alcune asperità che prima non erano in contatto tra loro, di formare nuovi punti di "giunzione".

L'area reale di contatto può crescere eventualmente fino a coincidere con l'area apparente di contatto, indicata con  $A$ . Questa è l'area massima di contatto che si può ottenere.

Poiché la forza di separazione all'interfaccia è costante, la forza d'attrito  $F$  raggiunge un massimo e si stabilizza con  $A$ . Questa condizione è nota anche con il termine di **sticking**.

Per valutare l'efficacia di un lubrificante nella riduzione dell'attrito superficiale viene spesso usato il "DOUBLE CUP EXTRUSION TEST". Questa prova consiste nel porre una billetta cilindrica di materiale lubrificato in una matrice tra un punzone mobile e uno stazionario d'identiche dimensioni. Quando il punzone superiore si muove, il materiale si deforma plasticamente e va a formare la coppa superiore (con altezza  $h_u$ ) e quella inferiore (con altezza  $h_l$ ).

Nel caso teorico di assenza di attrito ( $m=0$ ) entrambe le coppe avrebbero la stessa altezza, mentre in condizioni di Sticking (condizione d'incollaggio superficiale,  $m=1$ ) il materiale fluisce solo sulla coppa superiore. Se  $0 \leq m \leq 1$  l'altezza della coppa superiore e di quella inferiore raggiungono valori intermedi rispetto ai casi estremi illustrati in figura 1.8; il materiale fluisce a formare entrambe le coppe, ma quella superiore avrà altezza maggiore.



**Fig 1.8 double cup extrusion test**

Questa differenza di profondità tra le 2 impronte è dovuta alla differenza di velocità relativa tra punzone fisso e mobile, matrice e billetta ed è quindi indice dell'attrito. La variazione nelle altezze delle coppe (espressa con il rapporto tra le altezze  $h_u/h_l$ ) assume valori apprezzabili anche se l'attrito varia di poco.

### 1.3.1.2 Open-closed lubricant pockets

Per spiegare l'influenza della riduzione dimensionale dei componenti sull'attrito è stato sviluppato il modello degli "Open and Closed Lubricant Pockets", illustrato in fig. 1.9.

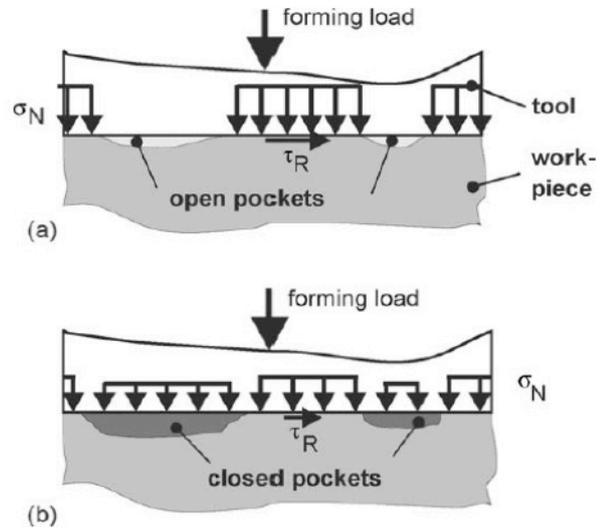


Fig 1.9: effetto degli open e closed lubricant pockets sull'attrito

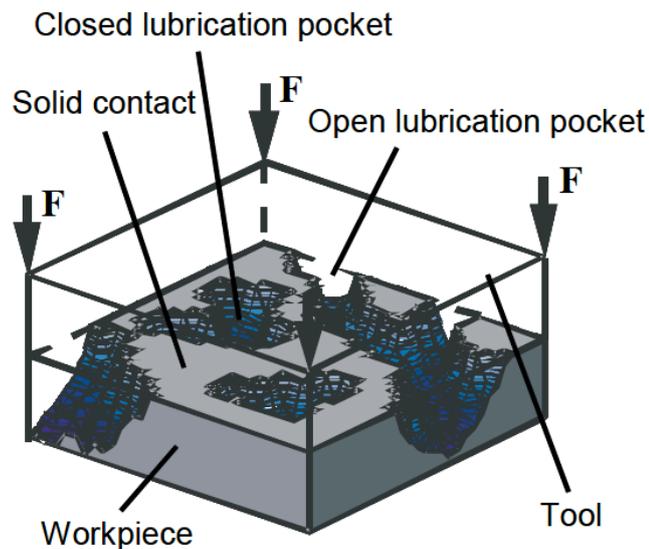


Fig 1.10: Visione degli open e closed LP

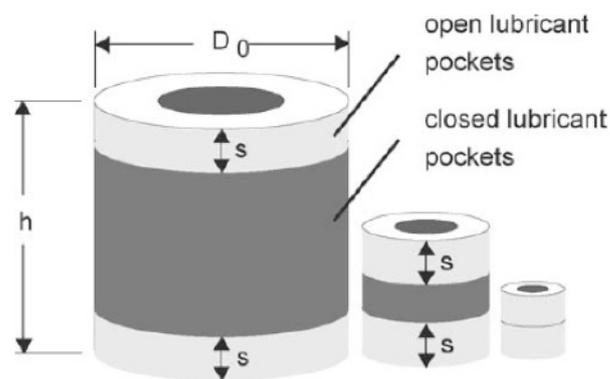
Questo modello si basa sulla constatazione che, quando un carico è applicato su di una superficie lubrificata, le asperità superficiali iniziano a deformarsi plasticamente incrementando la pressione del lubrificante intrappolato tra i rilievi rugosi. Questo è vero fintanto che le depressioni generate dalla rugosità formano delle "micro- tasche" chiuse (closed lubricant pockets), impedendo al lubrificante di fuoriuscire. Però le micro-tasche localizzate agli estremi della superficie non possono trattenere il lubrificante, in quanto sono

direttamente collegate con l'esterno. Tali zone prendono il nome di "open lubricant pockets": in questo caso con l'aumento della pressione il lubrificante sfugge, pregiudicando la possibilità di trasmettere il carico su tutta la superficie. Il carico va quindi ad agire solo sulle asperità, provocando su di esse una pressione normale superiore ed incrementando così le forze di attrito.

Al contrario i "closed lubricant pockets" non hanno sbocco sui bordi della superficie, intrappolando il lubrificante nelle micro-tasche che si vengono a formare. Il lubrificante è quindi pressurizzato ed aiuta a trasmettere il carico, riducendo la pressione normale sulle asperità e quindi l'attrito.

Si può pertanto concludere che i "closed lubricant pockets" aiutano a ridurre l'attrito, diversamente dagli "open lubricant pockets" i quali sono presenti fino ad una certa distanza dal bordo della superficie.

Applicando questo modello al DOUBLE CUP EXTRUSION TEST precedentemente descritto, con la riduzione delle dimensioni del provino si verifica un aumento del rapporto tra open e closed lubricant pockets (vedi fig. 1.11); nel caso più estremo i "closed lubricant pockets" possono scomparire del tutto.



**Fig 1.11 Rapporto tra open e closed pockets al variare delle dimensioni del provino**

E' infatti noto che in provini di dimensioni diverse ma aventi la stessa topografia superficiale, la profondità dell'area interessata dagli "open lubricant pockets" rimane costante. Questo fenomeno può essere facilmente validato attraverso il rilevamento della rugosità superficiale del provino dopo estrusione: nelle due regioni ai bordi del campione si evidenzia, infatti, un abbassamento delle asperità (e quindi del valore della rugosità) indicando la presenza degli "open lubricant pockets". La misura della profondità di tale regione in provini diversi risulta essere costante, indipendentemente dalle dimensioni di questi ultimi.

Con la progressiva miniaturizzazione dei provini, anche nel caso di esperimenti che mantengono il diametro  $D_0$  costante, si verifica la riduzione e in seguito la scomparsa dell'area

centrale di “closed lubricant pockets” portando ad un incremento significativo dell’attrito.

Bisogna comunque riportare che il modello appena esposto è valido solamente nel caso di lubrificanti fluidi. Utilizzando lubrificanti solidi questi non possono fuoriuscire dagli “open lubricant pockets” che, di fatto, possono essere paragonati ai “closed lubricant pockets”: come risultato si osserva valori dell’attrito non influenzati dagli effetti dimensionali.

### **1.3.2 EFFETTO DELLA MINIATURIZZAZIONE SULLA TENSIONE DI FLUSSO**

Il confronto tra i campioni di partenza nei processi di micro-formatura con quelli nella formatura tradizionale mette in luce l’esistenza di parametri che rimangono costanti con la miniaturizzazione:

- Microstruttura;
- Topografia superficiale;

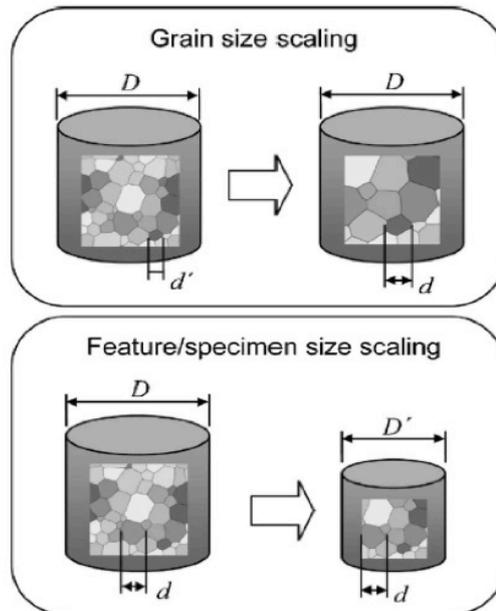
e di parametri che variano con la miniaturizzazione:

- Rapporto tra dimensioni del pezzo;
- Parametri della microstruttura;

Da queste variazioni nascono gli effetti dimensionali che vanno ad influenzare il comportamento del materiale durante le operazioni di micro-formatura, impedendo l’applicazione del know-how relativo ai processi tradizionali su macro-scala.

Al fine di analizzare il comportamento del materiale al presentarsi dei size effects è possibile creare:

- Un campione sul quale viene fatto un trattamento termico in modo da aumentare le dimensioni della grana mantenendo costanti le dimensioni della geometria (grain size scaling);
- Un campione in cui la dimensione della grana rimane costante al variare delle dimensioni della geometria (specimen size scaling).



**Fig 1.12 grain size scaling e specimen size scaling**

In entrambi i casi il numero di grani sul diametro o sullo spessore del provino si riduce. Gli studi effettuati dimostrano che se il rapporto tra diametro del provino e dimensione della grana scende al di sotto di un certo valore (variabile in base al particolare materiale considerato) il comportamento del materiale durante la sua deformazione diverge rispetto al caso di un materiale policristallino, in cui le dimensioni del provino sono molto maggiori rispetto alla dimensione della grana. Ridimensionando i test standard per il rilevamento del comportamento del flusso si scopre l'esistenza di un distinto effetto dimensionale: con la miniaturizzazione del campione da lavorare si osserva anche una riduzione della tensione di flusso. Ciò implica che riducendo le dimensioni si riducono anche le forze di processo.

Questo effetto è stato studiato e confermato da molti progetti di ricerca per diversi materiali. Nel campo della formatura massiva di metalli, gli effetti dimensionali sulla tensione di flusso sono stati studiati da Geiger attraverso prove di ricalcatura e di trazione su 25 provini in leghe di rame (CuZn15 e CuSn6), riducendo le dimensioni del campione iniziale e dell'attrezzatura in accordo con la "teoria della similarità" e mantenendo costanti le dimensioni del grano indipendentemente dalle dimensioni del campione. Le serie di test sono basati sulla similarità geometrica e sulla "teoria della similarità".

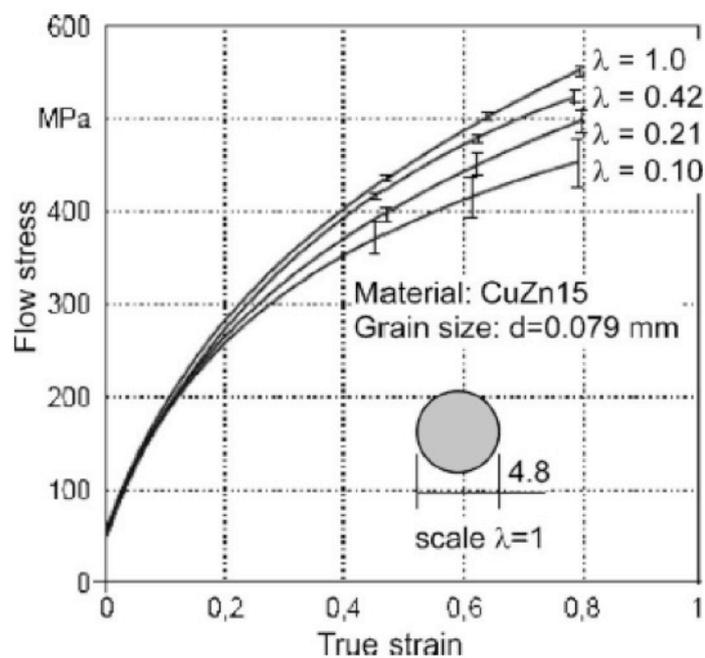
Nella "teoria della similarità" tutte le dimensioni dei campioni iniziali e dell'attrezzatura, nonché la velocità di lavorazione, sono moltiplicati per un fattore  $\lambda$  (fattore geometrico di riduzione); le forze di processo sono invece poste in relazione tramite il fattore  $\lambda^2$ .

Se le forze e le tensioni misurate sperimentalmente non corrispondono ai valori teorici, la

differenza è dovuta alla riduzione dimensionale del processo e può essere identificata come un effetto dimensionale. La stessa conclusione si può dedurre nel caso le deformazioni del campione non corrispondano a quelle previste.

Quindi, il decremento osservato della curva di flusso è dovuto solo alla miniaturizzazione (variazione del rapporto tra dimensione del provino e dimensione del singolo grano) e non a diverse dimensioni dei grani.

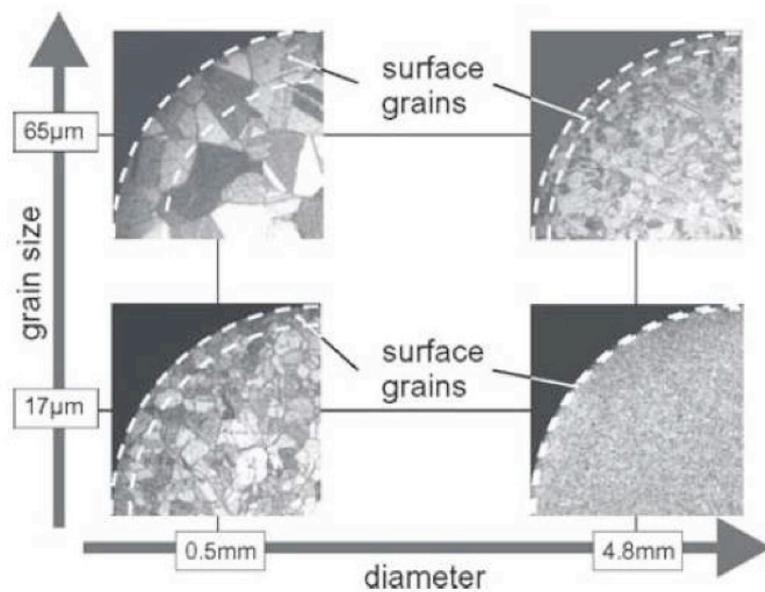
Riportiamo in fig 1.13 un grafico in cui sono illustrati i risultati del lavoro di Geiger, si nota chiaramente l'effetto della riduzione dimensionale (valutata tramite il fattore di riduzione  $\lambda$ ) sulla tensione di flusso.



**Fig 1.13: andamento della curva di flusso in relazione alle dimensioni**

Il decremento della tensione di flusso può essere spiegato dal "surface-layer model". Secondo questa teoria, il materiale di parti ridotte non può essere considerato un continuo omogeneo a causa del nuovo rapporto tra le dimensioni del grano e quelle del campione iniziale. I grani presenti sulla superficie del campione risultano essere meno vincolati di quelli interni. Durante le normali dinamiche di deformazione di un materiale policristallino le dislocazioni che si muovono attraverso i grani si accumulano sui bordi; queste "giunzioni" sono un ostacolo alla loro ulteriore propagazione in quanto rappresentano un collegamento "distorto" tra i grani. Dal momento che reticoli cristallini di grani adiacenti presentano orientazione diversa, i bordi grano forniscono le condizioni ideali per l'accumulo delle dislocazioni e di conseguenza la tensione di flusso del materiale aumenta. Tuttavia i bordi dei grani posizionati sulla parte

esterna del provino non forniscono alcun ostacolo alla propagazione delle dislocazioni, non essendoci come controparte alcun grano con diversa orientazione del reticolo cristallino. Ciò implica nei grani superficiali una minore durezza e resistenza alla deformazione. Con la riduzione del campione iniziale e l'invariata microstruttura (dimensione del grano), la quota dei grani in superficie aumenta (fig 1.14): il materiale ne risulta "indebolito" e la curva di flusso del materia diviene più bassa.



**Fig 1.14: Quota di grani in superficie**

La minore tensione di flusso porta inoltre a minori forze di processo in relazione alle dimensioni del processo, quando l'area deformata ha superfici libere come ad esempio nella piegatura.

Tuttavia non vi è diminuzione delle forze di processo nelle lavorazioni in cui non vi sono superfici libere, come la tranciatura o appunto l'estrusione; al contrario le forze necessarie addirittura aumentano a causa, soprattutto, dall'aumentare della frizione tra le superfici e di conseguenza dell'attrito e dalla micro-anisotropia.

### 1.3.3 MICRO-ANISOTROPIA

Con la miniaturizzazione dei componenti ed il mantenimento della microstruttura costante, il numero dei grani nel volume da deformare diventa esiguo e spesso solo un grano si trova nella sezione trasversale del provino iniziale. In questa situazione si osserva un incremento della tensione di flusso che non trova spiegazione nella relazione di Hall-Petch, anzi risulta esserne in contrasto.

La necessità di forze di formatura maggiori è conseguenza della micro-anisotropia.

Il fenomeno della micro-anisotropia è legata alla presenza di pochi grani sul volume da deformare e non permette di studiare il comportamento dei materiali come un continuo omogeneo poiché è condizionato dalla crescente influenza dell'orientazione e delle proprietà di deformazione dei singoli grani. Oltre a generare un inatteso aumento della tensione di flusso, porta anche a dei limiti nella formabilità causati da un flusso del materiale disomogeneo e quindi da una distribuzione della deformazione disomogenea e proprietà meccaniche anisotrope che ne pregiudicano la qualità.

Volendo operare sulle dimensioni micro-strutturali per aumentare il numero di grani sul volume da deformare, al fine di migliorare il limite di formabilità, si avrebbe una soluzione di beneficio limitato perché la micro-anisotropia ed i suoi effetti negativi si ridurrebbero andando però incontro ad un aumento della tensione di flusso del materiale (secondo la relazione di Hall-Petch) e quindi delle forze di processo necessarie ad ottenere il componente desiderato.

Il paradosso dell'aumento delle forze di processo con l'aumento della dimensione dei grani nei processi di micro-formatura può essere spiegato dal comportamento del materiale durante la deformazione. In un materiale policristallino le tensioni risultano omogenee mentre, nel caso si abbiano pochi grani nell'area da lavorare, vengono deformati solo i grani con orientazione favorevole; tuttavia se il numero di grani è troppo basso (uno solo sullo spessore), ogni singolo grano viene deformato andando ad assumere la forma dell'utensile (o della matrice) indipendentemente dal fatto che sia orientato.

Quindi l'aumento della tensione di flusso in corrispondenza di un rapporto tra spessore del provino e dimensioni del grano inferiori a 1 è determinato dall'insorgere di fenomeni legati all'orientazione e alle proprietà di deformazione dei singoli grani.



## CAPITOLO 2

Illustreremo in questo capitolo l'apparato sperimentale presente nel laboratorio di Tecnologie e Sistemi di Lavorazione, del Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali, utilizzato per la campagna di esperimenti di questo lavoro di tesi.

Ne verranno presentati i vari componenti, le loro caratteristiche tecniche e il motivo per cui sono stati scelti.

### APPARATO SPERIMENTALE

Come descritto in precedenza per realizzare un processo di estrusione idrostatica sono necessari in primo luogo una camera contenente il materiale da estrudere, immerso nel liquido in pressione, e la matrice attraverso la quale passerà la billetta deformandosi; saranno poi necessari quindi uno strumento che possa imprimere la pressione necessaria al liquido e uno strumento di misura che monitori il processo.

La problematica principale del processo è di essere soggetto a elevatissime pressioni, dell'ordine di 2000-3000 bar, devono quindi essere utilizzate attrezzature in grado di garantire tenuta e sicurezza durante tutta la lavorazione. Non essendo presenti in commercio macchinari dedicati all'estrusione idrostatica di fili sottili, si è proceduto ad acquistare i diversi componenti dalle varie aziende specializzate nel settore dell'idraulica ad alta pressione e ad assemblarli per realizzare l'apparato sperimentale.

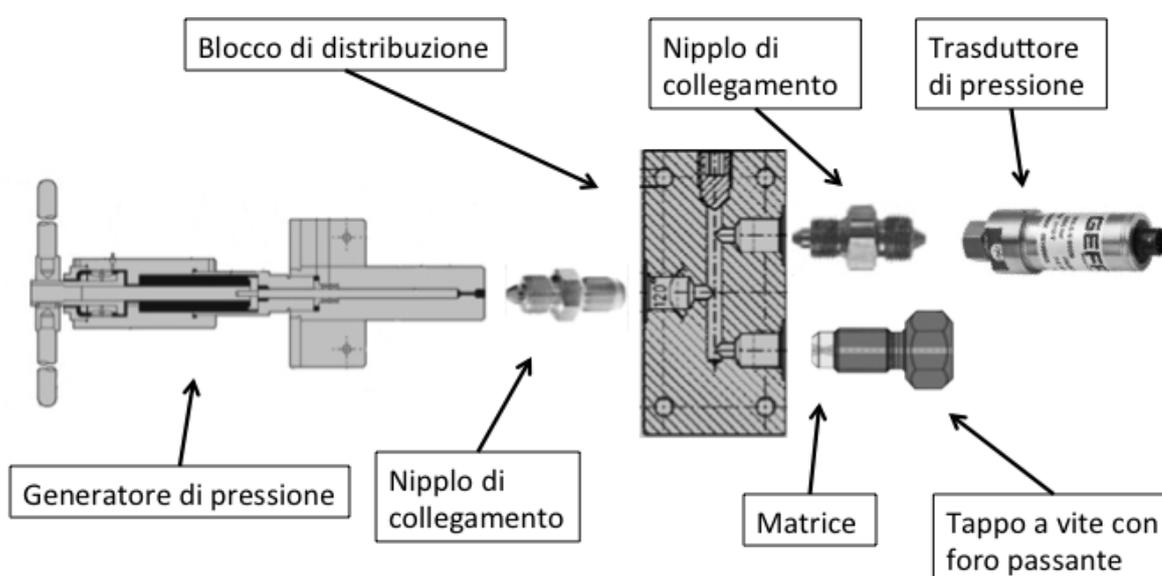


Fig 2.1: Schema di assemblaggio

## Elementi costitutivi:

- Generatore manuale di pressione idraulica:** per riuscire ad ottenere la pressione idraulica necessaria al processo di estrusione si è deciso di far ricorso al generatore di alta pressione della *High Pressure Equipment Company*. Si tratta fundamentalmente di una pompa con pistone a vite azionato manualmente da un operatore tramite una manovella, il pistone va a comprimere il fluido contenuto nella camera di alta pressione del corpo principale, collegata all'esterno tramite una sede filettata, sulla quale si avvitano i successivi componenti. Il modello in questione è il 37-5.75-60 della linea *Extra Capacity Models* le cui specifiche sono illustrate nella scheda tecnica a seguire.

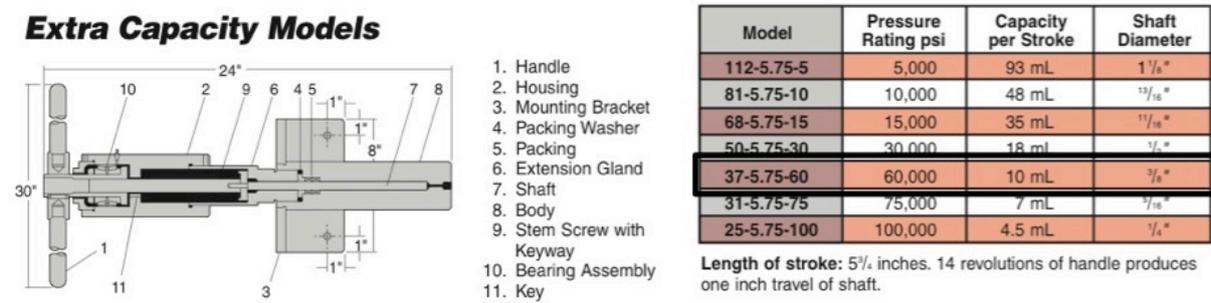


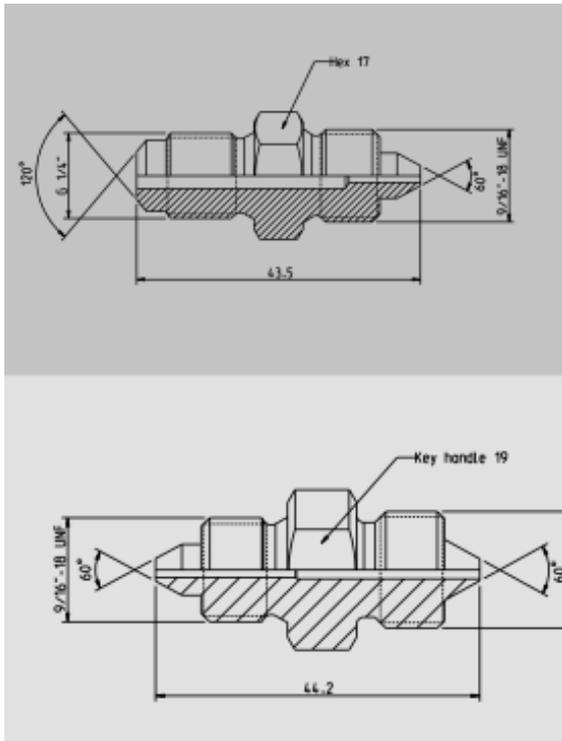
Fig 2.2: Scheda tecnica presente nel catalogo del fornitore



Fig 2.3: Particolare del corpo principale

- Adattatori per alte pressioni di tipo maschio-maschio (nippli di collegamento):** per poter collegare tra loro i vari membri dell'apparato sono necessari degli attacchi compatibili e studiati per resistere alle alte pressioni in gioco nel processo. Si è fatto ricorso a due adattatori per alte pressioni in acciaio zincato nero prodotti dalla multinazionale svedese *CEJN*<sup>®</sup>; questi componenti presentano un attacco filettato di tipo maschio ad entrambe le estremità e nel tratto cilindrico centrale due

sfaccettature parallele che ne permettono in fissaggio. Sono stati entrambi avvitati al blocco di distribuzione, uno nel canale d'ingresso e l'altro in uno dei canali d'uscita, e servono per collegarlo con generatore di pressione da un lato e con il trasduttore dall'altro. Durante la fase di serraggio la parte interna è stata deformata plasticamente in modo da aderire perfettamente al blocco di distribuzione. Geometrie e dimensioni sono illustrate in figura:



**Modello:** 19 950 0022

1. Filettatura G 1/4" maschio con cono a 120° maschio
2. Filettatura 9/16"-18 UNF maschio con cono a 60° maschio

Utilizzato per collegare il generatore al canale d'ingresso.

**Modello:** 19 950 1613

1. Filettatura 9/16"-18 UNF maschio con cono a 60° maschio
2. Filettatura M16x1,5 maschio con cono a 60° maschio

Utilizzato per collegare uno dei canali d'uscita al trasduttore.

**Fig 2.4:** Disegni quotati dei nippli

Entrambi sono garantiti per una pressione massima di lavoro di 300 MPa.

- **Blocco di distribuzione a tre vie:** per realizzare il ruolo di camera di estrusione si è deciso di utilizzare un blocco di distribuzione a tre vie; questo elemento presenta un ingresso al quale viene collegato il generatore di pressione e due uscite: una per la matrice e l'altra per il trasduttore di pressione. Grazie a questa configurazione, sfruttando la proprietà secondo cui la pressione idrostatica è costante lungo tutto il condotto, possiamo monitorare continuamente grazie al trasduttore la pressione esercitata sul filo da estrudere. L'articolo scelto per questo scopo è il blocco di raccordo modello 19 950 1682 della CEJN® in acciaio zincato nero che viene garantito per pressioni fino a 300 MPa.

|  | Articolo                      | Raccordo   | Massima pressione di lavoro MPa |
|--|-------------------------------|--|---------------------------------|
|  | 19 950 1682                   | Filettatura G 1/4" fem.<br>Tenuta con cono a 120°<br>e guarnizione Tredo | 300                             |
|  | 3 vie blocco di distribuzione |  | (100 MPa con Guarnizione Tredo) |

Fig 2.5: Caratteristiche tecniche illustrate nel catalogo del fornitore

- Trasduttore di pressione:** il processo di microestrusione idrostatica in esame si svolge a pressione costante, questo implica la necessità che sia presente uno strumento in grado di fornire dati precisi, istantanei e in modo costante per tutta la durata della lavorazione. Per far ciò si è scelto di utilizzare il trasduttore dell'azienda *Gefran S.p.a.*, modello TPH, appositamente progettato per applicazioni nei circuiti idraulici ad alta pressione. Il principio di misura adottato è l'estensimetro a foglio metallico fotoinciso. La configurazione a 4 rami attivi consente di ottenere un segnale in uscita di 2mV/V, mantenendo condizioni di sollecitazione ad alto coefficiente di sicurezza sulla membrana di misura. La massima pressione applicabile senza degrado è pari a 2 volte il fondoscala mentre la pressione ultima di scoppio è pari a 3 volte il fondoscala. È stato acquistato nella configurazione fornita di attacco con interfaccia di tipo metrico M 16x1.5 femmina compatibile con i nipples sopra descritti. Di seguito vengono riportati il disegno quotato (fig 2.6) e la scheda completa delle caratteristiche tecniche fornita nel catalogo del fornitore (fig 2.7).

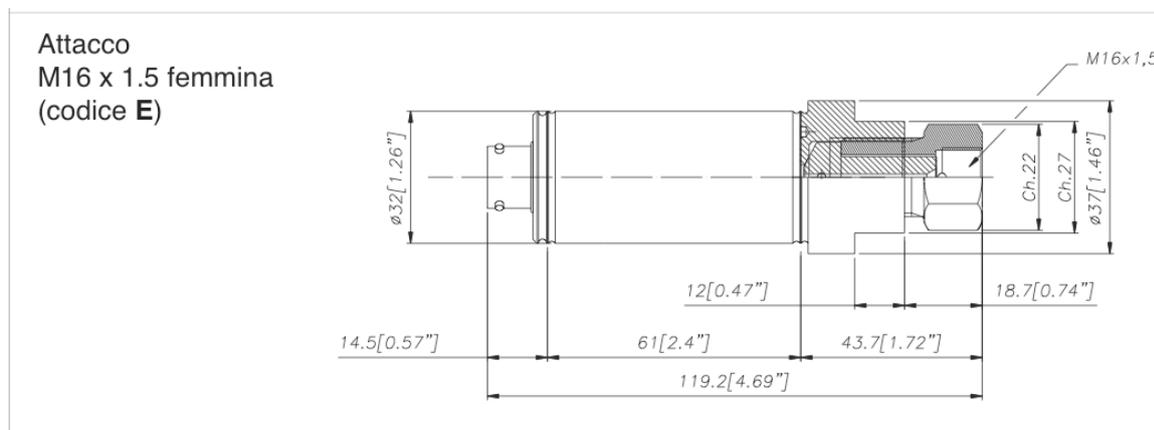


Fig 2.6: Disegno quotato del trasduttore

## CARATTERISTICHE TECNICHE

|   |   |
|---|---|
| Classe di precisione (1)                                      | < 0,3% FSO  |
| Risoluzione   | infinita  |
| Gamma di misura   | da 0...1500 a 0...5000 bar<br>da 0...20000 a 0...70000 psi          |
| Max. pressione applicabile<br>(20 sec. senza degrado)         | 2 volte il Fondo Scala<br>(max. 6000bar / 86000psi)                 |
| Resistenza allo scoppio                                       | 3 volte il Fondo Scala<br>(max. 6000bar / 86000psi)                 |
| Principio di misura   | Strain gauge metallico incollato (4 rami attivi)                    |
| Resistenza del ponte di misura                                | 350 ( $\pm 2\%$ ) Ohm   |
| Tensione alimentazione  | 10 (max 15) Vdc/ac RMS  |
| Resistenza isolamento   | >1000 M $\Omega$ a 50Vdc  |
| Segnale pressione nominale                                    | 2 ( $\pm 1\%$ ) mV/V  |
| Segnale pressione ambiente                                    | $\pm 1\%$ FSO   |
| Segnale di calibrazione                                       | 80% $\pm 1\%$   |
| Campo temperature compensato                                  | 0...+80°C / 32...+176°F   |
| Campo temperature ammesso                                     | -30...+120°C<br>-22...+248°F  |
| -----<br>Opzione cavo F:                                      | -20...+100°C<br>-4...+212°F   |
| Derive termiche nel campo compensato<br>(zero - cal. - sens.) | < $\pm 0,02\%$ FSO/°C<br>< $\pm 0,01\%$ FSO/°F                      |
| Materiali a contatto con il fluido di misura                  | Acciaio Inox 15- 5 PH   |
| Materiale custodia  | Acciaio Inox AISI 304   |
| Grado di protezione   | IP65  |
| Connessioni al processo                                       | Standard: F-250-C (9/16-UNF femmina); su richiesta: M16x1.5 femmina |
| Connessioni elettriche  | Connettore 6 poli; altri connettori su richiesta                    |

**Fig 2.7: Scheda tecnica del trasduttore**



**Fig 2.8: particolare del connettore a 6 poli e del relativo attacco**

- **Tappo a vite con foro passante:** allo scopo di fissare la matrice di estrusione all'interno del blocco e garantire le tenute idrauliche si è fatto ricorso a un adattatore a vite cui è stato praticato un foro passante, per permettere la fuoriuscita dell'estruso, e da cui è stato asportato il tratto finale per far posto alla matrice. Anche l'elemento in questione è stato reperito nel catalogo della *CEJN*<sup>®</sup>, si tratta dell'adattatore modello 19 950 1600: in acciaio zincato nero e garantito fino a 300 Mpa come gli altri componenti precedentemente descritti.

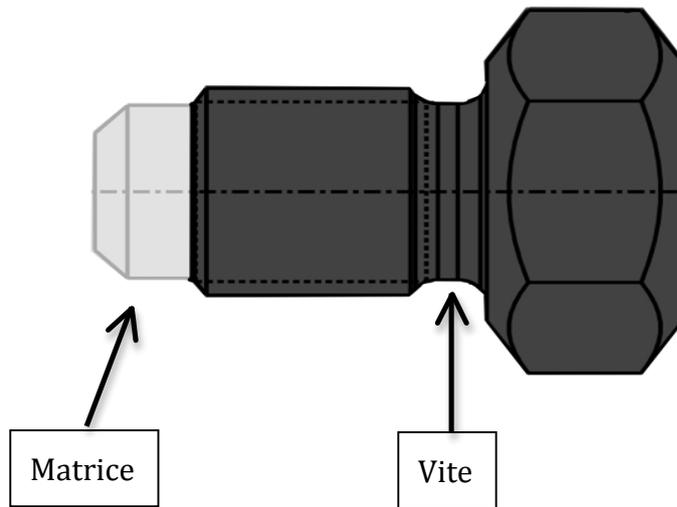


**Fig 2.9: Vite con foro passante**

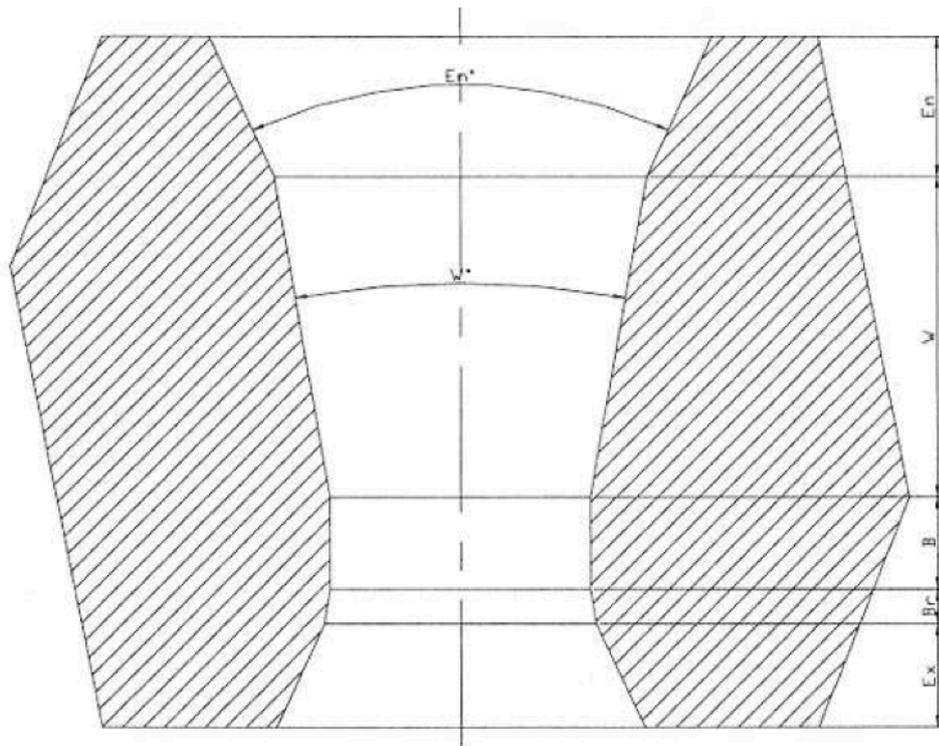
- **Matrice:** per quanto riguarda la matrice di estrusione non sono presenti in commercio prodotti esplicitamente creati a questo scopo; si è reso necessario quindi utilizzare una matrice di trafilatura e lavorarla fino ad ottenere una forma che si adattasse alla cavità. È stata sagomata fino ad ottenere la stessa forma della parte rimossa dalla vite utilizzata come tappo. Porta il filo da un diametro di 0,3 mm a un diametro finale di 0,27 mm, la geometria dettagliata è esposta in figura 2.11 e le misure in tabella.



**Fig 2.10: Primi piani dei due lati della matrice**



**Fig 2.11: Composizione vite + matrice**



|     |                           |          |
|-----|---------------------------|----------|
| En° | Cono di entrata           | 40°      |
| W°  | Cono di lavoro            | 14°      |
| Ex° | Cono di uscita            | 25°      |
| D   | Diametro tratto calibrato | 0,269 mm |
| B   | Altezza tratto calibrato  | 0,1 mm   |
| H   | Altezza diamante          | 1,1 mm   |

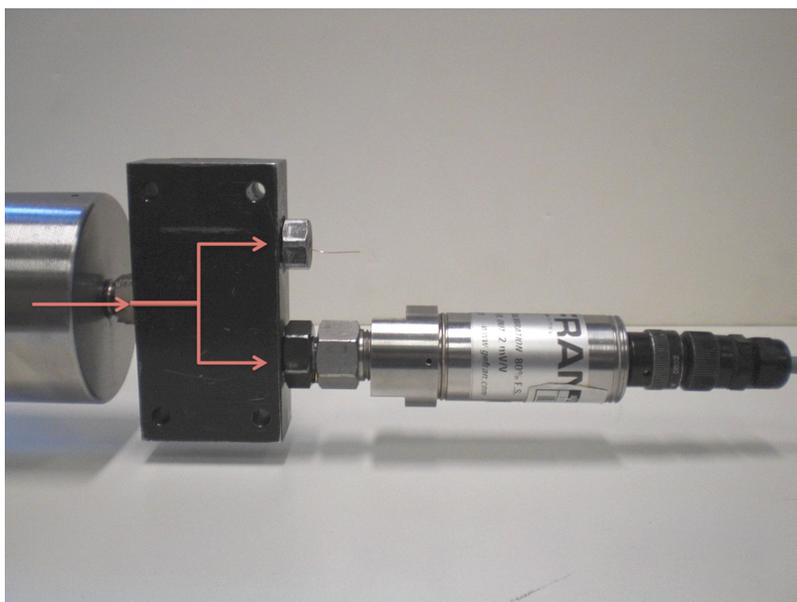
**Fig 2.12: Sezione della matrice e misure**

A differenza di quanto illustrato riguardo al funzionamento del processo del capitolo 1 si nota che non abbiamo un pistone che scorre all'interno delle camera in cui è contenuto il materiale da estrudere, l'elemento mobile si trova invece a monte all'interno del generatore di pressione mentre per camera di estrusione vera e propria possiamo intendere solo la porzione del blocco di distribuzione in cui è inserita la matrice serrata dalla vite forata. Questo disaccoppiamento del pistone dalla camera implica una maggior facilità realizzativa e un più facile reperimento sul mercato dei componenti necessari; inoltre grazie a questa configurazione non è necessario svuotare l'olio e riempire nuovamente la camera ad ogni prova, come invece sarebbe necessario nella struttura "tradizionale", permettendo notevoli risparmi di tempo.

I componenti illustrati vengono assemblati e l'attrezzatura completa è mostrata in figura 2.13



**Fig 2.13: Attrezzatura assemblata**



**Fig 2.14: Particolare dell'attrezzatura e andamento del fluido**

## **CAPITOLO 3**

### ***PROCEDURE SPERIMENTALI***

#### **3.1 PROCESSO SPERIMENTALE DI MICROESTRUSIONE IDROSTATICA**

Com'è già stato illustrato tra le principali criticità del processo di estrusione idrostatica troviamo un tempo di preparazione dell'attrezzatura a inizio processo e di scarico alla fine abbastanza lunghi, dovuti alla presenza del liquido lubrificante protagonista della lavorazione. Dopo aver provato diverse modalità nelle sequenze di operazioni da effettuare si è ritenuto che si ottimizzino i tempi seguendo una certa routine di procedura in seguito illustrata.

- **PREPARAZIONE DEL CAMPIONE DI FILO DA ESTRUDERE**

Nel processo di estrusione un'estremità del campione da lavorare deve essere pre-deformato per agevolare al resto il passaggio attraverso la matrice. Nel nostro caso quindi è necessario far passare una porzione del filo di rame nella matrice prima che quest'ultima sia inserita e fissata nel blocco di distribuzione. Per riuscire in quest'operazione si striziona il filo tirandolo lentamente fino a rottura e si prende l'estremità che, essendo stata deformata, avrà una sezione minore. Una volta fatta passare la prima porzione di filo attraverso la matrice è necessario trafilare manualmente un tratto tale da raggiungere una zona che non sia stata soggetta a strizione in precedenza (condizione che può essere verificata con l'utilizzo di un micrometro). Per il rame quest'operazione non è particolarmente problematica data la sua elevata duttilità e malleabilità che ci permette di deformare il filo e romperlo semplicemente con la forza delle mani; per eseguire prove con altri materiali, come ad esempio l'acciaio, è necessario invece riscaldare l'estremità con una fiamma e deformarla ulteriormente tramite l'utilizzo di pinze prima di poterla infilare nella matrice. Il filo viene quindi ripulito dalla limatura che si forma dalla trafilatura manuale e tagliato lasciando 6-7 cm nella parte esterna, per poter essere meglio maneggiato, e 5-6 mm nella parte vergine da trafilare, in modo da poter essere contenuto nella

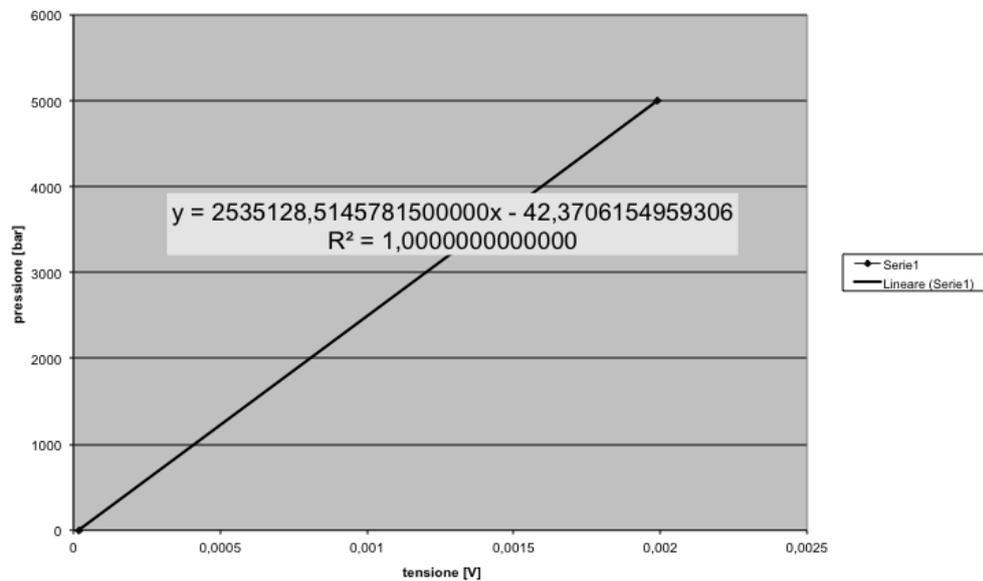
camera del blocco senza venirne a contatto. Infine questa parte di filo viene bagnata nell'olio e cosparsa di grafite in polvere.

- **PREPARAZIONE DELL'ATTREZZATURA**

1. **Immissione dell'olio nel generatore di pressione:** per caricare la camera del generatore è necessario in primo luogo svitare interamente la manovella per portare il pistone a fine corsa, si posiziona quindi lo strumento in senso verticale e si versa l'olio nella camera attraverso la sede filettata fino al riempimento completo. L'operazione deve essere eseguita tramite l'utilizzo di una siringa per permettere la fuoriuscita dell'aria nell'istante in cui entra l'olio (che altrimenti per la sua elevata viscosità aderirebbe alle pareti formando un "tappo"). La capacità della camera è di 10 ml, il riempimento completo può essere quindi facilmente verificato poiché questa è la stessa capacità di una comune siringa per uso medico.
2. **Assemblaggio dei componenti:** in primo luogo vengono avvitati i nipples al blocco di distribuzione, durante il primo assemblaggio gli elementi sono stati serrati con forza in modo da aderire perfettamente alla cavità subendo anche una lieve deformazione plastica. Mantenendo la pompa in posizione verticale si avvita sulla sede filettata della camera il nipple del canale d'ingresso del blocco a tre vie, poi sul nipple in uscita si collega il trasduttore. A questo punto versiamo attraverso l'altra cavità qualche goccia d'olio per assicurarci che la camera sia completamente riempita, eventuali piccoli eccessi fuoriusciranno dagli sfiati presenti sul corpo del generatore e sull'attacco del trasduttore. Inseriamo quindi la matrice di estrusione, dopo aver tagliato la porzione di filo e averla cosparsa di grafite come spiegato in precedenza, e chiudiamo il tutto con il tappo a vite fornito di foro passante attraverso il quale uscirà il tratto di filo estruso. È molto importante serrare con forza tutte le giunzioni per evitare perdite e garantire la tenuta. A questo punto è possibile portare l'apparato sul banco di lavoro in posizione orizzontale con la manovella che sporge da un estremo per avere la possibilità di girare e lo si fissa al piano con una morsa d'acciaio. Si collega infine il cavo di acquisizione dati al trasduttore e si ricopre il tratto finale con un telo di nylon per proteggere gli operatori in caso di perdite accidentali.

- **MONITORAGGIO DEL PROCESSO E ACQUISIZIONE DATI**

Il trasduttore elettronico, collegato al blocco di distribuzione tramite il nipplo, è costantemente in contatto con la pressione presente nella camera. È connesso tramite il cavo a un modulo di acquisizione dati *National Instruments* che converte il segnale analogico in digitale e tramite lo chassis invia i dati ad un PC via cavo usb. Per monitorare l'andamento della pressione è stato creato un apposito programma in ambiente *LabView* che converte il segnale elettrico in ingresso in valori di pressione tramite una funzione ricavata dai dati di calibrazione forniti dal produttore dello strumento.



**Fig 3.1: Grafico di calibrazione da certificato del produttore**

Oltre a questa funzione basilare per il controllo del processo il pannello utente contiene numerosi tools grafici utili per lo svolgimento delle prove:

- Pannello con andamento della pressione istantanea;
- Pannello con andamento storico delle pressioni;
- Pulsante per il salvataggio dati;
- Finestra con valore della pressione istantanea;
- Finestre dei valori minimo e massimo relativi istantanei;
- Indicatori flag luminosi, che si accendono in caso la pressione della camera sia superiore o inferiore rispetto all'intervallo ammesso (3 bar);
- Timer con count-down al termine della prova;
- Indicatore luminoso di prova conclusa;
- Casella per inserimento della pressione desiderata;
- Casella per inserimento del tempo di durata prova.

L'operatore inserisce i valori di tempo e pressione desiderati prima dell'inizio della prova e il programma automaticamente gestisce il timer e gli indicatori.

Il timer si avvia una volta raggiunta una pressione nell'intorno di 50 bar di quella target, escludendo quindi il tempo necessario per avvitare il pistone partendo da pressione atmosferica che non è rilevante ai fini dell'estrusione.

Tutti i valori di pressione rilevati vengono salvati in un foglio di calcolo ogni 0,25 secondi, per ognuno viene registrato il valore massimo, il minimo, l'ultimo dell'intervallo e la media.

In appendice è riportato lo schema grafico a blocchi del programma utilizzato.

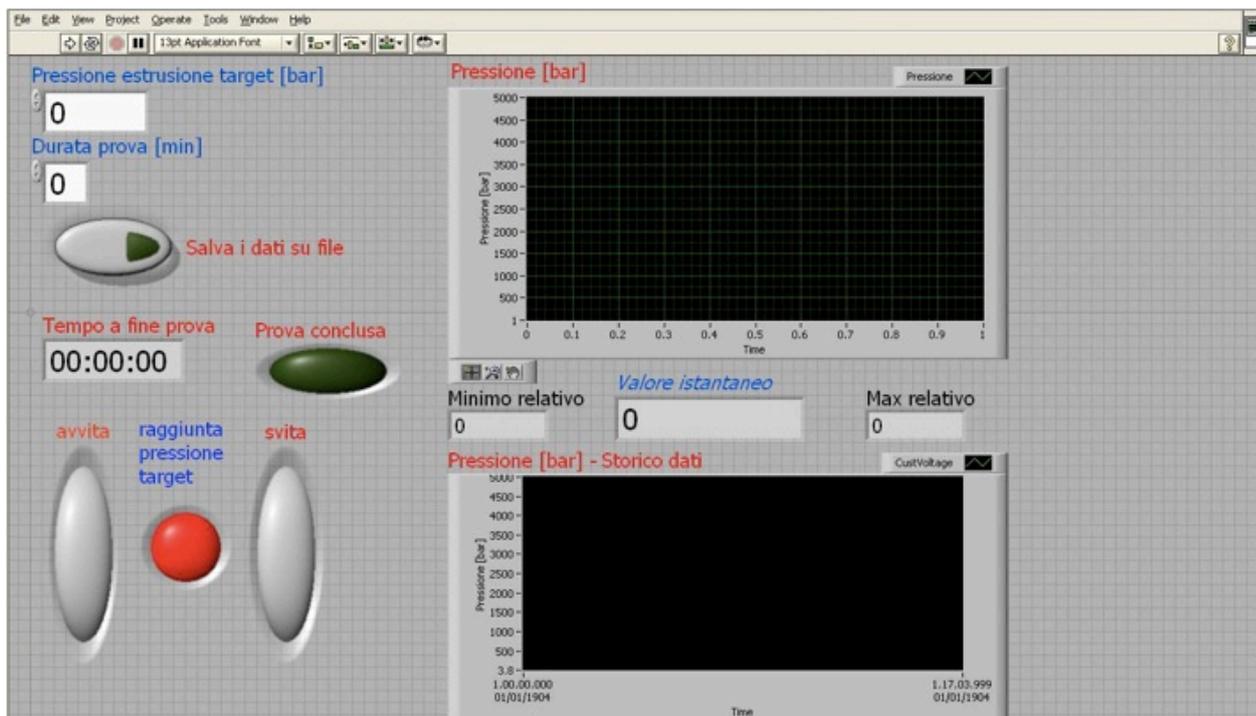


Fig 3.2: Screenshot del pannello utente

- **ESTRUSIONE**

Una volta impostate le caratteristiche di tempo e pressione desiderate per la specifica prova e dopo aver avviato il salvataggio dei dati tutto è pronto per iniziare il processo.

Si avvita manualmente la manovella fino al raggiungimento della pressione voluta, a questo punto parte il timer per il count-down del tempo necessario e s'illuminano gli indicatori di pressione: l'operatore dovrà avvitare ulteriormente o svitare il manubrio in caso di cali o incrementi di pressione al fine di mantenerla sempre nel range desiderato. Una volta terminato il tempo stabilito s'illumina l'indicatore di "prova conclusa" e si può svitare il manubrio fino a portare il pistone a fine corsa.

- **ANALISI DEL CAMPIONE**

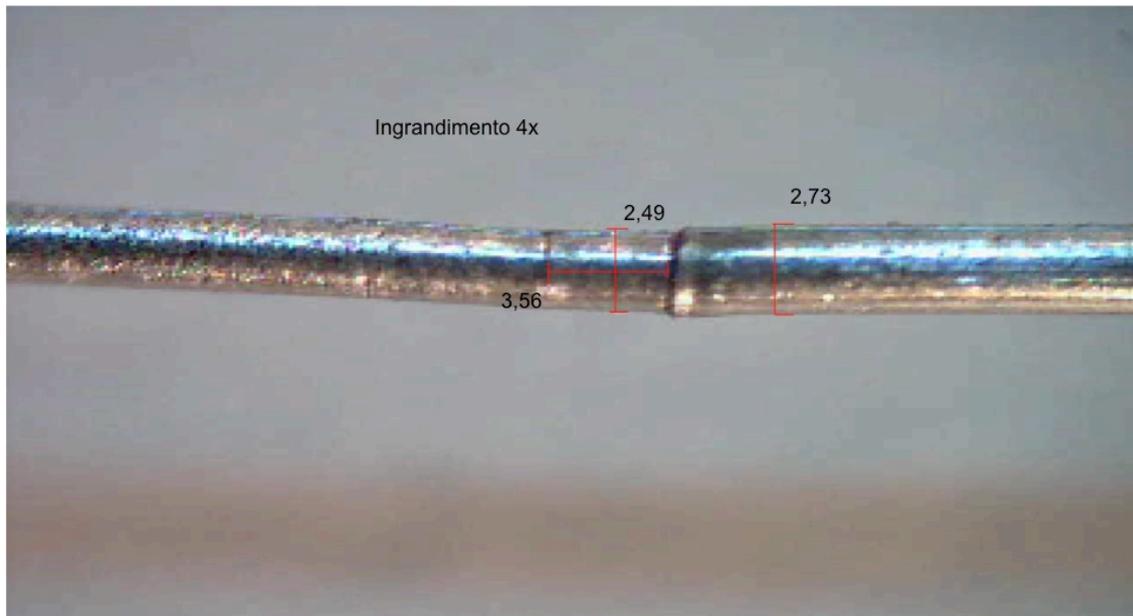
Una volta terminato il processo ed estratto il campione questo deve essere asciugato dall'olio e pulito dalla grafite in polvere con un panno, può essere quindi osservato attraverso un microscopio ottico dotato di webcam che invia l'immagine al PC. Vengono scattate e salvate delle foto e la lunghezza del tratto estruso viene misurata tramite l'ausilio del software Microsoft PowerPoint, facendo la proporzione tra le misure dell'immagine ingrandita e quelle reali note.

Si sono ottimizzati i tempi tra una prova e l'altra effettuando per il cambio di campione solo le operazioni strettamente necessarie:

- Scollegamento del cavo di acquisizione dati;
- Rimozione della morsa di serraggio al banco di lavoro e posizionamento verticale dell'attrezzatura (per evitare la fuoriuscita di olio una volta tolto il tappo);
- Rimozione del tappo a vite dal blocco ed estrazione di campione e matrice (operazione molto delicata alla quale prestare particolare attenzione per non rischiare di compromettere il fragile campione piegandolo o tirandolo);

Da questa posizione si riparte poi direttamente dall'inserimento di un nuovo campione, senza dover quindi ricaricare tutto l'olio; semmai fosse necessario rabboccare una piccola quantità di liquido che viene perso inevitabilmente rimanendo a contatto con tappo, filo e matrice una volta estratti si può procedere versando qualche goccia direttamente nel foro di uscita del blocco.

I tempi possono essere ulteriormente ridotti lavorando con due operatori: mentre uno effettua l'operazione di scarico-carico dell'attrezzatura l'altro si occupa di salvare i dati della prova appena effettuata in un'apposita cartella che riporti tutti i dati tecnici e cronologici dell'esperienza, e provvede a settare già il programma per la prova successiva.

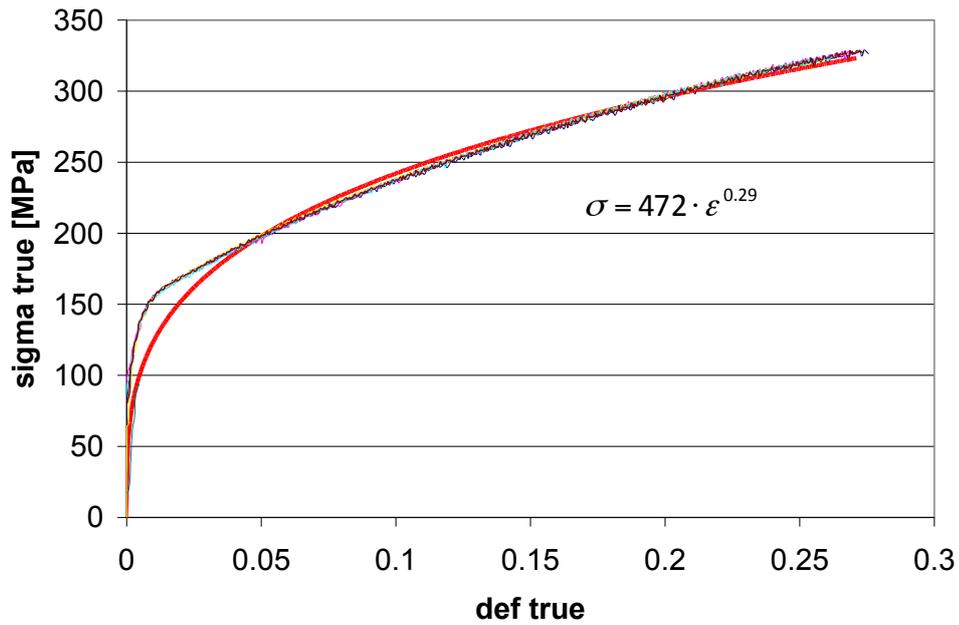


**Fig 3.3: Immagine del filo estruso**

## **PIANO SPERIMENTALE**

In base ai dati analitici e a precedenti esperienze con altri materiali, che dimostravano un discreto scostamento del valore di pressione minimo di estrusione reale da quello teorico, si è deciso di indagare sul comportamento dei fili di rame sottoposti a pressioni di 2150, 2225 e 2300 bar. Ad ogni pressione poi si sono effettuate prove per tempi di 10, 20 e 30 minuti e ogni prova con determinato tempo e pressione è stata ripetuta 3 volte, in modo da poter avere una visione più verosimile sul processo ed eliminare eventuali errori casuali.

Il filo di rame utilizzato nella sperimentazione è fornito dall'azienda *Eltech* S.p.a. prodotto tramite trafilatura e in seguito ricotto, la cui curva tensione-deformazione ingegneristica è mostrata in figura.



**Fig 3.4: Curva tensione-def ingegneristica del rame usato nella sperimentazione**

Il liquido lubrificante utilizzato nel processo di estrusione è il **Gardolube DO 338** della *Chemetall*, un olio emulsionabile in acqua, composto da esteri di acidi grassi, inibitori di corrosione e tensioattivi, con densità di  $0.99 \text{ g/cm}^3$ , viscosità a  $23^\circ \text{ C}$ , (LVT g34 V50) = 350 cP. In aggiunta all'effetto lubrificante dato dallo stesso olio pressurizzato per questa campagna di esperimenti è stata utilizzata della grafite: ricavata dalla mina di una comune matita tipo B, è stata polverizzata e depositata sul tratto di filo da estrudere, prima di inserirlo nella camera.

## 3.2 PROVE DI MICRODUREZZA

### PREPARAZIONE DEI PROVINI

L'indagine micrografica e la realizzazione di prove di microdurezza su campioni di dimensioni sub millimetriche, quali i fili in questione, richiedono accorgimenti particolari in fase di preparazione.

Normalmente si procede ad inglobare direttamente il campione da studiare in un cilindretto di resina fenolica per poter essere maneggiato e lucidato prima delle analisi; nel nostro caso il filo deve essere in qualche modo sostenuto da un supporto per poter essere analizzato.

Per quanto riguarda il filo vergine ne è stata avvolta una porzione attorno ad un piccolo parallelepipedo di alluminio cui sono stati poi incollati gli estremi; il tutto è stato quindi inglobato nella resina. Per analizzare le sezioni è bastato quindi lucidare il provino con le carte abrasive finché non sono rimaste in evidenza le sezioni circolari dei provini; in questo modo riusciamo ad avere a disposizione più campioni di filo sul quale fare le analisi e le prove di microdurezza.

Per il filo estruso la procedura è più delicata: viene tagliato il tratto di filo interessato dalla lavorazione e questo piccolo segmento viene incollato sempre ad un supporto metallico, dopo l'inglobatura si procede alla lucidatura e si controlla la dimensione della sezione con il software presente nel pc del microscopio per assicurarsi di trovarsi nella zona estrusa (con diametro 0,27 mm).

L'inglobatura dei campioni viene effettuata in una resina fenolica ad alta ritenzione tramite una pressa per inglobatura a caldo che porta il composto ad una temperatura di 150°-160° per una decina di minuti. Una volta inglobato il campione si passa all'operazione di sgrossatura e lucidatura perché la superficie del pezzo dev'essere perfettamente a specchio prima di poter essere osservato.

Si utilizza un piatto rotativo a velocità regolabile e raffreddato ad acqua, sopra il quale vengono applicate prima delle carte e poi dei panni abrasivi. Le carte presentano del carburo di silicio in superficie e si classificano in base alla quantità in grammi per inch<sup>2</sup>. Per ogni campione si sgrossa prima utilizzando carte con grana sempre più fine (180 – 600 – 1200 – 2400) e in seguito con panni abrasivi unti di pasta diamantata e raffreddati con miscela di alcol e olio. Per l'ultima parte del processo si utilizza un panno impregnato di una soluzione di silice colloidale volta a sbiancare il metallo tramite un'azione meccanico-chimica.

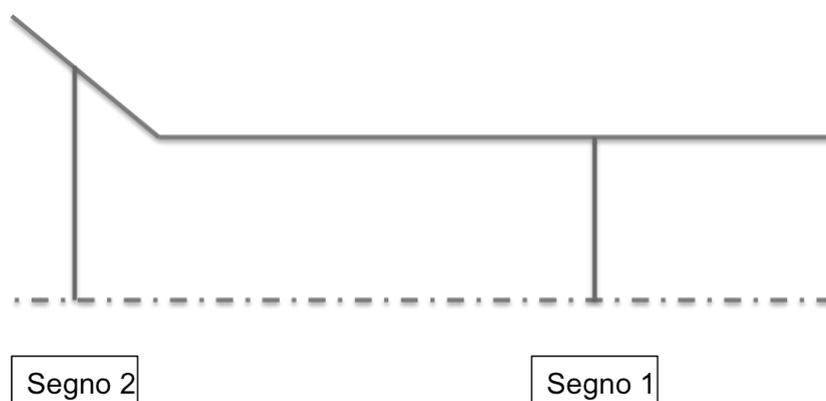
# CAPITOLO 4

## ***ANALISI DEI RISULTATI OTTENUTI***

### **4.1 PROVE DI MICROESTRUSIONE**

L'obiettivo di queste prove e di questa esperienza è valutare l'andamento dell'estrusione del rame al variare della pressione del liquido e del tempo di durata di processo. Il dato analizzato per ogni campione è quindi la lunghezza del tratto che riesce ad essere estruso.

Com'è stato descritto nel 3° capitolo la misurazione dei campioni di filo estrusi è stata fatta tramite l'utilizzo di un microscopio ottico dotato di webcam, le immagini vengono quindi misurate graficamente tramite il software PowerPoint e ricavate le dimensioni reali tramite la relazione di similitudine. Il tratto misurato è quello che va dal segno presente nel tratto estruso che corrisponde alla fine del tratto conico lasciato dalla trafilatura preliminare (segno n°1), fino a quello che visivamente appariva come il punto medio del tratto tronco conico (segno n°2).



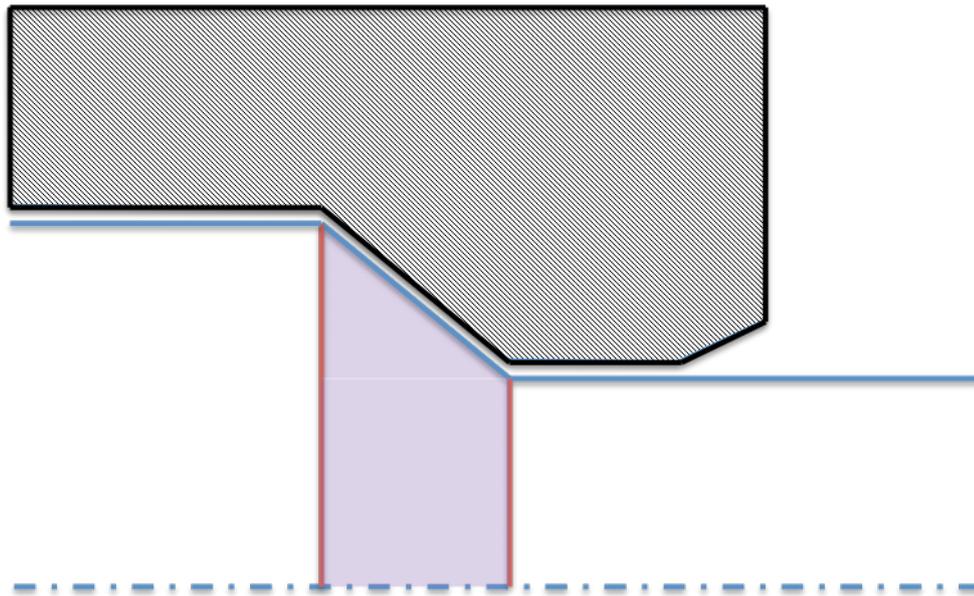
**Fig 4.1: Segni presenti sul campione estruso**

Nella tabella seguente vengono riportati i risultati delle misurazioni.

| Prova | Pressione [bar] | Tempo [min] | Estruso [mm] | Media           | Dev.Std  |
|-------|-----------------|-------------|--------------|-----------------|----------|
| 1     | 2150            | 10          | 0,304673295  | <b>0,225028</b> | 0,089274 |
| 2     | 2150            | 10          | 0,24188447   |                 |          |
| 3     | 2150            | 10          | 0,128527462  |                 |          |
| 4     | 2225            | 10          | 0,338806818  | <b>0,317456</b> | 0,067479 |
| 5     | 2225            | 10          | 0,371676136  |                 |          |
| 6     | 2225            | 10          | 0,24188447   |                 |          |
| 7     | 2300            | 10          | 0,747566288  | <b>0,832689</b> | 0,073954 |
| 8     | 2300            | 10          | 0,881150568  |                 |          |
| 9     | 2300            | 10          | 0,869351326  |                 |          |
| 10    | 2150            | 20          | 0,294981061  | <b>0,300319</b> | 0,016263 |
| 11    | 2150            | 20          | 0,287395833  |                 |          |
| 12    | 2150            | 20          | 0,318579545  |                 |          |
| 13    | 2225            | 20          | 0,463541667  | <b>0,401596</b> | 0,058693 |
| 14    | 2225            | 20          | 0,346813447  |                 |          |
| 15    | 2225            | 20          | 0,394431818  |                 |          |
| 16    | 2300            | 20          | 1,219279054  | <b>1,080493</b> | 0,121655 |
| 17    | 2300            | 20          | 1,029905303  |                 |          |
| 18    | 2300            | 20          | 0,992293609  |                 |          |
| 19    | 2150            | 30          | 0,304251894  | <b>0,305727</b> | 0,034776 |
| 20    | 2150            | 30          | 0,270961174  |                 |          |
| 21    | 2150            | 30          | 0,340492424  |                 |          |
| 22    | 2225            | 30          | 0,465648674  | <b>0,491635</b> | 0,044282 |
| 23    | 2225            | 30          | 0,466491477  |                 |          |
| 24    | 2225            | 30          | 0,542765152  |                 |          |
| 25    | 2300            | 30          | 2,207254071  | <b>2,03114</b>  | 0,45634  |
| 26    | 2300            | 30          | 2,373180193  |                 |          |
| 27    | 2300            | 30          | 1,512984245  |                 |          |

Tuttavia è necessario fare alcune considerazioni su queste misure e sul loro effettivo significato:

- Il filo viene precedentemente trafilato e il processo di estrusione inizia con parte del materiale già presente nel tratto tronco conico e quindi pre deformato;
- Quando si estrae il campione parte del materiale estruso è ancora contenuto nel tratto calibrato della matrice e non può essere considerato;
- La misura per via grafica è stata effettuata prendendo in considerazione anche metà del tratto conico che deve essere quindi sottratto.

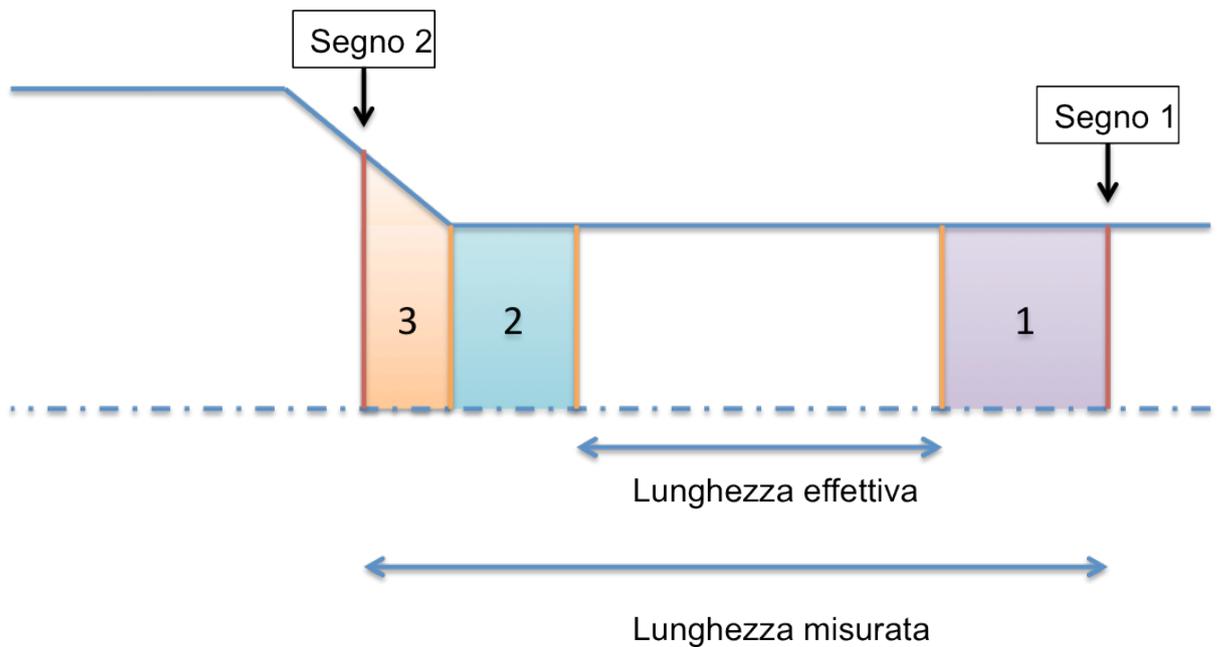


**Fig 4.2: Stato del campione a inizio estrusione**

In definitiva ai risultati ottenuti dalle misurazioni occorre sottrarre:

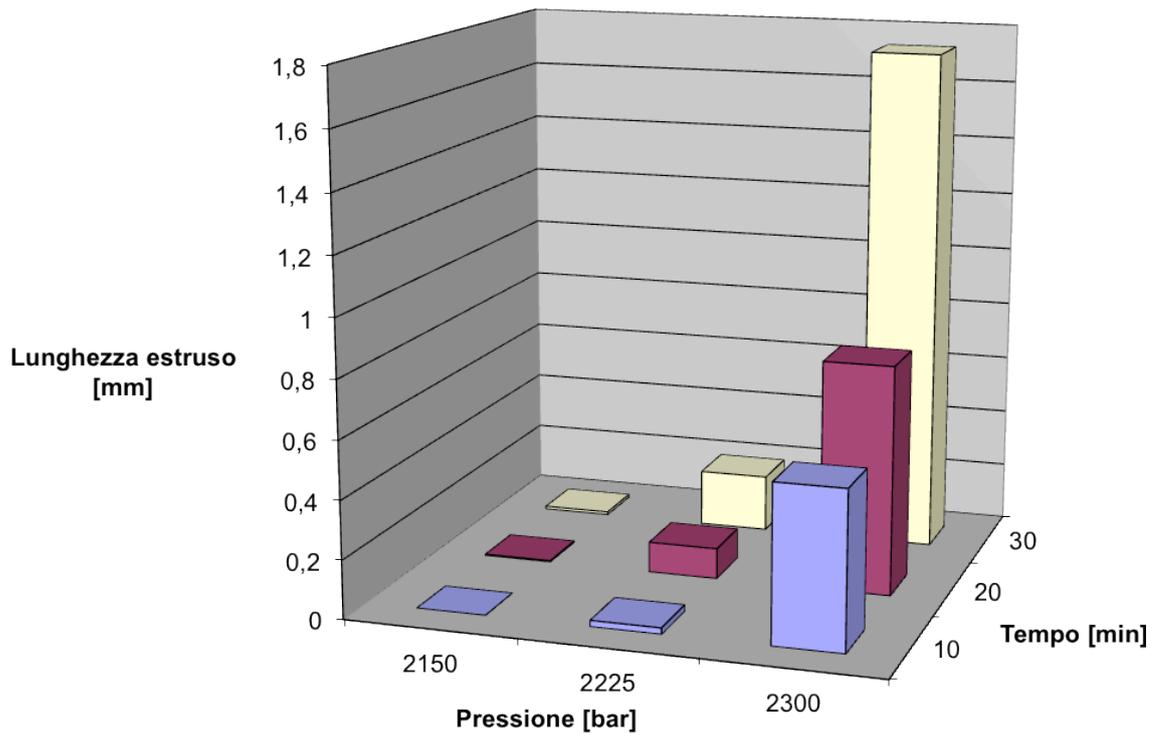
1. La lunghezza del tratto presente inizialmente nella zona tronco conica che troviamo riportata al diametro finale, stimata in 0,136 mm;
2. La lunghezza del tratto calibrato pari a 0,1 mm;
3. La metà del tratto tronco conico pari a 0,06 mm;

Concludendo è necessario sottrarre **0,296 mm** a tutte le misure riportate.



**Fig 4.3: Lunghezza misurata e lunghezza effettivamente estrusa**

| Prova | Pressione [bar] | Tempo [min] | Estruso [mm] | Media           | Dev.Std  |
|-------|-----------------|-------------|--------------|-----------------|----------|
| 1     | 2150            | 10          | 0,008673295  | <b>-0,07097</b> | 0,089274 |
| 2     | 2150            | 10          | -0,05411553  |                 |          |
| 3     | 2150            | 10          | -0,167472538 |                 |          |
| 4     | 2225            | 10          | 0,042806818  | <b>0,021456</b> | 0,067479 |
| 5     | 2225            | 10          | 0,075676136  |                 |          |
| 6     | 2225            | 10          | -0,05411553  |                 |          |
| 7     | 2300            | 10          | 0,451566288  | <b>0,536689</b> | 0,073954 |
| 8     | 2300            | 10          | 0,585150568  |                 |          |
| 9     | 2300            | 10          | 0,573351326  |                 |          |
| 10    | 2150            | 20          | -0,001018939 | <b>0,004319</b> | 0,016263 |
| 11    | 2150            | 20          | -0,008604167 |                 |          |
| 12    | 2150            | 20          | 0,022579545  |                 |          |
| 13    | 2225            | 20          | 0,167541667  | <b>0,105596</b> | 0,058693 |
| 14    | 2225            | 20          | 0,050813447  |                 |          |
| 15    | 2225            | 20          | 0,098431818  |                 |          |
| 16    | 2300            | 20          | 0,923279054  | <b>0,784493</b> | 0,121655 |
| 17    | 2300            | 20          | 0,733905303  |                 |          |
| 18    | 2300            | 20          | 0,696293609  |                 |          |
| 19    | 2150            | 30          | 0,008251894  | <b>0,009727</b> | 0,034776 |
| 20    | 2150            | 30          | -0,025038826 |                 |          |
| 21    | 2150            | 30          | 0,044492424  |                 |          |
| 22    | 2225            | 30          | 0,169648674  | <b>0,195635</b> | 0,044282 |
| 23    | 2225            | 30          | 0,170491477  |                 |          |
| 24    | 2225            | 30          | 0,246765152  |                 |          |
| 25    | 2300            | 30          | 1,911254071  | <b>1,73514</b>  | 0,45634  |
| 26    | 2300            | 30          | 2,077180193  |                 |          |
| 27    | 2300            | 30          | 1,216984245  |                 |          |



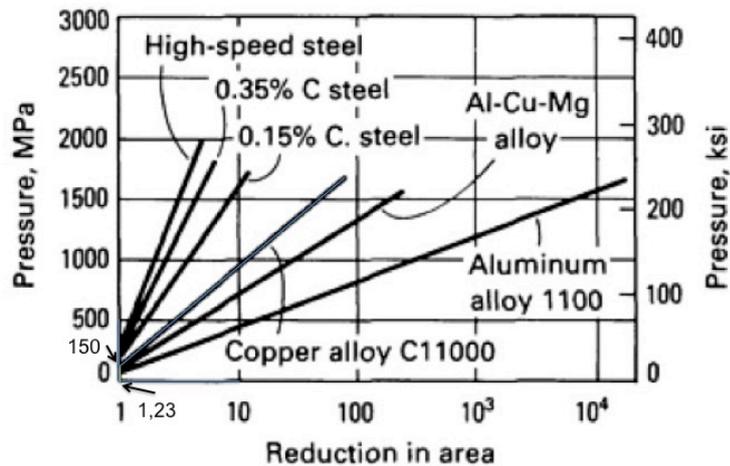
**Fig 4.4: Grafico dell'estruso dipendente da tempo e pressione**

Come si può osservare dal grafico è avvenuta un'estrusione di un tratto rilevante solo a 2300 bar di pressione, e con lunghezze significative con tempi di almeno 30 minuti.

Questo è indicativo del fatto che le prove sono state effettuate con pressioni al di sotto di quella nominale che assicura l'estrusione completa del campione; anche alla pressione maggiore a cui si è lavorato sono stati necessari comunque tempi lunghi per avere un risultato superiore al millimetro.

È un'ulteriore dimostrazioni degli effetti della miniaturizzazione sui processi di microformatura.

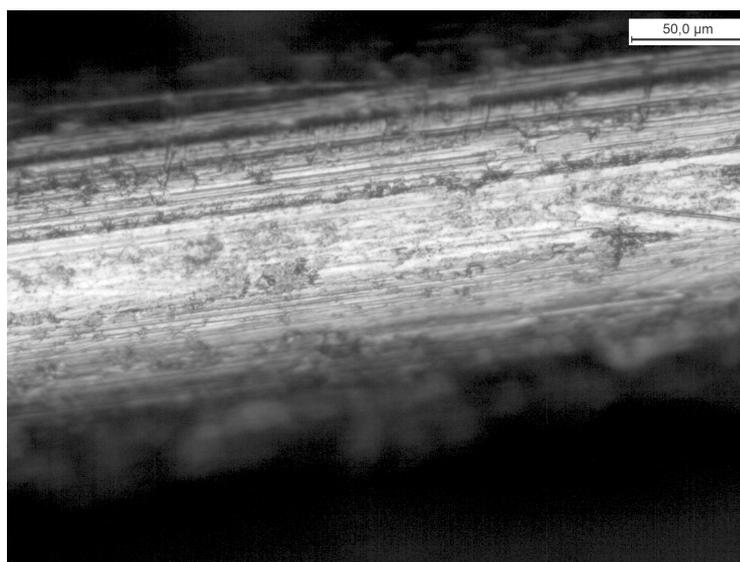
Se osserviamo infatti il grafico in figura 4.5 gli studi sull'estrusione idrostatica "macro" hanno mostrato determinati andamenti delle pressioni necessarie al variare della riduzione d'area e del materiale. Nel caso del rame e di una riduzione d'area di 1,23, come nel nostro caso, sarebbero necessari 1500 bar per estrarre il pezzo; abbiamo osservato invece che si hanno risultati accettabili solo oltre i 2300 bar.



**Fig 4.5: Pressione necessaria all'estrusione rispetto la riduzione d'area per vari metalli**

La pressione elevata potrebbe essere dovuta alla presenza di elevate forze d'attrito causate da una lubrificazione inefficace. La causa potrebbe essere ricercata nel fatto che sulla superficie del filo non si riesce a creare un film uniforme di lubrificante. Il filo infatti presenta (come si nota in figura 4.6) una conformazione superficiale caratterizzata dalla presenza di "open lubricant pockets". Questi, come spiegato in precedenza nel capitolo 1, non consentono al lubrificante fluido di agire correttamente facendo quindi innalzare il valore del coefficiente d'attrito.

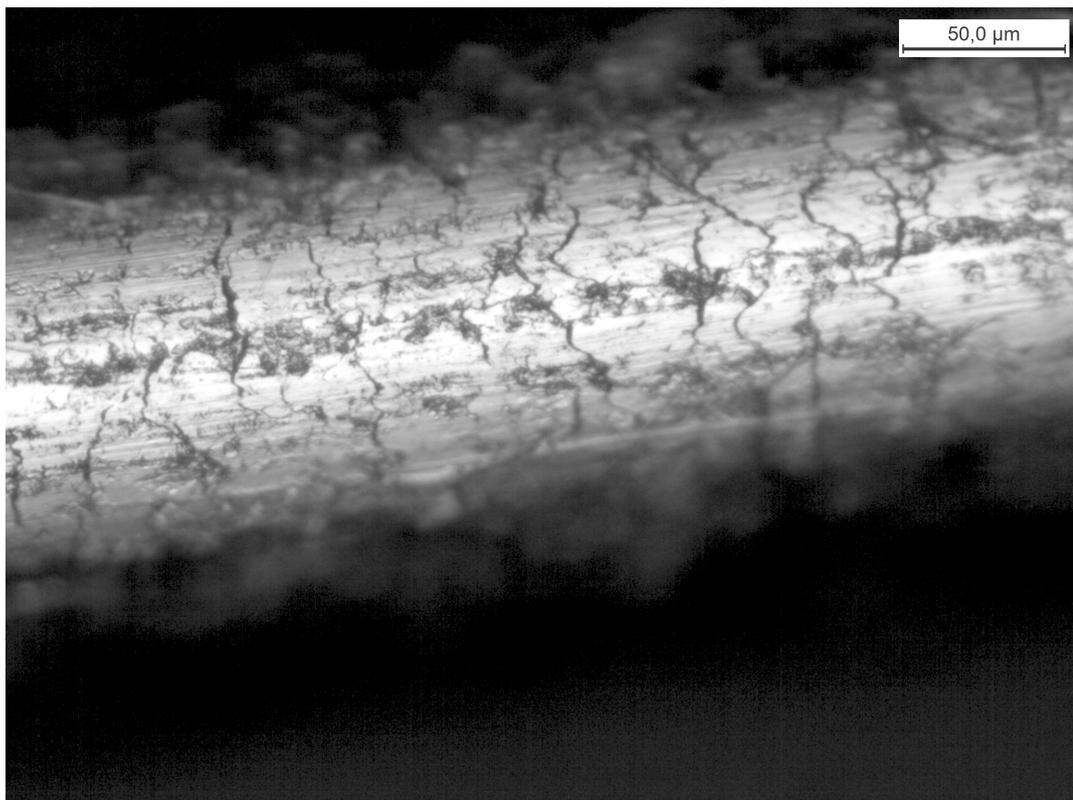
Simulazioni al FEM con uguali parametri dimostrano che si raggiunge un coefficiente d'attrito coulombiano  $\mu$  pari a 0,16 (cfr. tesi "Microestrusione Idrostatica: Ricerca Di Un Modello Mediante Simulazione Agli Elementi Finiti E Confronto Dei Risultati Con Gli Studi Sperimentali Sul Rame", Dal Corso N., Berti G., Monti M.).



**Fig 4.6: Ingrandimento 200x allo stereomicroscopio di un filo vergine in cui si notano striature che vanno ad agire da "open lubricant pockets"**

I lunghi tempi necessari sono segnali invece che a questi valori di pressione il processo non è continuo ma affetto dal fenomeno “stick-slip” per cui il pezzo avanza e si ferma ad intermittenza e necessita di molto tempo per fuoriuscire. A pressioni più elevate l’andamento il processo sarebbe continuo e un campione verrebbe estruso in pochi minuti e “sparato” fuori dalla camera.

Con delle osservazioni allo stereo microscopio sui fili estrusi si notano delle cricche in superficie che confermano il fenomeno “stick-slip”.



**Fig 4.7: Ingrandimento 200x allo stereomicroscopio di un filo trafilato in cui si notano le cricche superficiali**

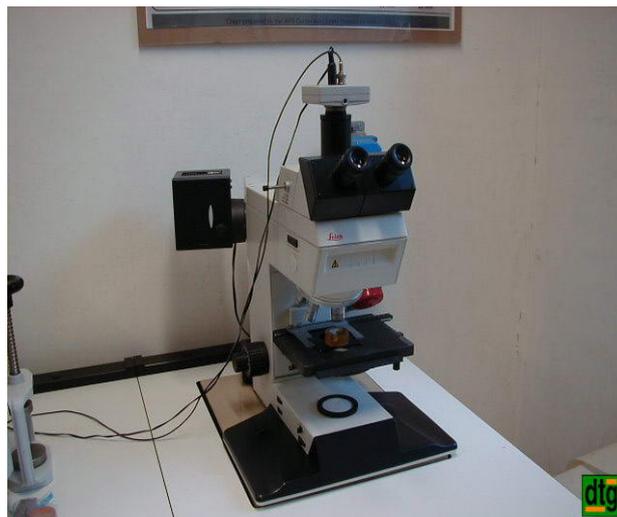
## 4.2 PROVE DI MICRODUREZZA

La variazione delle proprietà meccaniche del filo a seguito del processo di microestrusione idrostatica può essere valutata attraverso delle prove di microdurezza eseguite sulla sezione trasversale circolare dei fili.

In seguito al processo ci si aspetta una diminuzione del grano del materiale in prossimità del bordo, dove è avvenuta la deformazione. Questa diminuzione delle dimensioni conferisce una maggior durezza al materiale. Si può verificare se ciò accade andando ad effettuare delle misure di microdurezza sulla sezione di un filo vergine e in seguito di uno estruso, al centro e nelle vicinanze del bordo.

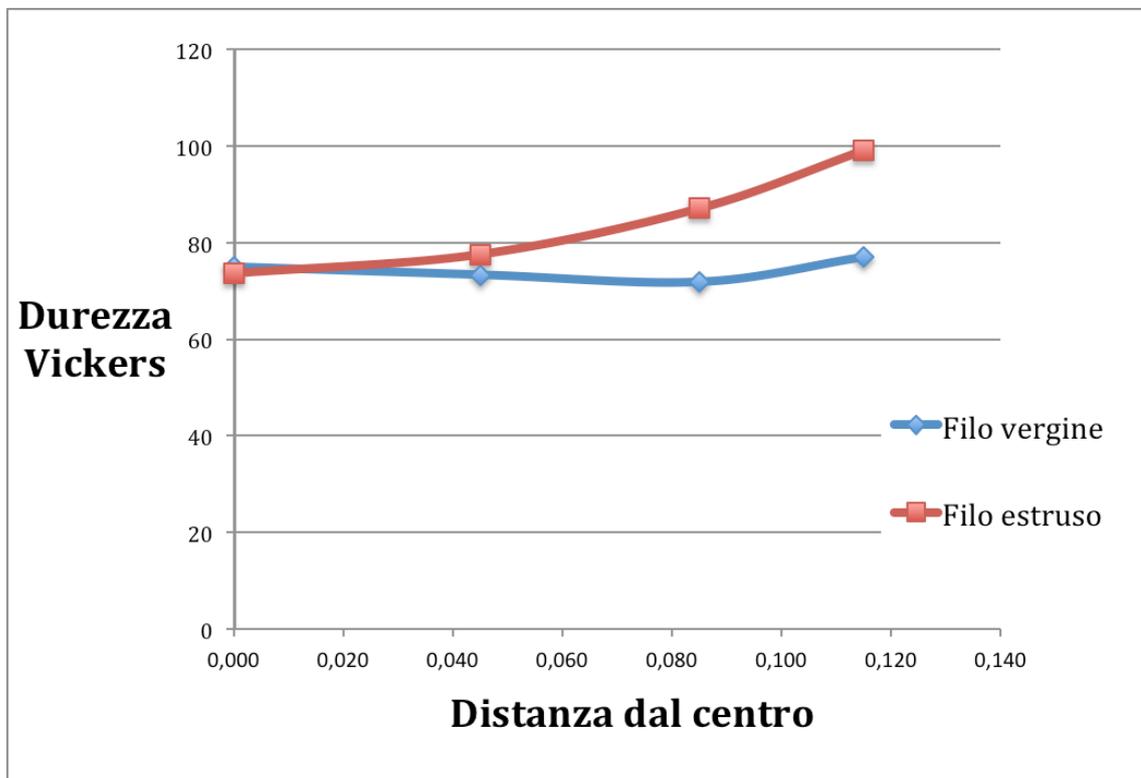


**Fig 4.8: Microdurometro**



**Fig 4.9: Microscopio per l'osservazione dei campioni**

| <b>FILO VERGINE</b>             |                        |                 |                 |               |
|---------------------------------|------------------------|-----------------|-----------------|---------------|
| <b>Distanza dal centro [mm]</b> | <b>Durezza Vickers</b> |                 |                 |               |
|                                 | <u>Misura 1</u>        | <u>Misura 2</u> | <u>Misura 3</u> | <b>Media</b>  |
| 0                               | 74,30                  | 70,30           | 80,20           | <b>74,933</b> |
| 0.045                           | 78,80                  | 70,80           | 70,20           | <b>73,266</b> |
| 0.085                           | 74,40                  | 70,20           | 70,80           | <b>71,8</b>   |
| 0.115                           | 76,80                  | 72,60           | 81,40           | <b>76,933</b> |
| 0.125                           | 72,00                  | 72,00           | 77,00           | <b>73,666</b> |
| <b>FILO ESTRUSO</b>             |                        |                 |                 |               |
| <b>Distanza dal centro [mm]</b> | <b>Durezza Vickers</b> |                 |                 |               |
|                                 | <u>Misura 1</u>        | <u>Misura 2</u> | <u>Misura 3</u> | <b>Media</b>  |
| 0                               | 73,60                  |                 |                 | <b>73,6</b>   |
| 0.045                           | 78,80                  | 76,00           | 77,80           | <b>77,533</b> |
| 0.085                           | 85,20                  | 90,70           | 85,20           | <b>87,033</b> |
| 0.115                           | 102,30                 | 100,60          | 94,20           | <b>99,033</b> |



#### **Note riguardo alle misure di microdurezza:**

Come si nota dalla tabella per il filo estruso non è stata effettuata la misura a 0.125 mm dal bordo, in quanto il raggio del tratto estruso è solo 0.135 mm (diametro di 0.27 mm) e non vi è la distanza necessaria per poter effettuare la prova.

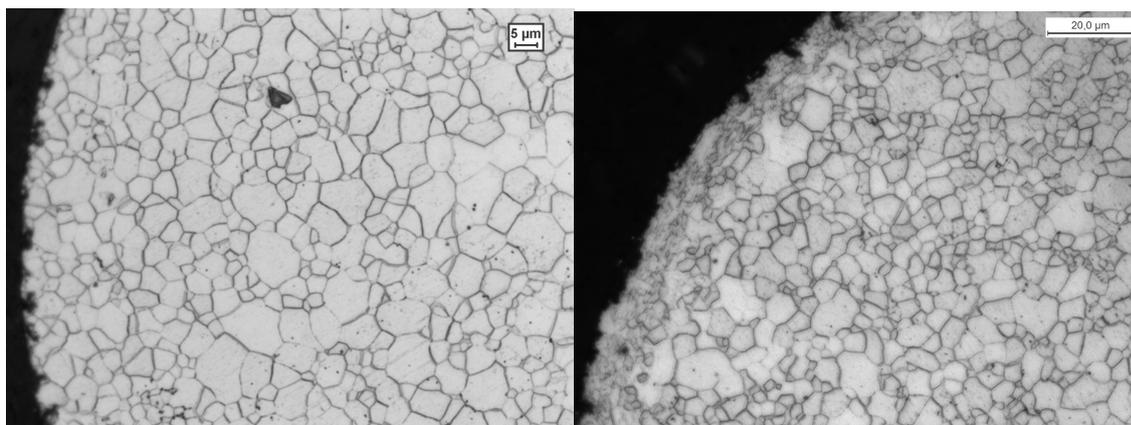
L'alta deviazione standard che si può notare tra misure diverse alla stessa distanza dal cuore è dovuta all'alta suscettibilità che il peso molto contenuto utilizzato (10 grammi) risente rispetto a inclusioni o lievi variazioni del grano presenti, sono quindi da imputare alla delicatezza della rilevazione e non ad una caratteristica del materiale.

Per il filo vergine è stato possibile eseguire più misure al cuore in quanto, come si è spiegato in precedenza, si disponeva di più sezioni da analizzare, per il filo estruso si è potuto invece necessariamente effettuare un'unica rilevazione al centro che risulta comunque pienamente in linea con le altre.

#### **OSSERVAZIONI**

Com'era lecito aspettarsi notiamo nel campione estruso un aumento della durezza in prossimità dei bordi; questo è dovuto ad una diminuzione delle dimensioni dei grani sulla superficie esterna che sono stati deformati durante il processo di microestrusione idrostatica. Questa minore dimensione implica un miglioramento delle proprietà meccaniche e in particolare, come analizzato, della durezza.

Analisi metallografiche svolte in precedenza su campioni di acciaio estrusi confermano questa riduzione dei grani esterni.

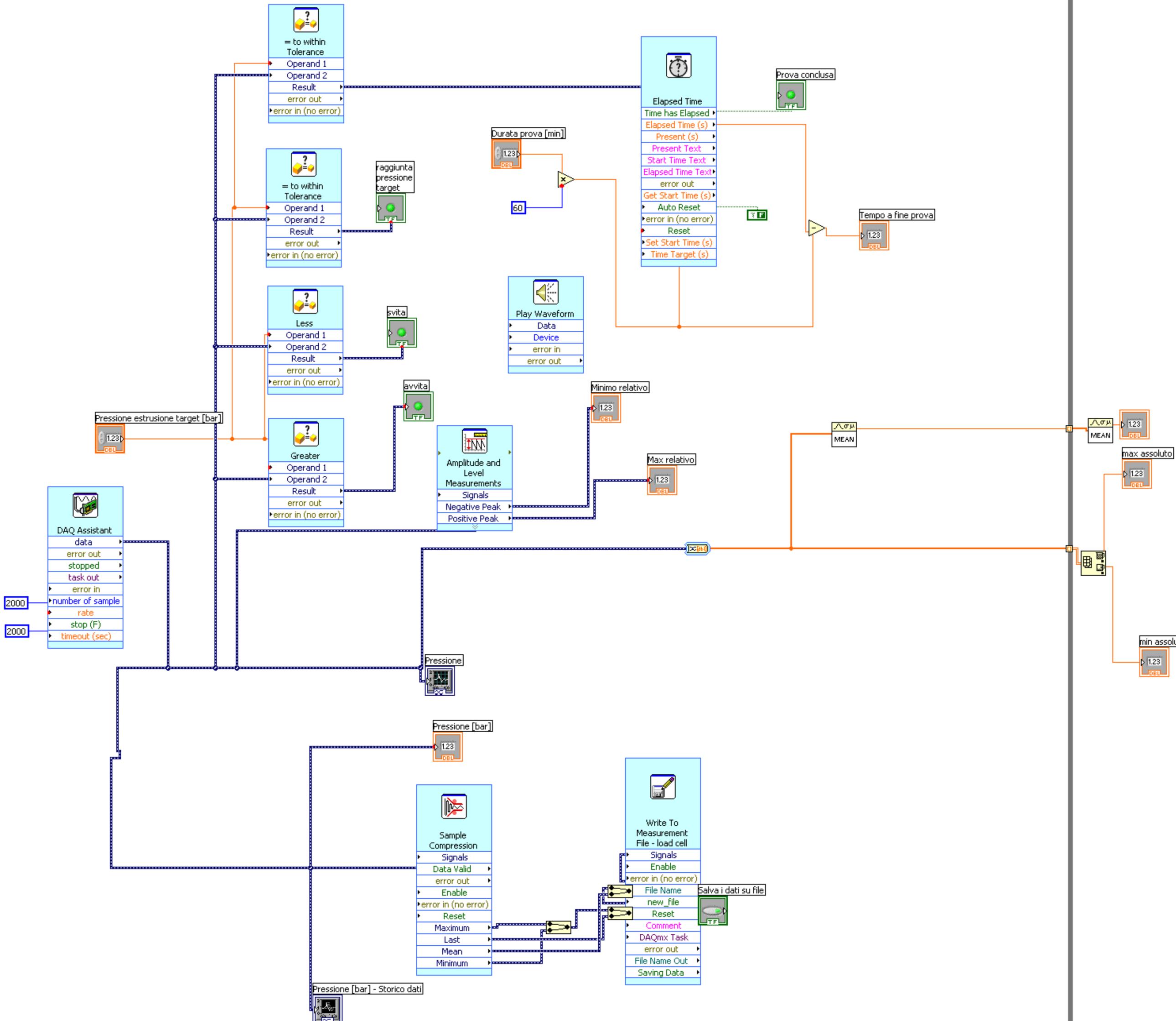


**Fig 4.10: a) filo vergine b) filo estruso in cui si notano i grani di dimensioni minori sul bordo**

## **APPENDICE**

Qui di seguito viene riportato lo schema grafico a blocchi del programma utilizzato.





# BIBLIOGRAFIA

## CAPITOLO 1

- Engel U., Eckstein R., 2002, " Microforming-from basic research to its realization", Journal of Materials Processing Technology, vol. 125-126(2002), pp.35-44
  
- Engel U., Messner A., Tiesler N., 1998, "Cold Forging of Microparts – Effect of Miniaturization on Friction". In: Chenot J.L. et al. (Ed.), Proceedings of the 1st ESAFORM Conference on Materials Forming, Sophia Antipolis, France, pp. 77-80.
  
- Tiesler N., Engel U., Geiger M., "Forming of microparts – effects of miniaturization on friction", 1999. In: Geiger M. (Ed.), Advanced Technology of Plasticity, Proceedings of the 6th International Conference of Plasticity ICTP, 1999, vol. II, pp.19-24 September 1999, Nuremberg, Germany, pp. 889-894.
  
- Sobis T., Engel U., Geiger M., 1992, "A Theoretical Study of Wear Simulation in Metal Forming Processes", Journal of Material Processing Technology, vol. 34 (1992), pp. 233-240.
  
- Tiesler N, Engel U., 2000, "Microforming – effects of miniaturization", Metal Forming 2000, Proceedings of the 8th of International on Metal Forming, Rotterdam, A.A. Balkema, pp. 355-360.
  
- Geiger M., Messner A., Engel U., 1997, "Production of microparts – size effects in bulk metal forming, similarity theory", Production Engineering, vol. 4/1, pp. 55-58.
  
- ASM Handbook, 1993 Volume 14 "Forming and Forging", pp 709-711
  
- W.L. Chan, M.W. Fu, B. Yang Study of size effect in micro-extrusion process of pure copper  
Department of Mechanical Engineering, The Hong Kong Polytechnic University, Hung Hom, Kowloon, Hong Kong
  
- M. Geiger, M. Kleiner, R. Eckstein, N. Tiesler, U. Engel, Microforming, *CIRP Annals - Manufacturing Technology, Volume 50, Issue 2, 2001, Pages 445-462*

## **CAPITOLO 2**

- [www.highpressure.com](http://www.highpressure.com)

- [www.cejn.com](http://www.cejn.com)

- [www.gefran.com](http://www.gefran.com)

- [www.mariodimaio.it](http://www.mariodimaio.it)

- Fontana M., Berti G. Monti M., “Progettazione e Sviluppo di Attrezzatura per Prove di Microestrusione” tesi di laurea magistrale in ingegneria gestionale 2008

- Zurlo L., Berti G., Monti M., “Indagine Sperimentale sul Comportamento del Materiale in Operazioni di Microtrafilatura e di Microestrusione” tesi di laurea in ingegneria meccanica 2009/2010