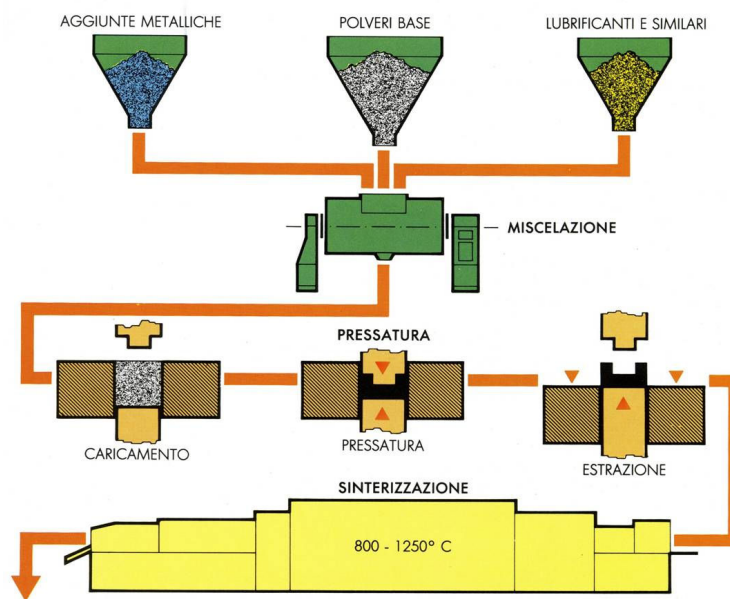


Capitolo 1

Caratterizzazione di leghe non ferrose

La metallurgia delle polveri è un procedimento produttivo atto a realizzare particolari metallici per sinterizzazione, e cioè l'unione delle singole particelle alla loro superficie di contatto, di polveri compresse in uno stampo^[14].

Il materiale grezzo è costituito da polveri metalliche di ben determinata granulometria ed elevata purezza. Grandissima è la varietà delle polveri che possono essere utilizzate: da quella di ferro, rame, stagno, piombo, nichel, a quelle di berillio, molibdeno, tungsteno e metalli preziosi, da preleghe di ottone, bronzo, alpacca, acciai al carbonio e inossidabili a miscele speciali quali quelle per materiali di attrito, spazzole elettriche, per collettori ed altro. Si possono anche usare materiali non fondibili quali carburi, metalli refrattari ecc.



La polvere viene compressa tra un punzone ed un contro-punzone in uno stampo sino ad ottenere la misura e la forma desiderate; estratto dallo stampo, il pezzo è successivamente riscaldato in un forno ad atmosfera controllata ad una temperatura sufficiente ad ottenere la sinterizzazione. Dopo la sinterizzazione il pezzo può essere già pronto

per l'uso oppure, quando sono richieste tolleranze molto strette ed elevata densità, può essere sottoposto ad una calibratura entro uno stampo analogo a quello usato per la formatura.

Il processo consente di ottenere particolari con densità e porosità variabili entro limiti molto vasti: i pezzi ad alta densità e bassa porosità (ottenuti di regola per formatura, sinterizzazione, calibratura, e risinterizzazione) hanno proprietà meccaniche e fisiche molto diverse (fig.1.a e fig. 1.d). Per contro, i pezzi a ridotta densità ed elevata porosità si prestano all'impregnazione con lubrificanti o altri materiali non metallici diventando così autolubrificanti, fig.1.b, oltre naturalmente all'impiego diretto come elementi filtranti o simili, fig.1.c.

E' anche possibile effettuare l'infiltrazione del pezzo con leghe aventi punto di fusione inferiore a quello della lega base.



Fig 1.a e 1.b Esempi di applicazioni della metallurgia delle polveri

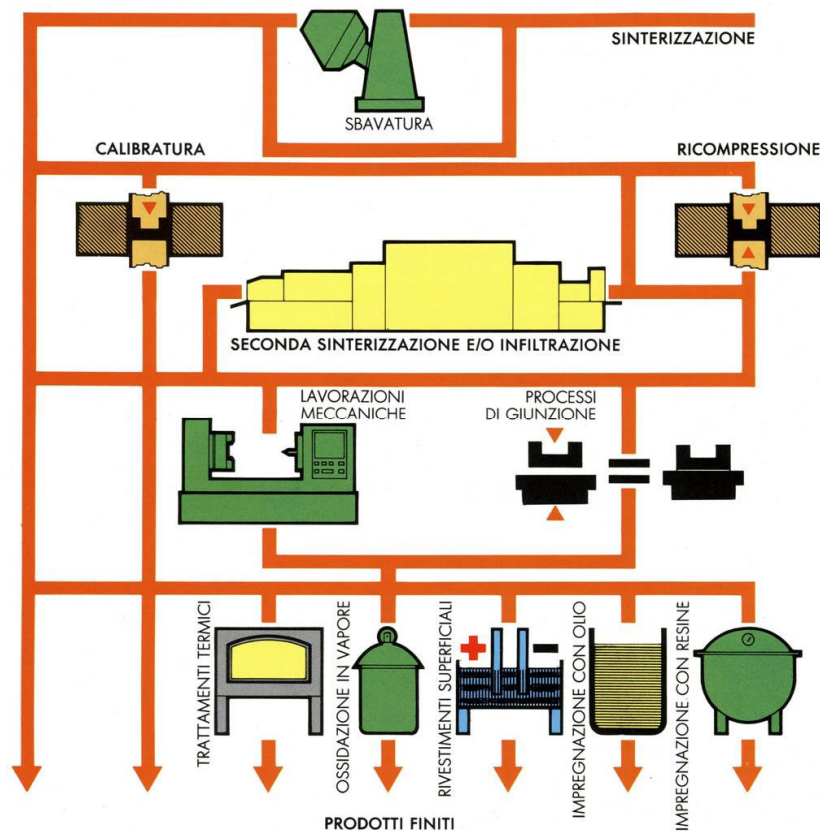


Fig 1.c e 1.d Esempi di applicazioni della metallurgia delle polveri

I pezzi sinterizzati possono essere lavorati alle macchine utensili; qualche precauzione deve essere presa nel caso di particolari ad alta porosità per evitare di intasare i pori durante la lavorazione: si sostituiscono perciò le operazioni di rettifica con una calibratura e, nel caso di fori, con l'impiego di sfere, brocche senza tagliente, spine coniche ed altri.

E' possibile trattare galvanicamente o con gli altri metodi usuali la superficie dei pezzi sinterizzati ad alta densità; per quelli molto porosi il trattamento deve essere preceduto da un'impregnazione superficiale con resine sintetiche, oppure da brunitura o pallinatura, in modo da occludere i pori.

Nei sinterizzati ad alta densità è possibile eseguire i normali trattamenti termici; è possibile la saldatura per fusione o elettrica a resistenza (in qualche caso anche ad arco) e la brasatura come sulla lega di pezzo.



La metallurgia delle polveri offre dunque diversi vantaggi:

1. di consentire l'uso di materiali o miscele di materiali che non potrebbero essere impiegati in processi di fusione;
2. di permettere la variazione entro limiti assai ampi delle caratteristiche di densità e porosità dei pezzi, consentendo la loro impregnazione e infiltrazione;
3. di eliminare operazioni di finitura e di lavorazione di macchina perché in molti casi le tolleranze ottenute sono sufficienti, la forma dei pezzi può essere anche comples-

sa, la finitura superficiale è molto buona, si possono disporre inserti (p. es. di ferro in rotori di bronzo di piccoli motori a corrente continua)

4. di ridurre al minimo il consumo di materiale;
5. di rispettare l'ambiente.

Sinterizzati di rame, ottone e bronzo, sono da anni utilizzati prevalentemente come materiali per cuscinetti a strisciamento autolubrificanti, capaci in esercizio di rilasciare olio, del quale sono stati preventivamente imbibiti. Ci si chiede se questi materiali possano essere presi in considerazione anche per l'impiego in applicazioni strutturali, campo ritenuto quasi esclusivo di prodotti massivi.

In questo capitolo saranno analizzate alcune delle caratteristiche meccaniche di questi elementi in modo da poter valutare, confrontando con i rispettivi materiali massivi, se vi è la possibilità di aumentarne il campo di impiego, che al momento è quasi esclusivamente quello delle bronzine.

1.1 Materiali oggetto di studio

I materiali presi in considerazione da questo elaborato sono polveri metalliche ottenute da tre materiali metallici non ferrosi:

- Rame, dal quale si producono 2 polveri metalliche il PM100, e il CuSE;
- Ottone, dal quale si ricava la polvere, Ot 212;
- Bronzo, del quale si analizzano la polvere Bz W 250 e la PMX 551.

1.1.2 Il rame

Il PM100 e il CuSE sono due polveri di rame ottenute con un diverso processo di produzione, mediante atomizzazione la prima, e mediante processo elettrochimico di elettrolisi la seconda.

Le due polveri risultano diverse sia dal punto di vista composizionale che dal punto morfologico. Questa differenza è dovuta esclusivamente al processo di produzione.

Prima di passare a confrontare le caratteristiche superficiali e di composizione della SE e della PM100 si ritiene utile descrivere brevemente le due metodologie di produzione, utilizzabili per la produzione di una qualsiasi polvere metallica.

Il metodo di produzione di polveri per via elettrochimica^[6] (polvere SE) fa uso di un processo simile a quello di raffinazione dello stesso. In questo caso però gli anodi, immersi nell'acido solforico, sono già di rame puro mentre le condizioni di elettrodeposizione sono tali da evitare la formazione di un deposito liscio e compatto; vengono perciò usati catodi di antimonio-piombo, concentrazioni dell'acido pari a un terzo e densità di corrente doppie rispetto a quelle che si usano nel processo di raffinazione. La polvere che si deposita sul catodo viene periodicamente staccata mediante vibrazioni e raccolta sul fondo: lavata e dopo viene asciugata. Per alcune produzioni è necessario un processo di riduzione.

Benché il metodo appena descritto porti all'ottenimento di una polvere con ottime caratteristiche superficiali, quali elevata superficie specifica e basso contenuto di ossigeno, esso risulta essere piuttosto oneroso: sono necessari ingenti investimenti industriali sia per quanto riguarda lo spazio negli stabilimenti sia per la necessità di trattare l'acido solforico con opportune attenzioni, oltre ai costi di smaltimento.

L'utilizzo dell'atomizzazione^{[1][4]} limita in maniera considerevole queste due problematiche. Questo metodo è basato sulla fine nebulizzazione del metallo fuso in un mezzo refrigerante in modo da ottenere piccolissime gocce che vengono solidificate prima di potersi aggregare:

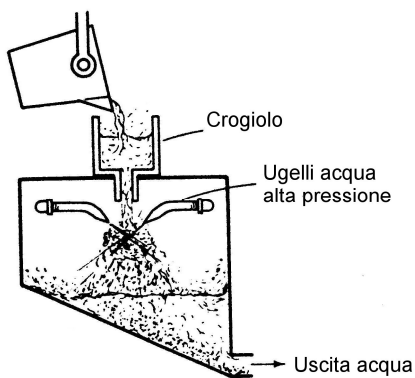


Figura 2.2: atomizzazione in acqua.

una vena di metallo liquido viene fatta passare in un orifizio e quindi un getto d'acqua (o olio) o aria (o gas) ad alta velocità disperde il liquido in piccole particelle (figure 1.1 e 1.2). Il mezzo refrigerante, la velocità del fuso, la geometria dell'orifizio, la composizione del fuso, la velocità del mezzo refrigerante, sono tutte variabili che determinano la geometria e la distribuzione delle particelle finali. Tradizionalmente il mezzo di raffreddamento può essere acqua o gas: si ottiene una polvere di forma irregolare e di ossidazione superficiale media, in aria la polvere che si ottiene ha una forma sferica; utilizzando gas inerti (N_2 o Ar)

è possibile ottenere una polvere che superficialmente presenta una bassa ossidazione ma è evidente che i costi sono molto elevati.

Nel caso della produzione del rame si ha una problematica ulteriore: il rame fuso è caratterizzato da una elevata tensione superficiale ($\gamma=0.1303 \text{ N/m}$) tendente a portare le goccioline verso una forma piuttosto sferica e quindi in ultima analisi un basso valore della superficie specifica. Questa tendenza è stata analizzata fin dagli anni '60, quando vennero brevettate le prime polveri atomizzate in rame contenenti basse percentuali di elementi disossidanti, quali il magnesio. La presenza del magnesio, così come altri elementi quali litio e zinco, abbassano l'energia superficiale del fuso e consentono l'ottenimento di una polvere spugnosa, quasi elettrolitica. Ecco perché le polveri atomizzate di rame, qualora sia necessaria una elevata superficie specifica, presentano nella composizione tracce di altri elementi. È importante notare come il magnesio determini due conseguenze: superficie meno ossidata e superficie specifica maggiore (non possono essere resi pubblici studi che mettano in relazione le due conseguenze). A ragione delle motivazioni sopra citate la polvere PM100 è atomizzata in acqua per poter ottenere alta superficie specifica, modesta ossidazione superficiale e basso costo di produzione.

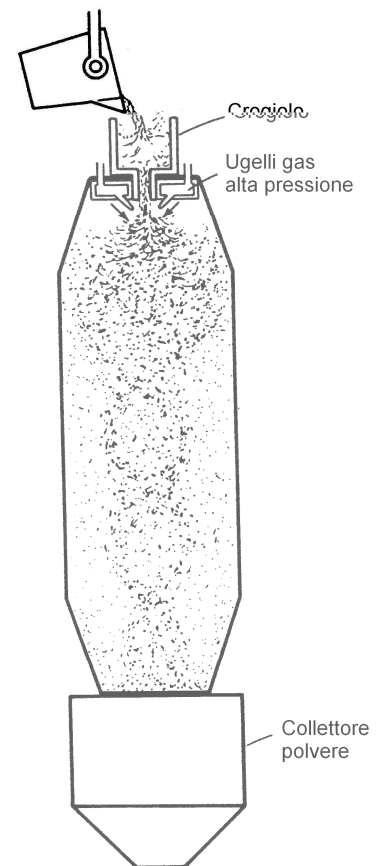


Figura 1.1: atomizzazione in aria.

Dai collaudi delle varie polveri si riesce a risalire alla distribuzione delle dimensioni delle particelle, le caratteristiche superficiali e l'ossidazione superficiale. La tabella 1.1 riassume i dati delle due polveri.

Tabella 1.1: analisi di Granulometrica e superficiale delle polveri PM100 e SE.

| | | PM100 | SE |
|--|--------------------|-------------|---------|
| Composizione | | Cu+ 0.2% Mg | 100% Cu |
| Distribuzione dimensione particelle(%) | >150 μm | 0 | 0 |
| | >75 μm | 9.6 | 6.9 |
| | >45 μm | 34.7 | 38.4 |
| | <45 μm | 65.3 | 61.6 |
| Densità apparente [g/cm^3] | | 2.34 | 2.22. |
| Velocità scorrimento [sec/50 g] | | 32 max | 33 max |
| Microarea superficiale [m^2/g] | | 0.112 | 0.114 |
| H_2 loss [%] | | 0.09 | 0.12 |

Come si è già avuto modo di ricordare, viste le problematiche nell'atomizzazione del rame, la polvere PM100 presenta nella sua composizione uno 0.2% di magnesio rispetto alla classica polvere elettrolitica in cui non si hanno elementi diversi se non presenti in tracce.

Le caratteristiche dimensionali delle particelle si ottengono mediante l'analisi granulometrica. La polvere PM100 è stata prodotta come sostitutivo della SE, quindi, è logico attendersi che le grandezze relative a densità apparente, scorrevolezza e distribuzione granulometrica siano il più possibilmente simili. Tali grandezze devono essere simili: si può notare una granulometria e una densità apparente leggermente maggiore per la PM100, che non ne pregiudica l'interscambiabilità.

Le figure 1.4 e 1.5 sono due immagini S.E.M. delle due polveri analizzate. La SE è molto più spugnosa in quanto le braccia dendritiche che si formano lentamente comportano un aumento notevole della superficie a parità di volume; la PM100 risulta essere invece più massiva e concentrata. L'area superficiale delle due polveri, però, non è molto diversa passando dalla PM100 alla SE aumentando solo del 2.3%, molto meno di quello che si potrebbe intuire osservando le immagini al S.E.M..

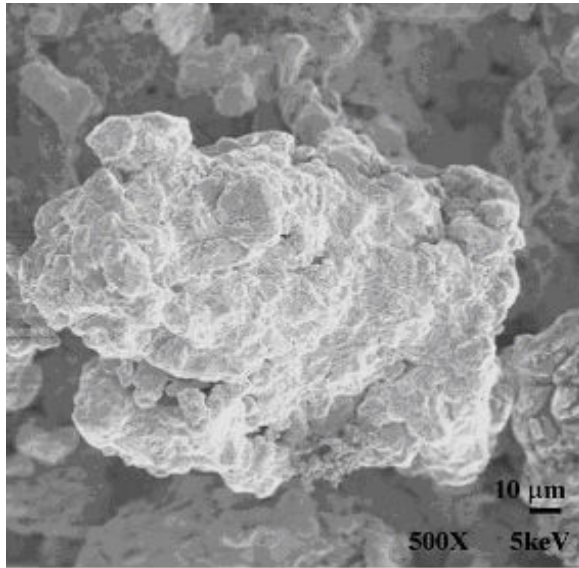


Figura 1.4: grano di polvere PM100 a 500 ingrandimenti

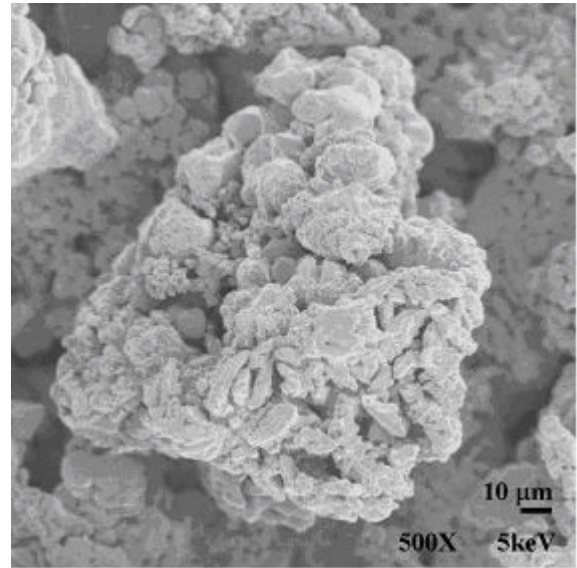


Figura 1.5: grano di polvere SE a 500 ingrandimenti



Figura 1.6: superficie di un grano di polvere PM100 a 3000 ingrandimenti.

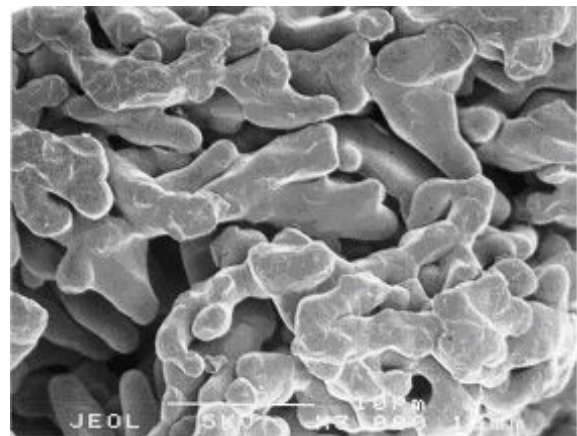


Figura 1.7: superficie di un grano di polvere SE a 3000 ingrandimenti.

Se si aumenta l'ingrandimento dello strumento è possibile visualizzare in dettaglio la superficie dei rispettivi grani: la polvere PM100 (figura 1.6) mostra una superficie piuttosto contorta, probabilmente tensionata dall'elevato gradiente termico subito nel raffreddamento durante il processo di atomizzazione; nel caso della SE invece (figura 1.7), si distinguono le varie braccia delle dendriti con una superficie liscia.

L'analisi al microscopio ottico dei campioni metallografici delle polveri (figure 1.8 e 1.9) permette di affermare che nella PM100 vi sono pori interni alla polvere.

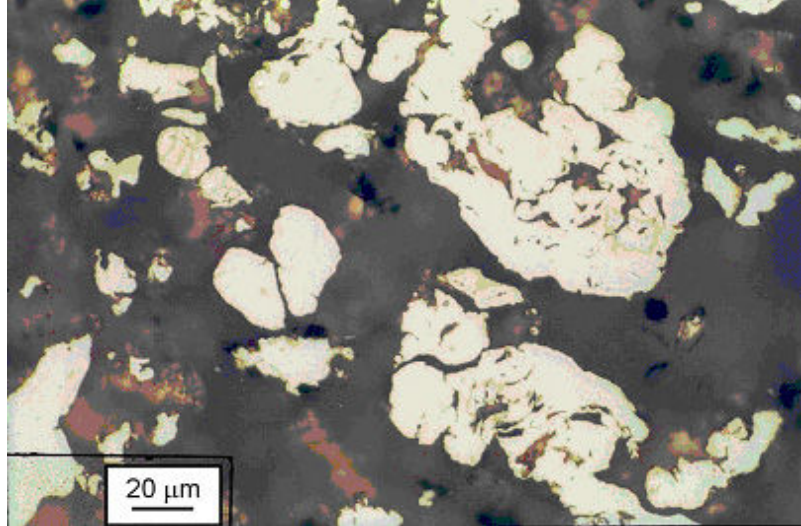


Figura 1.8: sezioni di grani di polvere PM100.

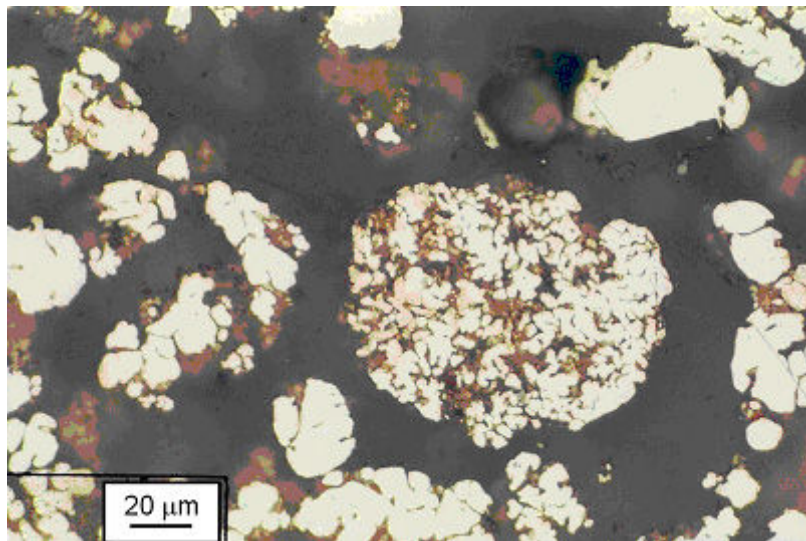


Figura 1.9: sezioni di grani di polvere SE.

Ritornando al valore della superficie specifica delle due polveri è importante notare che è soltanto grazie alla presenza del magnesio e alla conformazione dell'ugello dell'atomizzatore che i due valori sono rapportabili: se la PM100 fosse una comune polvere di rame puro atomizzato (quindi molto sferica) i due valori non sarebbero neppure confrontabili.

L'ultimo dato della tabella rappresenta la perdita di ossigeno della polvere ottenuto con il test E159-92 (Vol. 02.05 Section 2 ASTM (1995)), comunemente utilizzato per stabilire il grado di ossidazione di una polvere. La misura tiene conto solo dell'ossigeno presente in ossidi riducibili a temperature inferiori agli 800°C, essa non è quindi in grado di misurare l'ossigeno presente in composti del tipo SiO₂, Al₂O₃, MgO o CaO, perché l'apparecchiatura non raggiunge le temperature necessarie alla loro riduzione.

Nel caso della polvere PM100 quindi, la misura è falsata dalla presenza del magnesio, il quale essendo fortemente disossidante tenderà alla formazione di MgO. Quindi i dati di 0.09% e 0.038% non devono far pensare che le due polveri abbiano un grado di ossidazione superficiale circa equivalente: il fatto è che il test dell'H₂ loss è inadatto alla comparazione di questa grandezza in quanto è presente un ossido molto stabile.

Un metodo per poter confrontare i dati delle perdite di ossigeno per le due polveri in questione, si ha con l'uso di tecniche EDXS^[13].

Dai due spettri è possibile notare come la polvere PM100 presenti un valore di ossigeno maggiore della SE, che mediante un programma di calcolo proprio dello strumento, è stato convertito in concentrazioni di ossigeno rispettivamente del 20,6% e 12,9%. Quindi sulla superficie della polvere PM100 è presente maggior ossigeno.

1.1.3 L'ottone

Il secondo materiale non ferroso utilizzato è l'ottone e le analisi sono state effettuate solo su di una polvere, l'Ot 212. Questa è ottenuta per atomizzazione di una lega Cu-Zn 70/30, valore confermato con analisi allo spettrofotometro atomico di un campione di polvere. Le caratteristiche peculiari di questa lega in polvere sono riassunte in tabella 1.2.

Tabella 1.2: analisi granulometrica e superficiale della polvere Ot 212.

| | | Ot 212 |
|---------------|---------|-------------|
| Composizione | | Cu+ 29.6%Zn |
| Distribuzione | >150 µm | 0 |

| | | |
|--|-------------------|------|
| dimensione particelle(%) | >75 μm | 20.5 |
| | >45 μm | 82.7 |
| | <45 μm | 17.3 |
| Densità apparente [g/cm^3] | | 3.09 |
| Velocità scorrimento [$\text{sec}/50 \text{ g}$] | | 28 |

L'aspetto morfologico della polvere, lo si può osservare direttamente sulle foto eseguite al SEM riportate di seguito. In questo caso non vengono additivati componenti, perchè l'atomizzazione di queste polveri produce già una particella morfologicamente irregolare, e quindi, adatta al successivo processo di sinterizzazione.

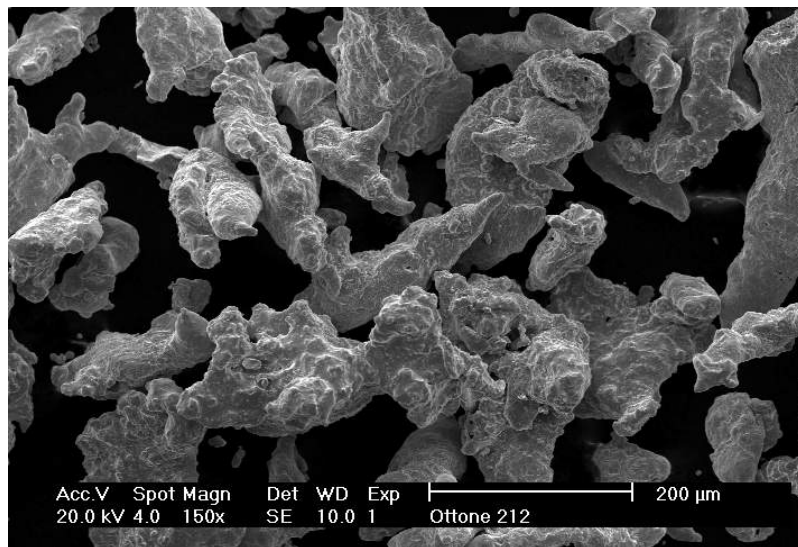


Fig 1.12 Polveri di Ot 212 a 150 ingrandimenti.

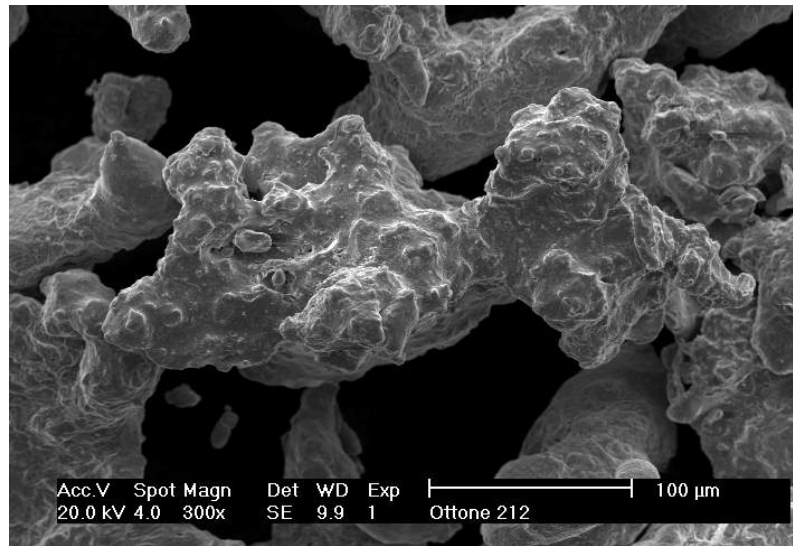


Fig 1.13 Polveri di Ot 212 a 300 ingrandimenti.

1.1.4 Il bronzo

L'impiego predominante di questo materiale è nella produzione di cuscinetti a strisciamento autolubrificanti. In effetti, un rame viene mescolato assieme a della polvere di stagno, proprio per l'ottenimento di un bronzo, ed è il caso della PMX 551, premiscela studiata e realizzata da Pometon S.p.A.

E' da notare, che dei materiali impiegati, questa è l'unica miscela, le altre sono tutte polveri legate, cioè ottenute dall'atomizzazione della lega fusa.

Nella tabella 1.3 si riportano i dati relativi ai due tipi di bronzo così come analizzati da collaudo.

Tabella 1.3: analisi granulometrica delle polveri Bz W250 e PMX551.

| | | Bz W 250 |
|--|---------|-------------|
| Composizione | | Cu-Sn 90/10 |
| Distribuzione dimensione particelle(%) | >250 μm | 0 |
| | >212 μm | 1 |
| | >150 μm | 16.7 |

| | | |
|--|-------------------|------|
| | >63 μm | 78.6 |
| | <63 μm | 21.4 |
| Densità apparente [g/cm^3] | | 3.08 |
| Velocità scorrimento [$\text{sec}/50 \text{ g}$] | | 26.5 |

| | | |
|--|--------------------|-------------|
| | | PMX 551 |
| Composizione | | Cu-Sn 90/10 |
| Distribuzione dimensione particelle(%) | >300 μm | 0 |
| | >106 μm | 2.2 |
| | >45 μm | 40.5 |
| | <45 μm | 59.5 |
| Densità apparente [g/cm^3] | | 3.07 |
| Velocità scorrimento [$\text{sec}/50 \text{ g}$] | | 23 |

L'analisi al SEM delle polveri di bronzo atomizzato mette in risalto una buona superficie specifica. Come si può vedere nella tabella 3, queste due polveri sono diverse, anche se si parla sempre di bronzo 90/10.

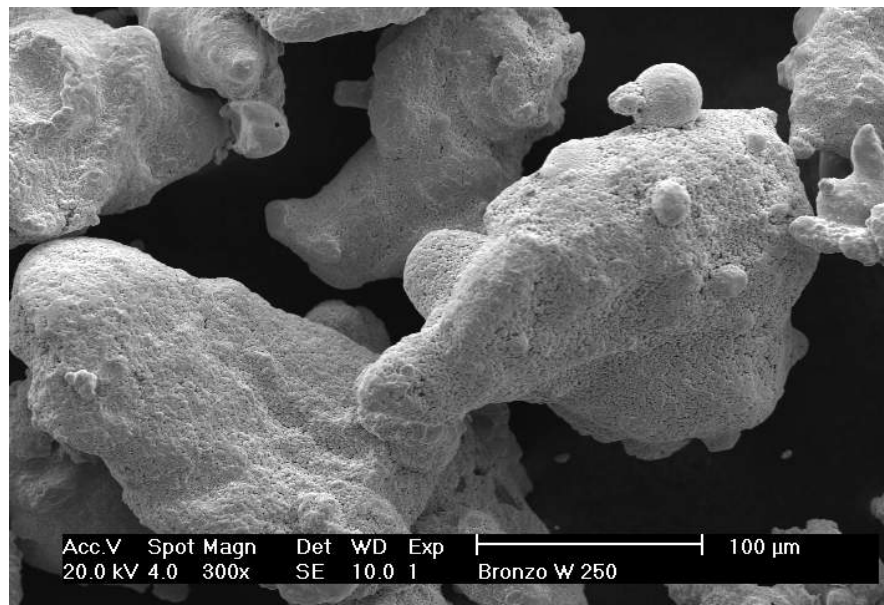


Fig 1.13 Foto al SEM del bronzo atomizzato a 300 ingrandimenti

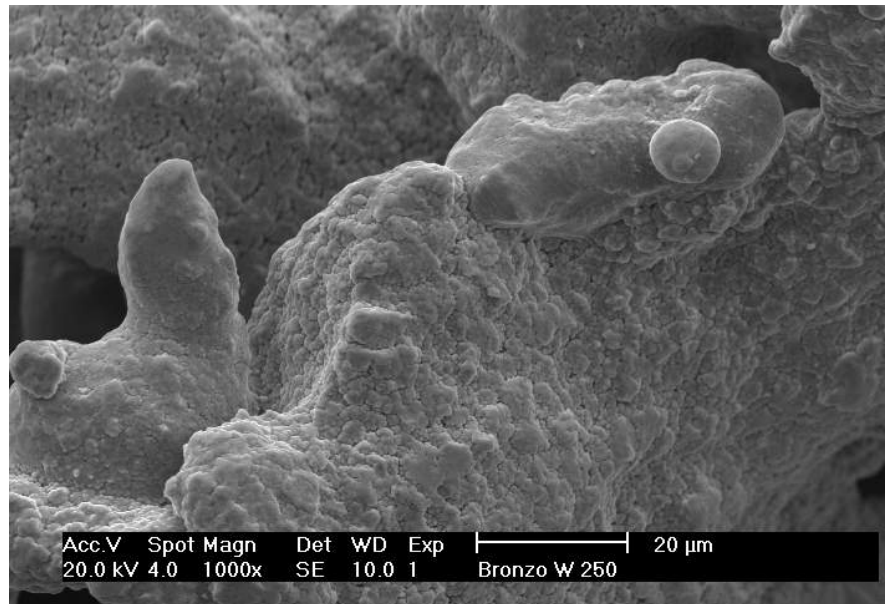


Fig. 1.14 Foto al SEM del bronzo atomizzato a 1000 ingrandimenti

Le foto della PMX 551 non vengono riportate in quanto si vedrebbero solamente particelle di rame e particelle di stagno atomizzato miscelate insieme al lubrificante.

1.1.5 Il lubrificante

La preparazione delle polveri consiste nel miscelare a queste polveri un lubrificante in grado di diminuire l'attrito tra la polvere e la parete dello stampo. Ciò permette una minore usura dello stampo e abbassa lo sforzo di estrazione.

Questo è l'unico scopo del lubrificante. Infatti, una volta entrato in forno, si deve dapprima eliminarlo tramite una prima fase detta "delubrificazione". L'aggiunta di lubrificante ha anche degli effetti negativi:

- o diminuisce la massima densità ottenibile;
- o in fase di delubrificazione lasciano dei residui all'interno del pezzo (come lo stearato di Zn);
- o in fase di delubrificazione rilasciano ossigeno che può legarsi chimicamente creando ossidi.

A fronte di questi svantaggi, la strada è minimizzare il contenuto di lubrificante, anche se la soluzione migliore sarebbe l'assenza completa, ricorrendo alla lubrificazione del solo stampo, cosa di difficile realizzazione industriale.

Nel nostro caso si è optato per un lubrificante tipo “cera C” (ETILEN BIS STERE-AMMIDE) in una percentuale totale dello 0,6%.

La scelta, ovviamente, non è casuale, ma deriva da studi effettuati precedentemente, in cui si sono messi a confronto tre lubrificanti, tra cui la cera tipo C. Queste analisi hanno messo in luce una ridotta efficacia dello Zinco stearato, nelle prove di scorrevolezza. Conseguentemente è da ritenersi assolutamente inidoneo nei processi industriali.

La scelta ricade, quindi, sulla cera di tipo C, che già a 0,6% dà buoni valori per lo sforzo di estrazione e che contribuisce a mantenere bassa la densità (non bisogna dimenticare che la cera durante la sinterizzazione, viene eliminata per cracking).

1.2 Pressatura

1.2.1 Descrizione del processo di pressatura

Le polveri presentano uno spazio vuoto che varia tra il 70 ed il 90% del volume complessivo occupato, a seconda della morfologia della polvere. Applicando una pressione crescente, la percentuale di spazio vuoto si riduce finché la densità del pezzo compattato raggiunge dei valori simili a quella del materiale non polverizzato. Una pressione di compattazione sufficientemente alta rende la massa pressata abbastanza consistente da poterla togliere dalla pressa senza che riacquisti lo stato di incoerenza.

Il tipo di compattazione più utilizzata è quella assiale bilaterale (Fig.2.1), caratterizzata dal movimento opposto di due punzoni ,uno superiore ed uno inferiore.

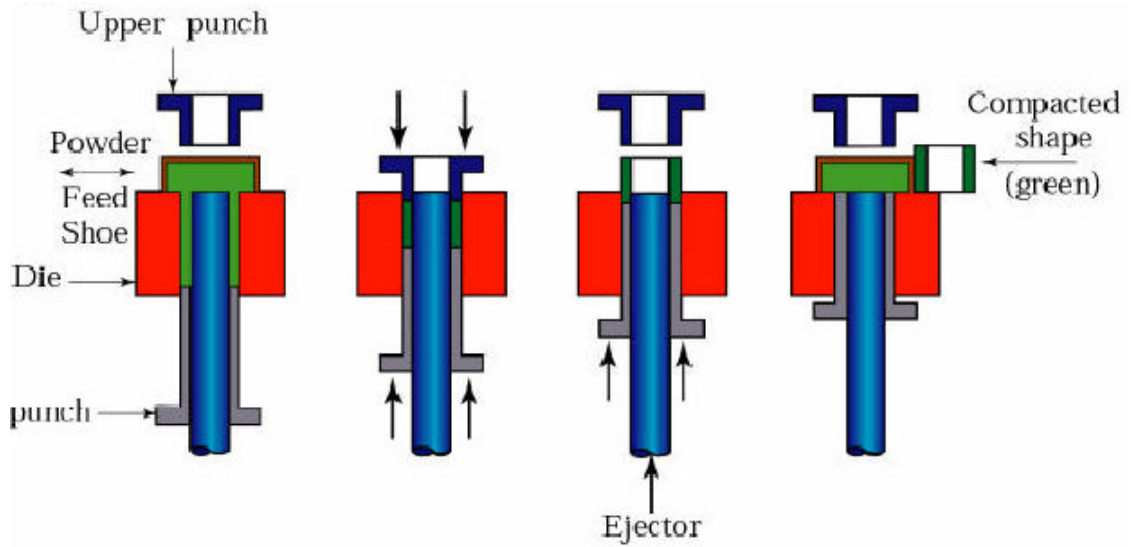


Fig. 2.1-Schema della pressatura bilaterale

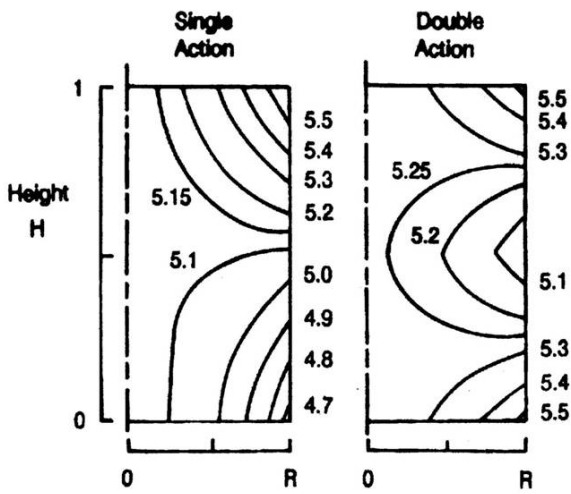


Fig 2.2-Andamento della densità, in un compatto pressato con un sistema di compattazione unilaterale (a sinistra) e uno bilaterale (a destra).

Questo sistema consente di ottenere una densità più uniforme ed è utilizzata per pezzi con altezza fino a 80 mm.

Una variante della compressione bilaterale è l'uso di matrici flottanti, dove, la parte di stampo laterale non è fissa, ma è posizionata su delle molle, mentre il punzone inferiore è fisso. Il punzone superiore spostandosi verso il basso comprime le particelle, che per attrito muovono la matrice.

In questo caso la distribuzione di densità è molto più omogenea.

Le particelle del verde, cioè del pezzo pressato, sono tenute assieme dal loro concatenamento e dalla formazione di microsaldature dovute alle elevate pressioni

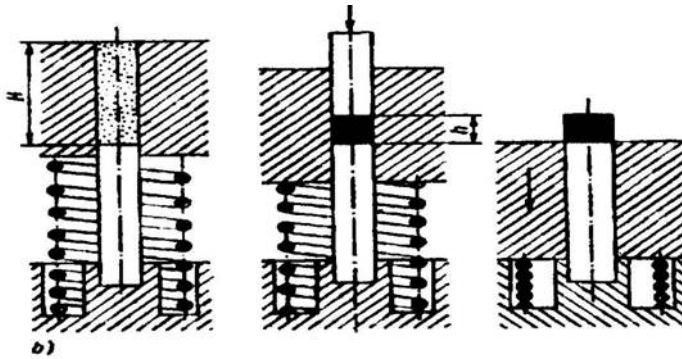


Fig 2.3 Esempio di matrice flottante

specifiche raggiunte nel processo di compattazione. La forza che deve essere applicata dalla pressa, risulta proporzionale alla proiezione del pezzo su di un piano ortogonale alla retta d'azione della forza

stessa: questo costituisce un limite dimensionale dei pezzi da sinterizzare.

1.2.2 Caratteristiche dello stampo

I provini, impiegati per le analisi sperimentali, sono sottoposti a normative diverse a seconda della prova che s'intende eseguire. Così come i provini, anche gli stampi sono trattati dalle norme sia dal punto delle dimensioni e delle tolleranze, sia per i materiali costruttivi da utilizzare.

Nella fig. 2.4 sono visibili le diverse tipologie utilizzate per i compatti. Esistono altre forme geometriche, ma queste sono sufficienti per eseguire le analisi di laboratorio richieste.



Fig. 2.4 tipologie provini

Le curve di comprimibilità, la porosità, lo spring-back e le variazioni dimensionali sono analizzate con le prime due tipologie di provino, indistintamente, per il TRS si usano i provini a forma di parallelepipedo (o barrette), mentre per UTS, A% e le curve di trazione si utilizzano gli assi.

In fig. 2.5 sono raffigurate le geometrie e le tolleranze richieste dalle normative.

Sono state utilizzate entrambe le due forme di ossi, perché il punzone superiore dello stampo per gli ossi con le teste zigrinate si è grippato. Cambiare la forma dell'osso, comporterebbe un ricalcolo della forza di pressatura, dalla conoscenza della superficie dell'osso e della curva di comprimibilità della polvere (che lega le pressioni alla densità). In realtà, nel caso delle polveri il ricalcolo non è sufficiente, come vedremo nel paragrafo seguente.

Quindi si è dovuto ritracciare la curva di comprimibilità per la nuova forma.

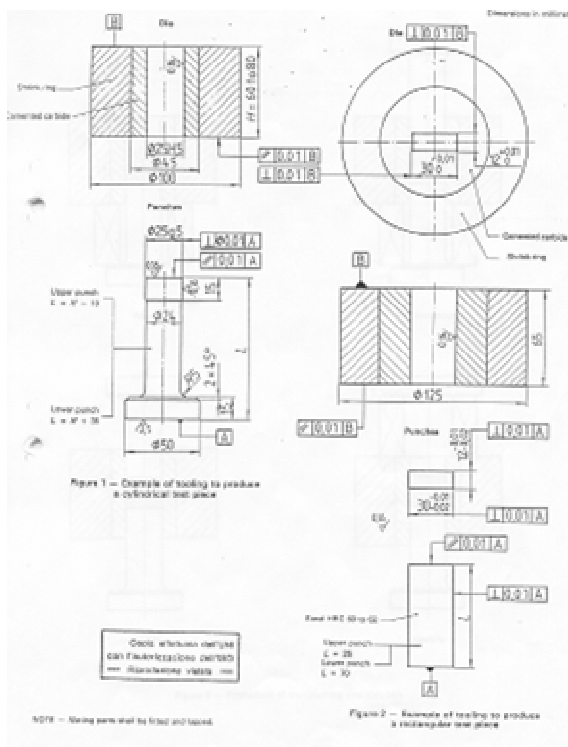
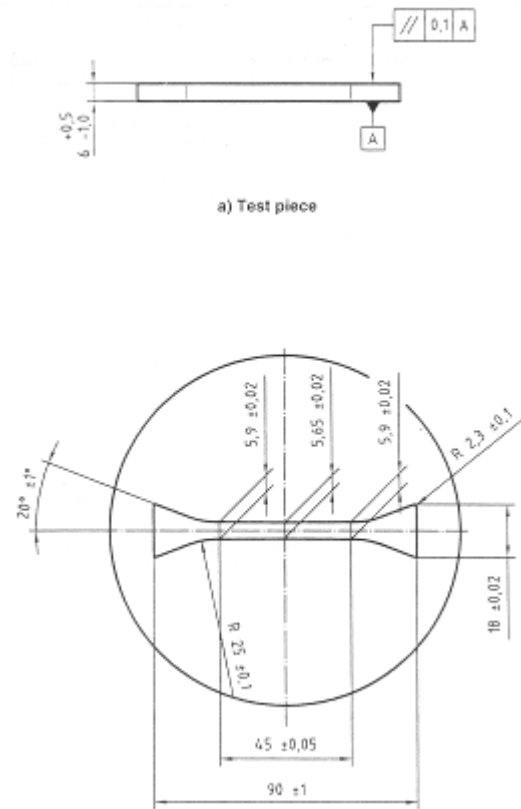
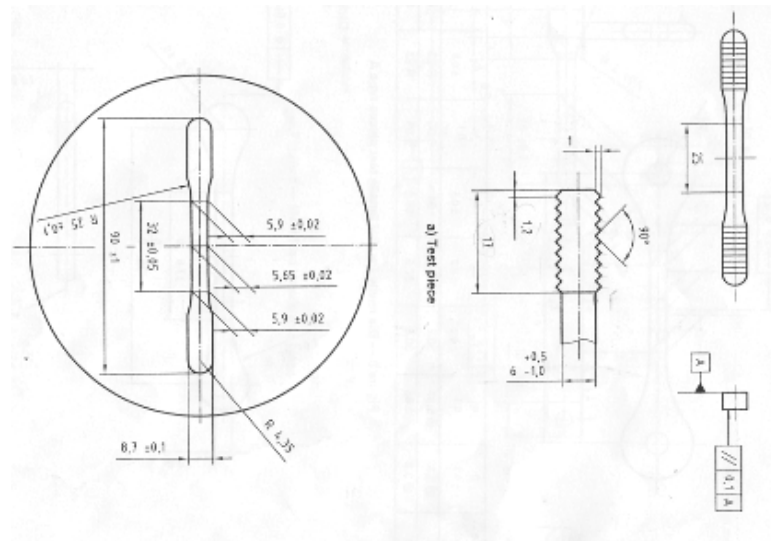


Fig 2.5 Dimensione stampi: qui sopra stampo per barrette e per cilindri; a fianco e sotto, stampi ossi.





1.2.3 Curve di comprimibilità

Pressando la polvere la densità apparente aumenta, e dovrebbe tendere a quella del metallo massivo. Nella realtà le curve costruite dai dati sperimentali dimostrano che la densità teorica non si raggiunge, in quanto all'aumentare della pressione applicata si verificano due condizioni:

1. La deformazione plastica delle particelle è accompagnata dall'incrudimento del metallo, che si oppone alla deformazione stessa
2. L'area di contatto tra le particelle aumenta e quindi diminuisce lo sforzo di taglio locale, necessario per l'ulteriore deformazione plastica

Le proprietà di resistenza dei componenti sinterizzati aumenta con l'aumentare della densità, ma la loro economicità diminuisce all'aumentare dell'energia utilizzata e all'aumentare del carico sull'utensile per la pressatura. Per ragioni tecniche ed economiche, si cerca, perciò, il più possibile di ottenere un'alta densità del compatto con una bassa pressione applicata.

La rappresentazione delle curve densità-pressione ci dà un'indicazione per raggiungere un compromesso.

Le curve sono ottenute da prove di laboratorio dove un certo numero di compatti vengono prodotti a pressioni diverse. In base alle densità ottenute, si tracciano le curve di comprimibilità. Una caratteristica di queste curve è che la pendenza decresce all'aumentare della pressione di compattazione e che non si arriva alla densità del materiale massiccio.

Una descrizione del processo di densificazione delle polveri, può essere spiegato analizzando in sequenza i seguenti meccanismi^[1]:

- o Addensamento della polvere mediante la redistribuzione delle particelle nello spazio, con passaggio ad una configurazione relativamente più densa.
- o Fine dell'addensamento derivante dalla redistribuzione delle particelle e deformazione elastica progressivamente crescente. La deformazione puramente elastica delle particelle metalliche porta ad una parte trascurabile di addensamento. Fino a questo punto non si ha coesione tra le particelle, e la massa di polvere ritorna allo stato incoerente se tolta dallo stampo.
- o Addensamento della polvere mediante deformazione plastica diffusa delle particelle metalliche. Queste si aggrovigliano e si compenetrano fra di loro mediante le loro asperità e cavità iniziando ad aderire incastrandosi reciprocamente. Il cedimento plastico diffuso dà luogo ad un incrudimento altrettanto diffuso e la velocità di addensamento inizia a diminuire. L'estendersi dell'incrudimento comporta un aumento delle pressioni richieste per un ulteriore addensamento. In questa fase i pezzi sono quasi completamente coerenti.
- o Addensamento della polvere mediante la deformazione plastica estesa a tutta la massa delle particelle metalliche. L'incrudimento aumenta sempre più causando una notevole e sempre maggiore resistenza all'ulteriore addensamento. In questa fase il materiale acquista coerenza in tutto il volume.

L'aggiunta di lubrificanti, indispensabile per ridurre l'attrito, ha un effetto di riduzione della densità teorica della polvere. Infatti, nel processo di compattazione, parte del lubrificante aggiunto viene costretto a passare fra stampo e parete dove assolve la sua funzione e parte rimane intrappolato all'interno dei pori chiusi e si oppone al processo di densificazione.

Dall'analisi dei grafici di fig. 2.7 e 2.9 si può affermare che la comprimibilità delle polveri di rame è simile, mentre per il bronzo vi è una notevole differenza, a tutto vantaggio di una economia del processo industriale in cui verrà utilizzata la PMX 551.

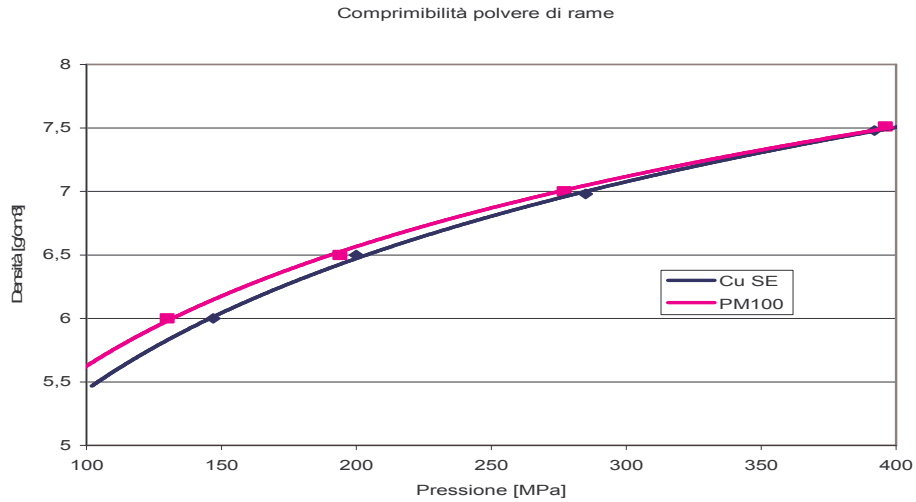


Fig. 2.7 Comprimibilità polvere PM100 e Cu CE

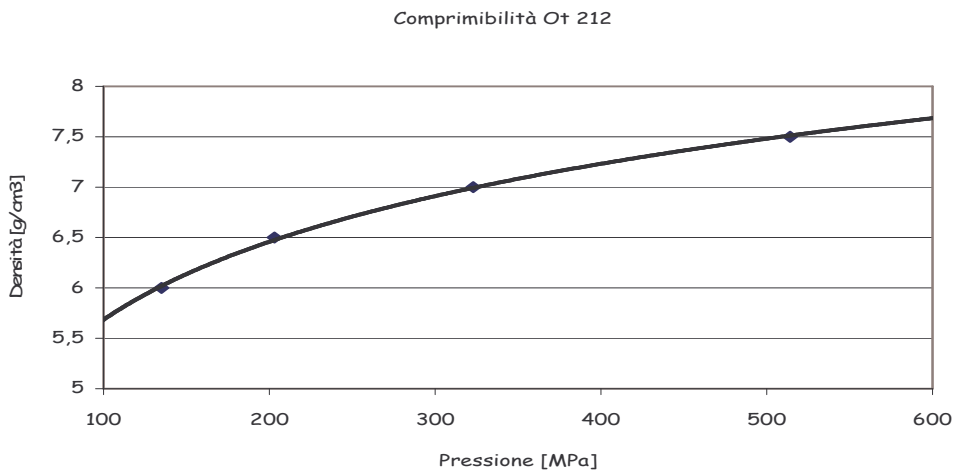


Fig. 2.8 Grafico di comprimibilità ottone.

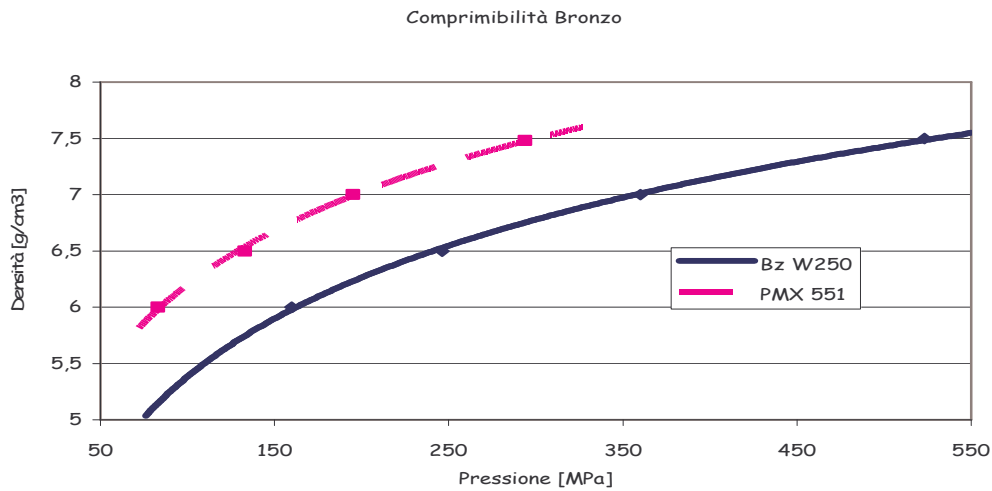


Fig. 2.9 Grafico di comprimibilità bronzo.

I grafici sono interpolati mediante una curva logaritmica, che bene interpola l'andamento della comprimibilità. Si noti che le curve sono influenzate dalle proprietà morfologiche (forma, dimensioni e superficie specifica delle polveri), fisiche (massa volumica vera e massa volumica apparente), chimiche (contenuto metallo base, contenuto metalli disciolti, contenuto di sostanze insolubili, ecc.) e meccaniche (durezza, snervamento, modulo di Poisson, ecc.) delle polveri, e quindi possono essere notevolmente diverse tra di loro anche solo variando qualche condizione.

1.2.4 Spring-back

Lo sforzo radiale residuo σ_r , dovuto alla pressione esercitata dal compatto sulla matrice, determina il ritorno elastico del verde durante l'estrazione dallo stampo (detto Spring-back o *respiro*). Inoltre, la presenza di σ_r comporta l'applicazione di una forza per espellere il compatto di polvere dallo stampo di pressatura.

Considerando un compatto di altezza h in uno stampo cilindrico del diametro interno di $2r$ ($A = r^2\pi$ area sezione trasversale, $f = 2r\pi h$ area superficie laterale, μ coefficiente di attrito) la forza di espulsione è:

$$K = 2r\pi h\mu\sigma_r \quad (2.2)$$

Quindi la pressione esercitata dall'espulsione, dal punzone sulla superficie del compatto, sarà:

$$P = \frac{K}{r^2 \pi} = \sigma_r 4\mu \frac{h}{2r} \quad (2.3)$$

All'inizio del processo di espulsione, sia il coefficiente di attrito sia la pressione di espulsione hanno valore massimo (superiore all'attrito radente). Quando il pezzo inizia ad uscire dallo stampo si espande elasticamente mentre la parte che non è ancora uscita è sotto l'influenza della pressione radiale residua; perciò si crea uno sforzo di taglio orizzontale che può provocare delle rotture orizzontali del compatto. Per diminuire questo sforzo, ed evitare le rotture, è meglio affusolare leggermente il bordo dello stampo e arrotondare le estremità dell'uscita.

Il ritorno elastico dipende dalla pressione di compattazione, dalla densità di compattazione dalle proprietà delle polvere, dai lubrificanti, dagli additivi leganti, dalle proprietà di forma e di elasticità dello stampo di compattazione.

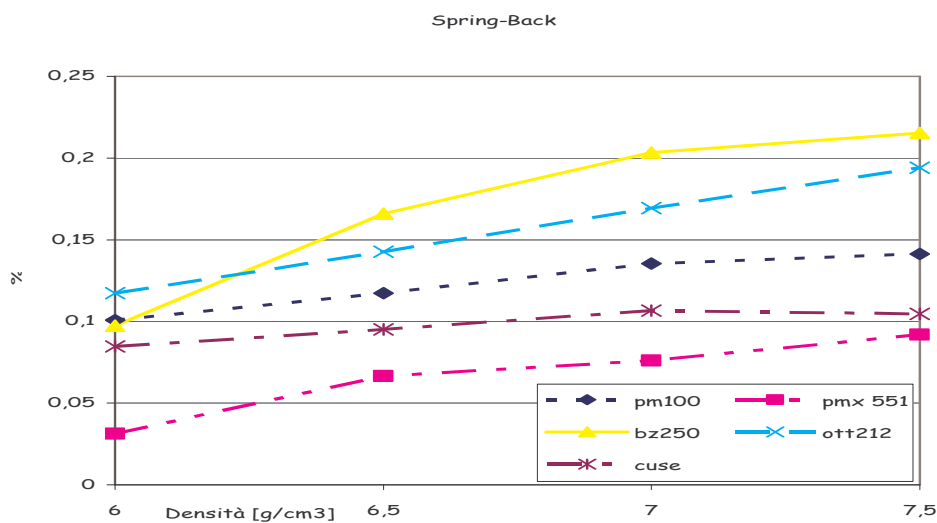


Fig 2.13 Spring-back al variare delle densità

Inoltre, l'energia elastica che si accumula nel punzone estrattore può generare un movimento discontinuo o a scatti, dovuta ad usura della superficie della matrice. Questo movimento a scatti (*stick-slip*) può compromettere l'integrità e l'affidabilità del pezzo, perché può provocare l'insorgenza di microcricche sulle superfici laterali dei pressati.

Lo spring-back viene studiato, valutando le variazioni dimensionali che si hanno in seguito all'estrazione del pezzo dallo stampo, secondo la normativa ISO 4492.

Nel grafico di fig.2.13, è visibile l'andamento per le diverse polveri. I valori, come si vede, sono crescenti all'aumentare della densità, e ciò perché aumentando la pressione di pressatura, aumenta anche la pressione radiale residua, che fa "gonfiare" il pezzo, come accennato in precedenza.

1.3 Sinterizzazione

La sinterizzazione è sicuramente la parte più importante di tutto il processo. Infatti, è quella che maggiormente influenza tutte le caratteristiche della polvere fino ad ottenere le proprietà del sinterizzato.

1.3.1 Descrizione fenomenologica

Le polveri fini sono caratterizzate da una elevata area superficiale; ad essa è associato un elevato valore di energia libera totale, che costituisce parte della forza motrice necessaria al processo di sinterizzazione, che porta alla riduzione dell'energia libera, diminuendo l'area superficiale totale. L'evoluzione del compatto, ovvero la modifica della sua struttura e proprietà, è un processo che avviene per formazione e crescita di un legame tra i grani di polvere a seguito di molteplici fenomeni di trasporto di materia.

Questo processo si può dividere in tre stadi principali^[8]:

- nel primo i grani di polvere aumentano la superficie di contatto con conseguente arrotondamento dei pori. L'aggregato comincia a densificare per effetto della dimi-

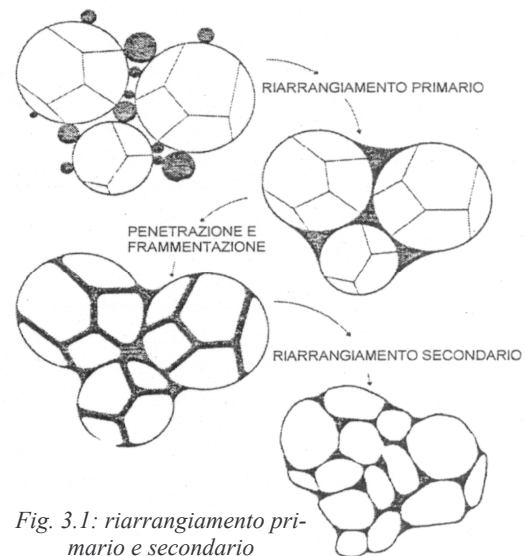


Fig. 3.1: riarrangiamento primario e secondario

nuzione della porosità e dell'avvicinamento dei grani di polvere; in questa maniera si verifica un ritiro del pezzo.

- nel secondo stadio le polveri cominciano a non essere più distinguibili e si possono avere dei fenomeni di accrescimento del grano. La morfologia dei pori diventa liscia e cominciano a integrarsi con i bordi di grano. Quando la velocità di crescita del grano è particolarmente elevata, cioè quando la temperatura di sinterizzazione è alta, il poro tende a staccarsi e rimanere isolato, dando così il via alla formazione di porosità chiusa.
- nel terzo stadio, infine, i vuoti nel sinterizzato diventano isolati e rotondeggianti che tendono ad ingrossare a scapito di quelli più piccoli. Questo pregiudica la possibilità di ottenere densificazione completa anche per tempi di sinterizzazione estremamente lunghi.

Tutti i fenomeni finora descritti prevedono meccanismi che coinvolgono il materiale in fase solida (SPS).

A causa però della presenza di polveri metalliche che possono fondere a temperatura inferiore a quella di sinterizzazione, si può avere la sinterizzazione in fase liquida (LPS).

Tutto il processo può essere suddiviso in tre punti:

1. *Fusione e riarrangiamento*: il liquido bagna le polveri e per effetto delle forze di capillarità e di una complessiva redistribuzione delle particelle, provoca una rapida densificazione. In seguito il liquido penetra fra i bordi di grano frantumandoli ed ottenendo così un secondo riarrangiamento; il risultato è un aumento del volume del pezzo.
2. *Soluzione e riprecipitazione*: si ha un'ulteriore densificazione a causa della fusione dei grani più piccoli che facilitano l'accrescimento di quelli più grossi.
3. *Stato solido*: è simile alla SPS dove si ha l'accrescimento del grano con formazione di uno scheletro rigido e nessun processo di ritiro o crescita dimensionale.

Tutta la teoria descritta tratta la sinterizzazione allo stato solido nella stessa maniera dello stato liquido, tenendo conto solo dell'energia superficiale; si suppone, quindi, che il fenomeno sia regolato da caratteristiche di bagnabilità, dall'attrazione capillare e da diminuzioni volumetriche a causa della porosità. Se questa teoria fosse completamente esatta, si avrebbero delle percentuali di variazioni dimensionali negative. Questo può essere spiegato affrontando un discorso di tipo chimico, invece di considerare l'energia superficiale, consideriamo l'energia di omogeneizzazione che è 10 volte superiore rispetto alla prima; per cui il processo è governato da una diffusione

tra le varie specie, invece, di una riduzione superficiale. Questa energia è caratterizzata dalla temperatura e dal tipo di diagramma di fase; una riduzione di energia libera, causata dall'energia di omogeneizzazione, porta al raggiungimento di un equilibrio chimico prima di quello fisico.

L'energia libera totale è uguale alla somma dell'energia di alligazione e l'energia superficiale; può capitare che la prima diminuisca e la seconda aumenti notevolmente, ma il risultato tende lo stesso a essere minore di quello di partenza. L'aumento dell'energia superficiale, infine, porta ad un accrescimento dei pori: ecco spiegato perché il pezzo tende ad aumentare di volume^[9].

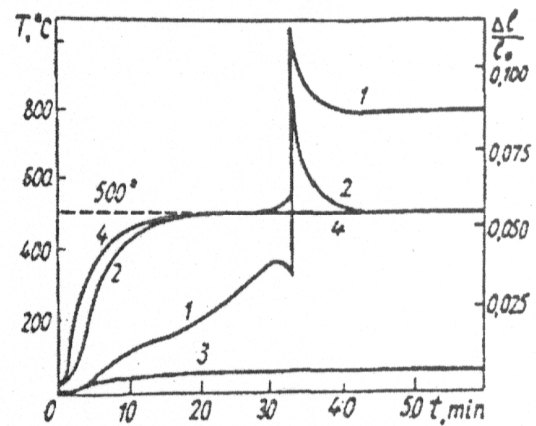


Fig. 3.2: Dilatometria di un verde Cu+30%Al sinterizzato a 550°C 1) variazione lineare del compatto 2) temperatura del compatto 3) variazione lineare nel campione di riferimento 4) temperatura del forno

Un altro concetto molto importante è il meccanismo delle fasi: il processo di sinterizzazione si dice attivato se la formazione della lega coincide con l'effetto capillare; in caso contrario il processo si dice disattivato. Un errore da non compiere è pensare che il solido passa a liquido perché i coefficienti di diffusione nel liquido sono maggiori che viceversa: essi non si possono paragonare come se fossero uguali perché siamo in presenza di due fasi distinte. Gli atomi del solido per cambiare fase devono oltrepassare un elevata barriera di energia (data dalla somma dei calori latenti di fusione e dall'energia necessaria per rag-

giunge la temperatura di fusione), così da ottenere la rottura del legame tra l'atomo e il bulk.

Per cui, in una prima fase iniziale, il liquido passerà nel solido e, nella fase successiva, avverrà la dissoluzione del solido nel liquido.

Il grafico (fig. 3.2 curva 2) è una dimostrazione di quanto fin qui descritto; un campione di Cu + 30% Al viene sinterizzato a 550°C (temperatura inferiore alla formazione di una fase liquida) e, quindi, dovremo essere in una fase di SPS. Invece come si può notare, dopo un tempo di 30 minuti si ha un aumento di temperatura prodotto dal rilascio di energia (con effetto esotermico) causato dal cambiamento di fase; inoltre, avviene un aumento delle dimensioni iniziali del provino.

Fino a questo punto abbiamo analizzato come si comportano a livello chimico le due fasi (solido/liquido) durante la sinterizzazione. Ora affronteremo le delle eventuali variazioni dimensionali causate da questo trattamento termico.

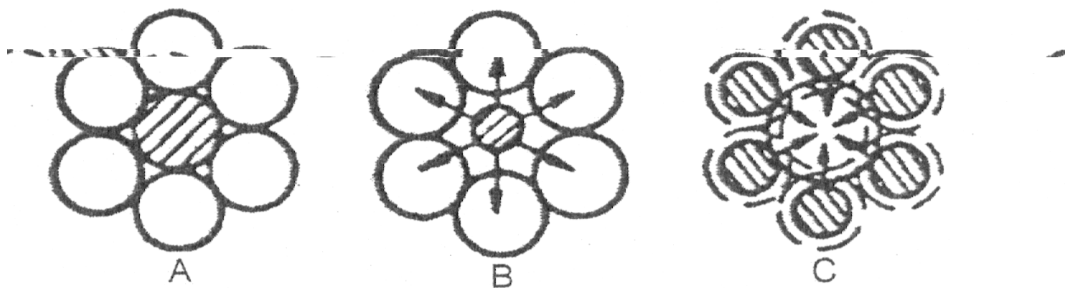


Fig. 3.3: schema della variazione di volume in un sistema SPS. A) locazione della base e dell'additivo prima della sinterizzazione B) crescita del volume dovuta alla diffusione dell'additivo nella base C) ritiro dovuto alla diffusione dalla base nell'additivo

La figura 3.3 mostra tre fasi, ben distinte, del processo di sinterizzazione in fase solida. Nell'immagine A si ha una preponderanza della base rispetto all'additivo. Durante la permanenza nella zona calda (hot-zone) del forno possono verificarsi due casi:

1. *La diffusione dell'additivo nella base:* avviene in questa maniera un aumento del volume del provino a causa di una migrazione atomica da un reticolo all'altro. Le particelle che perdono più atomi di quelli che acquistano tendono a ritirarsi (figura B) e viceversa;

2. *La diffusione della base nell'additivo*: è un procedimento uguale al precedente, ma si può avere un allargamento o un restringimento del provino (figura C). Infatti, la variazione di volume è legata alla scomparsa delle vacanze presenti nella base: se sono compensate dalle dislocazioni allora il pezzo si ritira; se interagiscono con i pori allora il campione si dilata.

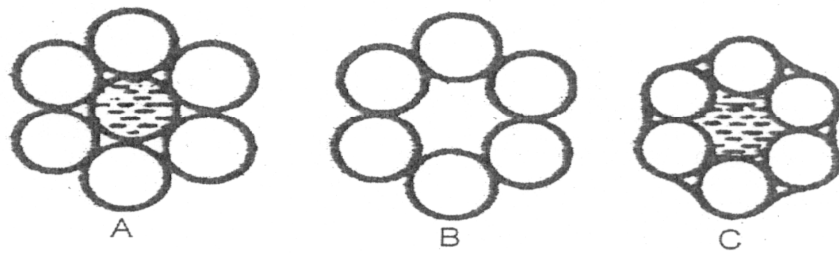


Fig.3.4: modello per la LPS. A) locazione iniziale del componente base e del fuso B) crescita del volume dovuto alla diffusione dal fuso C) ritiro dovuto alla diffusione dal componente base al fuso

Per quanto riguarda la LPS (fig 3.4) la presenza di una fase liquida porta ad un'improvvisa accelerazione nella formazione della lega, all'aumento della temperatura e alla variazione dimensionale. Come spiegato precedentemente, il passaggio di liquido nel solido determina un aumento di volume e la dissoluzione delle particelle solide nel fuso causando il ritiro del pezzo dovuto a forze capillari. Il processo può avvenire solo se il liquido ha una solubilità nel solido molto bassa; in caso contrario il campione si dilata.

Di solito si cerca di mantenere, entro stretti margini, le tolleranze dei pezzi pressati sinterizzati poiché, un'elevata variazione dimensionale, può causare delle distorsioni dei pezzi sinterizzati ed, eventualmente, il loro scarto. Le composizioni delle polveri, pertanto, sono formulate in modo che possano essere prodotti dei componenti che combinano buone proprietà meccaniche con piccole variazioni dimensionali durante la sinterizzazione.

1.3.2 Caratteristiche del forno

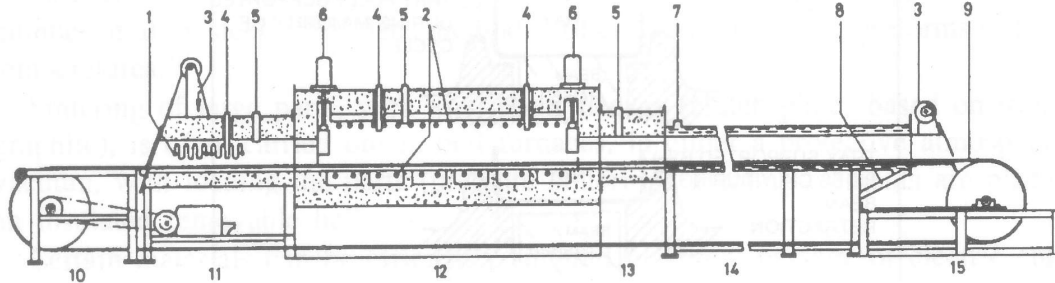


Figura 3.5: forno a nastro, 1,2) elementi riscaldanti, 3)entrata, uscita, 4) termocoppia, 5)immissione di gas protettivo, 6) saracinesca intermedia, 7)immissione di acqua di raffreddamento e sistema automatico di controllo della temperatura dell'acqua, 8)uscita acqua di raffreddamento, 9)nastro, 10)zona di entrata, 11) zona di delubrificazione, 12) zona di sinterizzazione, 13) zona di raffreddamento lento, 14) zona di raffreddamento ad acqua, 15) zona di uscita

Tutti i campioni sono stati sinterizzati sul forno a nastro da laboratorio denominato Fibex2. Il forno può essere suddiviso in più parti^{[4][5]}, ciascuna con il suo ruolo attivo nel processo:

- o Dewaxing zone: è la zona in cui avviene la delubrificazione tramite cracking termico o bruciatura (*burn off*). E' una fase importante perché tracce di lubrificante possono provocare dei problemi in fase di sinterizzazione.
- o Heating zone: è la zona di riscaldamento e serve a portare i pezzi alla temperatura di sinterizzazione.
- o Hot zone: è la zona di sinterizzazione vera e propria. La massima temperatura raggiungibile è limitata dalle caratteristiche del forno e del nastro a 1150°C, ben oltre alla temperatura richiesta dai materiali studiati..
- o Slow cooling zone: zona in cui avviene un primo raffreddamento dei pezzi. In realtà è un'estensione della hot zone senza elementi riscaldanti e con un sottile isolamento attorno.
- o Water cooling zone: Zona di raffreddamento ad acqua. Il nastro si trova a scorrere in una camicia raffreddata da scambiatori ad acqua.

Quello riportato sopra è un esempio di profilo termico in funzione dello spazio percorso all'interno del forno.

Le atmosfere utilizzabili nel forno sono di vari tipi:

- neutre: atmosfere a base di azoto e vuoto;
- riducenti: ammoniaca dissociata, atmosfere a base di idrogeno, gas endotermici;
- ossidanti: gas esotermici e vapor d'acqua.

1.3.3 Caratteristiche del ciclo di sinterizzazione

I materiali non ferrosi in base all'esperienza della Pometon vengono sinterizzati ad una atmosfera protetta con 500 l/h di idrogeno, 1500 l/h di azoto. Inoltre vengono introdotti in cappa 500l/h di azoto, per impedire all'atmosfera (aria) esterna di penetrare nel forno ed interagire con i materiali da sinterizzare.

La velocità di avanzamento del nastro influisce sul gradiente di temperatura che subisce il pezzo, sia in riscaldamento che in raffreddamento, e la durata della permanenza in zona calda. La scelta di una velocità di 60 mm/min corrispondente a 20' in *Hot Zone*, è stata suggerita da studi eseguiti ^[14].

La temperatura invece è stato un parametro critico, infatti varia da materiale a materiale. Mentre per il rame e la PMX le temperature tipiche sono note, differente è il caso dell'ottone Ot 212 e del bronzo Bz W 250. Per questi due materiali la temperatura di sinterizzazione può variare tra 790 e 900°C

Tab 3.1 temperature di sinterizzazione utilizzate (rappresentano la $t(^{\circ}\text{C})$ della zona calda)

| | | | | | |
|----------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Cu SE | 850°C | | | | |
| PM 100 | 850°C | | | | |
| PMX 551 | 805°C | | | | |
| Bz W 250 | 805°C | 825°C | | | |
| Ot 212 | 805°C | 825°C | 850°C | 870°C | 890°C |

La temperatura di sinterizzazione, infatti, varia tra 70-90% della temperatura di fusione della lega.

In tabella 3.1 sono riportate le temperature di sinterizzazione. Per comprendere se un materiale ha sinterizzato, bisogna andare a vedere le sue caratteristiche meccaniche, anche se una prima informazione si ottiene già dalle variazioni dimensionali.

1.4 Variazioni dimensionali

Durante il processo di sinterizzazione, le particelle si legano diminuendo mediante assestamento, le distanze mutue che intercorrevano quando si trovavano al “verde”. Questo fenomeno porta a delle variazioni delle dimensioni del pezzo, delle quali bisogna tenere conto per rimanere all’interno delle tolleranze costruttive richieste sul pezzo finito.

Per la determinazione delle variazioni dimensionali ci si riferisce alla norma in uso (ISO 4492), che fornisce le indicazioni necessarie per valutare gli scostamenti dimensionali. Le variazioni dimensionali dipendono dalle proprietà delle polveri, e da fattori associati alla sinterizzazione, tra cui:

- Tempo e temperatura di sinterizzazione;
- Tipo e portata di atmosfera;
- Velocità di riscaldamento e raffreddamento;
- Trasformazioni di fase;
- Composizione chimica e attività della polvere;
- Contenuto di gas nei compatti
- Densità del compatto, quantità e tipo di lubrificante impiegato.

Nel caso in esame, analizzando 5 tipologie di polvere, si riesce a vedere quanto questi parametri possano influenzare la dimensione del pezzo sinterizzato. L’ottone, per esempio, è stato sinterizzato a diverse temperature, e questo si vede bene sulle variazioni delle dimensioni come riportato sul grafico 4.1. Nel grafico 4.3 si vede come variando il tipo di materiale polverulento porti ad avere differenti variazioni dimensionali.

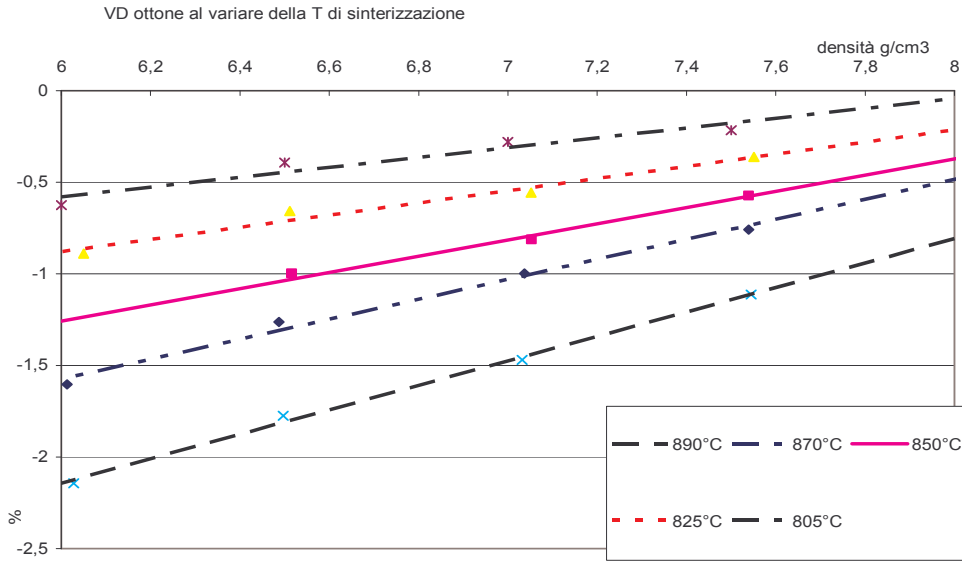


Fig 4.1 Variazioni dimensionali dell'ottone all'aumentare della temperatura di sinterizzazione

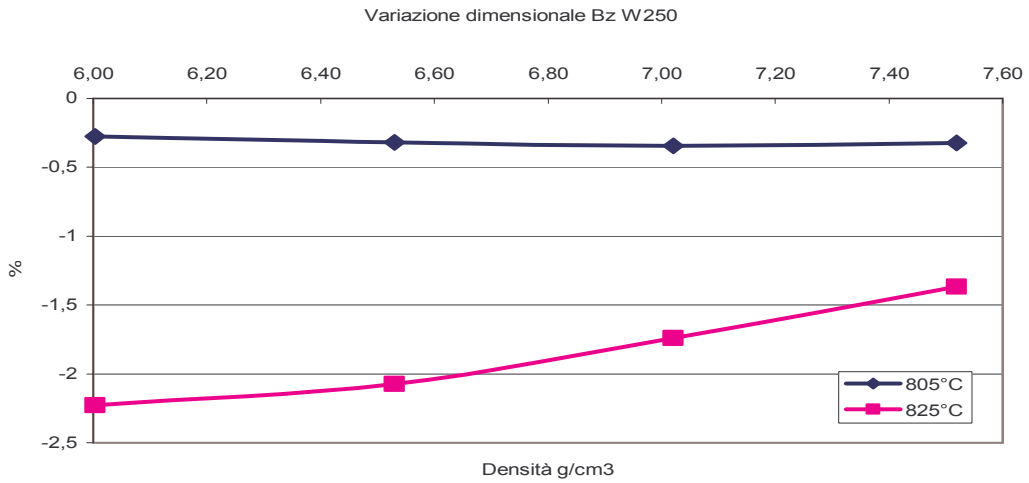
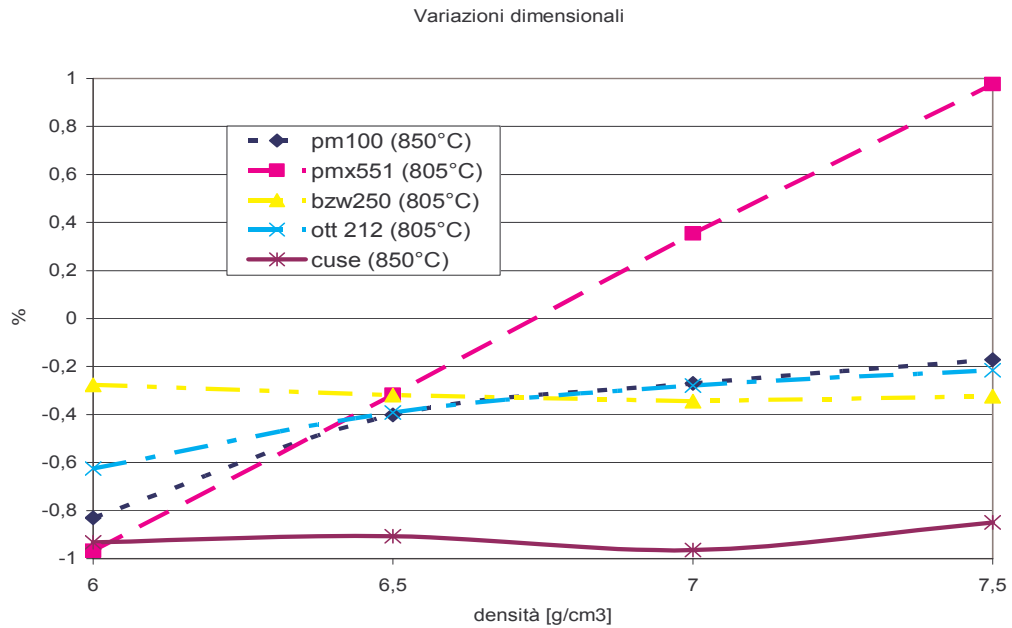


Fig 4.2 Variazioni dimensionali bronzo atomizzato al variare della T(°C) di sinterizzazione.

Fig. 4.2. Variazioni dimensionali al variare della densità dei materiali studiati

L'analisi delle variazioni dimensionali dei materiali permette di evidenziare i fenomeni che intercorrono in fase di sinterizzazione, per esempio dalla figura 4.2 si vede che la PMX è l'unica polvere che presenta un restringimento per basse densità, mentre aumenta di volume per densità elevate.



Avere variazioni dimensionali prossime allo zero rende più facile la progettazione e il conseguimento di tolleranze dimensionali più stringenti, d'altra parte il restringimento permette di avere densità del sinterizzato più elevate rispetto al "verde".

La conoscenza delle variazioni dimensionali permette di dimensionare gli stampi in modo opportuno affinché le dimensioni finali siano quelle volute.

1.5 Porosità

Parlando di polveri metalliche, non si può fare a meno di parlare di porosità. Infatti, se da un lato garantisce la possibilità di imbibire il materiale per essere usato ad esempio come cuscinetto autolubrificante, dall'altro può essere vista come difetto del materiale. Il poro, infatti, può essere visto come una cricca e quindi un punto di intensificazione degli sforzi, che si traduce in una diminuzione del limite di fatica. Nel nostro caso si eseguono solo prove di trazione statica e quindi la porosità è vista come una carenza di materiale, quindi una riduzione della sezione resistente.

Densità e porosità sono correlate tra di loro, infatti supponendo di avere un campione che racchiuda nel suo volume, corrispondente alla forma geometrica, uno spazio vuoto pari ad una certa quantità x del volume totale: in questo caso la porosità ϵ è pari a x . La densità

teorica del materiale è evidentemente la stessa, ma essa non tiene conto del fatto che al suo interno vi sia vuoto. Perciò si introduce una nuova densità pari alla massa sul volume occupato

$$\rho = \frac{M}{V_{tot}} = \frac{M}{V_{occ} + V_{vuoto}} = \frac{M}{V_{occ} + V_{tot} \cdot \varepsilon} = \frac{1}{\frac{1}{\rho_{teorico}} + \frac{\varepsilon}{\rho}} \quad (5.1)$$

quindi si può scrivere

$$\rho = \rho_{teorico} \cdot (1 - \varepsilon) \quad (5.2)$$

da cui si evince la correlazione della densità del sinterizzato con quella teorica come funzione della porosità. Si deve precisare che la porosità può essere di due tipi, aperta (o interconnessa) e chiusa (o isolata) quindi l'equazione (5.2) può essere riscritta in base a quest'ultima definizione come:

$$\rho = \rho_{teorico} \cdot (1 - \varepsilon_{tot}) \quad \text{dove } \varepsilon_{tot} = \varepsilon_{aperta} + \varepsilon_{chiusa} \quad (5.3)$$

La porosità viene studiata anche dal punto di vista morfologico con l'impiego di analizzatori d'immagine e viene valutata tramite i parametri f_{circle} ($4\pi A/p^2$, dove A è l'area del poro sulla sezione metallografia considerata e p il suo perimetro), ed f_{shape} (D_{min}/D_{max} , dove D_{min} e D_{max} sono rispettivamente il diametro minimo e il diametro massimo del poro sulla sezione metallografia del campione).

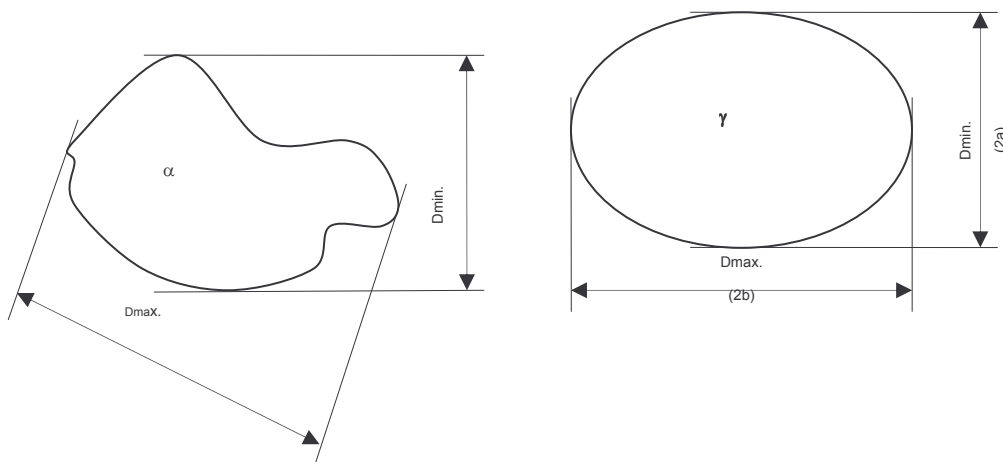


Fig.5.1 parametri caratteristici delle morfologia dei pori

Questi parametri variano tra 0 e 1, e sono rappresentativi dell'irregolarità superficiale (F_{circle}) e dell'allungamento (F_{shape}) del poro. Tutte le morfologie di pori possono essere rappresentate in un grafico F_{shape} - F_{circle} . La regione dei punti rimane delimitata inferiormente dalla curva su cui stanno i pori di forma ellittica, che sono quelli con miglior F_{circle} possibile, a parità di F_{shape} . E' possibile tracciare il limite inferiore della regione dei punti esprimendo i due fattori di forma uno in funzione dell'altro, nel caso proprio di foro ellittico. In tal caso, infatti, detti a e b rispettivamente il semiasse minore e maggiore dell'ellisse, vale che

$$F_{shape} = \frac{a}{b} \quad (5.4)$$

e

$$F_{circle} = \frac{4ab}{[1,5(a+b) - \sqrt{ab}]^2} \quad (5.5)$$

Esprimendo F_{shape} in funzione di F_{circle} si ottiene il ramo di curva rappresentato in figura 5.2.

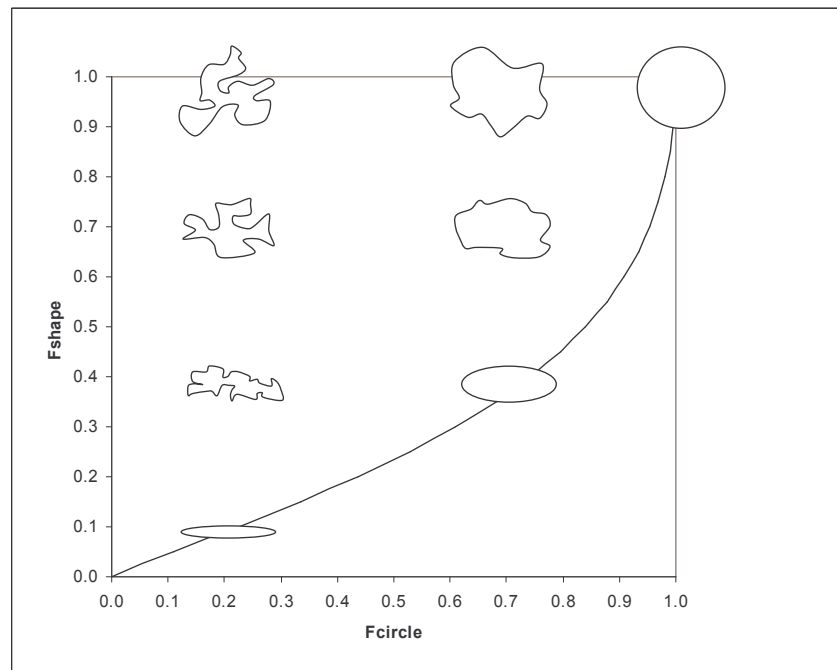


Figura 5.2 variazione della morfologia della polvere al variare di F_{circle} e F_{shape} .

Studi morfologici effettuati su bronzi sinterizzati, hanno dimostrato una tendenza alla formazione di pori sempre più regolari all'aumentare della temperatura di sinterizzazione, in quanto aumentano le capacità diffusive [riferimento tesi menapace]. Questa analisi è stata accennata per l'importanza che riveste la morfologia delle porosità sulle caratteristiche meccaniche del sinterizzato. E' da notare che l'aumento della densità del verde, porta ad una riduzione della porosità aperta, in quanto le particelle di polvere subiscono una deformazione plastica più importante, che porta ad avere minori spazi vuoti e maggiore contatto tra le particelle. Queste in fase di sinterizzazione permettono la realizzazione di un maggior numero di neck e quindi a resistenze meccaniche più elevate.

La porosità influisce su numerose proprietà del materiale sinterizzato, oltre alle caratteristiche meccaniche, come si evince dalla tabella 5.1.

Tabella 5.1 Proprietà condizionate dalla porosità.

| Proprietà legate alla porosità | Proprietà non legate alla porosità |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> - Resistenza a trazione e carico di snervamento - moduli elastici (E,G) - rapporto di Poisson - Limite di fatica - Resilienza e comportamento alla propagazione delle cricche - Allungamento - Durezza (apparente) - Permeabilità ai fluidi - Rugosità - Conducibilità elettrica e termica - Coefficiente di dilatazione termica - Proprietà magnetiche | <ul style="list-style-type: none"> - durezza (vera) - calore specifico - temperatura di fusione - temperatura delle trasformazioni strutturali - temperatura di Curie |

Una misura della percentuale di porosità si ottiene con il metodo delle pesate multiple. Questo metodo consiste nell'effettuare tre diverse pesate sul campione: innanzi tutto è

pesato in aria (P_1); viene poi impregnato con olio di densità nota e ripeso (P_2); infine si effettua l'ultima pesata con il campione impregnato d'olio e immerso in acqua (P_3). Il principio utilizzato è quello della spinta di Archimede, e sapendo che l'olio occupa solo la porosità aperta, si ricava:

$$\rho_{\text{sin terizzato}} = \frac{P_1 \cdot \rho_{H_2O}}{P_2 - P_3} \quad (5.6)$$

$$\varepsilon_t = 1 - \frac{\rho_{\text{sin terizzato}}}{\rho_{\text{bulk}}} \quad (5.7)$$

$$\varepsilon_a = \frac{P_2 - P_1}{\rho_{\text{olio}}} \cdot \frac{\rho_{H_2O}}{P_2 - P_3} \quad (5.8)$$

$$\varepsilon_c = \varepsilon_{\text{tot}} - \varepsilon_a \quad (5.9)$$

è possibile, al variare della densità, determinare la frazione di porosità aperta all'interno dei provini (notare che la porosità aperta dà solo una valutazione della porosità interconnessa; non di quella chiusa). I valori impiegati nelle formule sono $\rho_{H_2O}=1\text{g/cm}^3$, $\rho_{\text{olio}}=0,860\text{g/cm}^3$ mentre ρ_{bulk} varia a seconda del materiale analizzato. Successivamente sono riportati i dati di porosità rilevati per i vari materiali, al variare della densità.

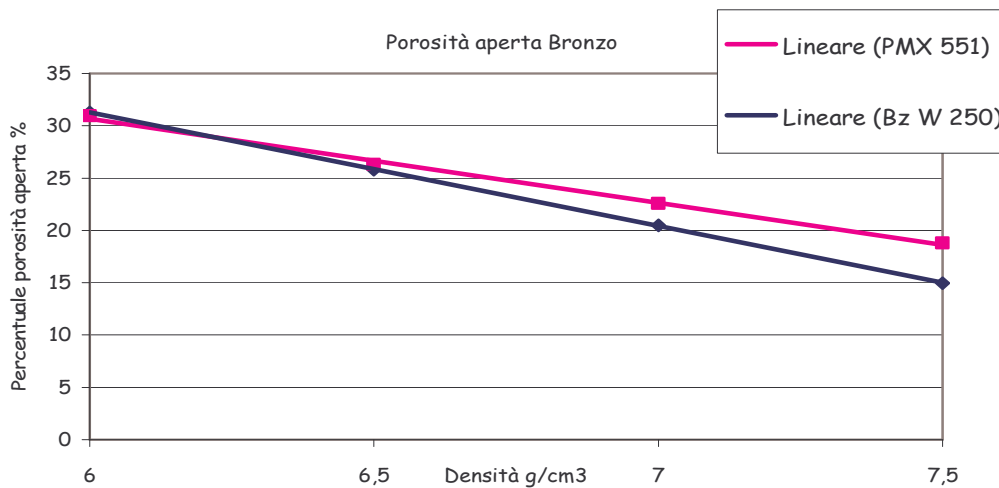


Fig. 5.3 Grafico densità aperta per tipologia di bronzo

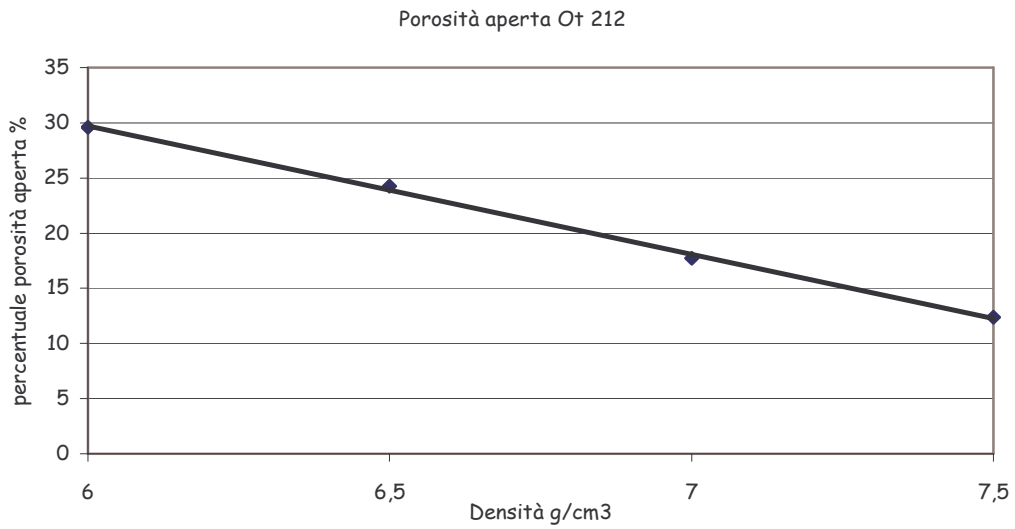


Fig.5.4 Grafico porosità aperta ottone

Come ci si aspettava i pezzi sinterizzati variano la porosità in funzione della densità in maniera lineare, confermando le relazioni riportate all'inizio di questo capitolo.

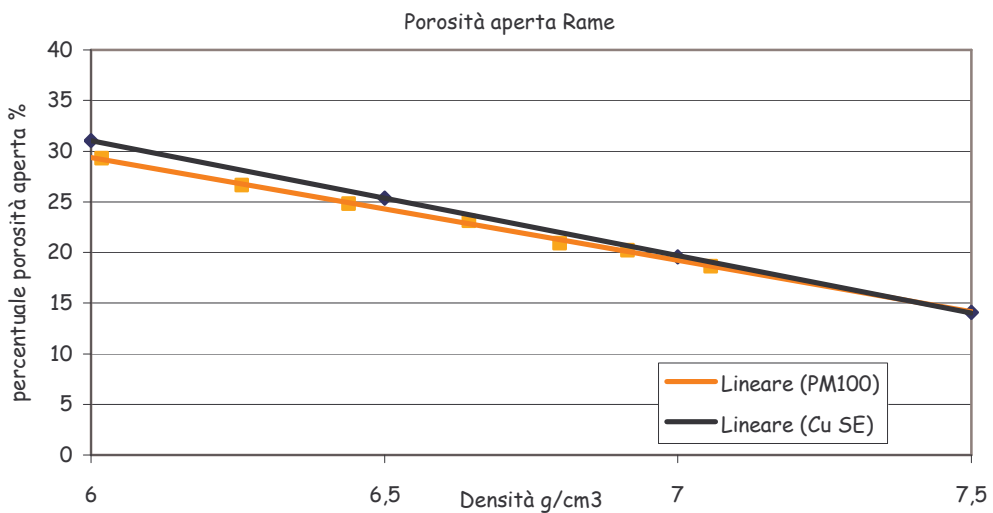


Fig. 5.4 Grafico porosità aperta al variare della densità: PM100 e Cu SE

Inoltre data la presenza di porosità elevata anche per 7,5 g/cm³ si potrebbe di certo proseguire innalzando ancora la pressione di compattazione del verde, abbassando la porosità a vantaggio delle caratteristiche meccaniche. Come già specificato, ciò non è possibile

per un limite imposto dalla pressione massima raggiungibile dalla pressa, che renderebbe impossibile la realizzazione dei provini per l'esecuzione delle prove di trazione.

1.6 Durezza

1.6.1 Durezza Brinell

Rispetto ai materiali completamente densi quelli porosi mostrano una maggiore variazione di durezza e dei valori che, a parità di altre condizioni possono essere relativamente più bassi. La differenza dipende dal fatto che il penetratore può entrare in parte nei pori, penetrando così in zone che non offrono alcuna resistenza. In questo modo, a parità di carico applicato, il livello della durezza misurata risulta minore di quello che si rileva quando il penetratore deve penetrare una zona non porosa nel materiale. Pertanto a fianco alla **durezza vera**, che è una caratteristica del materiale univocamente definita, si introduce nella pratica il concetto di **durezza apparente**. Questa è una caratteristica dipendente dalla massa volumica del materiale, dal carico di prova, dal tipo di penetratore. La considerazione della durezza apparente è indispensabile per la corretta valutazione dell'idoneità funzionale e della qualità dei particolari meccanici sinterizzati.

Il problema è sorto, nella lettura dei diametri delle tracce di alcuni materiali, il Bz 250 e Ott 212 a basse densità, in quanto il bordo della traccia non era sempre distinguibile a causa dell'elevata porosità.

Una volta ricavati tutti i dati sperimentali, non rimane altro da fare che convertirli in durezze, mediante l'impiego delle tabelle di conversione o mediante formula analitica.

Quello che si osserva, è un aumento della durezza, all'aumentare della densità del materiale, in maniera lineare.

Oltre alla durezza effettuata sulla superficie dei provini, per la PM100 è stata fatta una serie di misure di durezze sulla sezione trasversale del provino, perchè questo materiale presentava delle anomalie per quanto riguarda le caratteristiche meccaniche al variare della densità.

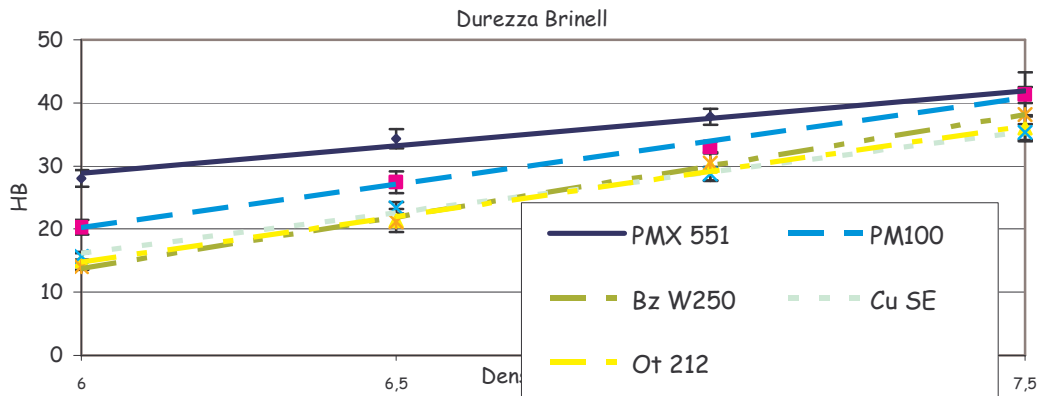


Fig.6.1 Grafico riassuntivo delle durezza dei cinque materiali esaminati

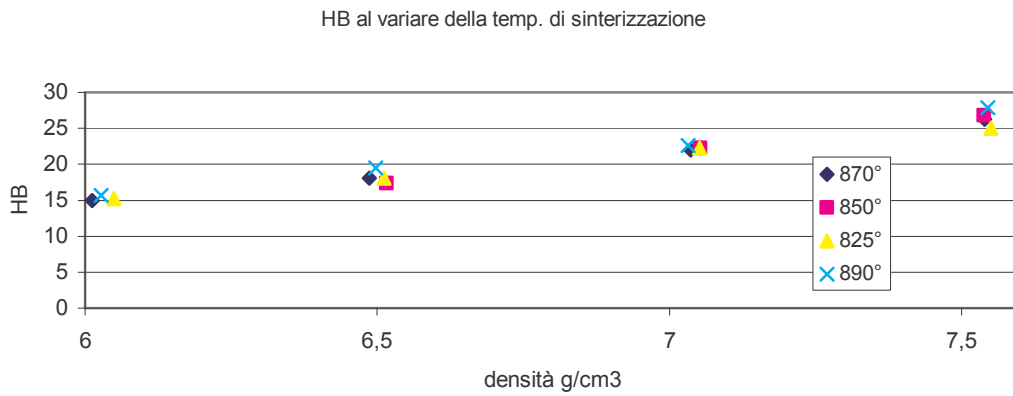


Fig.6.2 Durezza Brinell per Ot 212 al variare della temperatura di sinterizzazione.

Dal grafico di durezza dell'ottone (fig.6.2), che è stato sinterizzato a temperature diverse, si nota come la durezza non vari all'aumentare della temperatura. Questo fa intuire che la durezza dello strato esterno non è correlata al grado di sinterizzazione, e quindi neppure alle caratteristiche meccaniche quali TRS o UTS.

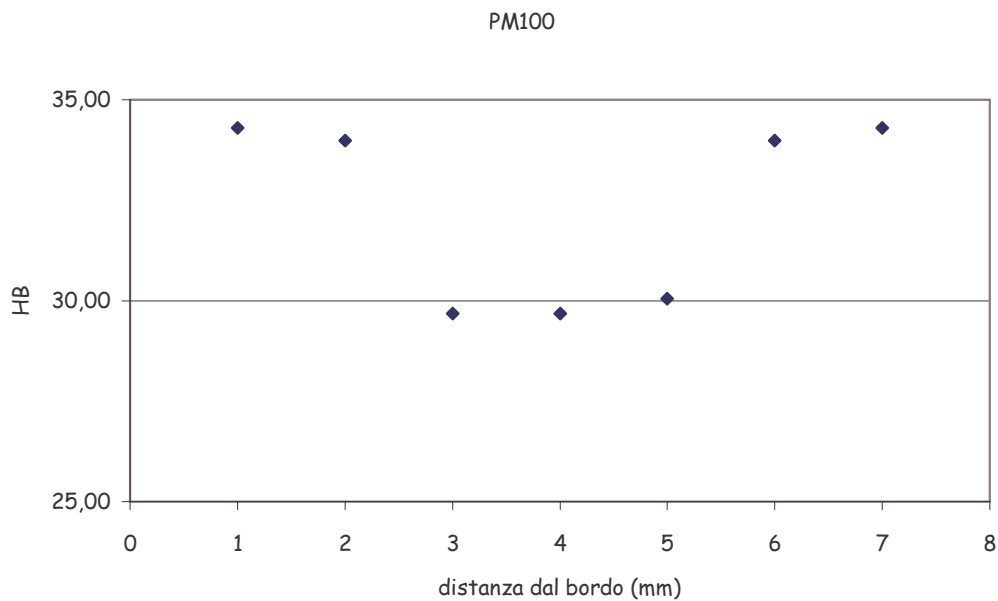


Fig. 6.3 Grafico distribuzione della durezza nella sezione trasversale di un pezzo sinterizzato di PM100 a densità 7g/cm^3

La durezza sulla sezione trasversale per un provino di densità 7g/cm^3 di PM 100, denota un abbassamento nella zona centrale. L'informazione che se ne può trarre è che il centro è meno sinterizzato dell'esterno, ma nulla dice sulle ragioni di questo fenomeno, che verrà analizzato in dettaglio successivamente.

1.6.2 Micro-Vickers

La durezza misurata con il metodo Brinell fornisce una indicazione di durezza detta "apparente", mentre una misura della durezza "vera" si ottiene con una analisi di microdurezza Vickers. Questa caratteristica è una misura della durezza delle fasi che costituiscono il materiale sinterizzato. Poiché il carico è sufficientemente basso da eliminare l'effetto della porosità la microdurezza risulta essere una misura molto accurata per la valutazione della resistenza all'usura del materiale.

Un'informazione che abbiamo dedotto da questo tipo di misura, è che la microdurezza varia sulla sezione trasversale dei provini sinterizzati, anche se con elevata dispersione dei dati. Questa variazione è dovuta a due concause:

1. stato tensionale presente sulla sezione a seguito della prova del TRS: si è infatti osservato per confronto di due provini, uno che ha subito la prova distruttiva, e l'altro no, che lo stato tensionale residuo influenza la durezza.
2. diversità di sinterizzazione, dovuto ad un gradiente termico in forno, tra la faccia superiore, libera, e quella inferiore, appoggiata.

Ovviamente questo ultimo punto, ha una influenza anche sulla resistenza meccanica, sulla differenza di colore riscontrata nella sezione dei materiali, una volta distrutti, e sulla durezza.

Tabella 6.1 Valori medi della microdurezza all'interno della sezione

| Tipo polvere | HV |
|--------------|-----|
| CuSE | 70 |
| PM100 | 57 |
| Ot 212 | 66 |
| Bz W250 | 104 |
| PMX551 | 104 |

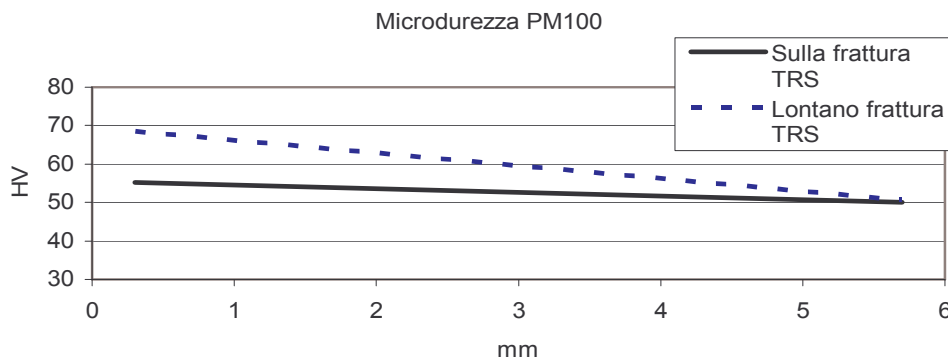


Fig. 6.4 grafico andamento della microdurezza all'interno della sezione delle barrette di rame PM100, in prossimità alla zona di frattura e lontano da essa

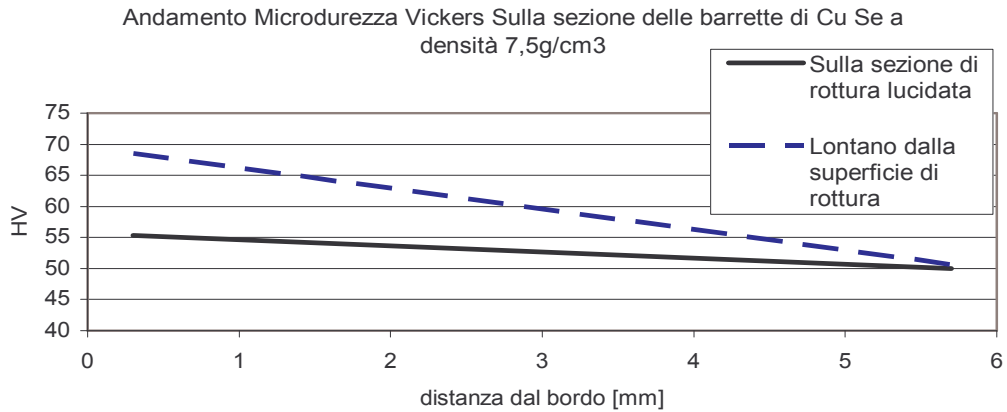


Fig. 6.5 grafico andamento della microdurezza all'interno della sezione delle barrette di rame CuSE, in prossimità alla zona di frattura e lontano da essa

1.7 Prove meccaniche

1.7.1 Trs

La resistenza a rottura trasversale (Transverse Rupture Strength) è lo sforzo richiesto per rompere dei provini a forma di parallelepipedo.

La prova consiste nell'applicare tramite un'apparato descritto dalle norme internazionali, una forza trasversale con intensità crescente fino a rottura. I provini vengono collocati come dimostrato in fig 7.1. I tre cilindri, di diametro $3 \pm 0,1$ mm, sono in acciaio per utensili con durezza 700 HV. Nel nostro caso gli assi dei cilindri inferiori distano $25 \pm 0,2$ mm. Il dispositivo utilizzato per applicare il carico è stato una pressa opportunamente impostata, per avere prove della durata superiore ai 10s.

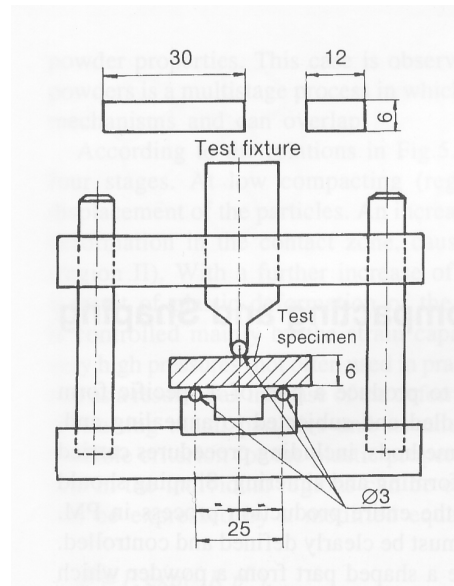


Fig 7.1 Schema dell'equipaggiamento per la determinazione del TRS.

La resistenza viene calcolata mediante la formula seguente:

$$TRS = \frac{3 \cdot P_r \cdot L}{2 \cdot s^2 \cdot w} \quad (7.1) \text{ con:}$$

P_r = carico richiesto per la rottura [kg];

L = lunghezza [mm];

s = spessore [mm];

w = larghezza [mm];

I campioni usati sono di cinque provini per densità ed i grafici sono stati costruiti in base alla media dei valori di TRS misurati.

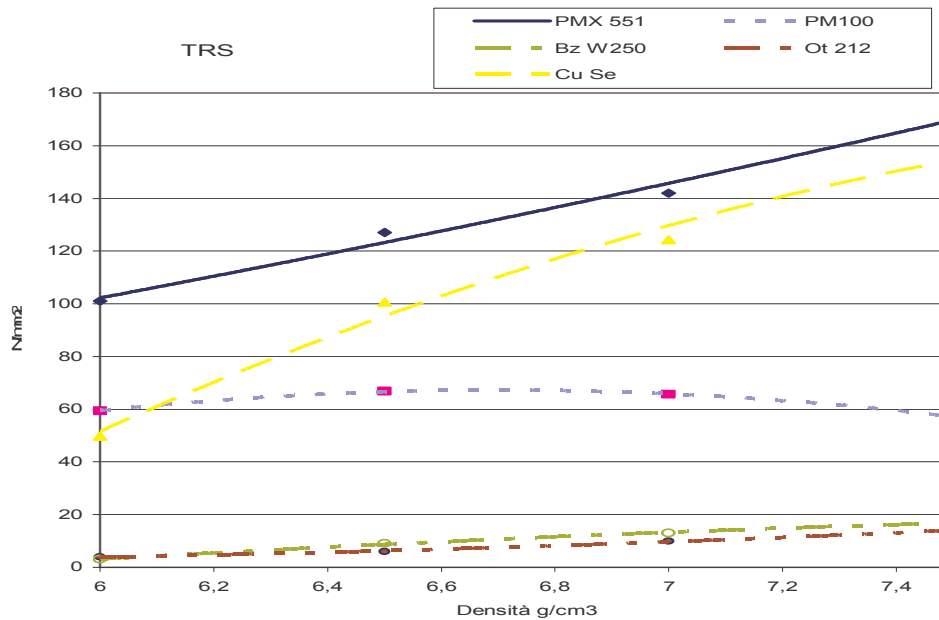


Fig 7.2 Grafico del TRS dei diversi materiali.

I grafici mostrano l'andamento del TRS al variare della densità del sinterizzato. Su cinque dei materiali utilizzati solo due forniscono dati "soddisfacenti". Dai valori bassi di TRS dell'ottone ed il bronzo atomizzato, si intuisce che il materiale non si è sinterizzato, quindi si è provveduto come già accennato trattando la sinterizzazione (Cap 3), ad aumentare la temperatura di sinterizzazione, riscontrando un notevole incremento del TRS come si può notare dai grafici di fig. 7.3-7.4.

Dall'analisi della curva della PM100, si nota che oltre la densità $6,5 \text{ g/cm}^3$ le caratteristiche meccaniche decadono, con un TRS a $7,5 \text{ g/cm}^3$, inferiore a quello misurato per densità di 6 g/cm^3 . In seguito analizzeremo in dettaglio questo problema già accennato trattando la porosità.

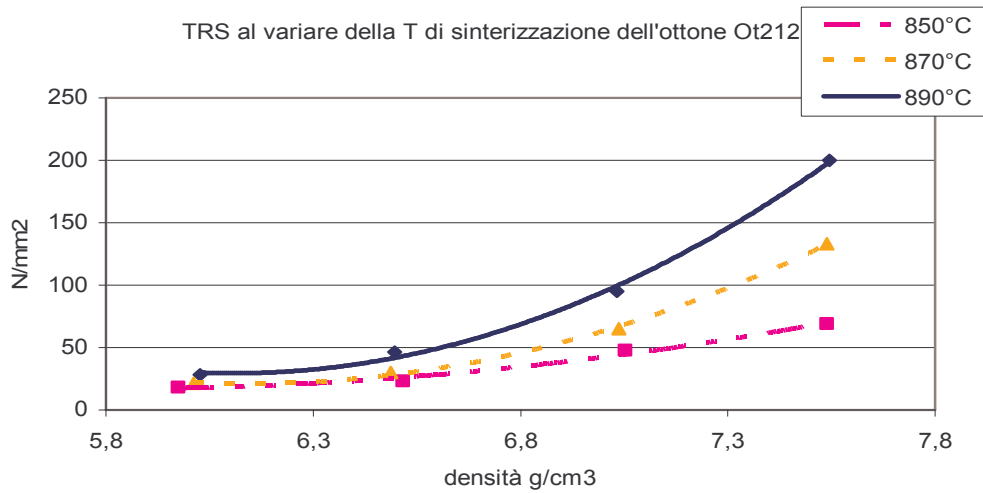


Fig.7.3 Grafico variazione TRS ottone

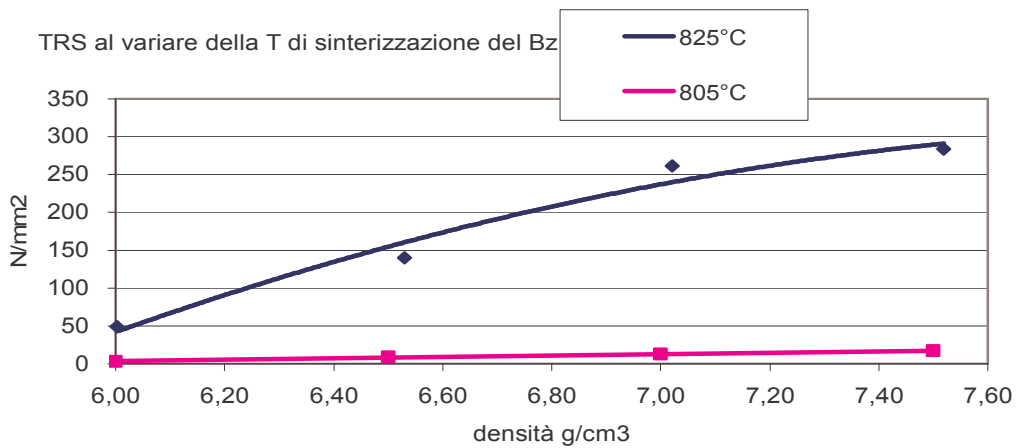


Fig. 7.4 Grafico TRS del Bz 250 sinterizzato a 825°C

1.7.2 Influenza degli ossidi sulla superficie della polvere PM100

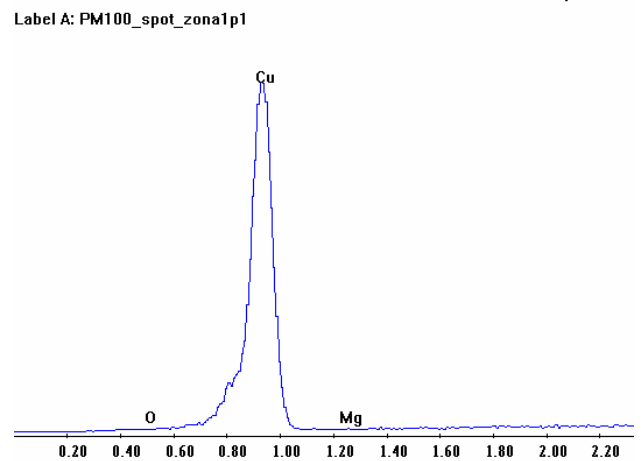
Analizzando la sezione di rottura dei provini di rame elettrolitico, si notano due aree concentriche, di diverso colore^[3]. L'ipotesi, confermata mediante analisi al EDXS, è che l'area interna, di colore più scuro, fosse legata alla presenza di ossidi di rame. Questi ossidi non vengono ridotti dall'atmosfera presente nel forno di sinterizzazione, perché per elevate densità, si crea un "guscio" esterno che impedisce all'idrogeno di penetrare all'interno del sinterizzato. Tuttavia le particelle di rame ossidate in superficie riescono a legarsi tra di loro. Questo viene confermato dalla crescita all'aumentare della densità, delle caratteristiche meccaniche.

La PM100 è una polvere di rame che contiene al suo interno tracce di Mg: questo elemento presenta elevata affinità con l'ossigeno, e tende a sottrarlo al Cu, creando un ceramico, MgO.

L'MgO è un ossido molto stabile, ed alla temperatura di sinterizzazione del rame (850°) non viene ridotto dall'idrogeno presente in atmosfera.

La sezione di frattura del sinterizzato presenta anche in questo caso due zone concentriche di colore diverso, in questo caso il centro è più chiaro dell'esterno.

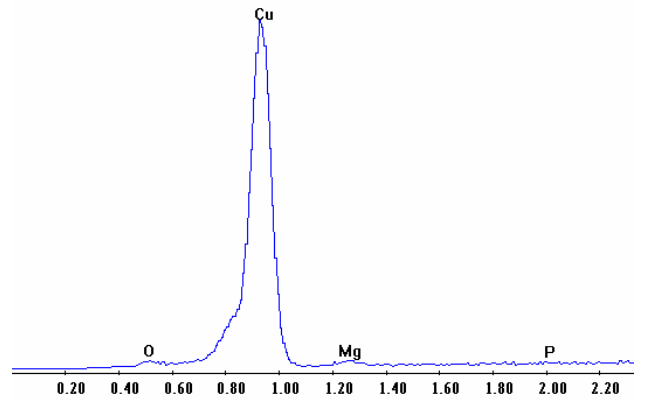
Mentre a densità 6 g/cm³, non si denotano differenze di colore, a densità 6,5 g/cm³ si ha una piccola area al centro, che aumenta fino ad interessare quasi tutto il pezzo per densità 7,5 g/cm³. Dopo aver preparato dei provini, si è proceduto ad analizzare il materiale dall'esterno verso l'interno, analizzando i relativi spettri atomici ottenuti con l'analisi EDXS.



a) Analisi sul bordo del compatto di PM100

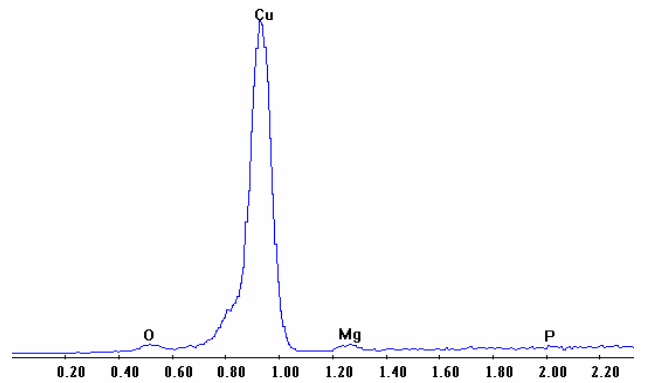
Ciò che si è potuto osservare è l'assenza di ossigeno nella parte esterna del sinterizzato, che cresce spostandosi all'interno. Probabilmente una volta entrato nel forno il pezzo viene dapprima delubrificato, poi viene ridotto dall'atmosfera, ma all'aumentare della densità, il provino diventa più compatto, impedendo all'idrogeno di penetrare e di ridurre il CuO. Quando la temperatura sale, il rame cede l'ossigeno che si lega con il Mg creando sulla superficie delle particelle una strato che ne limita la sinterizzazione. L'interesse per questo fenomeno è nato analizzando l'UTS ed il TRS, che dovrebbero crescere all'aumentare della densità del compatto; in realtà questo non si verifica, e per densità di $7,5 \text{ g/cm}^3$ si hanno resistenze inferiori che per densità 6 g/cm^3 .

Label A: PM100_spot2zona2



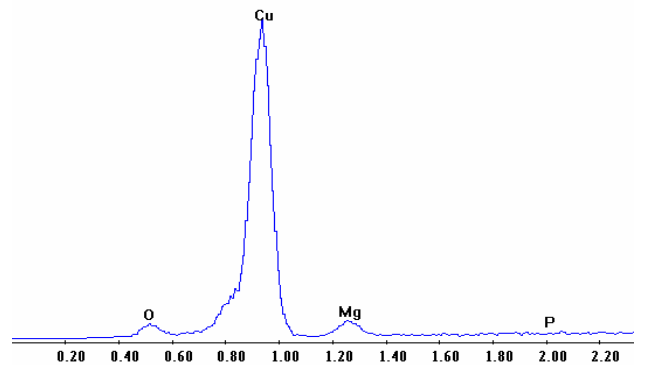
b) analisi a 0,6mm dal bordo

Label A: PM100_spot1zona3 1,5mm



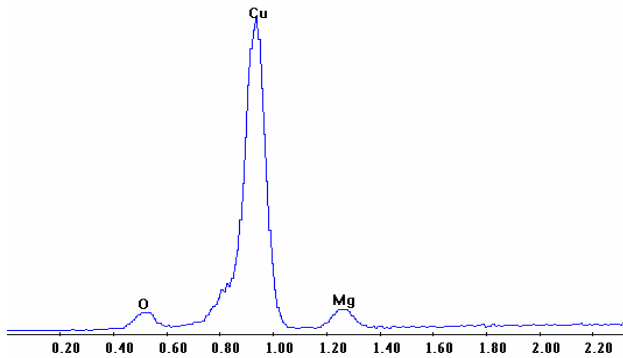
Spettro a 1,5mm dal bordo

Label A: PM100_spot1zona5 3,5mm



Analisi a 3,5mm dal bordo

Label A: PM100_spot1zona4 2,5mm



Analisi a 2,5mm dal bordo

1.7.3 Determinazione delle curve

L'esecuzione delle prove di trazione fornisce un grafico forza-allungamento caratteristico del provino, passando alla deformazione ed alla tensione, ci si svincola dalle dimensioni.

Si fa notare che l'aspetto delle curve tensione-deformazione che descrivono il comportamento dei materiali sinterizzati è diverso da quelli dei materiali massivi, dovuto dalla presenza dei pori. Quando si applica un carico alla barretta di prova, il materiale subisce una deformazione plastica su scala microscopica in prossimità dei pori, prima che sia raggiunto e superato il limite elastico del materiale stesso.

Riportare tutti i grafici, per tutti i provini, sarebbe pedante ed inutile, in quanto i parametri che caratterizzano il materiale a trazione sono la tensione di snervamento, la tensione a rottura e l'allungamento a rottura, che è un indice della duttilità del materiale.

Quindi si è deciso di riportarne solo le caratteristiche principali al variare della densità e del materiale, riportando solo casi particolari caratterizzanti (tabella 7.1).

Un parametro importante che caratterizza i materiali metallici è il limite di scostamento dalla proporzionalità o limite di snervamento. E' da notare che i sinterizzati si comportino come materiali fragili, quindi questo limite nella maggioranza dei casi, e soprattutto per basse densità, non esiste, mentre in materiali come il bronzo atomizzato, è possibile osservare un andamento elastoplastico, ma comunque la differenza tra R_m e $R_{r(0,2)}$ è molto piccola, perciò tale parametro non viene preso in considerazione.

Tab 7.1 Valori di R_m per ogni materiale

| Densità [g/cm ³] | R_m [Mpa] | | | | |
|------------------------------|-------------|-------|---------|----------|--------|
| | Cu SE | PM100 | PMX 551 | Bz W 250 | Ot 212 |
| 6 | 23 | 32 | 75 | 27 | 16 |
| 6,5 | 37 | 41 | 96 | 53 | 27 |
| 7 | 56 | 41 | 101 | 95 | 40 |
| 7,5 | 71 | 42 | 111 | 123 | 60 |

Tab 7.2 Valori di A% per ogni materiale

| Densità [g/cm ³] | A% | | | | |
|------------------------------|-------|-------|---------|----------|--------|
| | Cu SE | PM100 | PMX 551 | Bz W 250 | Ot 212 |
| 6 | 0,34 | 0,21 | 1,20 | 1,60 | 0,38 |
| 6,5 | 0,54 | 0,18 | 0,96 | 3,42 | 0,54 |
| 7 | 0,86 | 0,20 | 1,08 | 3,75 | 0,69 |
| 7,5 | 1,03 | 0,17 | 0,91 | 3,77 | 0,79 |

1.7.4 Confronto caratteristiche meccaniche dei sinterizzati al variare della densità con i materiali massivi.

Dalla letteratura^{[2][3][12]} si possono ricavare le informazioni relative alle caratteristiche meccaniche dei materiali massivi che sono state riassunte in tabella 7.4

Tabella 7.4 Caratteristiche meccaniche dei metalli massivi allo stato ricotto

| | R_m | $R_{r(0,2)}$ | A% |
|--------|-------|--------------|----|
| Rame | 150 | 70 | 45 |
| Bronzo | 250 | 130 | 18 |
| Ottone | 275 | 130 | 50 |

Si può subito affermare, per confronto con i dati rilevati nel paragrafo precedente, che i materiali sinterizzati resistono meno. Il valore della resistenza meccanica è legato a numerosi fattori, che poi sono gli stessi che influiscono sul TRS. Per avere un'idea del comportamento del sinterizzato viene riportato, in fig.7.12 e 7.13, l'andamento del UTS al variare della densità.

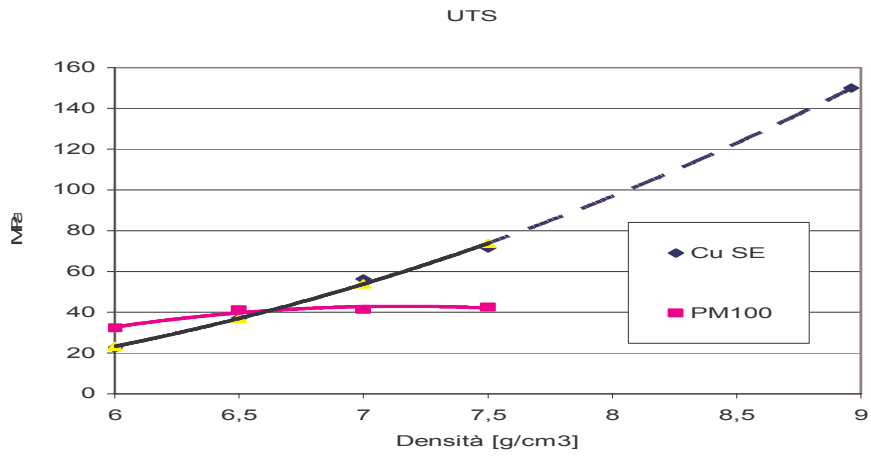


Fig. 7.12 Grafico andamento UTS nel CuSE e nel PM100

Dai grafici si può notare come i materiali PM100, PMX 551 e Ot 212 non presentino un qualche andamento che possa presupporre un raggiungimento al compatto delle caratteristiche del massiccio, meglio sono i materiali quali il CuSE ed il Bz W250 che raggiungono circa il 50% dell'UTS del massivo. Per quanto riguarda gli allungamenti, normalmente i sinterizzati presentano allungamenti minori del 5%, che sono ben distanti da quelli dei materiali massivi, come si vede dalla tabella 7.2, perciò non vengono analizzati gli andamenti.

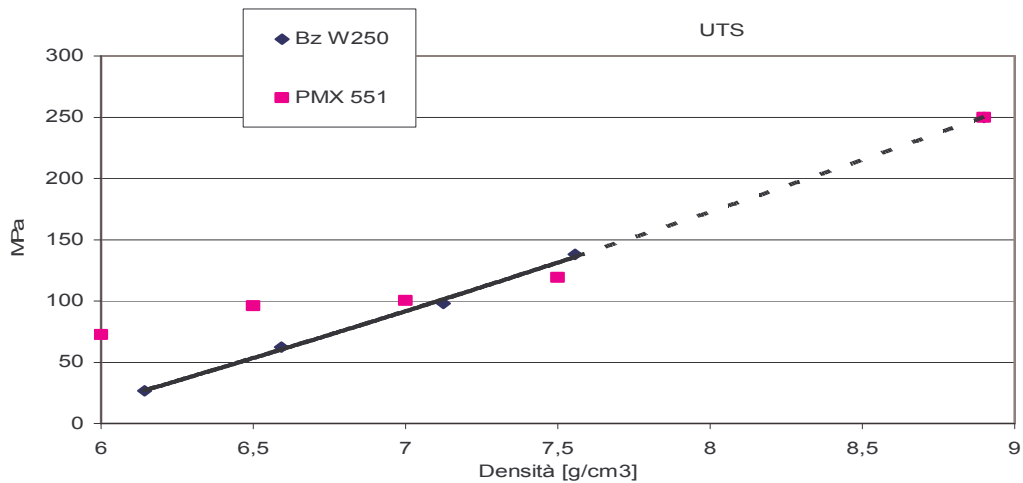


Fig.7.13 Andamento UTS del bronzo al variare della densità

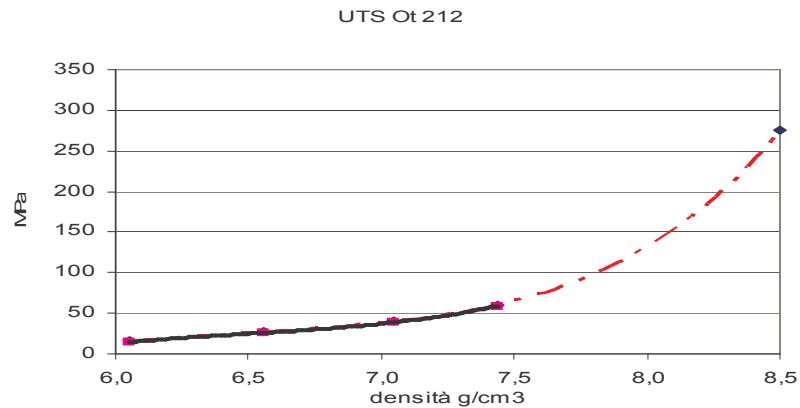


Fig.7.14 Andamento UTS dell'ottone al variare della densità

È da notare, che mentre normalmente l'UTS aumenta all'aumentare della densità, per quanto riguarda la PMX 551, si hanno resistenze paragonabili tra 6,5 e 7 g/cm³, densità a cui coincide una variazione dimensionale praticamente nulla, quindi per queste densità si ottiene un vantaggio, si ottiene una resistenza di circa 100 MPa, con densità relativamente bassa. Infine PM100 e Ot212 presentano caratteristiche meccaniche comprese tra il 20 ed il 30% dei rispettivi materiali massivi.

È da aggiungere che sebbene il Bz W250 presenti, a 7,5 g/cm³ di densità, caratteristiche leggermente superiori alla PMX, quest'ultima, a pari densità, è più porosa, e contemporaneamente più comprimibile: questo fa presupporre la possibilità di innalzare la densità apparente, a vantaggio delle caratteristiche meccaniche.

1.8 Conclusioni

I materiali come bronzo e ottone sono utilizzati nella pratica industriale come materiali per bronzine e filtri (per basse densità).

Lo studio effettuato ha avuto lo scopo di caratterizzare alcuni prodotti dell'azienda, in cui si è svolta la ricerca, dal punto di vista meccanico, per poterli confrontare con i relativi materiali allo stato massivo, data l'assenza di bibliografia a riguardo. Lo scopo è quello di poter valutare la possibilità di utilizzare queste polveri in campi ritenuti esclusivi di particolari ottenuti dal metallo fuso.

Sono state esaminate 5 tipologie di polvere, 2 di rame (PM100 e CuSE), 2 di bronzo (BzW250 e PMX551) e una di ottone (Ot212), prodotte dall'azienda.

Le polveri sono state testate utilizzando forme dettate dalle norme internazionali; dopo la fase di pressatura si è poi passati alla sinterizzazione seguendo cicli termici industriali.

Le normative descrivono l'analisi di diverse caratteristiche sugli stessi provini, è perciò sembrato opportuno determinare altre caratteristiche legate alla tipologia delle polveri come le variazioni dimensionali, lo spring-back, le curve di comprimibilità, etc.

Tracciando le curve pressione-densità (curve di comprimibilità) si è osservato come: i materiali prelegati risultano meno comprimibili rispetto alle premiscele, che si ottengono miscelando gli elementi che costituiscono la lega, che presi singolarmente, sono meno duri.

Lo spring-back aumenta all'aumentare della pressione di compattazione, ed il comportamento è analogo per ogni materiale analizzato ciò è dovuto a ritorni elastici, all'uscita dalla matrice.

Le variazioni dimensionali si determinano dopo il processo di sinterizzazione. Mediante un'attenta analisi dei dati si intuiva che i materiali come Ot212, Bz W250 e PM100 non si erano sinterizzati con il primo ciclo termico adottato. Inoltre si notava che la premiscela PMX551 a bassa densità tendeva a restringersi, mentre ad alta densità tendeva a gonfiarsi. Avere variazioni dimensionali nulle è considerata la condizione di idealità perché permette una successiva fase di calibratura, senza dover cambiare stampo. Ciò non è sempre verificato. Un restringimento può essere visto anche positivamente, perché produce un aumento di densità apparente.

L'analisi della porosità aperta conferma che il materiale sinterizzato contiene al suo interno spazi vuoti che tendono a diminuire all'aumentare della densità. Analizzando i risultati ottenuti si nota che la porosità aperta varia da materiale a materiale. Si è voluto ricordare le notevoli proprietà influenzate dalla porosità, tra le quali proprio le caratteristiche meccaniche scopo di questo studio.

La durezza apparente, ottenuta tramite l'impiego di un durometro Brinell, non è una misura confrontabile con i rispettivi materiali massivi per la presenza dei pori, che influenzano i risultati; però è un sistema utile per verificare se il pezzo è sinterizzato o no, come è stato fatto per verificare la sezione dei provini di PM100.

Una parte del lavoro è incentrata sulla sistemazione e la taratura statica di una pressa convertita in macchina per prove di trazione, con la quale sono poi state eseguite le prove di TRS e di trazione.

L'analisi delle caratteristiche meccaniche sul rame, l'ottone ed il bronzo, ha messo in luce un aumento di queste all'aumentare della densità, che però a $7,5 \text{ g/cm}^3$ sono ancora molto lontane dalle prestazioni ottenibili mediante l'impiego di materiali massivi. Inoltre dall'analisi delle curve di trazione si conferma che i materiali sinterizzati presentano un andamento quasi completamente elastico, caratterizzato da un diverso modulo di elasticità rispetto al materiale massivo. Nel caso del rame atomizzato (PM100), a causa della presenza di un ossido di Mg sulla superficie delle particelle interne del provino, viene impedita la sinterizzazione e perciò presenta caratteristiche meccaniche scarse, dovute ad un nucleo poco resistente.

Il bronzo è il metallo che ha dato minori problemi, presenta un buon UTS circa 50% di quello del materiale massivo, ed inoltre, mentre quello atomizzato tende quasi linearmente al valore di UTS del massivo variando la densità apparente, la premiscela PMX, ha valori paragonabili di resistenza anche per densità più basse.

Trattare l'ottone è difficile; ha una bassa densità al verde, quindi è difficile da maneggiare, inoltre prima di arrivare alla temperatura di sinterizzazione (890°C) si sono dovuti cambiare diversi profili termici.

In ogni caso (tranne la PM100 per quanto affermato) i materiali resistono circa la metà dei rispettivi massivi. Una ragione di questo è il fatto che tutti i metalli presi in considerazione hanno densità "al pieno" che varia tra $8,5$ e $8,96 \text{ g/cm}^3$, ben più alta dei $7,5 \text{ g/cm}^3$ presi in considerazione per le prove. Dai grafici relativi all'UTS, si nota che le curve presentano andamenti crescenti che all'aumentare della densità, presagiscono un miglioramento delle caratteristiche.

D'altra parte, anche arrivare a densità 8 g/cm^3 richiederebbe l'utilizzo di pressioni alquanto elevate che inficerebbe la costruzione di provini per prove di trazione (avendo superficie superiore). Inoltre, maggiore è la pressione di compattazione richiesta, e più oneroso diventa, poi, il processo industriale, sia per l'utilizzo di presse più potenti, sia per gli stampi e le matrici che devono essere sottoposte a sollecitazioni più elevate.

Bibliografia

- [1] Andrej Šalák, Ferrous powder metallurgy, Cambridge international science publishing, 1995
- [2] Vincenzo Loconsolo-Luca Nobili, Manuale degli ottoni, Consedit 1995
- [3] Metals Handbook Ninth Edition volume 7 powder metallurgy 1984 american society for metals pag 302-304 26-27
- [4] Lessel F.V. Powder Metallurgy Principles and application, Metal Powder industries Federation, Princeton, 1980
- [5] Pease L.F West W.G., Fundamental of Powder Metallurgy, Metal Powder Industries Federation, Princeton, 2002
- [6] ASM Handbook, vol 7, ASM international, 1998
- [7] Mosca E., La Metallurgia delle polveri, criteri di progettazione e di controllo, 1983
- [8] German R.M., Liquid Phase Sintering, Plenum Press, New York and London, 1985
- [9] Savitskii A.P., Liquid Phase Sintering of the System with Interacting Components, Russian Academy of Science Siberian Branch Institute of Stength Physics and Materials Science, Tomsk,1993
- [10] Linoya K. Gotan k. Higashitani K., Powder Technlogy handbook, Dekker, 1990
- [11] Metal handbook, vol. 1, properties and selection of Metals, American Society for metals, 1975

[12] Pierangelo Andreini, Manuale dell'ingegnere meccanico, Hoepli2005

[13] Cinzia Menapace, Sinterizzazione di bronzo 90/10: influenza dell'interazione fra rame e stagno sul comportamento dimensionale e sulle proprietà meccaniche, 2002

[14] Mazzoleni, Tecnologie dei metalli n°2, UTET, 1978

Normative di riferimento

ISO 2740 Sintered metal materials, excluding hardmetals – Tensile test pieces

ISO 4492 Metallic powders, excluding powders for hardmetals – Determination of dimensional changes associated with compacting and sintering.

ISO 3927 Metallic powders, excluding powders for hardmetals -- Determination of compressibility in uniaxial compression

ISO 2738: Sintered metal materials, excluding hardmetals-Permeable sintered metal materials-Determination of Density, oil content and open porosity.

ISO 4498 Sintered metal materials, excluding hardmetals – Determination of apparent hardness and microhardness

ISO 6506 – 1 Metallic materials – Brinell hardness test – Part 1: test method

UNI EN ISO 6506 – 2 Metallic materials – Brinell hardness test – Verification and calibration of testing machines

ISO 4492: Metallic powder, excluding powder of hardmetals – Determination of dimensional changes associated with compacting and sintering

ISO 2740: Sintered metal materials, excluding hardmetals – Tensile test pieces

ISO 3325 Sintered metal materials, excluding hardmetals – Determination of transverse rupture strength

ISO 3954, Powders for powder metallurgical purposes – Sampling, 1977

ISO 6892 Metallic materials – Tensile testing at ambient temperature

ISO 6507-1 Metallic materials – Vickers hardness test Part 1: test method