

Teresa Fryé

TechForm Advanced Casting Technology
Portland, OR USA

Teresa Fryé è proprietaria e presidente di TechForm Advanced Casting Technology. In qualità di rinomata esperta nelle tecniche di fusione dei gioielli e prolifica ricercatrice, ha pubblicato articoli e paper tecnici in tutto il mondo; come relatrice, viene frequentemente invitata a conferenze di settore negli Stati Uniti e in Europa. TechForm fornisce fusioni di platino a un ampio bacino di clienti negli Stati Uniti, inclusi numerosi tra i più rinomati marchi del settore del gioiello. Le sue pubblicazioni sono state pubblicate, tra le altre, nelle seguenti riviste: Platinum Metals Review, The Johnson Matthey Technology Review, The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology, The Jewelry Technology Forum, the MJSA Journal, JCK Magazine.

La precedente ricerca ha avuto come fine una migliore comprensione delle caratteristiche di solidificazione per diverse leghe a base di platino. Le evidenze hanno dimostrato una forte tendenza verso la formazione di restringimenti e porosità da gas al momento della solidificazione; inoltre, la pressatura isostatica a caldo (HIP), un trattamento termico ad alta pressione sviluppato come processo di densificazione, si è dimostrato essere un metodo efficace per ridurre al minimo e/o eliminare questa porosità. Nonostante i risultati precedenti abbiano chiarito che la porosità sia stata significativamente ridotta a seguito del processo HIP, gli autori non avevano ancora analizzato il ventaglio completo degli effetti dell'HIP in termini di proprietà meccaniche e di microstruttura post-lavorazione. L'obiettivo di questa nuova fase di ricerca è approfondire ulteriormente la nostra comprensione, individuando gli effetti post-HIP sulle colate a base di platino in relazione alla forma e alla dimensione dei grani cristallini, alla distribuzione chimica e alla forza meccanica.

Gli effetti della pressatura isostatica a caldo delle colate di lega di platino sulle proprietà meccaniche e sulle microstrutture

Teresa Fryé, TechForm Advanced Casting Technology, Portland, Oregon, USA

Dott. Joseph Tunick Strauss, HJE Company, Queensbury, New York, USA

Dott. Jörg Fischer-Bühner, Indutherm Erwärmungsanlagen GmbH, Walzbachtal, Germania; Legor Group S.p.A., Bressanvido (VI), Italia

Dott. Ulrich E. Klotz, fem Istituto di ricerca sui metalli preziosi e sulla chimica dei metalli, Schwäbisch Gmünd, Germania

RICERCA PRECEDENTE

Nel precedente lavoro di Fryé e Fischer-Bühner sono stati riportati i risultati sui comportamenti della solidificazione di molte leghe a base di platino. Lo studio completo ha analizzato le variazioni nei modelli di solidificazione che si verificano con diverse leghe, sistemi di alimentazione, atmosfere di colata e microfusioni.

Per ricapitolare brevemente questo lavoro, le Figure 1a e 1b illustrano sezioni trasversali longitudinali di 95Pt5Ru con un ingrandimento di 50X, mostrando la qualità interna "come colata". Entrambe le sezioni sono caratterizzate da significative quantità di restringimenti e porosità da gas, evidenziando la difficoltà nel raggiungere completamente colate dense con questa lega. Anche con l'uso di canali di alimentazione ottimizzati (Figura 1b), i livelli di porosità rimanevano elevati con un ampio margine di miglioramento. Al contrario, la Figura 1c mostra una sezione trasversale dello stesso tipo di campione sottoposto a pressatura isostatica a caldo. Questa colata è divenuta totalmente densa a seguito del processo HIP, dimostrando l'efficacia di questo processo nel richiudere la porosità sottosuperficiale.

È importante notare che il tipo di lega ha influito in modo significativo sui livelli di porosità. La formazione della porosità al momento della solidificazione era unica per tutte le leghe testate, con il 95Pt5Co che si comportava in maniera più favorevole e il 95Pt5Ru in maniera meno favorevole. A prescindere dalle condizioni della colata o della lega, tutti i campioni valutati hanno consentito di ottenere un prodotto "come colato" che mostrava un restringimento sottosuperficiale e porosità da gas che verosimilmente richiedono un certo grado di rilavorazione per poter ottenere un prodotto ottimale.

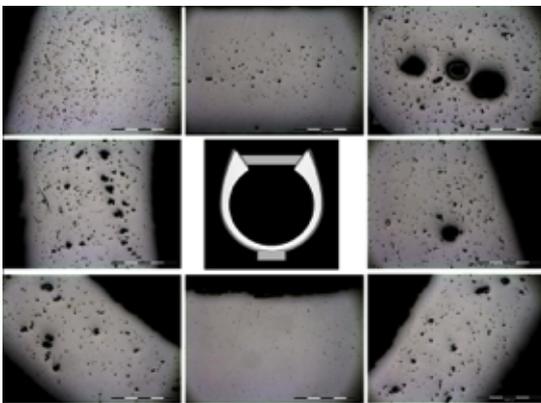


Figura 1a - 95Pt5Ru
Canale di alimentazione inferiore singolo
Restringimento/porosità da gas prevalente data l'inadeguata alimentazione

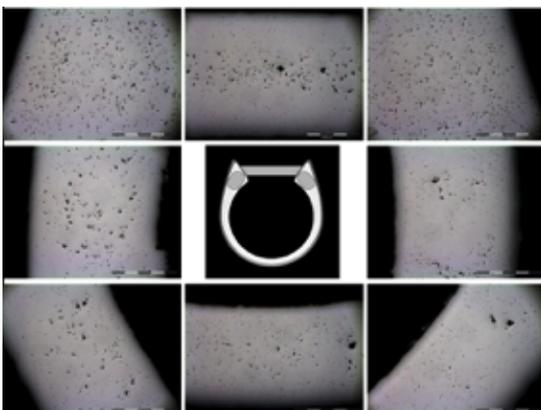


Figura 1b - 95Pt5Ru
Doppio canale di alimentazione superiore
Il micro-restringimento eseguito e distribuito in modo intermittente e le porosità da gas permangono nonostante l'uso di un canale di alimentazione più pesante

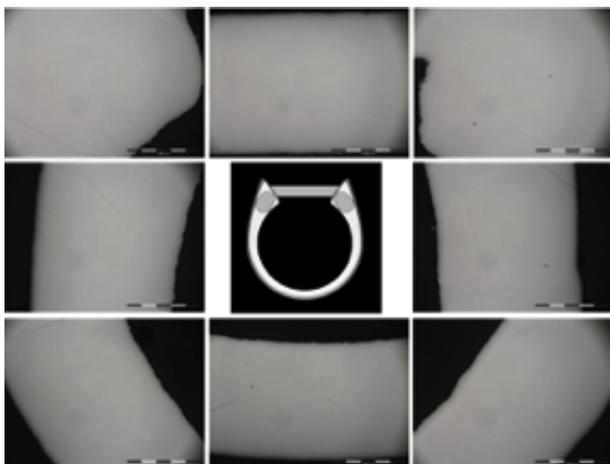


Figura 1c - 95Pt5Ru
 Doppio canale di alimentazione superiore con HIP
 Il micro-restringimento è stato eliminato attraverso la saldatura per diffusione derivante dal processo HIP

Le principali conclusioni dello studio 2011 possono essere sintetizzate come segue:

- 1) Un approccio con un solo canale di alimentazione come mostrato in Figura 1a non è stato raccomandato per la forma geometrica testata, poiché l'approccio con canali di alimentazione multipli ha mostrato una riduzione significativa della porosità per tutte le leghe testate.
- 2) Anche con l'uso di un sistema di alimentazione ottimizzato e direzionalmente solidificato, nessuna delle leghe era in grado di giungere a una colata totalmente densa.
- 3) Il processo HIP si è mostrato un mezzo efficace per l'eliminazione totale o pressoché totale della porosità nelle leghe di alluminio testate.

PANORAMICA DELLA PRESSATURA ISOSTATICA A CALDO

Le aziende che costruiscono impianti HIP o che svolgono processi HIP descrivono la pressatura isostatica come sistema che forma e densifica i materiali polverizzati e colati, utilizzando liquidi o gas a pressioni estremamente elevate. A differenza della forza meccanica che comprime un pezzo in lavorazione da uno o due lati, la pressatura isostatica viene uniformemente applicata su tutti i lati di un oggetto, eliminando la porosità interna e senza modificarne la forma semifinita. I miglioramenti più tipici dei prodotti del settore HIP sono l'eliminazione di vuoti interni, i miglioramenti nell'uniformità del prodotto e i miglioramenti nella solidità e nelle proprietà meccaniche dei materiali. Il cambiamento reale fondamentale sottostante a questi miglioramenti è il raggiungimento di un materiale a densità maggiore a confronto con la sua condizione pre-HIP. Il processo HIP è infatti ben noto per la sua capacità di densificare e migliorare le proprietà per un ampio ventaglio di materiali, tra cui colate di metallo, materiali compositi, polimeri e parti realizzate in ceramica o polveri di metallo.

La natura isostatica della pressione nel processo HIP come sopra descritto è fondamentale per mantenere l'integrità dimensionale di una colata durante l'HIP; la stessa pressione su tutti i lati porta a una compressione uniforme del materiale e le dimensioni dei prodotti in genere rimangono intatte. Ciononostante, come mostrato in Figura 2, possono crearsi deformazioni locali sotto forma di "fossette", quando le dimensioni dei pori interni sono estremamente grandi e la saldatura per diffusione fa collassare le superfici esterne verso l'interno. Questa forma geometrica che da spesso diviene sottile, difficile da alimentare tramite un canale, rappresenta un esempio estremo della porosità del restringimento sottosuperficiale ed è una chiara rappresentazione della distruzione del poro che si verifica con il processo HIP. Tuttavia, si potrebbe certamente obiettare che la porosità interna viene eliminata senza cambiare la forma semifinita, come dimostrato da queste immagini. Accanto a queste deformazioni evidenti, sono necessari studi dimensionali dettagliati per determinare più chiaramente quale livello d'impatto sia necessario in base alle dimensioni della colata nelle leghe a base di platino.

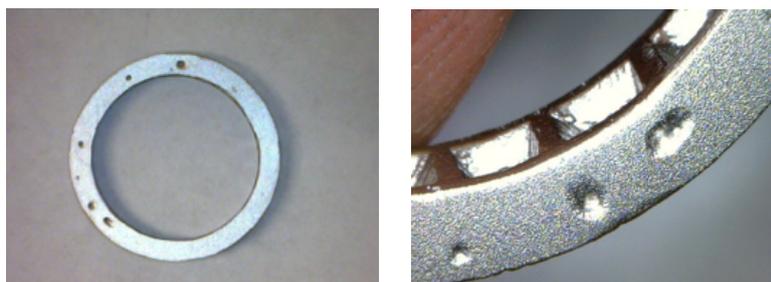


Figura 2 Esempio HIP con fascia canale 95Pt5Ru

Per dimostrare in modo più chiaro come funziona il processo HIP, la Figura 3 mostra lo schema di una tipica unità HIP. L'unità contiene una fornace ad alta temperatura chiusa all'interno di una camera a pressione. Le parti vengono in genere posizionate all'interno della camera negli strati verticali con l'uso di scaffalature in acciaio o ceramica per massimizzare la capacità di carico. Durante le operazioni, la camera HIP viene dapprima messa sotto vuoto, per essere poi riempita di gas inerte, in genere argon, utilizzato per applicare la pressatura isostatica. La temperatura e la pressione vengono quindi innalzate e lasciate stabilizzarsi per un periodo specifico di tempo, in base alle proprietà del materiale. Le parti si densificano una volta superata la resistenza allo snervamento del materiale, creando un flusso plastico che obbliga i vuoti interni a collapsare sotto la pressione differenziale. In condizioni di vuoto, le superfici interne si legano insieme, aumentando la densità e, di conseguenza, migliorando le proprietà del materiale. Le dimensioni dell'unità HIP vanno dalla piccola dimensione di laboratorio fino a quella per la produzione industriale su larga scala. L'unità mostrata in Figura 4 è un esempio di un'unità in scala inferiore.

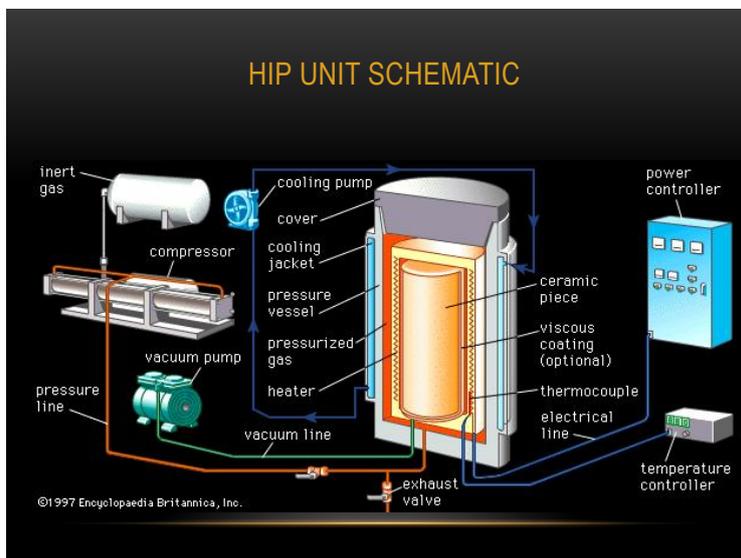


Figura 3 Schema di una tipica unità HIP



Figura 4 Unità HIP, g.c. di Avure Technologies

Non tutti i metalli potranno beneficiare del processo HIP e il livello di risposta al processo HIP di ciascuna lega dipende dalla sua resistenza allo scorrimento. Lo scorrimento è la tendenza di un materiale solido a spostarsi lentamente e a deformarsi in modo permanente in condizioni di stress. Nei metalli, lo scorrimento aumenta con la temperatura e inizia a circa il 40 - 50% della temperatura di fusione di una lega. Il tasso di scorrimento è in funzione della temperatura, delle proprietà dei materiali e della quantità di pressione applicata. Per poter raggiungere le proprietà dei materiali ottimali, i parametri utilizzati in un ciclo HIP devono essere selezionati con precisione in base alle necessità della lega. I parametri tipici, inclusi sia i metalli sia le ceramiche, rientrano in genere nelle gamme mostrate nella Tabella 1:

Tabella 1 – Intervalli parametro HIP, g.c. di Avure

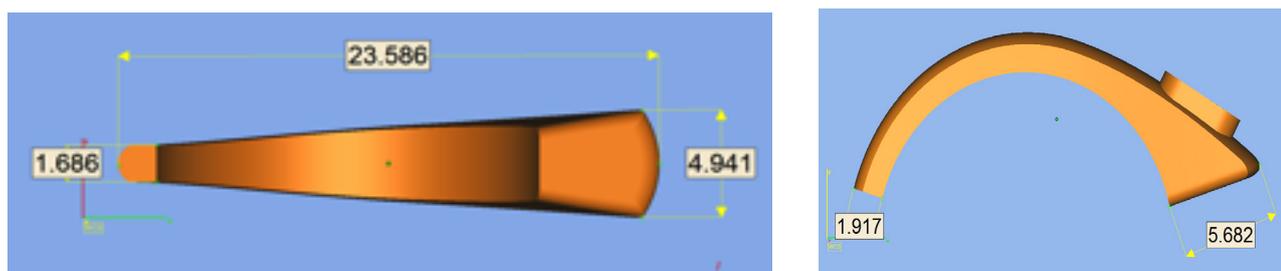
Parametro	Limite inferiore tipico	Limite superiore tipico
Temperatura	500°C	1400°C
Pressione	7,000 PSI	45,000 PSI
Tempo di mantenimento	2 ore	4 ore
Tasso di raffreddamento	1°C per minuto	100°C per minuto

RICERCA FASE II: STUDIO COMPARATIVO DEGLI EFFETTI DEL PROCESSO HIP SULLA MICROSTRUTTURA E SULLE PROPRIETÀ MECCANICHE

Questa fase della ricerca è finalizzata a individuare gli effetti post-HIP sulle colate in relazione alla forma e alla dimensione del grano cristallino, alla distribuzione chimica e alla forza meccanica. Le seguenti sezioni segnalano i nostri metodi, risultati e conclusioni.

Test della forma geometrica

È stato selezionato un campione di prova affusolato per valutare i livelli di porosità microscopica, di densità e durezza prima e dopo l'HIP. Come mostrato in Figura 5, il campione di prova è stato progettato per favorire la solidificazione direzionale con un singolo canale di alimentazione forte attaccato all'estremità più spessa.



Parametri di colata

Figura 5 Campione di prova affusolato (unità in mm)

I parametri e le condizioni di colata per le prove effettuate sono mostrate in Tabella 2. Sono state utilizzate temperature di colata, temperature dei cilindri e curve di attivazione standard. I cilindri sono stati utilizzati con una macchina a colata centrifuga con riscaldamento a induzione; ciascun albero conteneva due forme geometriche di prova per ciascuna lega. Una colata è stata trattenuta per disporre di un campione "come colato", mentre la seconda colata è stata sottoposta a HIP in base a specifici parametri per le leghe di platino ma di proprietà del fornitore HIP.

Tabella 2 Parametri di colata

Lega	Temp. colata C	Temp. cilindro C	Condizioni di colata
95Pt5Ru	1870	850	1 come colato; 1 HIP
90Pt10Ir	1870	850	1 come colato; 1 HIP
90Pt10Rh	1960	850	1 come colato; 1 HIP
95Pt5Co	1850	850	1 come colato; 1 HIP

1) Tutti i modelli 3D sono stati stampati per una precisione dimensionale

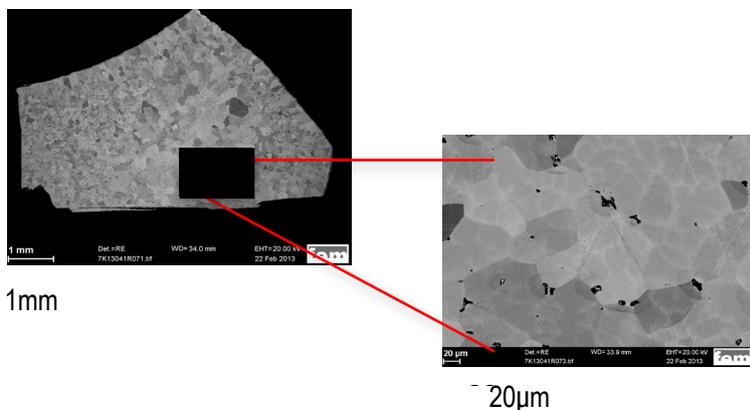
2) Tutti gli alberi sono stati assemblati in modo identico con 2 campioni per albero

3) Tutti i cilindri sono stati raffreddati ad aria in maniera identica

4) Tutte le leghe sono state sottoposte a HIP con lo stesso carico

RISULTATI I: EFFETTI DELL'HIP SULLA MICROSTRUTTURA

Dati gli elevati livelli di porosità riscontrati in 95Pt5Ru e i livelli relativamente bassi riscontrati in Pt95Co5, queste due leghe sono state scelte per il nostro report sui cambiamenti microstrutturali prodotti dal processo HIP. La figura 6 mostra livelli di porosità significativi nello stato "come colato" di 95Pt5Ru. I pori in questa lega sono a micro-restringimento inter-dendritico; tali pori si formano durante la solidificazione spontanea della lega che avviene così rapidamente da rendere impossibile l'alimentazione continua. Il processo HIP ha correttamente chiuso questi pori con micro-restringimento e la microstruttura è risultata totalmente densa dopo il processo HIP.



- Numerosi pori con micro-restringimento inter-dendritico presenti nella condizione "come colato"
- Distribuzione diseguale della dimensione dei grani cristallini con grani colonnari di grosse dimensioni in superficie

Figura 6 95Pt5Ru "come colato"

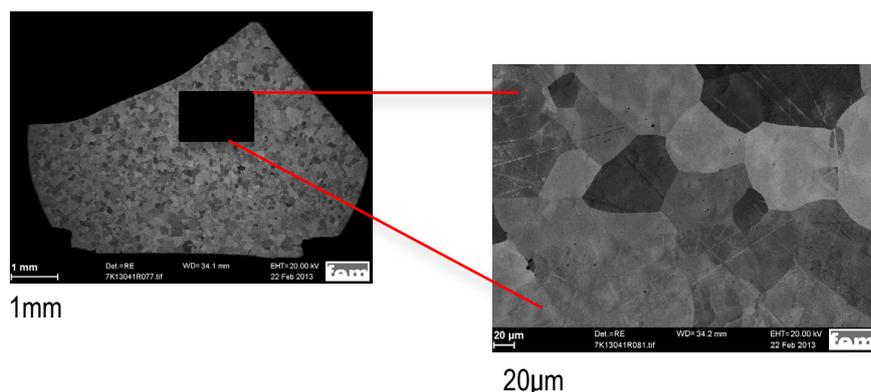


Figura 7 95Pt5Ru soggetta a HIP

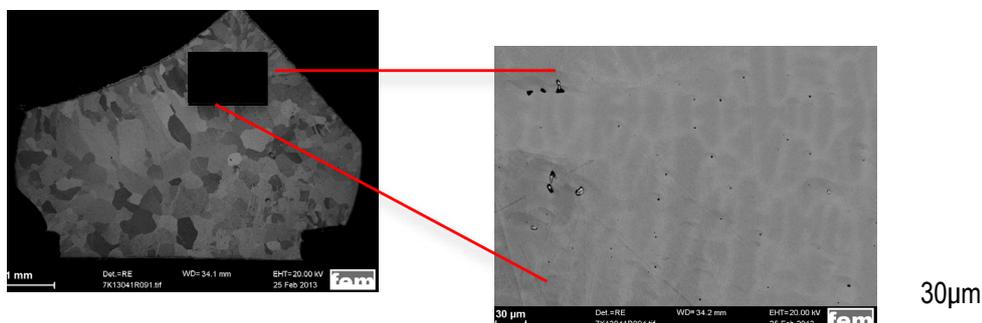
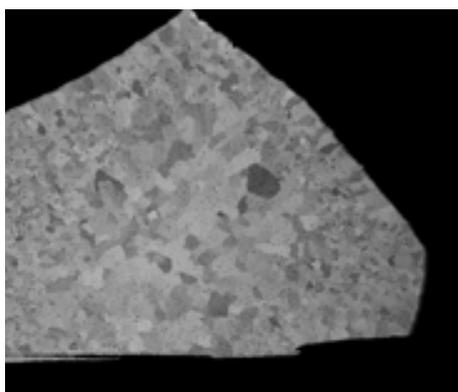


Figura 8 95Pt5Ru sottoposto solo a tratt. termico

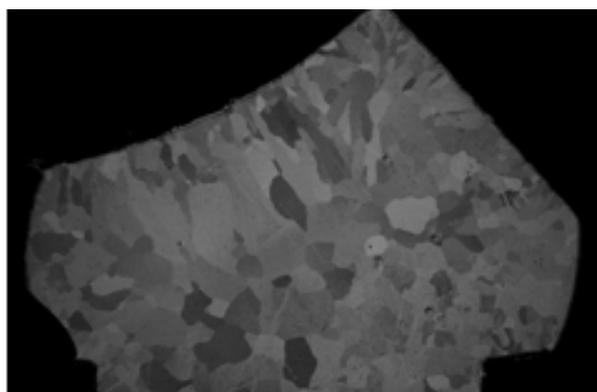
- Microstruttura densa e priva di pori
- Distribuzione uniforme delle dimensioni dei grani cristallini
- La pressione HIP ritarda la crescita dei grani

Un altro importante risultato è che la dimensione del grano cristallino non è influenzata negativamente dal processo HIP (Figura 7). Un semplice trattamento termico con gli stessi parametri termici del processo HIP (senza uso della pressione) non è né in grado di chiudere completamente i pori da una condizione di “come colato” né di mantenere la dimensione del grano cristallino (Figura 8). Nonostante la quantità e la dimensione dei pori siano chiaramente ridotte, i grani crescono in maniera considerevole durante il trattamento termico. Pertanto, qualsiasi effetto benefico di riduzione della porosità è compromesso dalla crescita dei grani cristallini. In base a tale risultato è possibile dedurre che la pressione utilizzata nel processo HIP apporta il beneficio aggiunto di ritardare la crescita dei grani cristallini. La Figura 9 mostra le dimensioni comparative dei grani cristallini di 95PtRu in condizioni “come colato”, sottoposto a HIP e a trattamento termico.

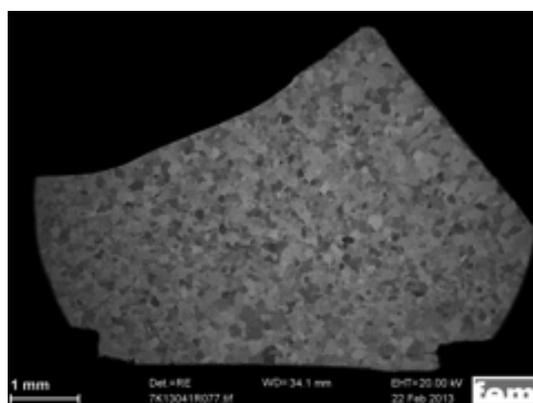
- Trattamento termico uguale alla curva termica del processo HIP
- Riduzione della porosità del micro-restringimento attraverso il solo calore
- Pesante ispessimento dei grani cristallini durante la lavorazione termi



Come colato



Tratt. termico



Sottoposto a HIP

Figure 9 - Comparative microstructures 95Pt5Ru

Il campione di colata di 95Pt5Co non mostra alcuna porosità macroscopica o microscopica nella condizione “come colato” (Figura 10). Tuttavia, a confronto di 95Pt5Ru, i grani cristallini sono estremamente grandi. La loro dimensione e forma indicano un processo di solidificazione relativamente lento, in cui pochi grani sono stati nucleati sulla superficie della parte, che quindi è cresciuta verso il centro. Vi è stato quindi il tempo sufficiente per avviare l'alimentazione e le microstrutture sono prive di pori. Di conseguenza, durante il processo HIP si sono verificati pochi cambiamenti sulla microstruttura del 95Pt5Co (Figura 11). Questo non significa che il processo HIP non offre alcun beneficio alle colate di 95Pt5Co. La precedente ricerca sui campioni più grandi ha mostrato che la tendenza di questa lega a formare pori da gas grandi e la porosità con restringimento della linea centrale sono state eliminate o ridotte tramite il processo HIP.

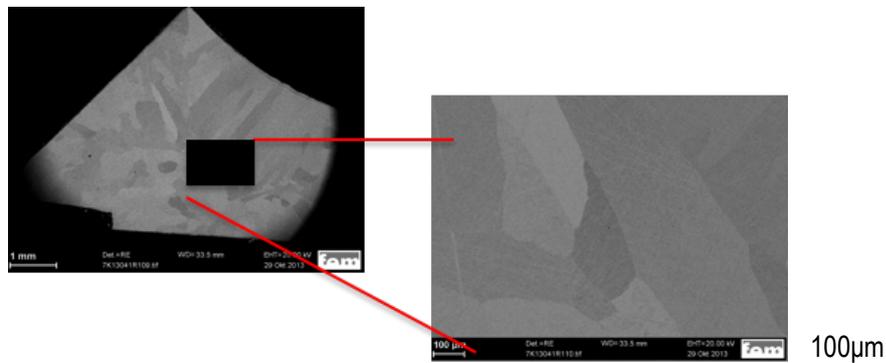


Figure 10 - 95Pt5Co “come colato”

- Grani colonnari molto grandi che crescono dalla superficie durante la solidificazione
- Nessuna porosità macroscopica o microscopica nella condizione “come colato”

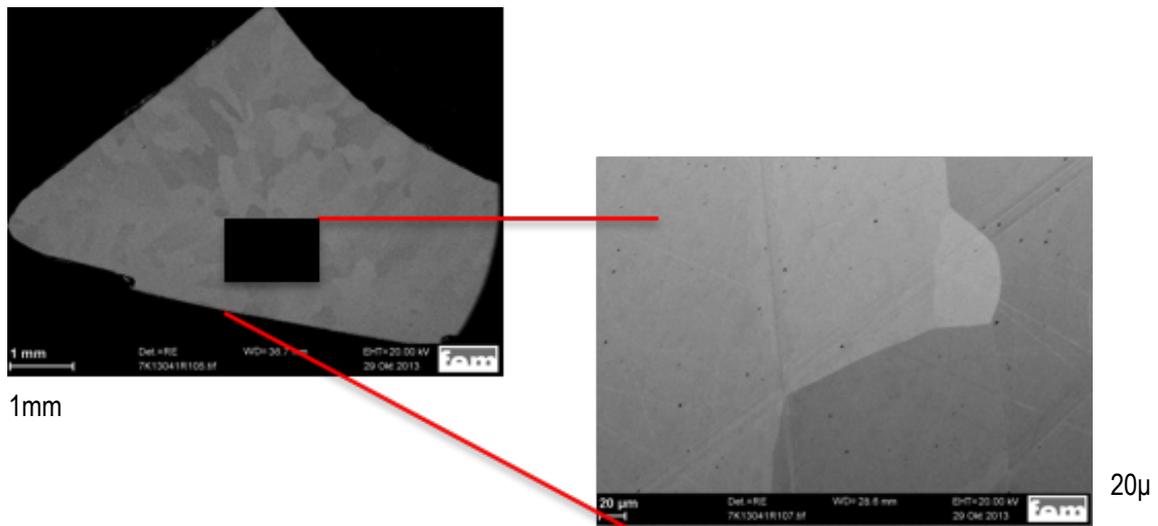


Figura 11 95Pt5Co sottoposto a HIP

- Nessuna variazione significativa alla microstruttura durante il processo HIP

RISULTATI II: DENSITÀ DELLA LEGA

La densità dei campioni testati è stata misurata utilizzando il principio di Archimede per determinare i livelli di densificazione raggiunti attraverso il processo HIP. Nonostante la densità dei campioni “come colati” fosse già molto elevata, il processo HIP ha aumentato i livelli fino quasi al 100%. Si tratta di un risultato notevole, che posiziona le colate alla pari del materiale battuto. Come è possibile notare nella Tabella 3, il processo HIP ha aumentato in maniera più efficace la densità in Pt95Ru5 e Pt90Rh10 ed è stato leggermente meno efficace per 90Pt10Ir che parte già da una densità superiore nella condizione “come colato”. Questo risultato ben si relaziona ai livelli generalmente inferiori di porosità visibile riscontrati nelle sezioni trasversali di Pt90Ir10 dallo studio del 2011. Nonostante 95Pt5Co non sia stato testato in relazione alla densità, si prevedono risultati simili come per il caso di 90Pt10Ir, dati i livelli inferiori di porosità nello stato “come colato”.

Tabella 3 Risultati densità lega

Lega	Condizione	Densità [g/cm ³]	Densità relativa
95Pt5Ru	Come colata	20.32	98.4%
95Pt5Ru	Sottoposta a HIP	20.62	99.9%
90Pt10Ir	Come colata	21.39	99.5%
90Pt10Ir	Sottoposta a HIP	21.48	99.9%
90Pt10Rh	Come colata	19.58	98.2%
90Pt10Rh	Sottoposta a HIP	19.89	99.7%

Certi tipi di difetti non rispondono al processo HIP o producono una risposta di densificazione inferiore. Un notevole limite del processo risiede nel fatto che solo la porosità totalmente sottosuperficiale collasserà; se i pori sono comunque aperti alla superficie della colata, non risponderanno al processo HIP. Questo effetto può essere riscontrato nella porosità di restringimento (Figura 12a). Un altro limite del processo HIP è riscontrabile nei pori da gas. I pori da gas rispondono meno al processo HIP rispetto ai pori di restringimento data la pressione che contengono. Piuttosto che essere eliminati, i pori vengono tipicamente ridotti in termini di dimensioni dal processo HIP, come evidenziato dalla sezione trasversale seguente (Figura 12b).

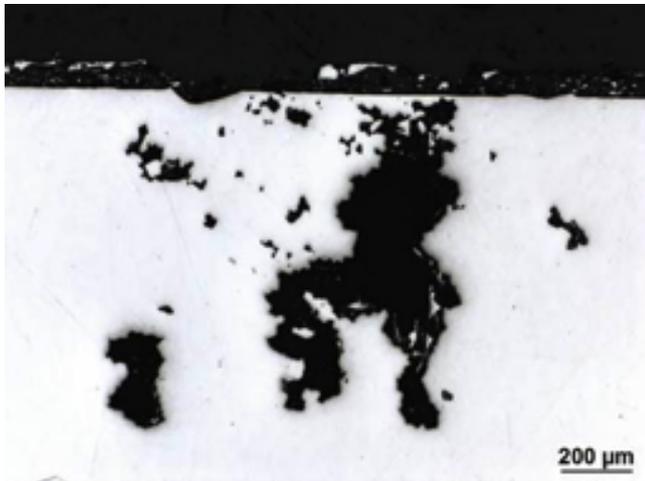


Figura 12a Porosità di restringimento connessa in 95Pt5Ru



Figura 12b Poro da gas Pt90Ir10 sezionato post-processo HIP

RISULTATI III: OMOGENEITÀ DELLA LEGA / EFFETTI SULLA SEGREGAZIONE

Un altro aspetto di questo studio consisteva nel determinare se vi fosse stata una qualche variazione nella segregazione degli elementi della lega durante il trattamento termico ad alte temperature o durante il processo HIP. Nel confrontare la mappatura EDX del 95Pt5Ru nelle condizioni "come colata", "trattato termicamente" e "sottoposto a HIP", è emerso che Ru veniva segregato nelle dendriti primarie durante la solidificazione in maniera simile per tutte e tre le condizioni. Di conseguenza, né il trattamento termico né il processo HIP hanno prodotto variazioni sulla segregazione del Ru. Come ben visibile dalle immagini comparative nella Figura 13, a seguito del processo HIP le dendriti si sono ingrossate, ma la microstruttura non è stata influenzata, in quanto le dendriti hanno rami che possono ingrossarsi senza modificare la dimensione generale della dendrite (Figura 13c).

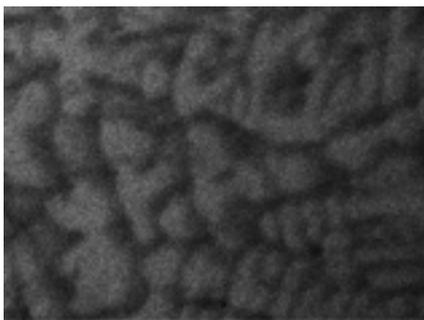


Figure 13a Pt95Ru5 Come colato

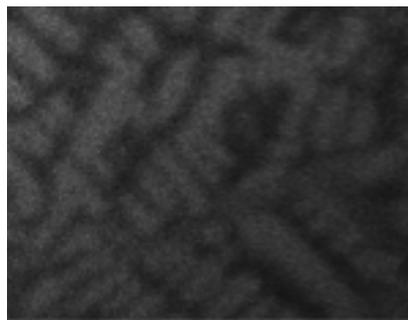


Figure 13b Pt95Ru5 Trattato termicamente

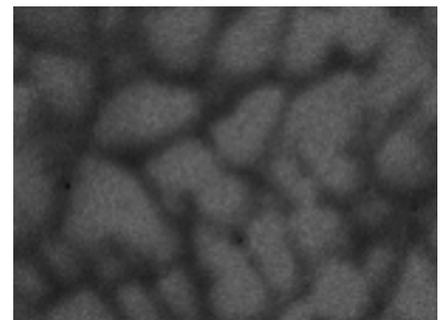


Figure 13c Pt95Ru5 Sottoposto a HIPed

PROVA DI TRAZIONE

Da una ricerca nella letteratura sui dati riguardanti le proprietà meccaniche delle leghe di platino fuse, è emerso che poche erano le pubblicazioni disponibili, ad eccezione dei valori sulla micro-durezza frequentemente citati dalle fonti del settore della gioielleria. La pubblicazione del 1978 di Ainsley e Rushforth è probabilmente stata una delle prime a osservare le proprietà di trazione dalle colate effettive rispetto ai valori dei prodotti stagnati citati con maggiore frequenza. Questi autori hanno pubblicato valori riguardanti una dozzina circa di diverse leghe di platino fuso, incluse due contemplate anche nei nostri test. Va sottolineato che i valori pubblicati per la stessa lega testata erano notevolmente inferiori rispetto ai nostri per la condizione "come colato". Pur non conoscendone la causa, una spiegazione plausibile può essere la difficoltà nell'ottenere barre per test di fusione di alta qualità con le tecnologie disponibili nel 1978.

Questa relativa scarsità di dati concreti non è sorprendente, in quanto la sofisticata tecnica di fusione del platino è stata sviluppata in tempi relativamente recenti. Solo dalla metà degli anni '90, le macchine a induzione in grado di gestire le necessità di alta temperatura del platino si sono affermate. In precedenza, la fusione con bruciatore a ossi-idrogeno su piccola scala era il solo metodo disponibile e la qualità non uniforme, unita a una bassa capacità del peso della colata, ha impedito che la microfusione diventasse il processo industriale convenzionale per il platino. Naturalmente, le condizioni oggi sono cambiate e le leghe a base di platino sono lavorate a livello internazionale con tecniche di microfusione e fusione a induzione.

Mentre le proprietà di trazione per le leghe di platino in condizione "come colata" suscitano un giusto interesse, vi è l'ulteriore motivazione di svolgere questo test come mezzo di comparazione delle caratteristiche di forza di un lega di platino sottoposte a HIP rispetto alla condizione "come colata". In teoria, la maggiore densità del prodotto sottoposto a HIP dovrebbe mostrare valori superiori per una serie di proprietà di trazione, con l'auspicio di riuscire a darne dimostrazione. La tabella 4 mostra il programma dei test eseguiti per produrre i dati, seguita dalla Figura 14, che riproduce la forma geometrica della barra di prova utilizzata per i test di trazione.

Tabella 4 Specifiche di fusione per barre di trazione

Lega	Temp. colata C	Temp. cilindro C	Q.tà barra di prova	Condizione di fusione
95Pt5Ru	1870	850	12	6 come colate; 6 sottoposte a HIP
90Pt10Ir	1870	850	8	4 come colate; 4 sottoposte a HIP
90Pt10Rh	1960	850	8	4 come colate; 4 sottoposte a HIP
95Pt5Co	1850	850	8	4 come colate; 4 sottoposte a HIP

- 1) Barre totali: 36; prove minime richieste: 18
- 2) Posizioni barre di prova in orientamento centrifugo "superiore" e "inferiore"
- 3) Tutte le cere sono state tornite per garantire la precisione dimensionale
- 4) Tutte le barre sottoposte allo stesso assemblaggio con cera con doppio orifizio sulle estremità
- 5) Tutte le barre sono state raffreddate in modo identico
- 5) Tutte le barre sono state sottoposte a HIP con gli stessi parametri



(Unità in mm)

- Design semplice
- Immissione di materiale fuso pesante per tarare l'area con doppio orifizio sulle estremità
- Solidificazione direzionale dall'interno della barra verso le sezioni pesanti esterne ottimizza l'area da tarare



Figura 14 Figura geometrica barra di prova

Prima di avviare le prove di trazione, è stato ritenuto prudente comparare i livelli di porosità riscontrati nella forma geometrica della barra di prova per la condizione "come colata" rispetto a quelli di progettazione della prova utilizzati nell'analisi della porosità riportata nella ricerca del 2011. La figura 15a è la fotomicrografia di 50X di una sezione trasversale desunta dall'area di taratura di una barra di prova di 95Pt5Ru. Nel raffronto con la Figura 15b, una sezione trasversale di 95Pt5Ru a 50X derivante dalla ricerca precedente, è possibile notare una distribuzione diversa in termini di porosità. La barra di prova ha un orientamento in linea centrale per il micro-restringimento, in cui la forma geometrica dell'anello presenta un micro-restringimento più distribuito. Nonostante le differenze riscontrate nei campioni seguenti, l'aspetto da notare in questo caso è che entrambe le forme geometriche producono quella che può essere considerata una condizione quasi ottimale per 95Pt5Ru nello stato "come colato". Al contrario, in relazione alla Figura 16 che presenta il design tipico di un gioiello, si nota facilmente che la solidificazione di questa forma geometrica sarà più difficile dato l'orientamento spesso-sottile e la mancata capacità di solidificarsi direzionalmente. Pertanto, i risultati di trazione rispecchiano una condizione ottimale a confronto con gran parte del prodotto di fusione in situazione reale.

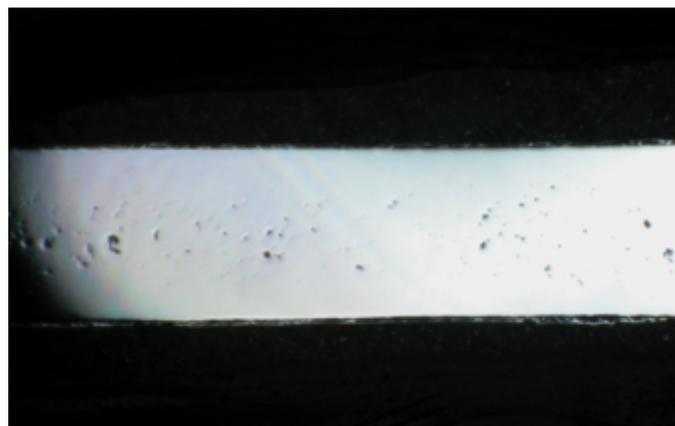


Figura 15a 95Pt5Ru sezione trasversale dell'area di taratura della barra di prova da 50X.
La porosità è concentrata sulla linea centrale

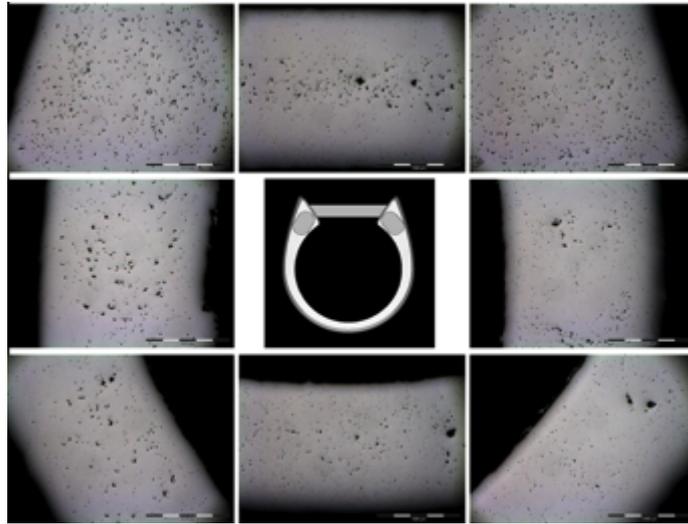


Figura 15b 95Pt5Ru sezione trasversale della forma geometrica di prova con doppio canale di alimentazione. La micro-porosità è distribuita in modo più uniforme in tutta la forma geometrica.

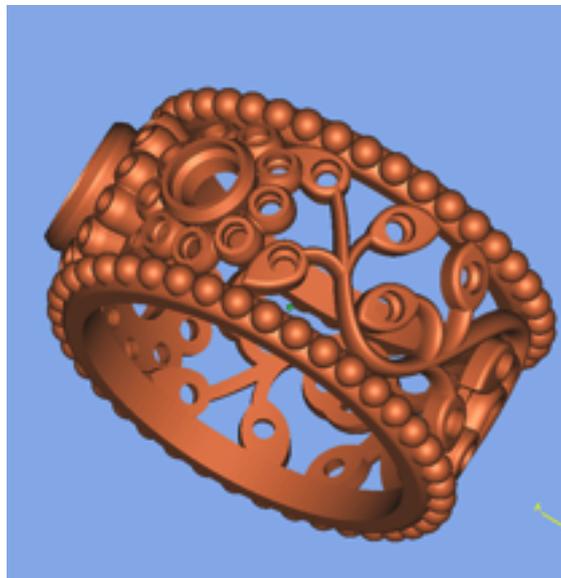


Figura 16 Tipico design di gioiello: giunzioni da spesse a sottili, aree minime per attaccare i canali di alimentazione, nessuna possibilità di solidificazione direzionale

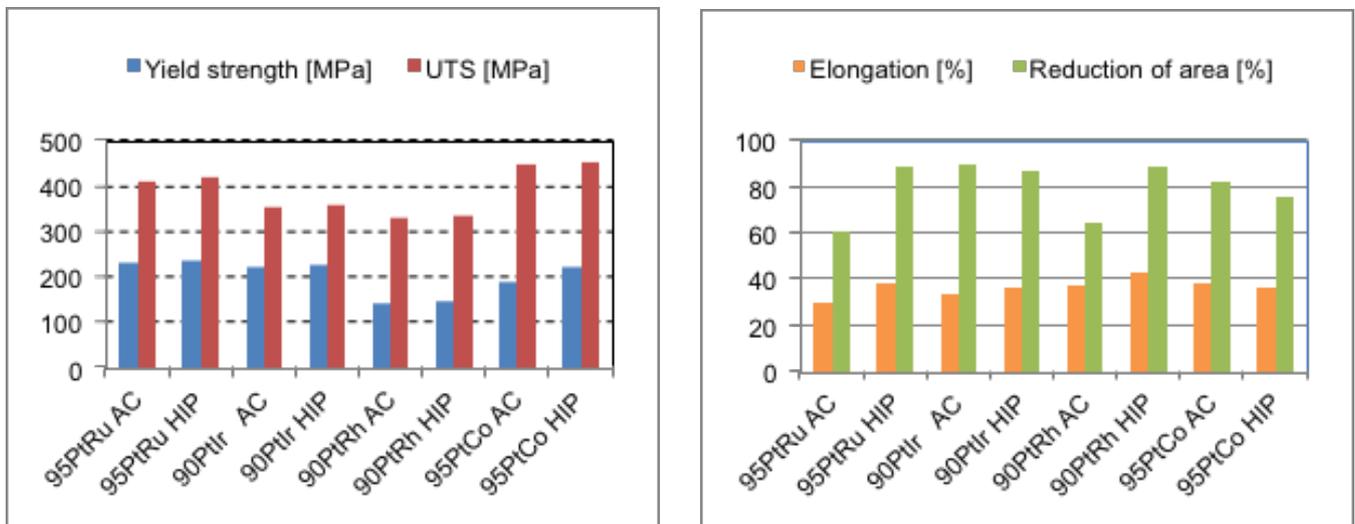
RISULTATI IV: PROVA DI TRAZIONE

I risultati nella Tabella 5 mostrano i valori relativi a: resistenza allo snervamento (YS), forza di trazione massima (UTS), allungamento (ϵ) e riduzione dell'area (ROA). La resistenza allo snervamento descrive i livelli di stress oltre i quali si verifica la deformazione plastica e generalmente aumenterà con la diminuzione della misura del grano cristallino. Seguendo lo snervamento, il materiale in lavorazione si indurisce con la generazione di dislocazioni. Di conseguenza, lo stress richiesto per l'ulteriore deformazione aumenta fino a raggiungere la forza di trazione massima. Nei metalli, i valori UTS saranno in genere correlati ai valori di durezza Vickers. La figura 17 mostra i risultati di trazione in formato grafico.

Tabella 5 Proprietà di trazione (AC = come colata; HIP = pressatura isostatica a caldo)

Condizione e composizione lega	YS [MPa]	UTS [MPa]	ϵ [%]	ROA [%]	Variazione ROA %
95Pt5Ru - AC	225	412	30	55	---
95Pt5Ru - HIP	236	420	39	87	+ 32
90Pt10Ir - AC	219	353	33	90	---
90Pt10Ir - HIP	226	358	36	87	-3
90Pt10Rh - AC	140	330	37	64	---
90Pt10Rh - HIP	144	333	43	89	+25
95Pt5Co - AC	220	452	36	76	---
95Pt5Co - HIP	189	449	38	82	+6

Figura 17 Risultati delle prove di trazione



In caso di sforzi superiori a UTS, che segna il massimo della curva sforzo-deformazione (Figura 17), la sezione trasversale viene localmente ridotta attraverso la strizione del campione. L'ulteriore deformazione è localizzata nella regione della strizione e, di conseguenza, lo sforzo richiesto per un'ulteriore deformazione diminuisce costantemente fino al punto di rottura. L'allungamento totale (ϵ) indica il livello di deformazione plastica che il materiale è in grado di sopportare. I pori nel materiale ridurranno significativamente l'allungamento perché agiscono come siti di concentrazione dello sforzo. L'effetto dei pori è ancor più pronunciato sulla riduzione dell'area, che indica il livello di strizione raggiunto fino alla completa rottura del campione. Mentre l'UTS o la durezza sono proprietà chiaramente importanti da misurare, esse non sono necessariamente le proprietà più critiche per prevedere il malfunzionamento in un ampio numero di applicazioni. Per quanto concerne la durata della fatica, l'allungamento e la riduzione dell'area sono generalmente considerati aspetti più importanti. Nello specifico, nei casi in cui sia prevista una successiva lavorazione del materiale a freddo, una maggiore capacità di piegarsi prima della rottura è di importanza massima.

Il trattamento HIP influenza le proprietà meccaniche delle quattro leghe in modo diverso. Per tutte le leghe, l'effetto su YS e UTS è piuttosto basso. Per 90Pt10Ir e 95Pt5Co, l'effetto sull'allungamento e sulla ROA è esiguo. Tuttavia per 95Pt5Ru e 90Pt10Rh, si riscontra un significativo aumento dell'allungamento e della ROA tramite il processo HIP. Questi risultati sono ben correlati ai livelli di porosità delle diverse leghe e attestano chiaramente che la riduzione della porosità aumenta la duttilità nelle leghe. Un'altra interessante osservazione è stata desunta dall'analisi della distribuzione dell'UTS nella popolazione di campioni. I grafici sottostanti mostrano la differenza nella diffusione tra i gruppi "come colati" e "sottoposti a HIP" (Figura 17). Le barre sottoposte a HIP evidenziano una distribuzione molto stretta, mentre le barre "come colate" sono più distribuite. Questo risultato è ben correlato all'identificazione di livelli inferiori di porosità insieme a una più omogenea dimensione del grano cristallino e della struttura dei campioni sottoposti a HIP.

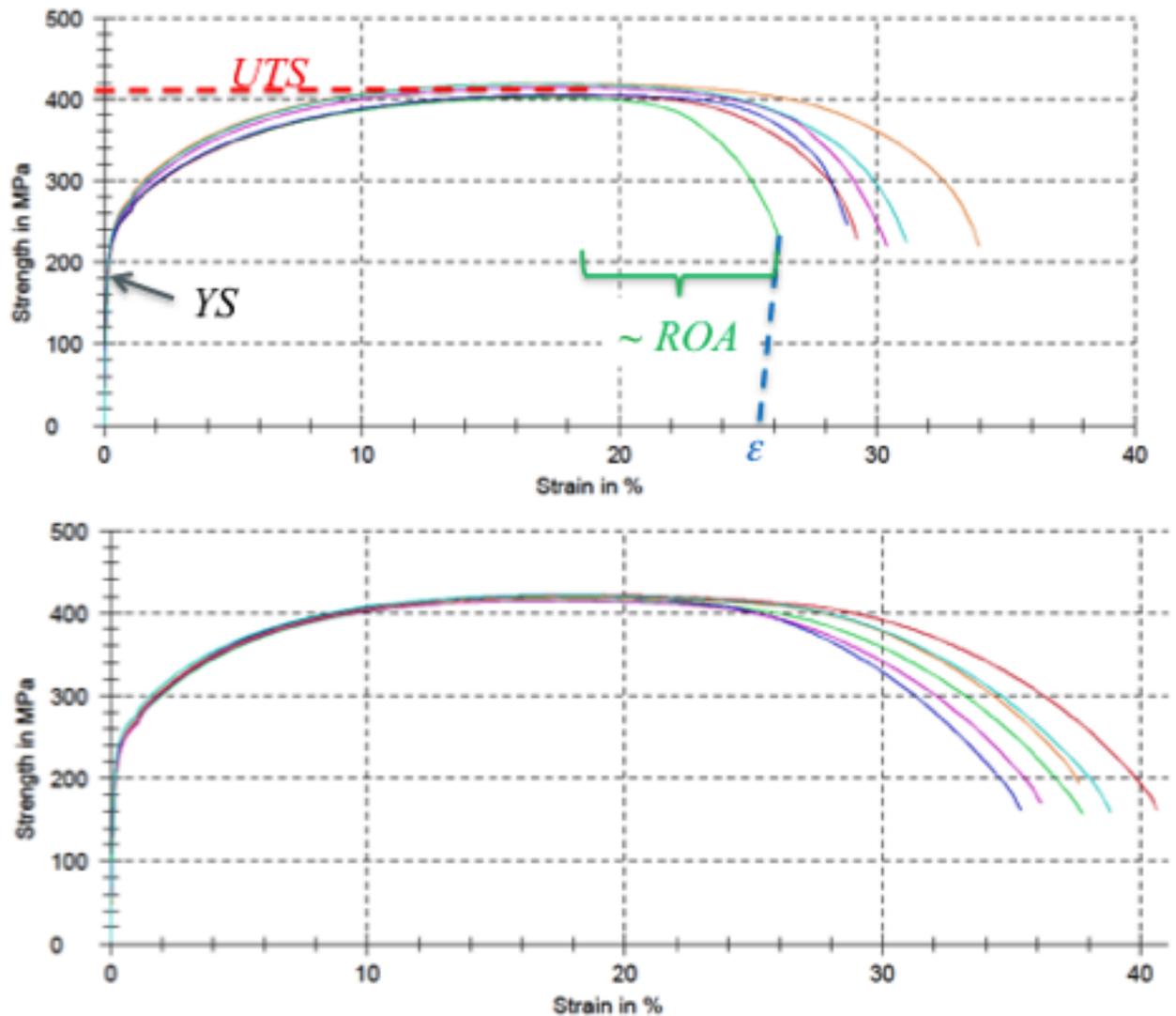


Figure 18 Distribuzione UTS di 95Pt5Ru

Come sopra indicato, la riduzione dei valori dell'area ha evidenziato i benefici più evidenti sul prodotto sottoposto a HIP. Questa proprietà è di particolare interesse nel settore della gioielleria, data la quantità sostanziale di deformazione e formazione, inerente all'incisione, intaglio e dimensioni della pietra nonché a innumerevoli altre operazioni da banco. La riduzione dell'area indica una duttilità del materiale ed è fondamentale per il corretto svolgimento di molte di queste operazioni. Le Figure 18a e 18b mostrano una profonda differenza visiva in termini di duttilità tra le fratture della barra di prova nel 95Pt5Ru "come colato" e sottoposto a HIP.

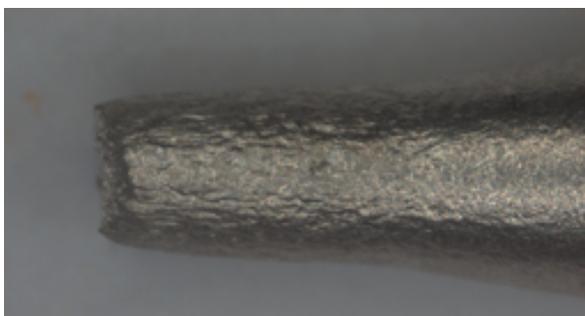


Figure 19a 95Pt5Ru As-cast 55% ROA



Figure 19b 95Pt5Ru HIPed 87% ROA RESULTS V: MICRO-

RISULTATI V: PROVE DI MICRODUREZZA

La durezza è una proprietà molto importante per molte leghe di platino dato l'uso frequente nel settore della gioielleria e in altre applicazioni in cui è richiesta un'elevata resistenza all'usura superficiale. Data la relativa morbidezza delle leghe di platino, la prova di microdurezza è in genere il metodo prescelto. Un aspetto interessante della prova di microdurezza che consente di effettuare esami in maggior dettaglio è la differenza significativa nei valori riportati in base al carico utilizzato nel test. In base alle filosofie adottate dal singolo laboratorio che svolge il lavoro, i carichi tipici utilizzati sono 100, 500, o 1000 grammi. La Figura 19 è un grafico che mostra le differenze nei valori Hv e indentazioni per carico su un campione singolo di 95Pt5Ru.

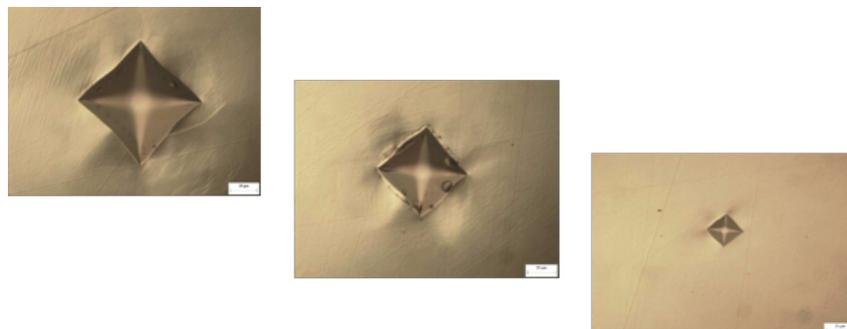


Figura 20 Indentazioni HV su 95Pt5Ru a carichi di 1000/500/100g

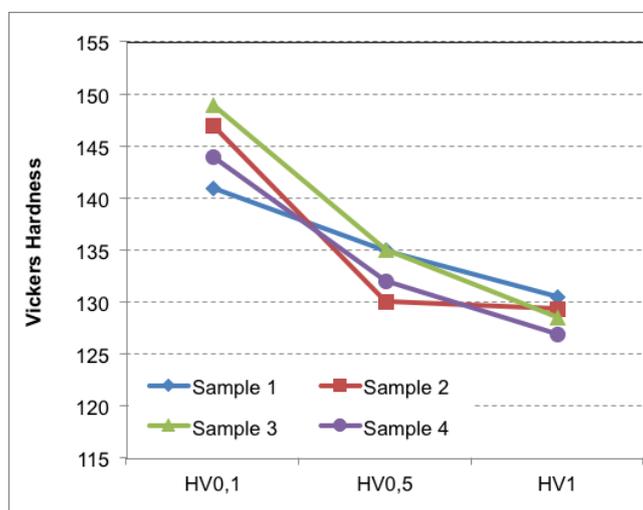


Figure 21 Micro-hardness of 95Pt5Ru results by load. Hardness decreases with increasing load

All'aumentare dei carichi, il valore della durezza Vickers e la distribuzione tra le singole misurazioni diminuiscono. Con carichi maggiori o uguali a 1000 grammi, i valori diventano costanti. In caso di carichi inferiori, possono esservi ripercussioni sull'accuratezza del risultato per diverse ragioni. Con carichi inferiori, la durezza dell'indentazione diminuisce e le informazioni sulla durezza hanno origine da un volume di campione più ridotto. Di conseguenza, i pori, le inclusioni o altre disomogeneità materiali influenzano i risultati ottenuti data la loro concentrazione relativa sull'indentazione stessa. Al contrario, in presenza di pori all'esterno dell'indentazione e con l'indentazione troppo piccola per catturarli, il campione produrrebbe un risultato maggiore rispetto a quanto il materiale massivo consentirebbe. Il principio di misurazione della prova di durezza Vickers richiede la misurazione di entrambe le diagonali della durezza di indentazione. In caso di indentazioni piccole, l'accuratezza di tali misurazioni diventa inferiore e, di conseguenza, la distribuzione tra le singole misurazioni di durezza aumenta. Pertanto, 1000 grammi apparirebbero come un carico più idoneo per testare i campioni della lega di platino macroscopica. Le raccomandazioni dettagliate e le standardizzazioni della prova di durezza Vickers sono reperibili nelle norme nazionali e internazionali, ad es. DIN EN ISO 6507-1:2006-03.

A fronte di ciò, è necessario riconoscere che l'industria del gioiello in Nord America non è standardizzata nel suo approccio di misurazione e reportistica della durezza Vickers. Ad esempio, i valori Hv in questo paper risulteranno molto bassi a confronto con i tipici livelli di durezza riportati per tali leghe ben note, semplicemente a causa dell'elevato carico che abbiamo scelto di applicare. Sarà necessario svolgere un ulteriore lavoro per arrivare a un approccio più standardizzato in relazione alle prove di microdurezza e reportistica in tutto il settore del gioiello. Questo migliorerebbe la comprensione delle aspettative di performance dei materiali da parte di designer e produttori e aiuterebbe a prevedere la resistenza all'usura in maniera più standardizzata.

La tabella 6 riporta i valori di durezza Vickers per tre delle leghe testate. Con la possibile eccezione di 950 PtRu, tutti i valori riportati delle leghe sono così vicini nelle condizioni pre/post-HIP che qualsiasi differenza viene ritenuta sostanzialmente irrilevante.

Anche 950 PtRu che mostra uno spread di 12 punti non è sufficiente per essere descritto come materiale considerevolmente più duro in base alla performance. Pertanto, è possibile concludere che la durezza non è significativamente influenzata dal processo HIP sulle leghe a base di platino testate.

Tabella 6 Risultati microdurezza Vickers

Durezza Hardness HV1			
Lega	Come colata	Sottoposta a HIP	Trattamento termico
90Pt10Ir	113	111	123
90Pt10Rh	89	89	n/a
95Pt10Ru	113	125	128
95Pt5Co	126	122	N/A

Conclusioni

L'impatto più significativo della pressatura isostatica a caldo sulle leghe a base di platino è una riduzione della porosità. I livelli ridotti di porosità hanno molti vantaggi associati, incluso un notevole aumento della duttilità nella maggior parte delle leghe testate senza sacrificare la resistenza. Tra le proprietà di trazione testate, la risposta più rilevante è stata rilevata nei valori della ROA, un indicatore chiave sulla duttilità di una lega.

Un altro risultato importante dimostrato dalla presente ricerca è stato l'effetto HIP sulla dimensione e sulla struttura del grano cristallino. Sebbene siano necessarie ulteriori prove per descrivere meglio questo aspetto, i nostri risultati iniziali indicano una dimensione del grano cristallino più fine ed uniforme nei campioni sottoposti a HIP, almeno per la lega 95Pt5Ru.

Le evidenze confermano inoltre che la risposta all'HIP è fortemente influenzata dalla composizione della lega. 95Pt5Ru ne beneficia in modo particolare per gli alti livelli di porosità presenti nella condizione "come colata", mentre 95Pt5Co ne beneficia a livello minimo in termini di porosità.

Si raccomandano ulteriori studi per valutare l'impatto dei cambiamenti qualitativi nel prodotto sottoposto a HIP sulle operazioni di produzione. Le evidenze empiriche indicano fortemente una maggiore facilità nelle operazioni da banco, data l'eliminazione della microporosità sottosuperficiale e, in generale, condizioni metallurgiche più omogenee, inclusa l'uniformità dei grani cristallini. Le operazioni di lucidatura, intaglio e incisione possono tutte beneficiare di una inferiore porosità e di una microstruttura più uniforme. Inoltre, la maggiore duttilità dovrebbe, in teoria, implicare un numero inferiore di rotture dovute alla piegatura del metallo e alle operazioni di formatura.

Ringraziamenti

Gli autori desiderano ringraziare Kevin Mueller e Janice Collins di TechForm per aver svolto gli esperimenti di fusione e Bodycote North America per aver effettuato le lavorazioni HIP. Un sentito ringraziamento anche a Steven Adler di A3DM per aver fornito i modelli stampati in 3D. Il lavoro svolto presso fem, Forschungsinstitut Edelmetalle & Metallchemie, faceva parte del progetto num. AiF 16413N ed è stato finanziato nel quadro del programma IGF dal Ministero dell'Economia e dell'Energia della Repubblica Tedesca, ai sensi di una decisione del Bundestag tedesco.

Bibliografia

¹ Teresa Fryé and Dr. Jörg Fischer-Bühner "Platinum Alloys in the 21st Century: A Comparative Study," The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 2011, ed. Eddie Bell (Albuquerque: Met-Chem Research, 2011).

² G.F. Carter, D.E. Paul: Materials Science and Engineering, ASM International, 1991, 7th printing 2007, p.322

³ ASTM Standard B328, "Standard Testing Method for Density, Oil Content & Interconnected Porosity of Sintered Metal Structural Parts and Oil Impregnated Bearings," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2003

⁴ G. Ainsley, A.A. Bourne and R.W.E. Rushforth, "Platinum Investment Casting Alloys," Platinum Metals Review 22, no. 3 (1978) : 78-87