



**Paolo Battaini**

8853 S.p.A.  
Pero (Milano) ITALY

Paolo Battaini è laureato in ingegneria nucleare indirizzo materiali. Specializzato nelle tecniche di microscopia elettronica, è esperto nella failure analysis applicata a vari settori industriali, e nella metallurgia dei metalli preziosi. Dal 1984 si occupa di leghe di metalli preziosi per impieghi odontoiatrici. Dal 2004 tiene il corso di "Tecnologie di lavorazione" all'Università di Milano Bicocca nell'ambito del corso di laurea in "Scienze e Tecnologie Orafe". Responsabile Qualità e Ricerca e Sviluppo alla 8853 SpA di Pero, produttrice di semilavorati di metalli preziosi e leghe dentali, è stato più volte relatore al convegno sulla tecnologia orafa "Santa Fe Symposium" di Albuquerque ed al JTF di Vicenza.

*Benché il processo della lavorazione a caldo dei metalli si perda nella notte dei tempi, una sua comprensione metallurgica è stata ottenuta solo negli ultimi 40 anni. La maggior facilità nella lavorazione a caldo delle leghe metalliche è dovuta al veloce cambiamento della loro microstruttura, di cui la ricristallizzazione dinamica è uno degli aspetti principali. Probabilmente a causa della facilità con cui i metalli preziosi si lavorano meccanicamente a temperatura ambiente, è difficile trovare informazioni in merito alla loro lavorazione a caldo. In ogni caso, le differenze nei risultati tra la lavorazione meccanica a caldo e quella a freddo seguita da ricottura sono interessanti e utili da conoscere, anche al fine di migliorare la qualità del prodotto. Il presente lavoro si prefigge di dare una descrizione generale e semplificata dei fenomeni microstrutturali che si verificano durante la lavorazione meccanica a caldo, come il recovery dinamico e la ricristallizzazione dinamica. Inoltre, vengono mostrati alcuni vantaggi della lavorazione a caldo di alcuni metalli preziosi, grazie ad esempi pratici che ne prendono in considerazione le microstrutture.*

# LA RICRISTALLIZZAZIONE DINAMICA E LA LAVORAZIONE A CALDO DEI METALLI PREZIOSI.

## INTRODUZIONE

Benché il processo della lavorazione a caldo dei metalli si perda nella notte dei tempi, una sua comprensione soddisfacente è stata ottenuta solo durante gli ultimi 40 anni. Sono stati fatti studi fondamentali su materiali a diffuso impiego tecnologico, come gli acciai o le leghe di alluminio. Comunque, sono disponibili pochissime informazioni a riguardo della lavorazione a caldo dei metalli preziosi. Ciò è dovuto al fatto che la lavorazione a caldo è un processo raramente impiegato in gioielleria. Infatti, la lavorazione meccanica dei metalli preziosi è solitamente facile, richiedendo solo ricotture tra le varie fasi di incrudimento. Inoltre, i lingotti hanno dimensioni ridotte, fatto che costituisce un problema se si vuole mantenerne elevata la temperatura durante la lavorazione. Le procedure di lavorazione a caldo richiedono speciali apparecchiature, come appositi cilindri di laminazione, opportuni attrezzi per la manipolazione; e aumentano la possibilità di contaminazione del materiale. Tutti questi sforzi aggiuntivi sono difficili da giustificare. Comunque, alcuni usi della lavorazione a caldo sono noti. L'estrusione a caldo dei metalli preziosi è un processo ben noto per la produzione di fili, barre e tubi<sup>1</sup>. In alcuni casi viene effettuato lo stampaggio a caldo delle leghe d'oro<sup>2</sup>. La forgiatura a caldo viene impiegata durante il processo del mokume gane<sup>3</sup>.

Durante la lavorazione a caldo, le leghe sono deformate a temperature a cui l'incrudimento non avviene. Il ripristino della lavorabilità della lega avviene in continuo, durante la lavorazione. Corti ha dato una descrizione elementare della lavorazione a caldo nella sua presentazione durante il Santa Fe Symposium del 2010<sup>4</sup>. La maggiore facilità di lavorazione dei metalli e delle leghe ad alta temperatura è dovuta ad una veloce evoluzione microstrutturale di cui la ricristallizzazione dinamica è uno degli aspetti principali. E' utile ed interessante conoscere la differenza nei risultati tra la lavorazione a freddo seguita da ricottura e la lavorazione a caldo, in modo da migliorare la qualità del prodotto e impostare nuove procedure. Il presente lavoro si prefigge di dare una descrizione generale e semplificata dei fenomeni microstrutturali che avvengono durante la lavorazione a caldo. Verrà mostrato, per mezzo di esempi pratici, l'effetto della lavorazione a caldo sulle microstrutture di alcune leghe di metalli preziosi.

## RICRISTALLIZZAZIONE DINAMICA

Il meccanismo mediante il quale le leghe riparano i danni strutturali causati dalla deformazione meccanica è stato descritto molte volte<sup>5,6,7,8</sup> ed è ben approfondito in letteratura<sup>9,10</sup>. Questi meccanismi di riparazione sono attivati termicamente, così la lega deformata deve essere riscaldata o, più precisamente, ricotta. Durante la ricottura il materiale passa attraverso due processi distinti: il recovery e la ricristallizzazione statica. Il recovery prepara la strada alla ricristallizzazione. Durante il recovery i cristalli deformati mantengono la loro identità, mentre la densità e la distribuzione dei difetti cristallini cambia. Guardando la microstruttura mediante la metallografia ottica è difficile rendersi conto se il recovery è avvenuto. Durante la successiva ricristallizzazione, cambia l'orientamento cristallino di ogni regione nella lega deformata, anche più di una volta. Viene nucleata una popolazione di nuovi grani, a spese della struttura deformata, fino a quando quest'ultima è completamente consumata dal processo.

Vi sono alcune "leggi della ricristallizzazione", tra le quali quelle più importanti sono:

- 1) E' necessaria una deformazione della lega critica minima  $\epsilon_c$  affinché la ricristallizzazione possa verificarsi.
- 2) Più piccolo è il grado di deformazione, più alta sarà la temperatura richiesta per la ricristallizzazione.
- 3) Aumentando il tempo di ricottura, diminuisce la temperatura richiesta per la ricristallizzazione.
- 4) La dimensione del grano, dopo la ricottura, dipende dal grado di deformazione e, in minor misura, dalla temperatura di ricottura (essendo inferiore quanto maggiore è il grado di deformazione e più bassa la temperatura di ricottura).

Il processo descritto da queste "leggi" è di importanza cruciale nella lavorazione di metalli e leghe per due ragioni fondamentali. La prima ragione è insita nella necessità di restituire duttilità al materiale, in modo da poter

continuare la lavorazione. La seconda ragione discende dalla necessità di controllare la dimensione del grano del prodotto finito, da cui dipendono molte delle sue proprietà.

Quando una lega viene deformata ad alte temperature (sopra a circa il 50 % della sua temperatura di fusione), l'incrudimento tende ad essere controbilanciato dal processo di recovery. Se il recovery bilancia completamente l'incrudimento, si raggiunge uno stato stazionario. Se questo può essere mantenuto, è consentita una grande deformazione prima che si verifichi la rottura del materiale. In alcuni metalli o leghe dove il recovery è meno rapido, certe condizioni di sforzo e temperatura di deformazione possono dare luogo all'accumulo di differenze locali nella densità delle dislocazioni, tali da nucleare la ricristallizzazione durante la deformazione. Questa ricristallizzazione è definita come ricristallizzazione dinamica<sup>10,11,12,13,14</sup>.

Le più importanti "leggi della ricristallizzazione dinamica" sono:

- 1) La ricristallizzazione dinamica inizia quando una deformazione critica  $\epsilon_c$  è stata ottenuta ad alta temperatura (all'incirca sopra il 50% della temperatura di fusione), comunque spesso a temperature relativamente inferiori a quelle associate alla ricristallizzazione statica. Questa deformazione critica è solitamente maggiore di quella necessaria ad iniziare la ricristallizzazione statica ( $\epsilon_r$ ).
- 2) La dimensione del grano ricristallizzato è determinata dagli sforzi applicati, ed è molto sensibile alla velocità di deformazione e meno influenzata dalla temperatura di deformazione.
- 3) Quando la deformazione è arrestata, la ricristallizzazione non si ferma immediatamente, ma procede con una velocità che decresce nel tempo (ricristallizzazione metadinamica).
- 4) La ricristallizzazione dinamica ha una natura ripetitiva. Ciò significa che durante lo stato stazionario in cui essa si verifica in continuo, in diverse regioni localizzate, vi saranno grani che si sono appena ricristallizzati, grani che hanno appena subito deformazione e stanno per subire ricristallizzazione e uno spettro di grani che si situano tra queste due situazioni limite.

Benché la ricristallizzazione dinamica sia un argomento molto complesso, dato che dipende da molte caratteristiche microstrutturali della lega, è stata studiata in dettaglio per alcuni materiali tecnologici. Pochissime informazioni sono disponibili per i metalli preziosi. Allo scopo di avere una conoscenza basilare su ciò che avviene quando una lega preziosa è deformata ad alta temperatura, sono stati eseguiti alcuni semplici esperimenti.

## MATERIALI E METODI

La deformazione ad alta temperatura è stata applicata magliando i campioni con un maglio (figura 1) che è dotato di un martello del peso di 40 Kg.



Figura 1.

Maglio usato per lavorare tutti i campioni descritti in questo studio.

Il martello e l'incudine del maglio sono sempre stati preriscaldati alla fiamma fino a circa 250 °C , prima di iniziare la lavorazione.

La magliatura a caldo è stata effettuata su due barre, la prima costituita dalla Lega 1 (95Pt-5Cu) (Tavola 1) e la seconda dalla Lega 2 (argento sterling). La barra di argento sterling aveva una sezione di 24 x 24 mm ed un peso di 1060 g, la barra in lega di platino era di sezione pari a 20 x 20 mm e peso di 1300 g.

La barra in 95Pt-5Cu bar è stata riscaldata mediante fiamma ad ossigeno-propano fino a circa 900°C e quindi è stata magliata a circa 12 x 12 mm (riduzione in sezione del 64%). Durante la procedura la magliatura è stata interrotta una volta per riscaldare nuovamente la barra, in modo da ripristinare la temperatura. Quando si è ottenuta la sezione finale, la barra è stata ancora ricotta mediante la fiamma, e quindi raffreddata in acqua. Infine la barra è stata trafilata alla sezione di 10 x 10 mm in 4 passaggi.

Al fine di confrontare la procedura di lavorazione a caldo con quella a freddo, una seconda barra in lega 95Pt-5Cu , con sezione di 20 x 20 mm, è stata laminata in quadro fino alla sezione di 12 x 12 mm, ricotta in forno a 900°C per 25 minuti e trafilata in 4 passaggi alla sezione di 10 x 10 mm.

La temperatura di 900°C per la magliatura a caldo è stata scelta in modo da essere la medesima della ricottura in forno eseguita sulla seconda barra, i cui dati erano già disponibili da analisi eseguite nel passato. Solitamente le temperature di ricottura per leghe di platino sono più alte (1000 – 1200 °C).

La microstruttura delle sezioni trasversali di entrambe le barre in lega di platino sono state confrontate mediante la metallografia ottica.

La barra in argento sterling è stata riscaldata in forno a 700°C per 30 minuti prima di iniziare la magliatura. La magliatura è stata eseguita solo su metà della lunghezza della barra, fino ad uno spessore di 11 mm (riduzione del 54 % nello spessore), in circa 3 secondi. Quindi la barra è stata immediatamente raffreddata in acqua. L'altra estremità della barra è stata quindi magliata a freddo nello stesso modo, fino allo spessore di 11 mm. La figura 2 mostra la barra al termine della procedura. La sezione trasversale della barra è stata osservata mediante metallografia ottica su entrambe le estremità magliate e su una sezione trasversale ottenuta prima della procedura, rappresentativa delle condizioni grezze di fusione, nonché su una sezione trasversale, dopo trattamento termico a 700°C per 30 minuti.

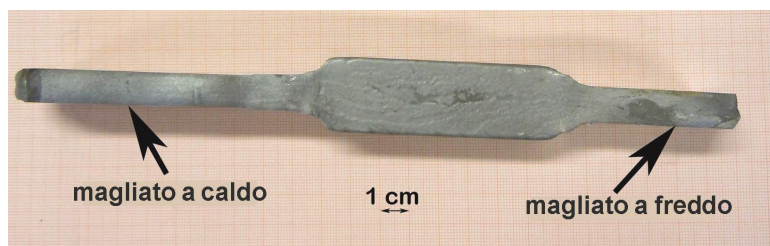


Figura 2.

Barra di argento sterling dopo magliatura. La barra è stata ricotta a 700°C per 30 minuti in aria e quindi immediatamente magliata a caldo sul lato sinistro. Quindi è stata raffreddata in acqua e magliata a freddo sull'altro lato.

Al fine di evidenziare qualche eventuale effetto della magliatura a caldo su campioni di piccole dimensioni, le leghe 2, 3 e 4 (Tavola 1) sono stati ottenuti per colaggio a cera persa in forma di bottoni: dischi di 15 mm in diametro e 3.5 mm in spessore (figura 3).

Per ogni lega sono stati fusi tre bottoni. Naturalmente, le piccole dimensioni rendono difficile mantenere il campione caldo durante la magliatura. Per questo motivo la deformazione è stata applicata rapidamente, magliando il campione con un numero limitato di colpi, in circa due secondi. Quindi i campioni sono stati raffreddati in acqua immediatamente.

Per ogni lega, un campione è stato riscaldato con la fiamma ossigeno-propano alla temperatura più alta possibile, tenendo conto dell'intervallo di fusione della lega. Un controllo approssimato della temperatura è stato effettuato mediante un pirometro ottico durante il riscaldamento a fiamma. La magliatura è stata eseguita fino ad uno spessore finale di 2 mm (riduzione in spessore del 43%). Il secondo campione di ogni lega è stato magliato a freddo a 2 mm di spessore, ed è stato usato per confrontarne la microstruttura a quella del campione magliato a caldo. Il terzo campione, se necessario, è stato esaminato mediante metallografia ottica in modo da caratterizzare la microstruttura nelle condizioni grezze di colata.

La microdurezza Vickers è stata misurata su ogni campione, usando un carico di 200 gf.

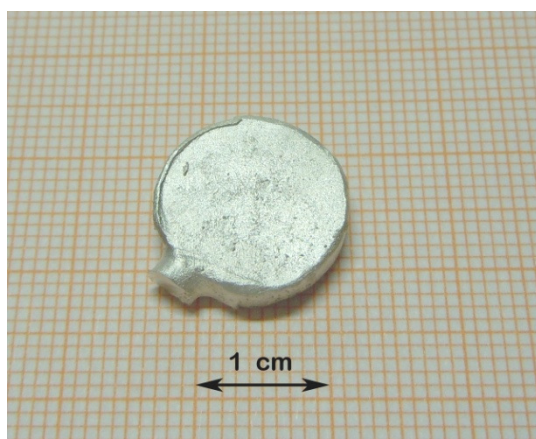


Figura 3. Aspetto grezzo di colata dei bottoni ottenuti sulle diverse leghe.

Lega	Composizione (% in peso)
1	95 Pt – 5 Cu
2	92.5 Ag – 7.5 Cu
3	95 Pt – 5 Ru
4	75 Au – 8 Ni – 14 Cu – 3 Zn

Tavola 1. La tavola riporta le diverse leghe studiate in questo lavoro.

## RISULTATI E DISCUSSIONE

La lavorazione a caldo dei materiali preziosi è un processo relativamente raro perché non è in generale necessario nel settore orafa. Inoltre, i metodi usuali per la lavorazione a caldo danno una finitura superficiale di scarsa qualità, la possibile formazione di una scaglia ossidata e uno scarso controllo delle dimensioni finali. Comunque, gli esempi seguenti mostrano che questa lavorazione ha alcuni effetti interessanti e utili sulla microstruttura dei materiali.

### 1. Barra in lega di platino.

La figura 4 mostra la microstruttura di una barra in lega Pt 95 Cu 5 laminata in quadro a freddo e trafilata alla dimensione finale di 10 x 10 mm. La micrografia mostra la presenza di vuoti interni e cricche. La microstruttura è tipica di grani colonnari deformati. Per comprendere meglio questo aspetto, la figura 4 deve essere confrontata con la 5 che rappresenta la microstruttura della barra nelle condizioni grezze di colata. In questa figura i grani colonnari sono ben definiti e non deformati dal processo di laminazione in quadro. Sono anche visibili molte porosità da gas che nella figura 4 appaiono schiacciati a causa della lavorazione meccanica subita. Il materiale si è strappato nella zona centrale a causa della presenza di alcuni di questi pori ed altri difetti di colata.

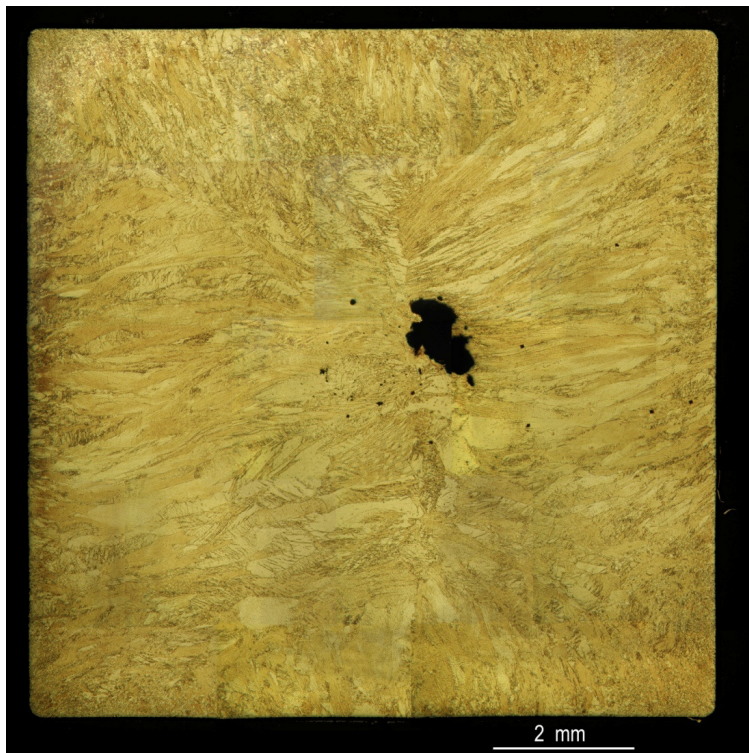


Figura 4.

**95 Pt- 5Cu. 208 HV<sub>200</sub>.**

*Sezione trasversale della barra, laminata in quadro a 12 x 12 mm, ricotta in forno a 900°C per 25 minuti e trafilata a freddo a 10 x 10 mm. La microstruttura mostra i grani colonnari grezzi di colata, deformati dai processi di laminazione e trafilatura. Uno strappo è visibile nell'area centrale della barra, insieme ad alcuni piccoli pori, sparsi lungo la sezione. Per meglio apprezzare l'effetto della lavorazione meccanica, si confronti questa figura con la 5, che è relativa alle condizioni grezze di colata.*

Non è possibile vedere segni di ricristallizzazione guardando alla microstruttura di figura 4. Comunque, aumentando l'ingrandimento, è possibile osservare una ricristallizzazione parziale (figure 6 e 7), distribuita in modo non omogeneo lungo la sezione. La barra finita mostra vuoti e cricche interne, la cui presenza è confermata anche dall'aspetto ondulato della superficie esterna (figura 8).

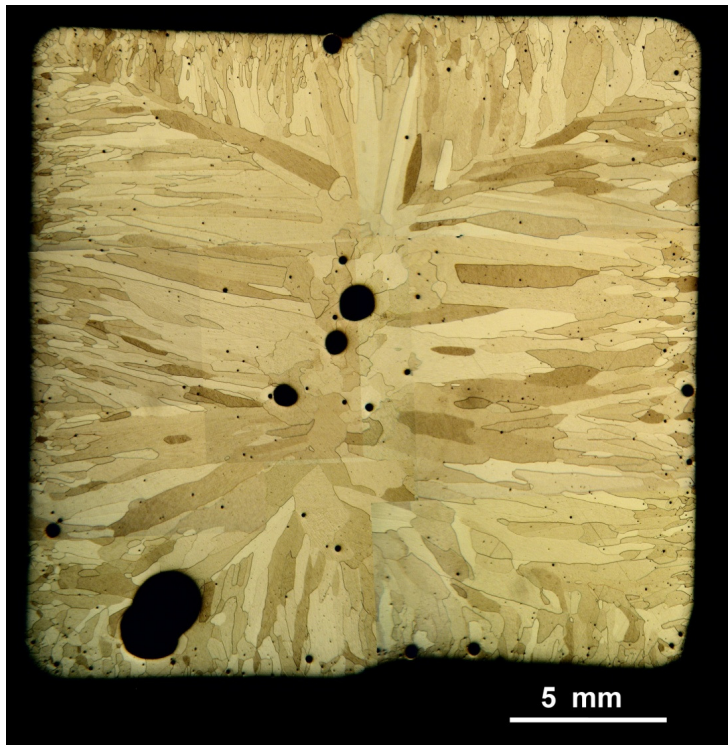


Figura 5.

**95 Pt- 5Cu. 130 HV<sub>200</sub>.**

Sezione trasversale della barra nelle condizioni grezze di colata. Questa microstruttura è tipica delle condizioni originali di entrambe le barre lavorate a caldo e a freddo studiate in questo lavoro. Sono visibili i grani colonnari e le porosità da gas. Si confronti con la microstruttura vista in figura 4, dopo lavorazione a freddo, ricottura in forno e trafilatura finale. Si tenga conto dei diversi ingrandimenti tra le due figure.

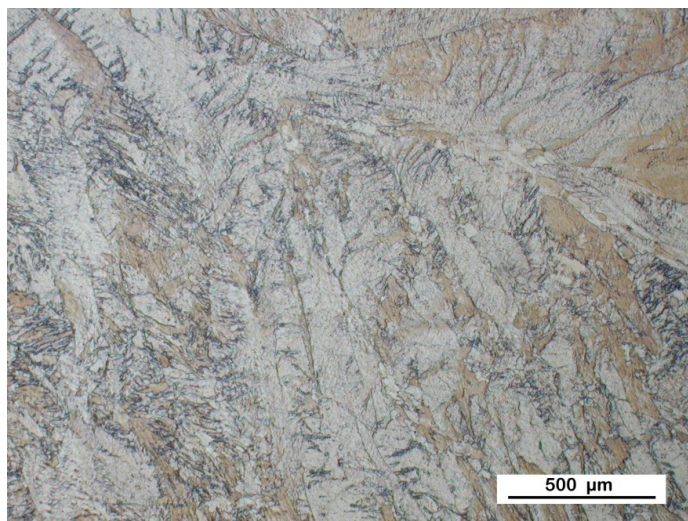


Figura 6. **95 Pt- 5Cu. 208 HV<sub>200</sub>.**

Dettaglio della microstruttura vista in figura 4.

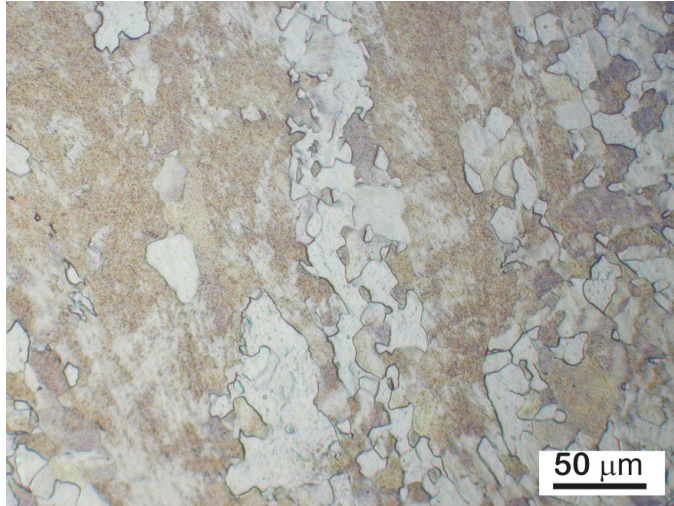


Figura 7. **95 Pt- 5Cu. 208 HV<sub>200</sub>.**

Dettaglio della microstruttura vista in figura 4. E' visibile l'effetto della ricristallizzazione statica causata dalla ricottura. La ricottura è stata eseguita prima della trafilatura finale e non è distribuita uniformemente lungo la sezione della barra.

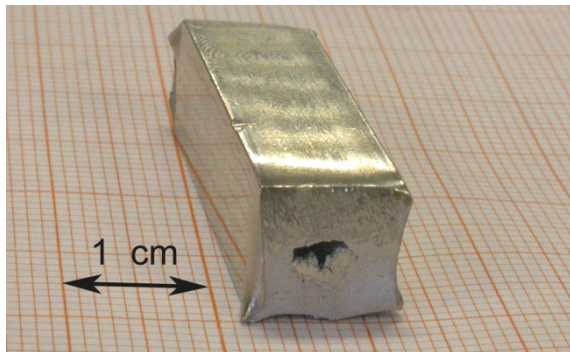


Figura 8.

**95 Pt- 5Cu. 208 HV<sub>200</sub>.**

Porzione della barra vista in figura 4 che mostra una superficie esterna ondulata dopo la trafilatura, a causa della presenza interna di vuoti e cricche.

La figura 10 presenta la microstruttura della barra di Pt 95 Cu 5 magliata a caldo e trafilata a 10 x 10 mm. La microstruttura appare più omogenea che nel caso precedente. I pori interni e le cricche sono assenti. I grani colonnari della struttura grezza di fusione sono stati sostituiti da grani più piccoli (figura 11). La microstruttura di figura 10 deve essere confrontata con quella di figura 4, che è ottenuta ai medesimi ingrandimenti.

Per quanto concerne le durezze, i dati sono riportati in tabella 2 e in ognuna delle didascalie delle figure. E' interessante notare che non si osservano differenze pratiche fra la barra di platino magliata a caldo e quella lavorata a freddo, nonostante le loro microstrutture siano molto diverse.

E' molto importante notare che la procedura descritta della magliatura a caldo coinvolge molti processi metallurgici diversi. Non solo la lega può subire il recovery e la ricristallizzazione durante la deformazione prodotta dal maglio, ma può anche subire il recovery e la ricristallizzazione statici durante la ricottura con la fiamma (figura 9). Inoltre, i metallurgisti considerano un terzo tipo di ricristallizzazione: la ricristallizzazione metadinamica che segue immediatamente la cessazione della deformazione a caldo<sup>10</sup>. In questo esempio avviene fra un colpo di maglio ed il seguente.

In generale si può dire che il metodo della lavorazione a caldo fornisce una microstruttura finale migliore e, innanzitutto, evita le rotture producendo la sinterizzazione dei vuoti presenti nelle condizioni grezze di colata (sinterizzazione per diffusione). E' ben noto che per ottenere una effettiva chiusura dei pori è necessaria la presenza della ricristallizzazione dinamica<sup>10</sup>. E' importante sottolineare che i benefici della lavorazione a caldo del platino sono ben noti. L'esempio qui descritto mostra che la ricristallizzazione dinamica deve essere la ragione di questi benefici, dando un contributo nel trasformare la microstruttura in una forma con caratteristiche migliori.

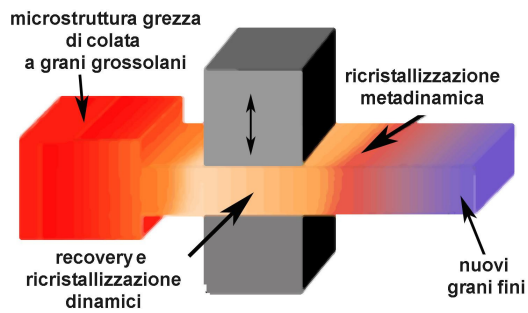


Figura 9.

La magliatura a caldo è un processo complesso che coinvolge diversi tipi di recovery e ricristallizzazione: dinamici al momento del colpo di maglio, metadinamici immediatamente dopo il colpo e statici quando la barra è ricotta con la fiamma.

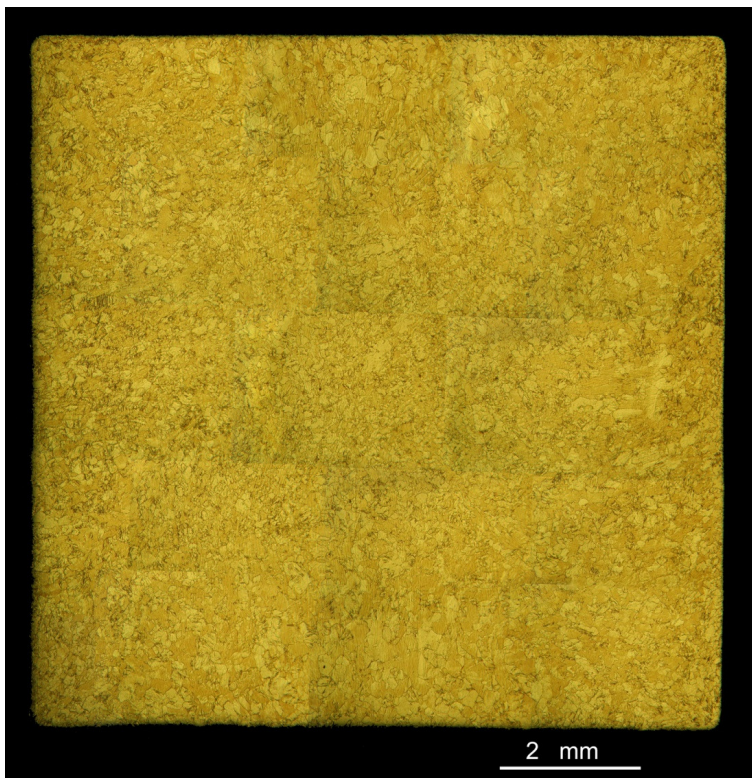
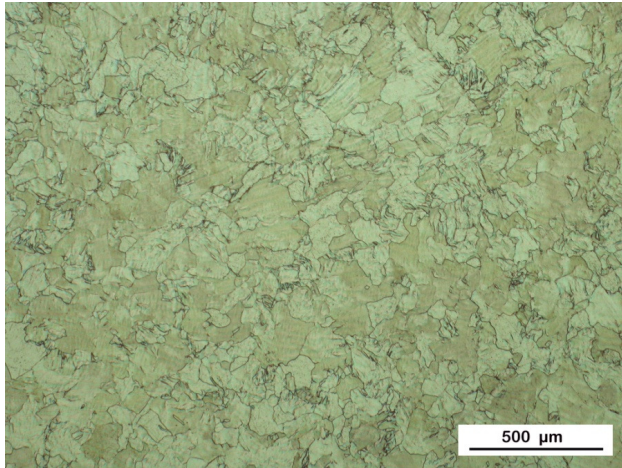


Figura 10.

**95 Pt- 5Cu. 200 HV<sub>200</sub>.**

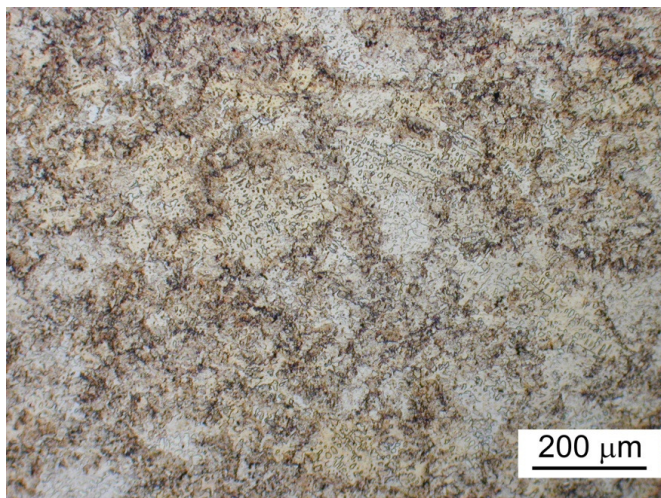
Sezione trasversale della barra, magliata a caldo a 12 x 12 mm, ricotta alla fiamma e trafilata a freddo a 10 x10 mm. La microstruttura risulta più omogenea che nel caso della laminazione in quadro a freddo vista in figura 4, e con grani più piccoli ed equiassici. I vuoti sono assenti.



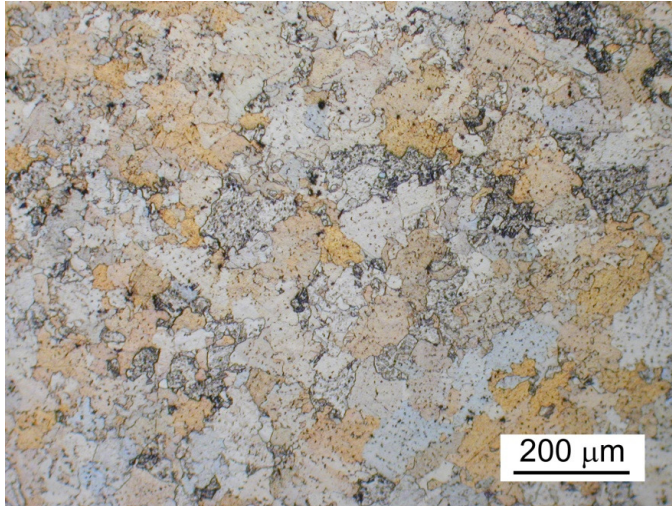
**Figura 11.**  
**95 Pt- 5Cu. 200 HV<sub>200</sub>.**  
 Dettaglio della microstruttura vista in figura 10. La magliatura a caldo ha prodotto un raffinamento del grano a causa del contributo della ricristallizzazione dinamica. Si confronti con figura 6.

## 2. Barra in argento Sterling.

La figura 12 mostra la microstruttura della barra in argento sterling nelle condizioni grezze di colata. La lega presenta una forte microsegregazione<sup>15</sup>. In figura 13 è visibile la microstruttura dopo ricottura a 700°C per 30 minuti con raffreddamento in aria. Questa condizione rappresenta la situazione precedente la magliatura a freddo. Qui la microsegregazione e la durezza sono ridotte rispetto alle condizioni tipiche del grezzo di colata. La metallografia ottica mostra una differenza sottile fra le microstrutture del campione magliato a caldo (figure 14 e 15) e quelle del campione magliato a freddo (figure 16 e 17). Comunque l'inizio della ricristallizzazione è visibile in figura 16, e la durezza (tavola 2), praticamente uguale a quella della lega grezza di colata, conferma che la ricristallizzazione è iniziata. La ricristallizzazione è avvenuta durante la magliatura a caldo ed il breve tempo precedente l'immersione in acqua per il raffreddamento della barra. Ciò che osserviamo spiega anche il tempo inferiore, e la minore energia, necessari per magliare a caldo la barra, in confronto alla magliatura a freddo eseguita sull'altra estremità. La figura 18 è un esempio di ciò che avviene se la lega magliata a caldo viene sottoposta ad una ricottura statica a 650°C per 10 minuti: grani nuovamente ricristallizzati crescono con dimensioni maggiori.

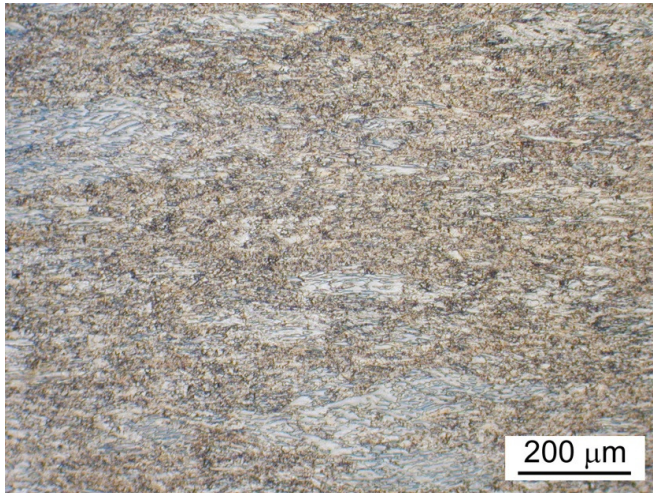


**Figura 12. 92.5 Ag- 7.5Cu. 81 HV<sub>200</sub>.**  
 Microstruttura della barra di argento sterling nelle condizioni grezze di colata. La lega mostra una struttura fortemente segregata.



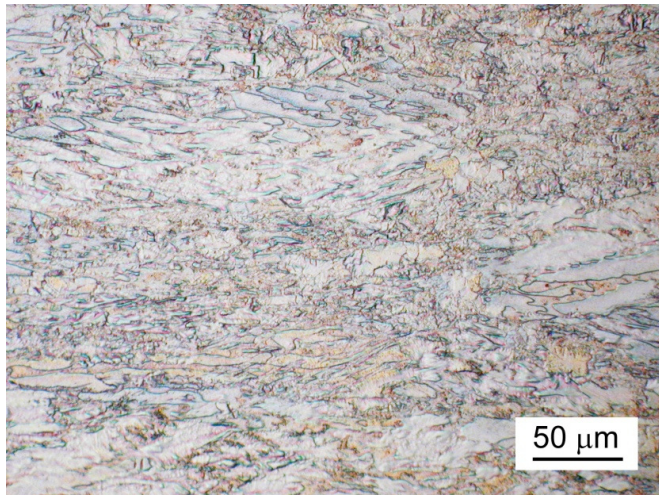
**Figura 13. 92.5 Ag- 7.5Cu. 55 HV<sub>200</sub>**

*Microstruttura della barra di argento sterling dopo ricottura a 700°C per 30 minuti. La segregazione si riduce, insieme alla durezza. Questa microstruttura è rappresentativa delle condizioni precedenti la magliatura a freddo.*



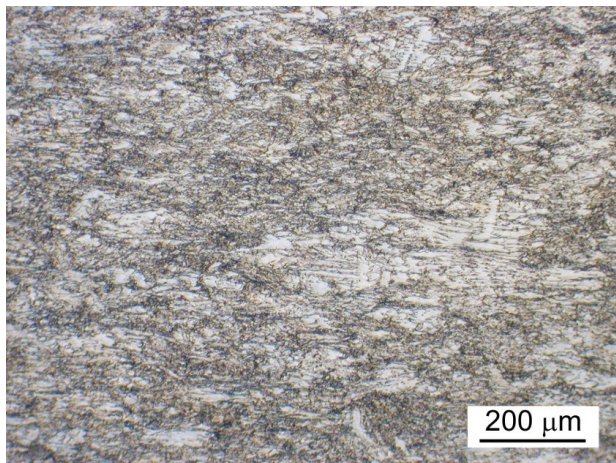
**Figura 14. 92.5 Ag- 7.5Cu. 85 HV<sub>200</sub>**

*Microstruttura della barra di argento sterling magliata a caldo. Sezione trasversale della barra. La lega mostra una struttura fibrosa, apparentemente non ricristallizzata. Comunque, la durezza è praticamente uguale al valore misurato nelle condizioni grezze di colata.*



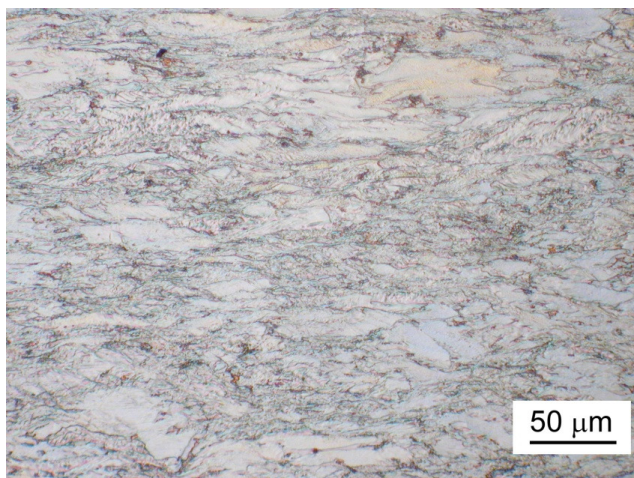
**Figura 15. 92.5 Ag- 7.5Cu. 85 HV<sub>200</sub>**

*Dettaglio della microstruttura vista in figura 14. A questo ingrandimento l'inizio della ricristallizzazione può essere osservato. E' riconoscibile dalla sottile frammentazione che caratterizza la microstruttura: si confronti con figura 17.*



**Figura 16. 92.5 Ag- 7.5Cu. 137 HV<sub>200</sub>**

*Microstruttura della barra di argento sterling magliata a freddo. Sezione trasversale della barra. La lega mostra una struttura fibrosa.*



**Figura 17. 92.5 Ag- 7.5Cu. 137 HV<sub>200</sub>**

*Dettaglio della microstruttura vista in figura 16. Si notino le sottili differenze con la microstruttura della lega magliata a caldo (figura 15).*

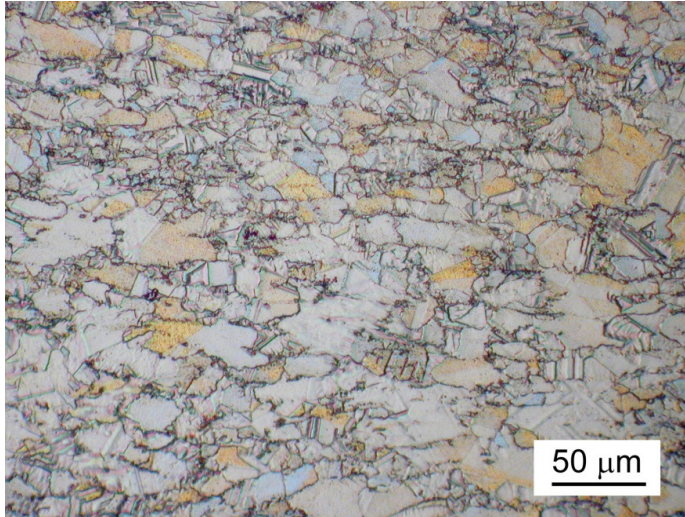


Figura 18. 92.5 Ag- 7.5Cu. 63 HV<sub>200</sub>

La figura mostra l'evoluzione della microstruttura vista in figura 15, dopo ricottura statica a 650°C per 20 minuti. Sono visibili nuovi grani prodotti dalla ricristallizzazione statica.

### 3. Bottoni di leghe diverse.

La figura 19 mostra la microstruttura segregata e grezza di colata della lega, tipica dell'argento sterling. Si notino le significative differenze microstrutturali con il campione visto in figura 12. Le differenze sono dovute alle diverse velocità di solidificazione e raffreddamento. Dopo la magliatura a caldo, sono visibili nuovi piccoli grani intorno alle isole scure che sono il costituente strutturale eutettico della lega (figure 20 e 21). Questi nuovi grani hanno una durezza maggiore, se confrontata con quella della matrice di lega circostante. Le misure di microdurezza danno un valore medio di 150 HV<sub>15</sub> per i nuovi grani e di 105 HV<sub>15</sub> per la matrice della lega circostante. Inoltre, la microanalisi EDS mostra che i nuovi grani sono arricchiti in rame rispetto alla matrice circostante. Nonostante tutte queste osservazioni, è difficile dare una descrizione univoca di questa evoluzione microstrutturale. E' possibile che i nuovi grani siano il risultato della ricristallizzazione dinamica che nuclea tipicamente sulle inclusioni o sulle seconde fasi<sup>10,14</sup>. Il maggior contenuto in rame di questi nuovi grani è evidenza di diffusione atomica dalle isole di eutettico. Questa diffusione è favorita durante la ricristallizzazione dinamica. Il confronto con il campione magliato a freddo (figura 22) mostra l'assenza di nuovi grani ricristallizzati in quest'ultimo caso. Questa assenza giustifica la durezza leggermente più bassa nella lega magliata a freddo.

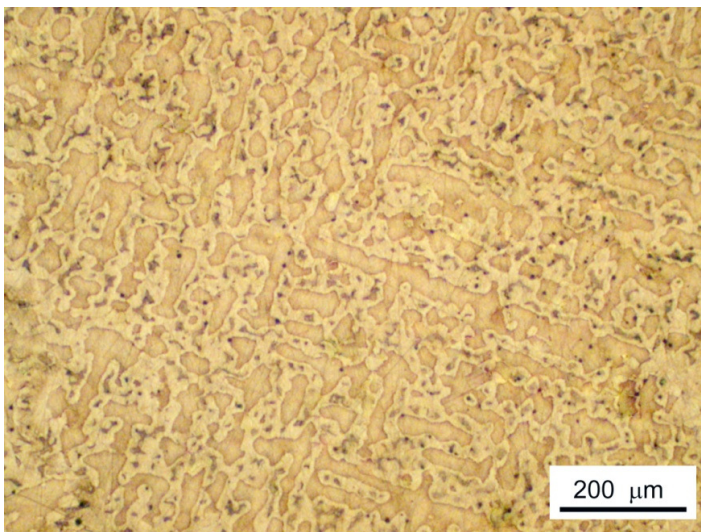
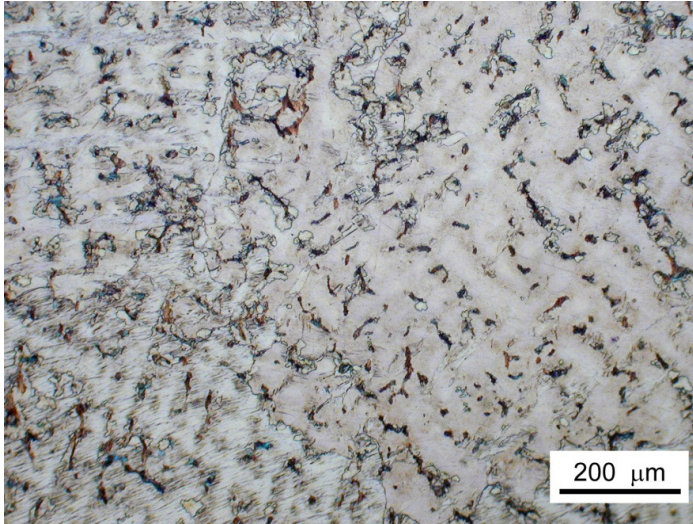


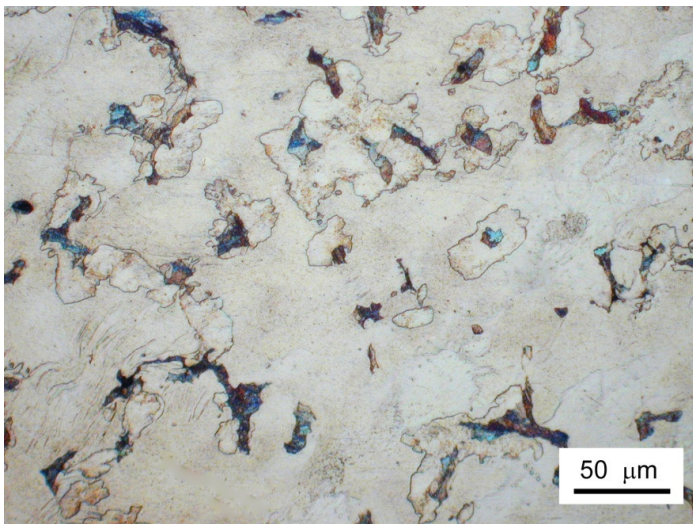
Figura 19. 92.5 Ag- 7.5Cu. 62 HV<sub>200</sub>

Microstruttura del bottone di argento sterling nelle condizioni grezze di colata. La lega presenta una microstruttura segregata.



**Figura 20. 92.5 Ag- 7.5Cu. 116 HV<sub>200</sub>**

*Microstruttura del bottone di argento sterling magliato a caldo. La lega mostra una microstruttura deformata con nuovi piccoli grani intorno alla isole scure (il costituente strutturale eutettico). Un dettaglio è mostrato in figura 21.*



**Figura 21. 92.5 Ag- 7.5Cu. 116 HV<sub>200</sub>**

*Dettaglio di figura 20. La lega presenta una microstruttura deformata con nuovi piccoli grani intorno alle isole scure (il costituente strutturale eutettico)*

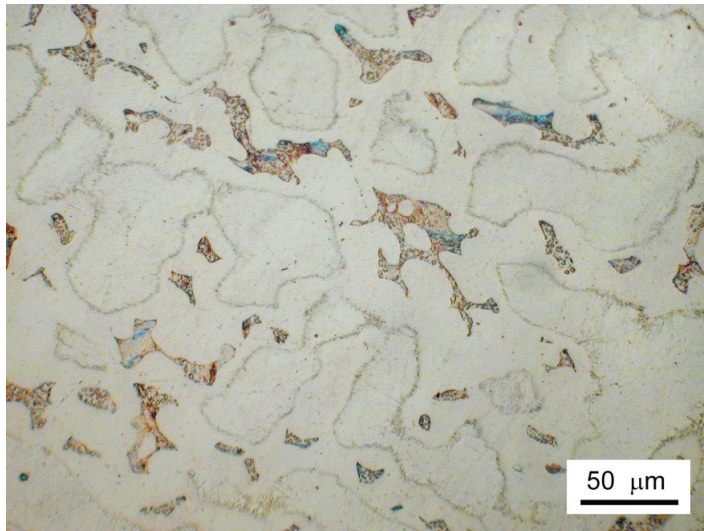


Figura 22. **92.5 Ag- 7.5Cu. 109 HV<sub>200</sub>.**

Microstruttura della lega magliata a freddo. Si noti l'assenza di nuovi grani ricristallizzati.

La figura 23 mostra la microstruttura della lega Pt95-Ru5 magliata a caldo, mentre la figura 24 è relativa al campione magliato a freddo. I grani del campione magliato a caldo appaiono più frammentati in confronto a quelli della lega magliata a freddo. Benché la differenza tra le due microstrutture sia evidente, è difficile darne una descrizione esaustiva. E' noto che l'attacco elettrochimico usato per mettere in evidenza la microstruttura è molto efficace dove è presente una elevata densità di difetti reticolari, come lungo i bordi dei grani. Quindi, una possibile interpretazione della microstruttura di figura 23 è che la deformazione sia caratterizzata da una suddivisione dei grani in regioni orientate diversamente. La lavorazione a caldo, eseguita su questo campione in pochi secondi, favorisce questo cambiamento microstrutturale, preparando il materiale alla ricristallizzazione. Si noti che il campione magliato a caldo ha una durezza leggermente inferiore a quella del campione magliato a freddo.

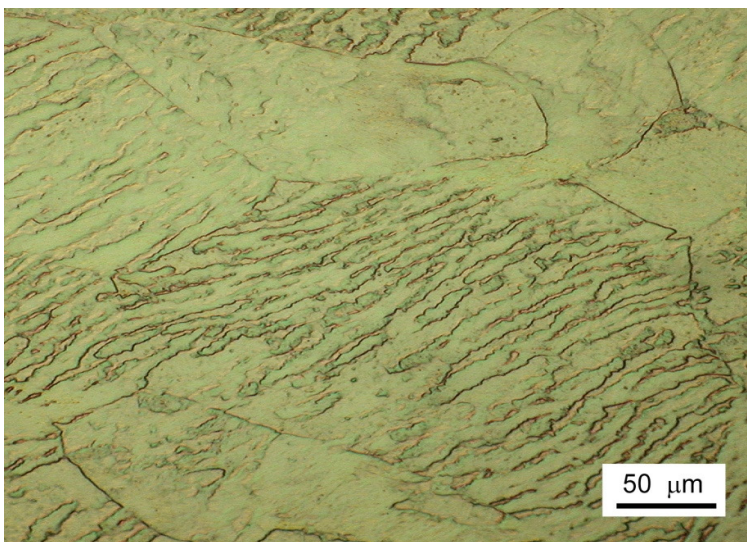
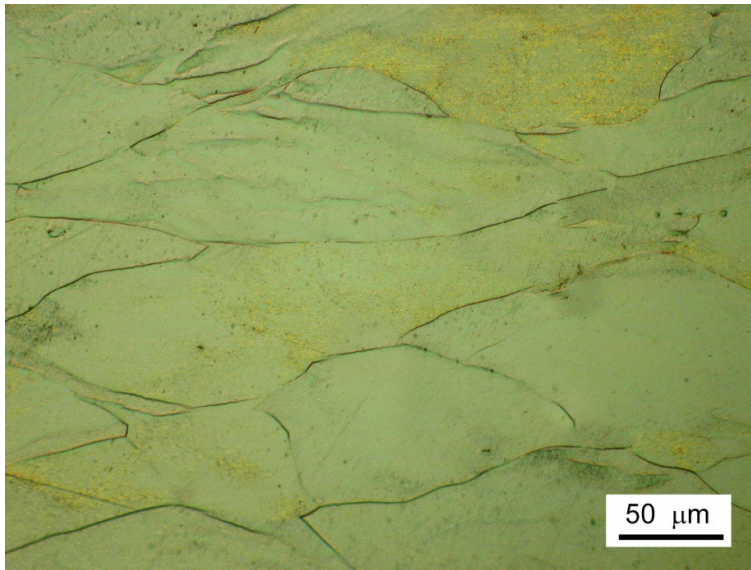


Figura 23. **95Pt-5Ru. 174 HV<sub>200</sub>.**

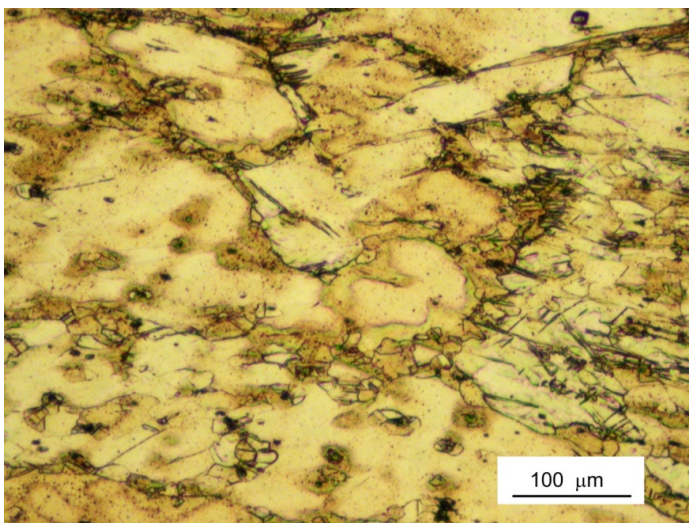
Lega magliata a caldo. Sezione trasversale del bottone. Il grano è suddiviso in regioni orientate diversamente, approssimativamente disposte in bande parallele.



**Figura 24. 95Pt-5Ru. 194 HV<sub>200</sub>.**

*Lega magliata a freddo. I grani mostrano una deformazione dovuta alla lavorazione meccanica rispetto alla forma equiassica tipica delle condizioni grezze di colata.*

Le figure 25 e 26 presentano la microstruttura dell'oro bianco a 18 carati magliato a caldo, mentre la figura 27 mostra la microstruttura del campione magliato a freddo. Il confronto tra le figure 25 e 27 mette in evidenza la riduzione nella microsegregazione e la presenza di piccoli grani, inferiori ai 20 μm di larghezza, nel materiale magliato a caldo. Le figure 25 e 26 mostrano che grani piccoli, con dimensioni da alcuni micron fino a 30 μm, sono in fase di crescita lungo i bordi dei grani. Questo comportamento è noto come meccanismo a collana della ricristallizzazione dinamica<sup>12,16</sup>. L'insorgere della ricristallizzazione dinamica porta ad un affinamento del grano ad alte velocità di deformazione e in condizioni di lavorazione a caldo. Un tale affinamento inizia ai bordi dei grani della microstruttura esistente e procede per nucleazione di successive "collane" di nuovi grani. La figura 28 è un modello semplificato di questo processo.



**Figura 25. 75 Au – 8 Ni – 14 Cu – 3 Zn. 236 HV<sub>200</sub>.**

*Lega magliata a caldo. La microsegregazione tipica del grezzo di colata (figura 27) è ridotta e piccoli nuovi grani diventano visibili lungo i bordi dei grani primitivi.*

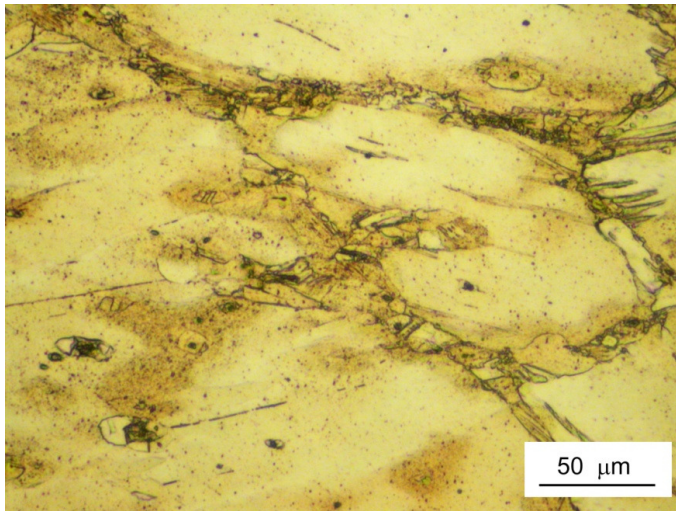


Figura 26. **75 Au – 8 Ni – 14 Cu – 3 Zn. 236 HV<sub>200</sub>.**

Dettaglio di figura 25. Piccoli grani con dimensioni da pochi micron fino a 30 micron sono visibili lungo i bordi dei grani, in conformità al processo noto come “accrescimento a collana” tipico della ricristallizzazione dinamica.

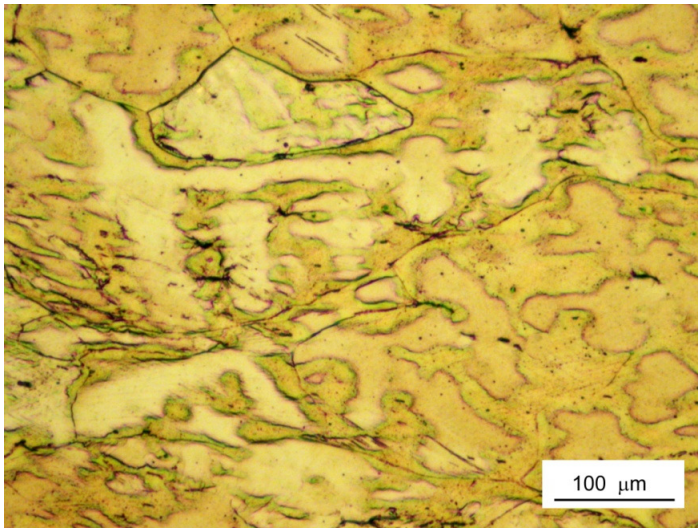


Figura 27. **75 Au – 8 Ni – 14 Cu – 3 Zn. 281 HV<sub>200</sub>.**

Sezione trasversale del campione magliato a freddo. E' ancora ben visibile la forte microsegregazione tipica del materiale nelle condizioni grezze di colata. Questa si presenta in forme di isole con i bordi arrotondati, distribuite entro i grani.

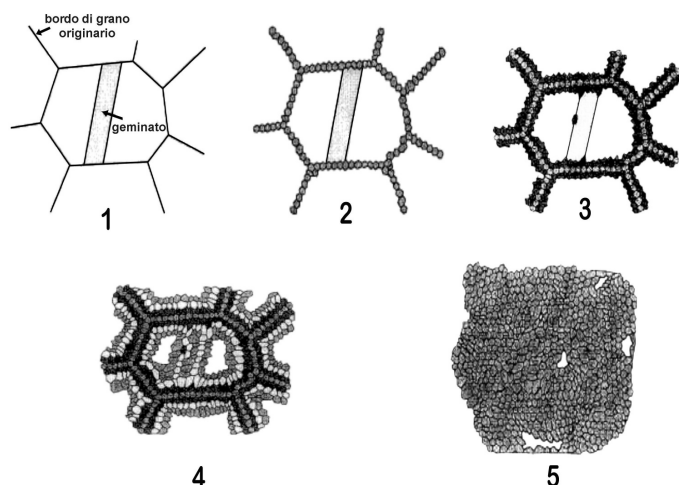


Figura 28.

Evoluzione della ricristallizzazione dinamica secondo il processo a collana. I nuovi grani iniziano a crescere lungo i bordi dei grani originali formando una collana di grani. Mentre la deformazione a caldo continua si formano nuove collane di grani.

Lega		Magliata a caldo	Magliata a freddo	Laminata in quadro	Grezzo di colata
1	95Pt – 5 Cu barra 20x20 mm	200 ± 9		208 ± 13	130 ± 4
2	Bottone in argento Sterling	116 ± 7	109 ± 6		62 ± 4
2	Barra 24x24mm in Ag Sterling	85 ± 3	137 ± 8		81 ± 2
3	Bottone in 95 Pt – 5 Ru	173 ± 6	194 ± 13		125 ± 5
4	Bottone in oro bianco 18 carati	236 ± 10	281 ± 19		200 ± 4

Tavola 2.

La tabella fornisce le microdurezze Vickers misurate con un carico di 200 gf sui campioni analizzati.

## CONCLUSIONI

La difficoltà a trovare in letteratura informazioni sulla lavorazione a caldo dei metalli preziosi è dovuta all'uso sporadico di questo processo. Comunque, i semplici esperimenti che sono stati qui descritti hanno evidenziato differenze significative fra la lavorazione a caldo e a freddo di alcune leghe preziose.

Si è osservata la sinterizzazione delle porosità ed il raffinamento del grano nella lega 95Pt-5Cu magliata a caldo. La ricristallizzazione dinamica dell'argento sterling durante la magliatura a caldo è stata messa in evidenza, richiedendo anche tempi minori e energia inferiore rispetto al processo di magliatura a freddo.

Piccoli campioni di lega, nonostante il tempo estremamente ridotto durante il quale rimangono ad alta temperatura, mostrano i segni della ricristallizzazione dinamica: ricristallizzazione a collana nell'oro bianco, ricristallizzazione locale nell'argento sterling e frammentazione dei grani nella lega 95Pt5Ru.

La comprensione completa dei processi osservati va al di là degli obiettivi del presente lavoro, ma un approfondimento di questi studi può essere utile per migliorare i processi di lavorazione dei materiali e la qualità dei prodotti finiti.

La ricristallizzazione dinamica è possibile con i metalli preziosi ma il suo impiego pratico è nascosto nelle nebbie dell'avvenire.

## BIBLIOGRAFIA

1. Aldo M. Reti, "Precious Metal Tubing: Manufacturing Techniques and Applications" *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 2002*, ed. Eddie Bell (Albuquerque: Met-Chem Research, 2002).
2. W.S. Rapson, *Gold Usage*, (London: Academic Press Inc. 1978).
3. James Binnion, Stewart Grice, Andrew Nyce, Chris Ploof, "The Role of Grain Size and Growth on Bond Strength of Diffusion-Bonded Mokume Gane," *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 2010*, ed. Eddie Bell (Albuquerque: Met-Chem Research, 2010).
4. Christopher W. Corti, "Basic Metallurgy of the Precious Metals – Part IV: Deformation Processing, Joining and Corrosion", *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 2010*, ed. Eddie Bell (Albuquerque: Met-Chem Research, 2010).
5. Christopher W. Corti, "Basic Metallurgy of the Precious Metals – Part II: Development of Alloy Microstructure Through Solidification and Working", *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 2008*, ed. Eddie Bell (Albuquerque: Met-Chem Research, 2008).
6. Christopher W. Corti, "Basic Metallurgy of the Precious Metals", *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 2007*, ed. Eddie Bell (Albuquerque: Met-Chem Research, 2007).
7. Mark Grimwade, "Heat Treatment of Precious Metals and Their Alloys", *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 1991*, ed. Dave Schneller (Albuquerque: Met-Chem Research, 1992).
8. L. Gal-Or, "Gold Alloys", *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 1987*, ed. Dave Schneller (Albuquerque: Met-Chem Research, 1988).
9. Mark Grimwade, *Introduction to precious Metals-Metallurgy for Jewelers and Silversmiths*, Tim McCreight and Abby Johnston Editors, 2009, Brynmorgen Press
10. R.W.Cahn, *Recovery and Recrystallization – Physical Metallurgy*, R.W.Cahn and P.Haasen Editors, 1996, Elsevier Science BV.
11. C.M.Sellars, "Recrystallization of metals during hot deformation", *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A.*, 288, (1978), 147-158
12. J.J.Jonas, "Dynamic Recrystallization-scientific curiosity or industrial tool?", *Materials Science and Engineering, A*, 184 (1994) 155-165
13. H.J.McQueen, "Development of dynamic recrystallization theory", *Materials Science and Engineering, A*, 387-389 (2004) 203-208
14. R.D.Doherty, D.A.Hughes, F.J.Humphreys, J.J.Jonas, D.Juul Jensen, M.E.Kassner, W.E.King, T.R.McNelly, H.J.McQueen, A.D.Rollet, "Current issues in recrystallization: a review", *Materials Science and Engineering, A* 238 (1997) 219-274.
15. P. Finelt, "Basic Metallurgy", *The Santa Fe Symposium on Jewelry Manufacturing Technology 1987*, ed. Dave Schneller (Albuquerque: Met-Chem Research, 1988).
16. M.Jafari, A.Najafzadeh, J.Rasti, "Dynamic Recrystallization by Necklace Mechanism During Hot Deformation of 316 Stainless Steel", *International Journal of ISSI*, 4 (2007), N. 1,2 – 16-23.