

# Deformabilità di leghe di oro bianco ed influenza del trattamento termico sulle caratteristiche meccaniche

M. Actis Grande, M. Rosso, E. Rastelli, A. Zambruno, S. Bezzone

*L'oro bianco è stato sviluppato negli Anni '20 come sostituto del platino. Da allora sono state studiate e messe in commercio due classi differenti di oro bianco, bianchi a base nichel e bianchi a base palladio.*

*Le differenze sono notevoli: proprietà meccaniche, microstruttura, costi differenti.*

*Il presente lavoro prende in esame una lega d'oro bianco a base nichel; lo scopo è la determinazione della migliore sequenza di trattamenti meccanici e termici da eseguire sulla lega in modo da ottimizzare il processo produttivo a cui essa dovrà essere sottoposta per diventare gioiello in funzione della sua microstruttura. La caratterizzazione del materiale è stata eseguita attraverso prove a trazione, microscopia ottica e studio delle superfici di frattura mediante il SEM.*

**Parole chiave:** metalli preziosi, laminazione, trattamenti termici, prove meccaniche

## INTRODUZIONE

Il campo orafa è un settore dell'industria che, negli ultimi dieci anni, ha subito un'elevata automazione e un notevole sviluppo dal punto di vista tecnologico. Manca, però, ancora quasi totalmente, l'ingegnerizzazione del settore, intendendo con tale termine uno studio sincronizzato tra le caratteristiche del materiale e le tecniche produttive, finalizzato alla determinazione di processi produttivi in grado di eliminare il casuale dalla produzione stessa. Per processo produttivo si intende l'insieme di deformazioni e trattamenti termici necessari per ottenere un materiale con la migliore microstruttura possibile ed in grado di sopportare le semplici sollecitazioni a cui, una volta trasformato in gioiello, verrà sottoposto durante l'uso quotidiano da parte del proprietario.

Lo sviluppo tecnico nell'industria del gioiello, quando presente, non manifesta peculiarità completamente innovative; la tendenza è infatti quella di adottare e modificare leghe e processi sviluppati per settori ad orientamento più ingegneristico.

Ancora oggi, chi lavora nell'industria orafa ha un approccio al design e alla produzione che comprende quattro fasi:

- l'identificazione di una linea da catalogo o di uno stile storico;
- la scelta di una gamma di prezzi;
- la selezione del materiale, soprattutto in base al valore di mercato;
- la scelta di un processo produttivo in base alla quantità di pezzi da produrre.

Solo in alcuni casi si è in grado di gestire perfettamente un determinato processo, conoscendone anche i più piccoli particolari; ancora di meno sono le situazioni in cui si sviluppano disegni con lo scopo di sfruttare al massimo le potenzialità di un processo produttivo già presente in azienda.

Alcune ditte del settore orafa stanno cercando di affiancare a questo tipo di approccio, con il fine ultimo di sostituirlo

completamente, quello che viene chiamato approccio ingegneristico, ovvero lo studio del design e del processo in base alle proprietà del materiale da utilizzare. Quindi, non la scelta del materiale dopo aver deciso il tipo di processo produttivo, ma la messa a punto di nuovi processi dopo aver deciso che si vuole utilizzare la tal lega o il tal materiale.

La ricerca ha come scopo ultimo la messa a punto del miglior processo produttivo per la realizzazione di gioielli in oro bianco legato 750‰, in base alle caratteristiche strutturali presentate dal materiale stesso.

## PROCEDURA SPERIMENTALE

Il materiale utilizzato in questo studio è un oro bianco al nichel a 18 carati.

La lega madre aggiunta ha la composizione riportata nella tabella 1.

Cu	Ni	Zn	Ir	Si
56%	30%	13,941%	0,05%	0,009%

Tabella 1: Elementi presenti nella lega madre aggiunta.

Table 1: Composition of the added master alloy

Come base di partenza è stata utilizzata una barra di diametro 7 mm, prodotta in colata continua, da cui sono state tagliate barrette lunghe 15 cm per la caratterizzazione del materiale tal quale. La restante parte della barra è stata laminata fino ad ottenere una dimensione pari al 90% di quella iniziale (di seguito identificata deformazione 10%); anche in questo caso sono state ricavate barrette di 15 cm di lunghezza dal laminato. Successive operazioni hanno portato la barra iniziale a dimensioni dall'80% al 30% di quelle iniziali, con step del 10% di differenza tra una lavorazione e la successiva (deformazioni 20%, 30%, 40%, 50%, 60% e 70%). Per ogni deformazione sono state ottenute barrette di lunghezza 15 cm. Tutte le deformazioni sono state calcolate ed ottenute considerando la sezione dei pezzi laminati.

I campioni relativi ad ogni grado di deformazione sono stati sottoposti a prova di trazione, in modo da valutare la resistenza del materiale al variare della deformazione subita.

M. Actis Grande, M. Rosso, E. Rastelli

Politecnico di Torino, Dipartimento di Scienza dei Materiali ed Ingegneria Chimica

A. Zambruno - Politecnico di Torino, Sede di Alessandria

S. Bezzone - Crova, Valenza

Memoria presentata al 29° Convegno Nazionale AIM, Modena 13-15 novembre 2002

Oltre alla prova a trazione, il materiale è stato studiato anche nella sua microstruttura.

Per ogni deformazione sono stati preparati campioni ricavati lungo l'asse di deformazione (campioni longitudinali) e lungo la direzione perpendicolare a quella della deformazione (campioni radiali).

I campioni sono stati inglobati e lucidati fino ad ottenere una superficie a specchio.

Per lo studio al microscopio ottico, si è proceduto ad attacco chimico con una soluzione di  $\text{CrO}_2$  in HCl, in modo da evidenziare le caratteristiche microstrutturali.

Inoltre, le superfici di frattura dei campioni provati a trazione sono state osservate al microscopio a scansione, in modo da studiarne la metodologia di frattura. Al termine del processo di caratterizzazione del materiale deformato da 0 a 70 % del valore iniziale (come illustrato in precedenza), sono state scelte le deformazioni opportune per un successivo trattamento termico, ovvero quelle deformazioni che non presentavano microstrutture con presenza di microcricche. Questi campioni sono stati sottoposti a differenti trattamenti termici di ricristallizzazione in modo da determinare il trattamento più adatto all'ottenimento di una microstruttura il più possibile omogenea.

Una volta eseguito il trattamento si è proceduto ad una nuova campagna di analisi, del tutto equivalente a quella illustrata in precedenza, con valutazione delle caratteristiche meccaniche e microstrutturali dei campioni deformati con valori crescenti dallo 0 al 70% del valore iniziale.

**RISULTATI SPERIMENTALI: MATERIALE DEFORMATO**

Nel grafico di figura 1 sono riportati i comportamenti a trazione medi del materiale nelle successive deformazioni. Dal grafico risulta evidente l'influenza della deformazione sul comportamento a trazione. Il materiale non deformato arriva a rottura con valori di  $\sigma$  prossimi a 500 MPa, a differenza del materiale deformato al 70%, per cui si ha rottura con valori prossimi a 1100 MPa.

Le figure 2 e 3 evidenziano la microstruttura del materiale ai valori di deformazione 0 e 50%.

Dalla figura 2 è evidente la crescita dendritica del materiale all'interno del grano, struttura dovuta alla velocità di raffreddamento, che non permette l'omogeneizzazione della lega, ed alla variazione di composizione del materiale durante raffreddamento.

Dall'analisi delle immagini si è rilevato come la microstruttura non subisca la formazione di cricche fino alla deformazione 50%. Al di là di tale valore, i piani di scorrimento non sono più lineari e le cricche sono sempre più numerose, segno che il materiale non riesce a sopportare una deformazione di tale entità. Nelle figure 4 e 5 sono riportate alcune su-

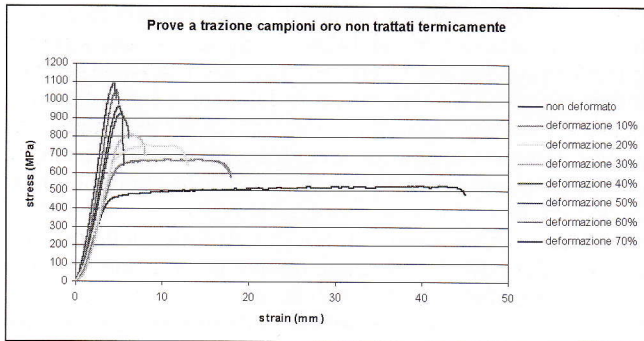


Fig. 1: Confronto dei risultati della prova a trazione sul materiale sottoposto a successive deformazioni

Fig. 1: Tensile tests on white gold alloys in function of quantity of mechanical deformation

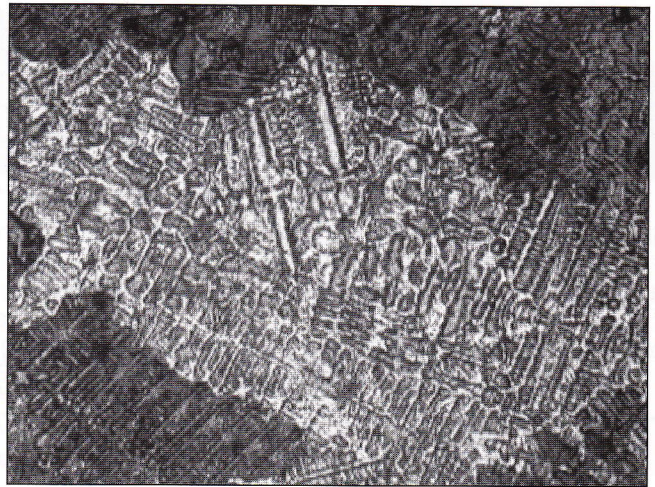


Fig. 2: Struttura dendritica in campione longitudinale non deformato. (100X)

Fig. 2: Dendritic structure in a longitudinal sample non deformed. (100X)



Fig. 3: Deformazione della struttura dendritica in campione laminato al 50%. (200X)

Fig. 3: Deformation of the dendritic structure in a rolled sample at 50%. (200X)

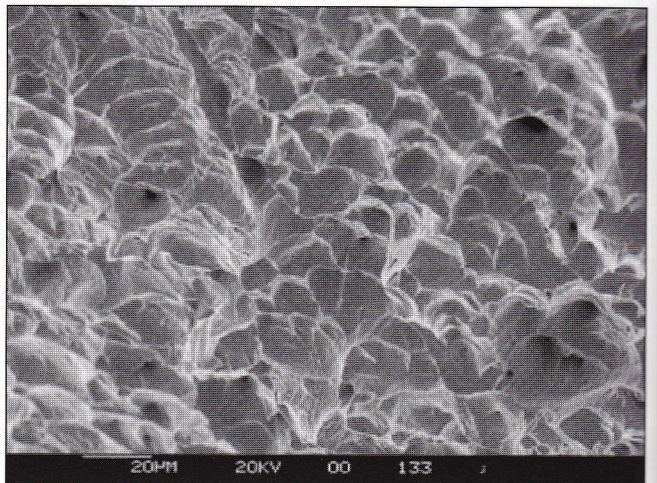


Fig. 4: Immagine al SEM della superficie di frattura di un campione non deformato.

Fig. 4: SEM image of a fracture surface of a un rolled sample.

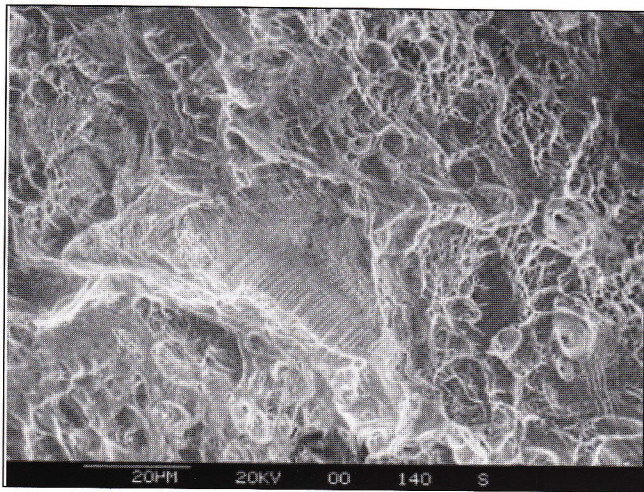


Fig. 5: Immagine al SEM della superficie di frattura di un campione deformato al 50%.

Fig. 5: SEM image of a fracture surface of a sample rolled at 50%.

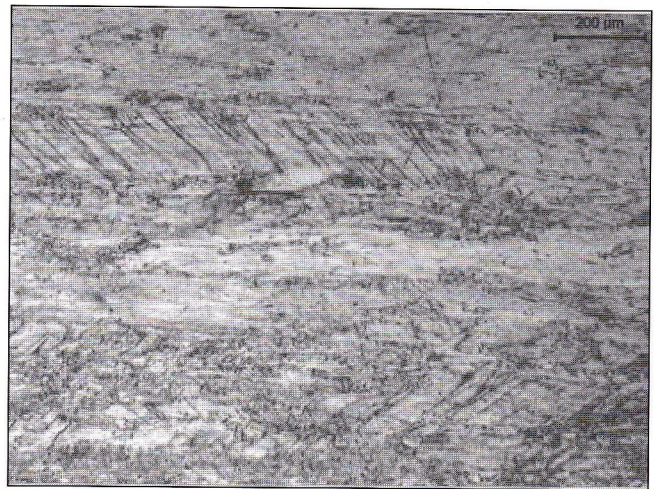


Fig. 8: Cricche in un campione longitudinale deformato al 50%+TT650\_20+50%. (50X)

Fig. 8: Cracks present in a longitudinal sample deformed at 50%+TT650\_20+50%. (50X)

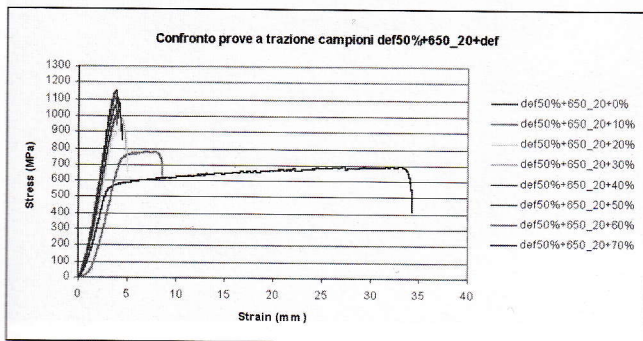


Fig. 6: Confronto dei risultati della prova a trazione sul materiale 50%+650\_20 sottoposto a successive deformazioni

Fig. 6: Tensile tests on white gold alloys deformed at 50%, treated at 650°C for 20 minutes and then rolled at different values

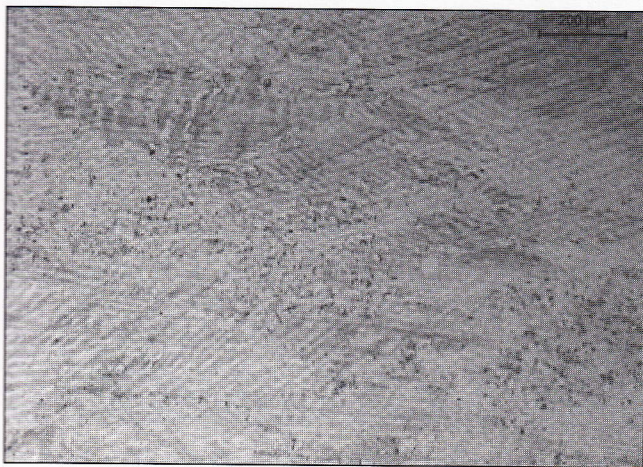


Fig. 7: Campione longitudinale deformato al 50%+TT650\_20. (50X)

Fig. 7: Longitudinal sample deformed at 50%, TT650\_20. (50X)

perfici di frattura dei campioni testati. Dalla figura 4 si può dedurre una frattura duttile del materiale non deformato con la presenza massiccia di dimples. Man mano che la deformazione procede, le zone caratterizzate da frattura duttile diminuiscono per lasciare il posto ad una percentuale sempre maggiore di zone associate a basse deformazioni plastiche, come riportato in figura 5.

Il risultato di questa prima parte del lavoro ha portato alla

determinazione della migliore deformazione in vista di un successivo trattamento termico. Si è scelta la deformazione pari al 50% del valore iniziale della barra data la presenza, a partire dalla deformazione 60%, di cricche e difetti dovuti all'eccessiva laminazione.

#### RISULTATI SPERIMENTALI: MATERIALE TRATTATO TERMICAMENTE

##### Trattamento termico 650°C per 20 minuti

Le stesse procedure di caratterizzazione utilizzate nel caso precedente sono state usate per i materiali deformati, termicamente trattati e poi ulteriormente deformati.

Il materiale laminato è stato trattato in forno ad una temperatura di 650°C per un tempo di 20 minuti in un'atmosfera di H<sub>2</sub> e N<sub>2</sub>, raffreddato in acqua e poi ulteriormente deformato partendo da una deformazione 10% (dimensione dopo lavorazione =90% dimensione iniziale) fino ad arrivare ad una deformazione 70%, con variazione 10% di deformazione tra una deformazione e la successiva.

Il confronto tra il differente comportamento a trazione delle barrette deformate al 50%, termicamente trattate e laminate nelle successive deformazioni è riportato nel grafico di figura 6. Dal grafico è evidente quale sia l'effetto del trattamento sulle caratteristiche meccaniche: il valore di  $\sigma$  minimo risulta pari a 600 MPa e per deformazioni al 70% si raggiungono valori prossimi a 1200 MPa.

Le figure 7 e 8 evidenziano le microstrutture di campioni dopo trattamento termico e dopo ulteriore deformazione al 50%.

L'analisi delle microstrutture dei campioni trattati a 650°C per 20 minuti evidenzia la presenza di cricche nel senso longitudinale, dopo un'ulteriore deformazione del 40%. Le cricche diventano sempre più numerose, quindi meno trascurabili, all'aumentare della deformazione dopo trattamento termico, fino ad arrivare ad una completa criccatura del materiale alle deformazioni 60% e 70%.

Dalla deformazione 60% in poi, la criccatura è visibile anche a livello radiale. Inoltre le cricche si concentrano in fasce relativamente ristrette. Questo è sintomo di omogeneizzazione della lega non uniforme.

##### Trattamento termico 700°C per 20 minuti

L'aumento della temperatura di trattamento termico è stato deciso per ottenere un miglioramento dell'omogeneità della lega. Il materiale deformato al 50% è stato trattato termica-

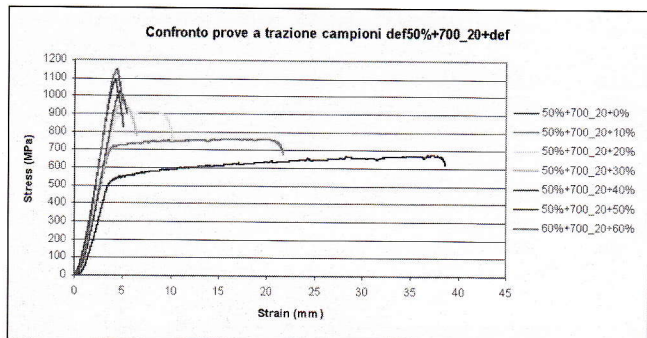


Fig. 9: Confronto dei risultati della prova a trazione sul materiale 50%+700\_20 sottoposto a successive deformazioni

Fig. 9: Tensile tests on white gold alloys deformed at 50%, treated at 700°C for 20 minutes and then rolled at different values

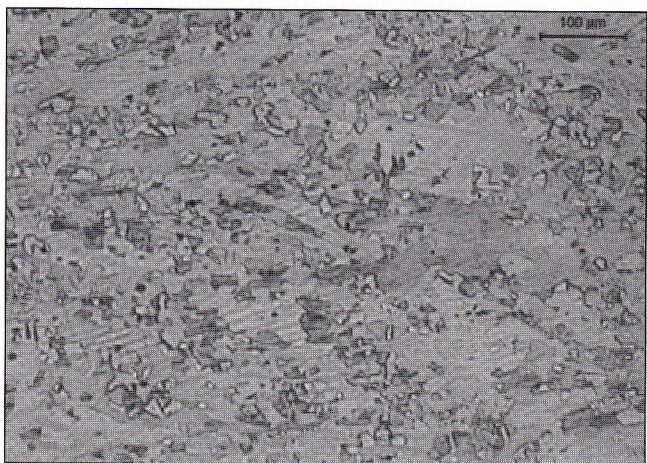


Fig. 10: Campione longitudinale deformato al 50%+TT700\_20. (100X)

Fig. 10: Longitudinal sample deformed at 50%, TT700\_20. (100X)



Fig. 11: Campione longitudinale deformato al 50%+TT700\_20+50%. (100X)

Fig. 11: Longitudinal sample deformed at 50%, TT700\_20 +50%. (100X)

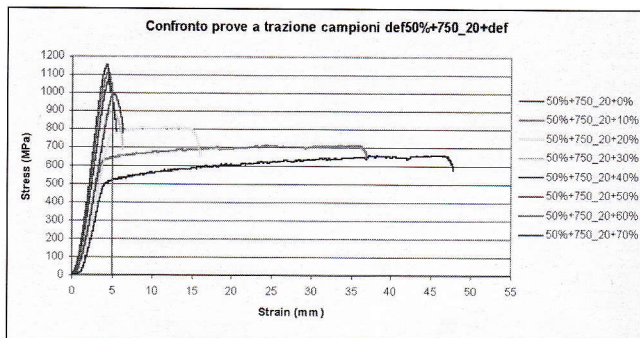


Fig. 12: Confronto dei risultati della prova a trazione sul materiale 50%+750\_20 sottoposto a successive deformazioni

Fig. 12: Tensile tests on white gold alloys deformed at 50%, treated at 750°C for 20 minutes and then rolled at different values



Fig. 13: Campione longitudinale deformato al 50%+TT750\_20. (100X)

Fig. 13: Longitudinal sample deformed at 50%, TT750\_20. (100X)

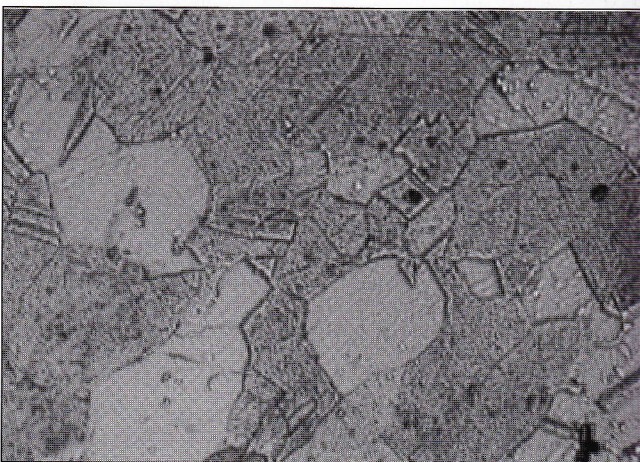


Fig. 14: Campione longitudinale deformato al 50%+TT750\_20+10%. (500X)

Fig. 14: Longitudinal sample deformed at 50%, TT750\_20 +10%. (500X)

mente a 700°C per 20 minuti e poi sottoposto ad ulteriore deformazione dal 10% al 70%, con successive passate in laminatoio.

Il grafico di figura 9 mostra il differente comportamento a trazione delle barrette deformate al 50%, termicamente trattate e laminate nelle successive deformazioni. Un confronto con il trattamento termico 650\_20 mostra una lieve diminuzione della resistenza a trazione con un aumento dell'allun-

gimento del materiale.

Le figure 10 e 11 mostrano due micrografie di campioni sottoposti a ciclo termico e deformazione.

L'analisi delle micrografie relative alle varie deformazioni percentuali evidenzia che le cricche in questo caso iniziano a comparire dopo una deformazione successiva al trattamento termico pari al 50%. Tuttavia, come per il trattamento 650\_20, la microstruttura della lega dopo ciclo termico ri-

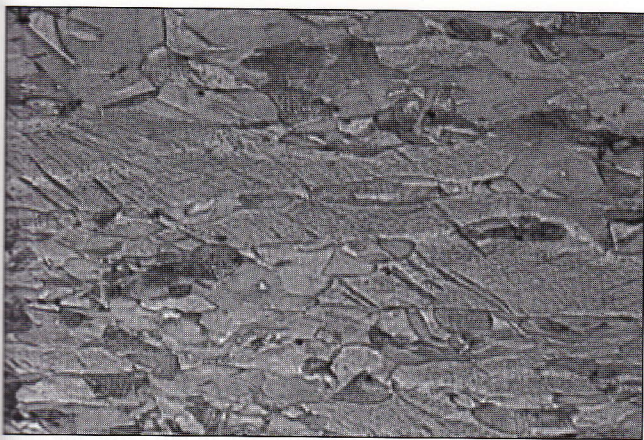


Fig. 15: Campione longitudinale deformato al 50%+TT750\_20+40%. (200X)

Fig. 15: Longitudinal sample deformed at 50%, TT750\_20 +40%. (500X)



Fig. 16: Campione longitudinale deformato al 50%+TT750\_20+60%. (200X)

Fig. 16: Longitudinal sample deformed at 50%, TT750\_20 +60%. (500X)

sulta parzialmente dendritica. Inoltre, si presentano ancora problemi di non omogeneizzazione della lega e di microcriccature nelle fasce meno resistenti del materiale.

#### Trattamento termico 750°C per 20 minuti

Per migliorare l'omogeneità del materiale è stata ulteriormente aumentata la temperatura del trattamento termico di ricristallizzazione, mantenendo costante il tempo del trattamento.

Nel grafico di figura 12 vengono confrontati i differenti comportamenti a trazione delle barrette deformate al 50%, termicamente trattate e laminate nelle successive deformazioni dal 10% al 70%.

Anche in questo caso si nota una leggera diminuzione nella resistenza a trazione rispetto ai trattamenti effettuati in precedenza: subito dopo trattamento il valore di  $\sigma$  raggiunge i 660MPa, mentre a deformazioni del 70% si superano i 1100MPa. D'altra parte si ha un notevole aumento nell'allungamento della lega.

Nelle figure 13 - 16 sono mostrate le microstrutture dei campioni deformati al 50%, trattati termicamente a 750°C per 20 min e ulteriormente laminati.

Il materiale deformato al 50% e trattato 750\_20 resiste bene fino ad una successiva deformazione del 30%. Oltre tale limite, il materiale inizia a presentare delle cricche, sebbene in dimensioni e numero molto minori di quelle riscontrate nei precedenti trattamenti termici.

La microstruttura ottenuta si avvicina molto ad una struttura completamente austenitica (come mostrato in figura 14), anche se sono ancora presenti alcune dendriti. Anche le cricca-

ture sono più uniformemente distribuite su tutta la superficie resistente.

#### CONCLUSIONI

Le analisi microstrutturali effettuate nella fase iniziale dello studio hanno evidenziato la massiccia presenza di dendriti all'interno delle strutture esaminate; questo è legato al tipo di processo utilizzato per la produzione delle barre per colata continua, in quanto l'omogeneità della lega risulta influenzata dal lento raffreddamento del prodotto dopo fusione.

Il passo successivo ha portato alla determinazione di una massima deformazione cui il materiale può essere sottoposto prima di essere trattato termicamente; tale valore è pari al 50%. In seguito vi è stata l'osservazione della struttura del materiale dopo un trattamento a 650°C per 20 minuti in atmosfera di H<sub>2</sub> e N<sub>2</sub> e successive deformazioni.

Per migliorare l'omogeneizzazione della lega e ottenere una struttura il più possibile austenitica, sono stati effettuati altri trattamenti termici modificando la temperatura del forno.

A fronte dei risultati ottenuti, si può concludere che il miglior trattamento per la lega di oro bianco esaminata sia una deformazione al 50% seguita da trattamento termico a 750°C per 20 minuti e una successiva deformazione al 30%: in questo modo si ottengono una buona microstruttura (austenitica) ed una resistenza a trazione che arriva fino a circa 900 MPa, valore sufficientemente elevato per l'uso in gioielleria.

#### A B S T R A C T

##### DEFORMABILITY OF WHITE GOLD ALLOYS AND INFLUENCE OF HEAT TREATMENTS ON THE MECHANICAL PROPERTIES

In the last decade the gold industry has been subject to a high degree of automation and to a high development in terms of technological devices. However what seems to be lacking is the approach oriented towards the engineering of the sector; intended as a synchronised study of the material characteristics, related to the process and to the production techniques. The technical development of gold industry, when present, does not show innovative peculiarities: the tendency is to adopt and modify alloys and processes developed for other sectors related to "more traditional" industrial areas.

At present the approach to design and production is mainly related to four different phases:

- The identification of a trend or of an historical style
- The choice of a range of prices
- The selection of the material alloy, especially as function of market values
- The selection of the production processes, as consequence of the amount of objects to obtain

Dealing with the jewellery manufacturing, only in few cases a defined process can be exactly controlled; even fewer are the cases in which designs are obtained with the aim of exploiting the potentialities of a production process at its best. The work is focused on a Ni based white gold alloy. White

gold alloys have been developed during the '20s as substitutes of platinum. Different types of alloys were studied and produced since then, mainly nichel and palladium based ones. Many are the differences: mechanical properties, microstructures, different costs, etc..

The main aim of the research is to determine the best sequence of thermal and mechanical treatments to be carried out on the material in order to optimise its production processes.

The characterisation was done through tensile tests, optical microscopy and a specific study of fractography using SEM. The added master alloy had the following composition: 56% copper, 30% nichel, 13,941% zinc, 0,05% iridium, 0,009% silicon.

A 7 mm diameter bar was used as starting point of the research. It has been produced in continuous casting. Different bars have been cut from the master one for the characterisation of the as cast material. The remaining part has been rolled to obtain a dimension of 90% of starting one (10% deformation). Bars have been obtained for the characterisation also in this case. Subsequent operations have lead the starting bar to dimension from 80% to 30% of the initial value, using step of 10% deformation. For each value different samples have been obtained. All samples have been tensile tested in order to determine the mechanical characteristics as function of the applied deformation.

For each degree of deformation different samples for microscopy were obtained, both in the direction of deformation (longitudinal) and in the perpendicular one (radial).

Polished samples were etched with a solution of CrO<sub>2</sub> in HCl, in order to put in evidence the microstructure. Moreover fracture surfaces of tensile tested samples were observed using SEM.

At the end of the characterisation processes of deformed material (from 0 to 70%, as mentioned before), an evaluation of the results to choose the proper level of deformation in order to perform a thermal treatment on the bar was car-

ried out. The idea was to choose the maximum level of deformation which did not show any micro-crack on the surface.

Different re-crystallisation thermal treatments were identified and carried out. The rolled material were thermally treated at first at 650°C, 700°C or 750°C for 20 minutes in a H<sub>2</sub> - N<sub>2</sub> atmosphere, water cooled and further rolled starting from a 10% deformation (dimension after rolling = 90% starting dimension) to a 70% deformation, with a step of 10% deformation from one rolling to the following. Once performed the treatments, a new series of analysis was done; the procedure being similar to the previously mentioned one, that is to say an evaluation of mechanical and microstructural characteristics of rolled samples after thermal treatment, with increasing values of deformations from 0 to 70% of the starting value (considering, in this case, the zero value that after treatment).

Microstructural analysis carried out at the beginning of the research pointed out the presence of dendritic structures. This is mainly due to the continuous casting process used for the production of bars, since the slow cooling of the process has influenced the homogeneity of the alloy.

The following step has led to the determination of a maximum deformation level of rolling after which the examined alloy has to be thermally treated: it is 50%. The structure of the material after the treatment at 650°C for 20 min in H<sub>2</sub> e N<sub>2</sub> atmosphere and after the following rolling was then observed. In order to improve the homogeneity of the alloy and to get a final austenitic structure, other treatments were carried out, increasing the temperature of the process.

The exam of the results underlined that, among all, the best performing treatment for the examined white gold alloy is a rolling at 50%, a thermal treatment at 750°C for 20 minutes and a following deformation at 30%; this sequence allows to obtain a fair austenitic microstructure and tensile properties reaching approximately 900 MPa; this value is high enough for the jewellery applications.