



Ricerca di Sistema elettrico

Sviluppo di ricoperture a base FeCrAl per la protezione di materiali strutturali operanti in sistemi nucleari refrigerati a piombo

A. Bellucci, A. Denti, M. Fortunato, F.R. Lamastra,
F. Franceschetti, F. Nanni, M. Angiolini

SVILUPPO DI RICOPERTURE A BASE FeCrAl PER LA PROTEZIONE DI MATERIALI STRUTTURALI OPERANTI IN SISTEMI NUCLEARI REFRIGERATI A PIOMBO

A. Bellucci, A. Denti, M. Fortunato (CSM)
F.R. Lamastra, F. Franceschetti, F. Nanni (UNITV)
M. Angiolini (ENEA)

Settembre 2016

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2015

Area: Generazione di Energia Elettrica con Basse Emissioni di Carbonio

Progetto: Sviluppo competenze scientifiche nel campo della sicurezza nucleare e collaborazione ai programmi internazionali per il nucleare di IV Generazione.

Linea: Collaborazione ai programmi internazionali per il nucleare di IV Generazione

Obiettivo: Materiali e fabbricazioni

Responsabile del Progetto: Mariano Tarantino, ENEA

Titolo

**SVILUPPO DI RICOPERTURE A BASE FeCrAl PER LA PROTEZIONE
DI MATERIALI STRUTTURALI OPERANTI IN SISTEMI NUCLEARI
REFRIGERATI A PIOMBO**

Descrittori
Tipologia del documento:
Collocazione contrattuale: Accordo di programma ENEA-MSE su sicurezza nucleare e reattori di IV generazione

Argomenti trattati: Tecnologie di Produzione dei Materiali
Caratterizzazione dei materiali

Sommario

Sono state sviluppate da CSM due linee di attività di deposizione, attraverso processo da fase vapore di film sottili della famiglia AlTiN senza e con modifica per aggiunta di Ta e attraverso processo pack cementation bassa attività di rivestimenti alluminuri. Sono stati inoltre eseguiti da CSM processi preliminari di saldatura dei provini in AISI 316 tramite processo TIG. I provini saldati sono stati inoltre sottoposti al trattamento di alluminizzazione, eseguito secondo i parametri di processo ottimizzati. A supporto delle attività di deposizione e di saldatura sono state condotte da CSM analisi SEM-EDS, analisi OM, analisi XRD, misure di durezza, misure della dimensione del grano asutenitico, caratterizzazioni del giunto saldato. In questo report sono inoltre riportati, descritti e discussi i risultati relativi alla caratterizzazione microstrutturale e meccanica eseguite da UNITV dei rivestimenti alluminuri *as-prepared*, sottoposti a prove di corrosione in Pb fuso e dei campioni PVD AlTiN, senza e con aggiunta di Ta. Sono state effettuate analisi microstrutturali SEM (*Leo Supra 35*) e al microscopio ottico (*Nikon EPIPHOT TME*), test di microdurezza Vickers (HV) (*Misuratore di microdurezza FM-700, Future-Tech*), prove di flessione (*Instron 5569*) e successiva analisi dei provini testati al SEM ed al microscopio ottico. Sono state inoltre eseguiti da UNITV trattamenti di ossidazione in aria dei provini rivestiti. successivamente sottoposti ad analisi XRD presso CSM.

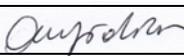
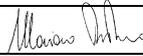
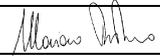
Note

Rapporto emesso da UNITV e CSM

Autori
A. Bellucci, A. Denti, M. Fortunato (CSM)
F.R. Lamastra, F. Franceschetti, F. Nanni (UNITV)
M. Angiolini (ENEA)

Copia n.

In carico a:

2			NOME			
			FIRMA			
1			NOME			
			FIRMA			
0	EMISSIONE		NOME	M. Angiolini	M. Tarantino	M. Tarantino
			FIRMA			
REV.	DESCRIZIONE	DATA		REDAZIONE	CONVALIDA	APPROVAZIONE

Indice

1 - Introduzione.....	3
2 - Preparazione dei provini per le attività sperimentali	5
3 – Messa a punto delle deposizioni PVD AlTiN e AlTiN modificato con aggiunta di Ta	6
3.1 - Caratterizzazione SEM – EDS	9
3.2 - Caratterizzazione XRD	11
4 – Messa a punto dei trattamenti di alluminizzazione bassa attività attraverso processo pack cementation	13
4.1 – Variazione dei parametri del processo di alluminizzazione	15
4.2 – Analisi OM.....	18
4.3 – Misura della dimensione del grano austenitico	23
4.4 - Misura della durezza (HV)	32
5 - Processi preliminari di saldatura TIG di provini in AISI 316.....	33
5.1 – Produzione dei giunti saldati	33
5.2 – Controllo radiografico dei giunti saldati	37
5.3 – Controllo con liquidi penetranti dei giunti saldati	39
5.4 – Analisi OM dei giunti saldati	40
6 – Alluminizzazione dei provini saldati	42
6.1 – Analisi OM dei provini con giunto saldato alluminizzati	42
7 - Analisi SEM, Microscopia Ottica e Prove di Microdurezza Vickers su Diffusion Coating	55
8 - Prove di Microdurezza Vickers, Microscopia Ottica e Prove di Flessione a 3 punti e successiva Analisi SEM di campioni PVD di AlTiN e AlTiN modificato conTa.	67
9 - Trattamenti di Ossidazione di Diffusion Coating e di Rivestimenti PVD di AlTiN e AlTiN modificato conTantalio	73
10 - Conclusioni.....	74
Abbreviazioni ed acronimi.....	75
Bibliografia.....	75

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	3	76

1 - Introduzione

Le attività relative allo sviluppo di rivestimenti protettivi per la protezione di materiali strutturali operanti in sistemi LFR svolte nell'ambito della linea B1 – a di ADP PAR2015, hanno riguardato attività di messa a punto di processi di deposizione e la produzione dei relativi provini rivestiti, eseguite da CSM, ed attività di caratterizzazione, eseguite da UNIROMA2, sia dei rivestimenti prodotti nell'ADP PAR2015 LINEA B1-a che dei rivestimenti prodotti nell'ambito dei precedenti ADP PAR LINEA B1 esposti a test di corrosione in bagno di piombo presso il CR ENEA di Brasimone.

I processi di deposizione realizzati da CSM nell'ambito dell'ADP PAR2015 LINEA B1-a sono stati eseguiti, come da indicazioni ENEA (rif. meeting “Materiali&Coating LFR” del 7/07/2016 c/o CR ENEA Bologna), su campioni ricavati da CSM dal residuo della fornitura ENEA di AISI316 per le attività eseguite da CSM nell'ambito dell'ADP PAR2014 LINEA B1.

Sono state sviluppate due linee di attività di deposizione, articolate nella Fase 1 e Fase 2:

- **Fase 1** - deposizione attraverso processo da fase vapore (PVD – Physical Vapour Deposition) di film sottili della famiglia AlTiN senza e con modifica per aggiunta di Ta
- **Fase 2** - deposizione attraverso processo pack cementation bassa attività di rivestimenti alluminiuri

Il sistema ternario Al-Ti-N, oggetto della Fase 1 delle attività, è stato selezionato per la produzione dei rivestimenti protettivi poiché di esso vengono ampiamente riconosciute le migliorate proprietà tribologiche, meccaniche e termiche rispetto al sistema Ti-N. In particolare è noto che nell'intervallo di temperatura (500 °C – 700 °C) sia termodinamicamente favorita nel sistema TiN la sostituzione di N con O con formazione dell'ossido di Ti; nel sistema ternario Al-Ti-N invece si osserva per Al una mobilità superiore rispetto a Ti, che lo rende maggiormente ossidabile rispetto al Ti: Al ossidandosi forma uno strato denso di ossido sulla superficie del rivestimento che ritarda efficacemente l'ulteriore penetrazione dell'ossigeno ed estende la durata del rivestimento rispetto al TiN.

La formazione di allumina può essere ulteriormente favorita attraverso l'aggiunta di un quarto elemento. In particolare è stato selezionato il sistema quaternario Al – Ti – Ta – N, per il suo eccellente comportamento in ossidazione: il Ta⁵⁺ sostituisce il Ti⁴⁺ nell'ossido di Ti con diminuzione del trasporto di ossigeno e ridotta ossidazione del Ti. L'aggiunta di un quarto elemento determina benefici anche in termini di duttilità e tenacia del rivestimento.

Il processo di alluminizzazione attraverso processo *pack cementation* bassa attività di rivestimenti alluminuri, oggetto della Fase 2 delle attività, è stato eseguito in continuità con le attività svolte nei precedenti ADP PAR LINEA B1-a, ovvero basandosi sull'azione di protezione verso i materiali strutturali operanti in bagno di piombo e di LBE esercitata dai rivestimenti diffusivi base Al. In particolare nell'ambito dell'ADP PAR2015 LINEA B1-a sono stati sviluppati parametri del processo di alluminizzazione compatibili con il substrato AISI316, ovvero in grado di non alterare la microstruttura dell'acciaio.

Sono stati inoltre eseguiti processi preliminari di saldatura dei provini in AISI 316, oggetto della Fase 3 delle attività:

- **Fase 3** – saldatura tramite processo TIG di campioni in AISI316

I provini saldati sono stati in parte sottoposti al trattamento di alluminizzazione, eseguito secondo i parametri di processo ottimizzati. I provini saldati, con e senza cordone di saldatura, sono destinati ai test di corrosione in bagno di Pb da eseguire presso il CR ENEA di Brasimone. Tale test permetterà di verificare l'effetto della presenza del cordone di saldatura e la capacità protettiva su questo del trattamento di alluminizzazione.

A supporto dell'attività di messa a punto dei processi di deposizione, CSM ha eseguito analisi SEM – EDS (Scanning Electron Microscopy Energy-dispersive X-ray spectroscopy), analisi OM (Optical Microscopy), misura del grano austenitico e della durezza dell'acciaio AISI316 prima e dopo il trattamento di alluminizzazione ed analisi XRD (X - Ray Diffraction) in modalità theta – 2theta. Le attività di saldatura TIG sono state accompagnate dal controllo radiografico e con liquidi penetranti dei giunti saldati, analisi OM dei giunti saldati prima e dopo il trattamento di alluminizzazione. .

In questo report sono riportati, descritti e discussi i risultati relativi alla caratterizzazione microstrutturale e meccanica di *Diffusion Coating* ottenuti via *Pack Cementation* su 1515 Ti, T91 e 316 *as-prepared*, sottoposti a prove di corrosione in Pb fuso ed a trattamenti di ossidazione in aria, e di campioni PVD di AlTiN a AlTiN drogato con Tantalio *as-deposited* ed ossidati in aria. I campioni oggetto di studio sono stati realizzati da CSM, le prove di corrosione in Pb fuso sono state effettuate presso il Centro Ricerche ENEA-Brasimone, le caratterizzazioni microstrutturali e meccaniche dei coating ed i trattamenti di ossidazione sono stati condotti da UNITV. Sui campioni oggetto di studio sono state effettuate analisi microstrutturali al microscopio elettronico a scansione (SEM, *Leo Supra 35*) e al microscopio ottico (*Nikon EPIPHOT TME*), test di microdurezza Vickers (HV) (*Misuratore di microdurezza FM-700, Future-Tech*), prove di flessione (*Macchina universale per prove meccaniche Instron 5569*) e successiva analisi dei provini testati al SEM ed al microscopio ottico. Sui provini ossidati in aria da UNITV, CSM ha effettuato l'analisi attraverso diffrazione a raggi X.

Sono di seguito riportati i dettagli delle attività sperimentali svolte e dei risultati conseguiti.

2 - Preparazione dei provini per le attività sperimentali

I provini, necessari per le attività sperimentali, sono stati estratti dalla lastra di AISI316L residuo della fornitura ENEA per le attività relative all'ADP PAR2014 Linea B1-a.

I campioni sono stati ricavati attraverso lavorazione meccanica e successiva rettifica della superficie, eseguite da CSM nell'officina interna nella sede di Castel Romano. Sono state prodotte diverse tipologie di provini:

- tipologia A – 70 mm X 10 mm X 5 mm
- tipologia B1 – 90 mm X 13 mm X 2 mm
- tipologia B2 – 118 mm X 13 mm X 2 mm

Su tutti i provini prodotti è stato ricavato un foro passante del diametro di 1,5 mm ca. da utilizzare per la loro sospensione sia durante i processi di deposizione che durante le successive fasi dei test di corrosione. La sospensione dei campioni attraverso il foro nel processo di deposizione assicura l'assenza di aree non rivestite.

I provini della tipologia A sono stati prodotti per i test di corrosione, i provini della tipologia B sono stati prodotti per la caratterizzazione in termini di adesione dei rivestimenti depositati attraverso il processo PVD. Per i rivestimenti diffusivi prodotti tramite il processo pack cementation non sono stati eseguiti test di adesione, non costituendo l'adesione una particolare criticità in questa tipologia di deposizione.

Per i test di adesione tramite piega dei rivestimenti PVD è stato necessario introdurre durante il processo di deposizione la mascheratura dei provini al fine di consentire di avere il rivestimento su una sola faccia dei campioni ed evitare così l'insorgere di artefatti durante il test di piega, determinati dalla propagazione delle cricche prodotte dall'identazione dei coltelli utilizzati nel test condotti da UNITV.

La rugosità ottenuta dal processo di rettifica è stata misurata attraverso Rugosimetro MitutoyoSJ-210. Sono stati determinati i valori di Ra e di Rz, acquisiti su entrambe le facce dei provini. I risultati sono riportati nella sottostante Tabella.

Tabella 2.1 - Misure di rugosità dei provini AISI316 dopo processo di rettifica superficiale

	Ra	Rz
Faccia 1 provino AISI316	0,86	6,59
Faccia 2 provino AISI 316	0,76	6,17

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	6	76

3 – Messa a punto delle deposizioni PVD AlTiN e AlTiN modificato con aggiunta di Ta

Le tecniche di deposizione PVD sono tutti quei processi di rivestimento in cui il materiale da depositare viene fisicamente vaporizzato od eroso da un solido, all'interno di un sistema in vuoto, per formare attraverso condensazione un film sul substrato da ricoprire. I processi di deposizione PVD sono stati eseguiti nell'impianto CSM presso la sede di Castel Romano, impianto già impiegato nelle attività di deposizione PVD eseguite nei precedenti ADP PAR Linea B1-a (Figura 3.1). L'impianto PVD operativo presso CSM è un sistema di deposizione sviluppato per svolgere attività di ricerca nell'ambito dei rivestimenti sottili. E' stato infatti progettato al fine di alloggiare differenti tecnologie di deposizione, specificatamente la tecnologia arco PVD e la tecnologia RF sputtering (Figura 3.2). Tale compresenza conferisce all'impianto estrema flessibilità nella sperimentazione di rivestimenti. La geometria della camera di deposizione è stata progettata al fine di poter dare alloggio alle diverse sorgenti. Ha una geometria ad asse verticale con le sorgenti disposte sulle superfici laterali. Tale soluzione progettuale ha consentito di contenere le dimensioni del piatto base e di disporre le sorgenti ad arco e sputtering sul fasciame della camera. In tal modo è possibile effettuare processi di ricoprimento impiegando diverse tecnologie di deposizione contemporaneamente. La geometria ad asse verticale, inoltre, permette di scaricare tutto il peso del telaio e dei particolari da rivestire su un asse verticale, che può essere supportato in modo da poter reggere carichi elevati. Al fine di permettere il raggiungimento di temperature elevate all'interno della camera di deposizione evitando il surriscaldamento della stessa, è stata realizzata una camera a vuoto a doppia parete con raffreddamento mediante circolazione forzata.



Figura 3.1 – Impianto di deposizione PVD

Le sorgenti PVD ad arco sono disposte in due gruppi contrapposti al fine di garantire una omogenea distribuzione del plasma all'interno della camera di deposizione. La

sorgente RF sputtering, in considerazione delle sue dimensioni, è stata posizionata su una flangia dedicata. È dotata di uno shutter che viene chiuso quando non utilizzata per proteggerne la superficie da materiale indesiderato eventualmente proveniente dalle sorgenti arco. Due riscaldatori radianti a resistenza corazzata (15 kW, 1000 V) permettono di riscaldare la camera di deposizione (massima temperatura: 400 °C).

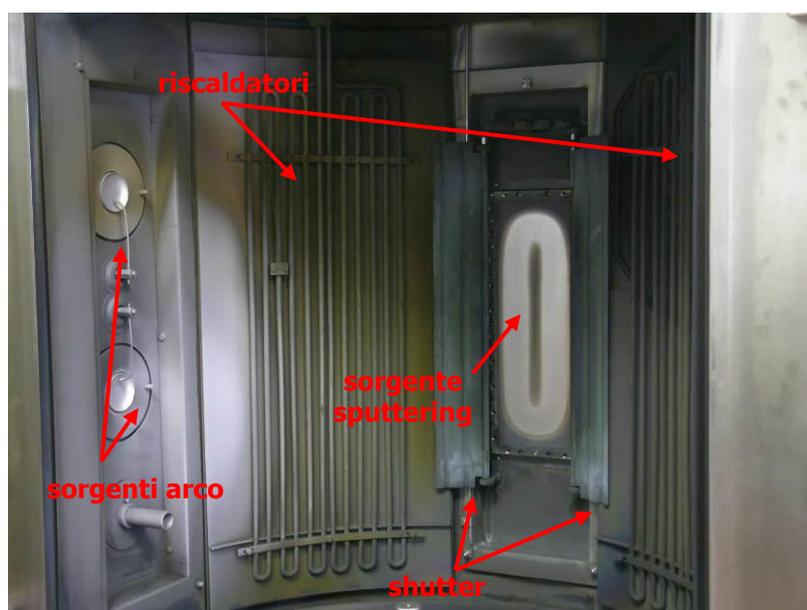


Figura 3.2 - Impianto PVD presso CSM: dettaglio delle sorgenti arco e sputtering e dei riscaldatori

Nell'ambito delle attività oggetto del presente Report, sono state impiegate le tecnologie arco PVD e sputtering PVD. Nella tecnica arco PVD si innesca una scarica ad arco in vuoto tra un catodo, che opera quale sorgente di vapori, e le pareti della camera che costituiscono l'anodo, mantenute a terra per ragioni di sicurezza. L'arco viene innescato portando momentaneamente un'asticella a contatto con la superficie del catodo. La generazione di vapori mediante sputtering prevede invece l'accensione di una scarica elettrica in continua di tipo a bagliore tra un catodo costituito dal materiale da evaporare ed un anodo costituito usualmente dalla camera di deposizione stessa, posta a massa per ragioni di sicurezza. In particolare, i rivestimenti AlTiN sono stati depositati utilizzando la modalità arco PVD in atmosfera reattiva, utilizzando sorgenti di TiAl ed effettuando il processo di deposizione in atmosfera reattiva di N₂. In questa modalità del processo PVD, il materiale generato dall'evaporazione delle sorgenti TiAl reagisce con l'atmosfera di N₂ presente nella camera di deposizione producendo depositi base Ti-Al-N. I substrati da rivestire sono stati mantenuti polarizzati (applicazione di un bias), attirando così i vapori ionizzati. Si genera, in tal modo, un intenso bombardamento ionico che favorisce l'adesione del rivestimento sul substrato.

Per la deposizione dei rivestimenti AlTiN modificati per aggiunta di Ta è stata eseguita una co-deposizione PVD in atmosfera reattiva di N₂, utilizzando contemporaneamente le sorgenti arco e la sorgente sputtering. In particolare sono state impiegate sorgenti arco di TiAl e sorgente sputtering di Ta. Anche in questa

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	8	76

modalità di processo i provini da rivestire sono stati polarizzati. Per tutti i rivestimenti PVD depositati è stato utilizzato un flash di Ti quale layer adesivo del rivestimento AlTiN

In tutti i processi PVD eseguiti i provini sono stati appesi alla giostra a cui è stato imposto un movimento di doppia rotazione, al fine di garantire l'uniformità del processo di rivestimento.

Per l'ottimizzazione dei parametri dei processi di deposizione PVD sono state eseguite da CSM analisi SEM – EDS (Scanning Electron Microscopy Energy-dispersive X-ray spectroscopy) ed analisi XRD (X - Ray Diffraction) in modalità theta – 2theta.

Sono stati valutati n.2 rivestimenti AlTiN, identificati dalle sigle 63/16 e 64/16, e n.2 rivestimenti AlTiN modificati per aggiunta di Ta, identificati dalle sigle 65/16 e 66/16. I due rivestimenti AlTiN 63/16 e 64/16 differiscono per il valore della pressione di N₂ adottato nella camera di deposizione, inferiore nel secondo rispetto al primo. Nella co – deposizione PVD arco – sputtering dei rivestimenti AlTiN modificati per aggiunta di Ta sono stati utilizzati per le sorgenti arco i parametri di processo impiegati nel processo 63/16. In entrambi i campioni 65/16 e 66/16, il drogaggio con Ta è stato confinato allo strato esterno del rivestimento PVD. Ciò è stato ottenuto accendendo la sorgente RF sputtering solo nella parte finale del trattamento di deposizione. I due campioni differiscono per la quantità di Ta introdotta nei rivestimenti, modificata riducendo il tempo di accensione della sorgente sputtering, inferiore nel campione 65/16 rispetto al 66/16..

Nella Figura 3.3 è riportato un esempio della tipologia di provini introdotti nei processi di deposizione PVD. Essa mostra in basso i provini di tipologia A e di tipologia B. In alto sono presenti i campioni IIT (sinistra) ed un testimone (destra) in acciaio.

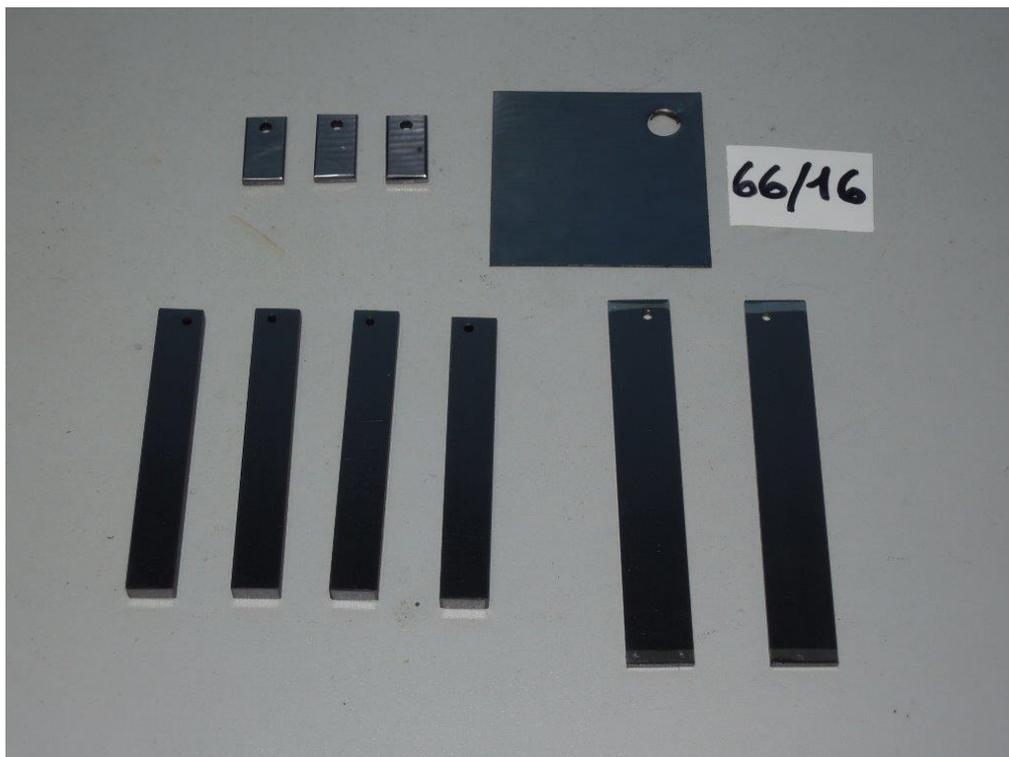


Figura 3.3 – Tipologia di provini introdotti nei processi di deposizione PVD

E' stato inoltre valutato il comportamento dei rivestimenti in trattamento di ossidazione in aria. I processi sono stati eseguiti da UNITV. I campioni ossidati sono stati sottoposti ad analisi XRD e comparati con gli spettri acquisiti prima dell'ossidazione.

Ulteriori caratterizzazioni sono state eseguite da UNITV ed i risultati sono di seguito riportati.

3.1 - Caratterizzazione SEM – EDS

L'analisi SEM – EDS si riferisce al rivestimento AlTiN 63/16, ottenuto con i parametri ottimizzati per il processo di deposizione PVD in atmosfera reattiva .

La Figura 3.4 mostra le immagini SEM della sezione metallografica del rivestimento. Lo spessore valutato dall'analisi SEM è pari a 1,32 micron.

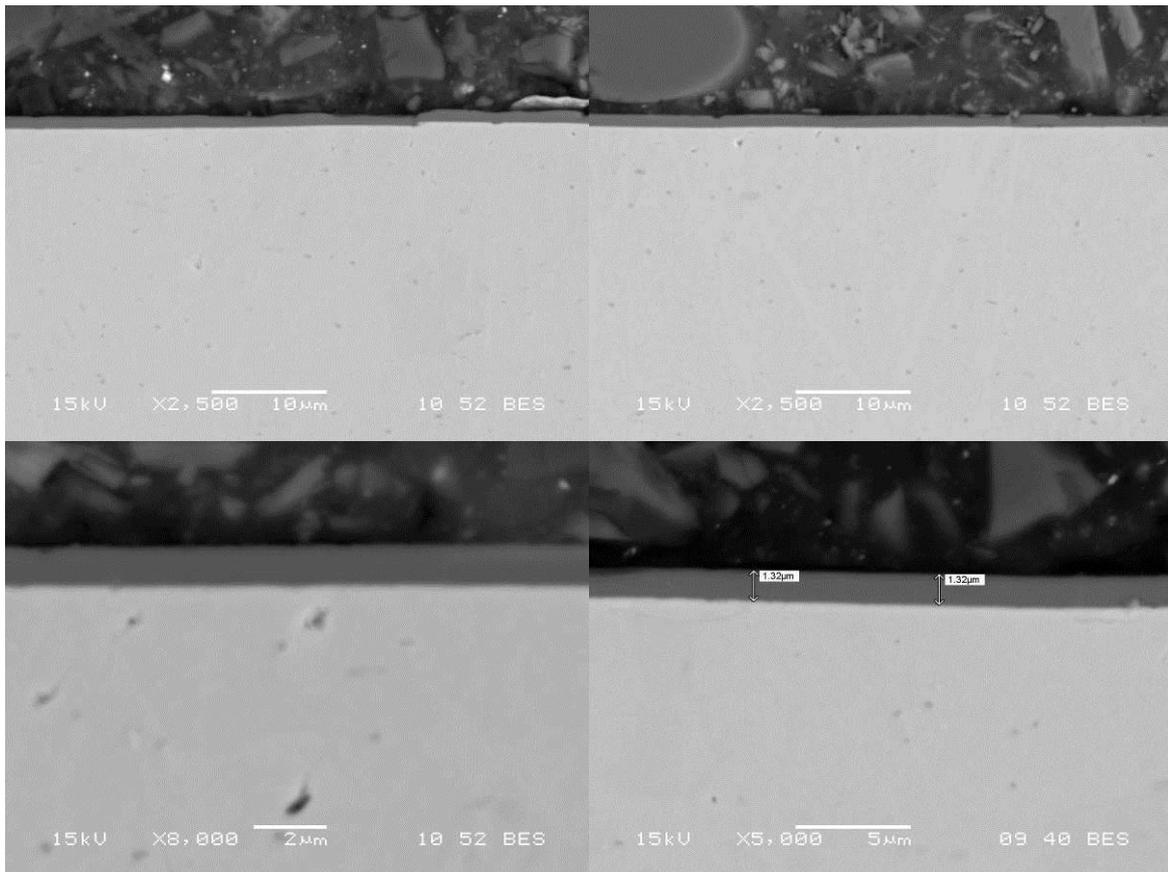
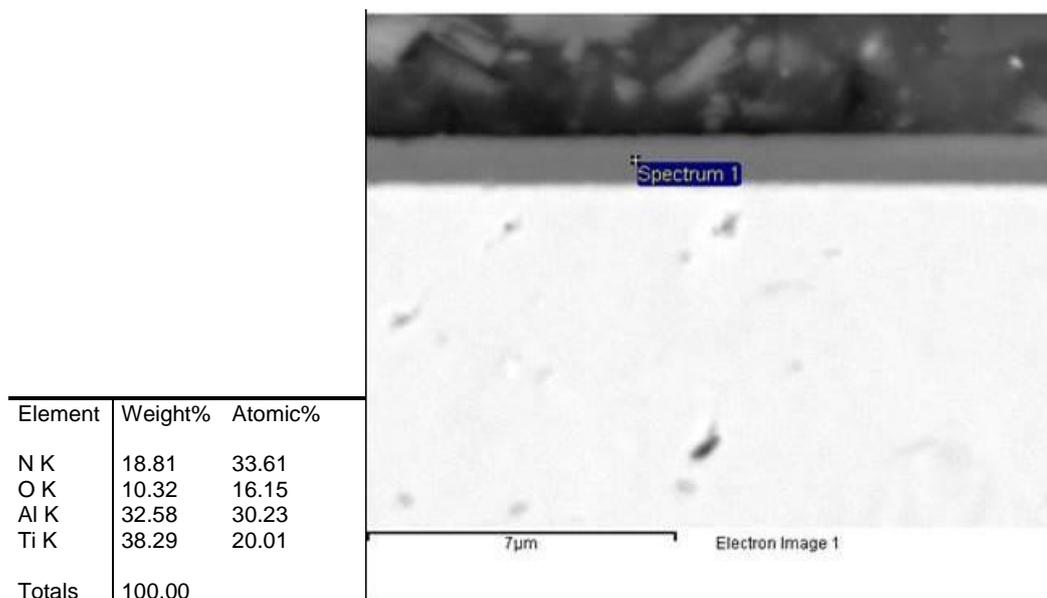


Figura 3.4 – Immagini SEM della sezione metallografica del rivestimento AlTiN 63/16

La Figura 3. 5 riporta i risultati dell’analisi EDS acquisita per il rivestimento AlTiN 63/16.



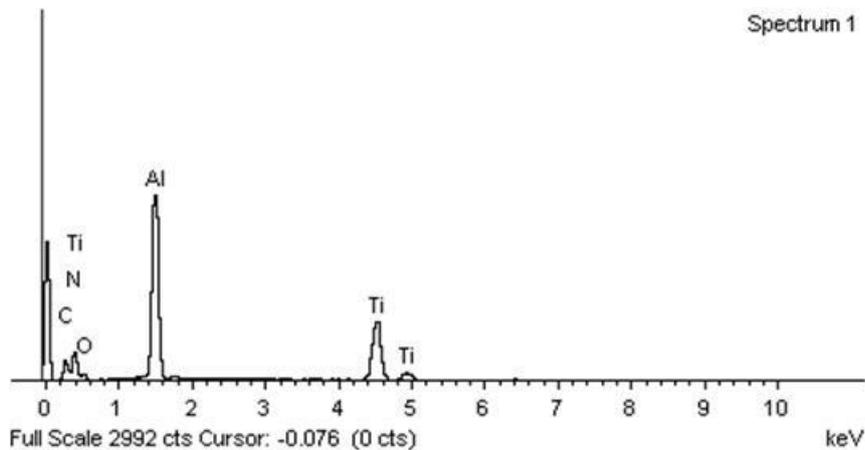


Figura 3. 5 – Analisi EDS del rivestimento AlTiN 63/16

3.2 - Caratterizzazione XRD

Sono stati acquisiti e comparati gli spettri XRD per il rivestimento PVD AlTiN 63/16 e per il rivestimento AlTiN modificato per aggiunta di tantalio 65/16, ovvero modificato con la maggiore quantità di tantalio (Figura 3. 6). Scopo della comparazione è stato verificare l'assenza di nuove fasi a seguito dell'aggiunta di tantalio: queste sono indesiderate poiché indicherebbero un'aggiunta eccessiva di tantalio, oltre i limiti del drogaggio. L'assenza nel campione 65/16 ci conforta anche per il campione 66/16, dove la quantità di tantalio codepositata è stata ridotta rispetto alla deposizione 65/16. L'analisi XD è stata eseguita utilizzando la radiazione CuKalpha.

A seguito del trattamento di ossidazione in aria con esposizione a 1000 °C per 15 minuti, eseguiti dall'Università di Tor Vergata, è stata eseguita l'analisi XRD per i campioni 63/16 (AlTiN) e 66/16 (AlTiN con aggiunta di tantalio in quantità inferiore).

Nella Figura 3. 7 sono comparati gli spettri XRD dei campioni ossidati 66/16 (66/16 ox) e 63/16 (63/16 ox). E' inoltre riportato per confronto lo spettro XRD del rivestimento 63/16 prima del trattamento di ossidazione in aria. La comparazione mostra che il rivestimento AlTiN modificato con Ta ha subito un'evoluzione delle fasi minore rispetto al rivestimento AlTiN tal quale: nel primo caso infatti sono ancora visibili i picchi delle fasi cristalline presenti nel rivestimento prima del trattamento di ossidazione accanto a nuovi picchi di intensità minore, mentre nel secondo caso i picchi iniziali non sono più visibili ed appaiono solo quelli relative alle nuove fasi apparse a seguito del processo di ossidazione. Le variazioni di peso misurate per i campioni da UNITV al termine del trattamento di ossidazione confermano una minore evoluzione del rivestimento AlTiN modificato per aggiunta di Ta (66/16), il quale presenta un incremento di peso inferiore rispetto al campione AlTiN non drogato: 0,05% nel primo caso rispetto a 0,21% nel secondo.

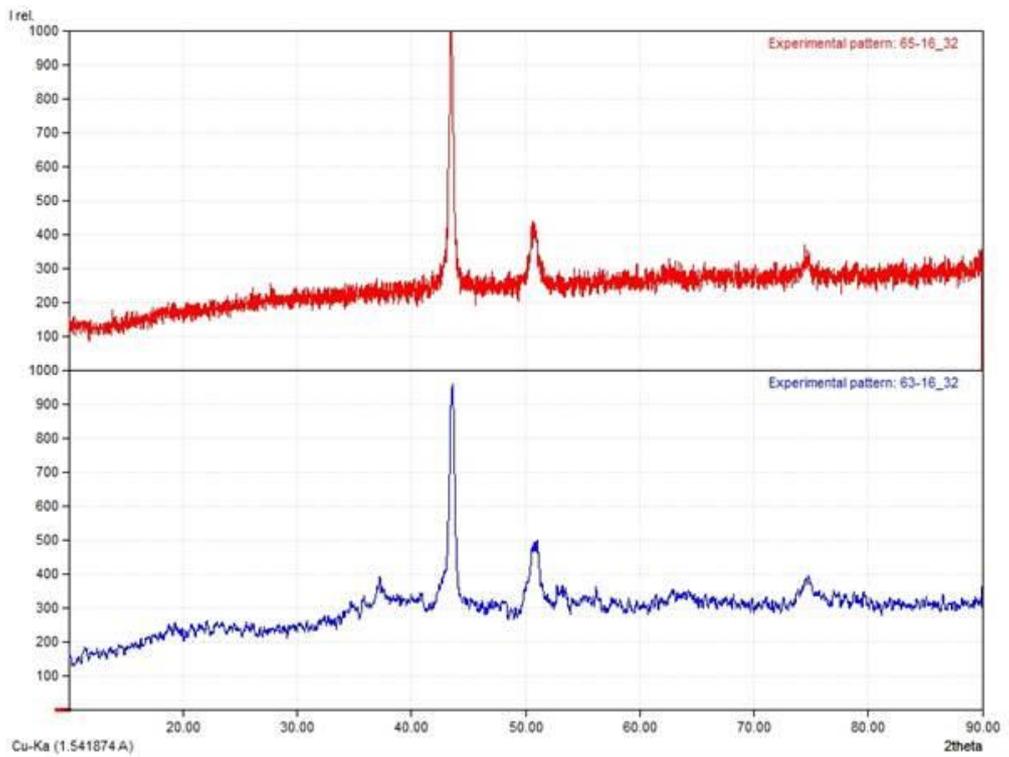


Figura 3. 6 – Comparazione spettro XRD per il campione AlTiN senza (63/16) e con (65/16) modifica per aggiunta di tantalio

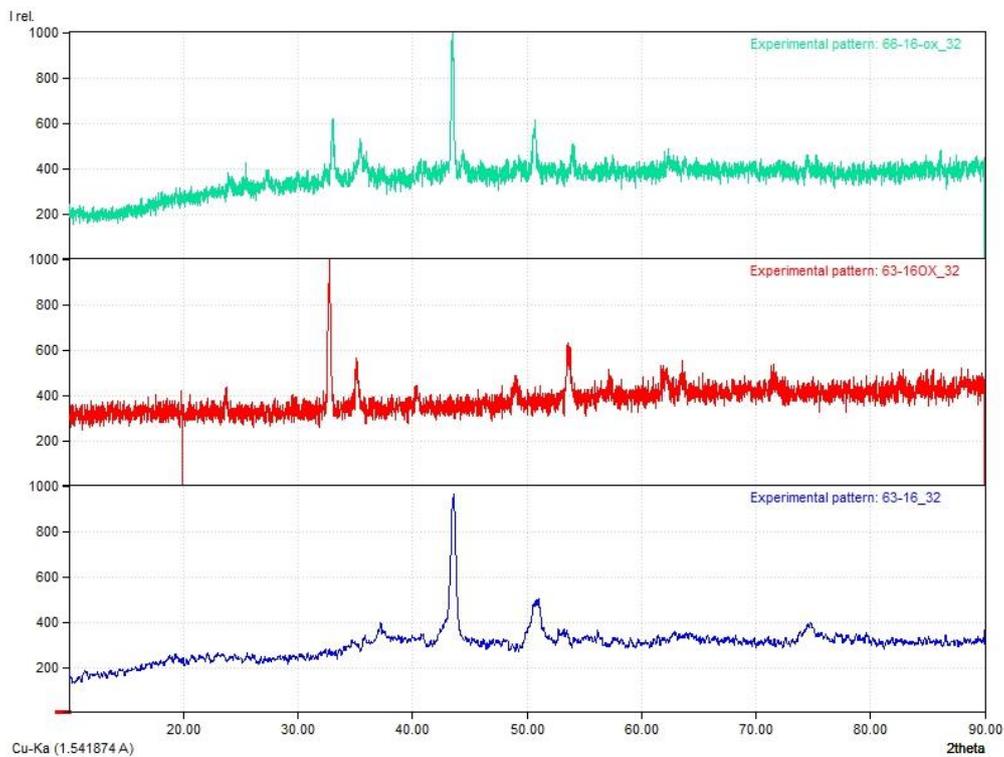


Figura 3. 7 - Comparazione degli spettri XRD del campione AlTiN senza (63/16ox) e con (66/16ox) modifica per aggiunta di tantalio dopo trattamento di ossidazione in aria. E' riportato anche lo spettro del campione AlTiN prima del trattamento di ossidazione.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	13	76

4 – Messa a punto dei trattamenti di alluminizzazione bassa attività attraverso processo pack cementation

Il processo *pack cementation* è una variante del processo CVD (Chemical Vapour Deposition) largamente utilizzata per la formazione di diffusion coating. Entrambi questi trattamenti hanno in comune il mezzo, gassoso, attraverso il quale l'alluminio viene fatto arrivare sulla superficie del substrato. Nell'ambito delle attività oggetto del presente Report, i rivestimenti diffusivi sono stati cresciuti attraverso processo pack cementation.

Nel processo pack cementation il substrato da trattare è introdotto in un reattore in presenza di una miscela (*pack*) tipicamente costituita da una lega sorgente dell'elemento da diffondere, da un attivatore ed eventualmente da un *inert filler*, che impedisce alla miscela di polvere di sinterizzare ad alta T. Il reattore è quindi riscaldato fino alla temperatura di rivestimento desiderata usualmente sotto atmosfera inerte o riducente. In queste condizioni, l'elemento della lega sorgente reagisce con l'attivatore formando specie gassose. Queste diffondono fino alla superficie del substrato dove decompongono permettendo all'elemento da depositare di penetrare nel substrato per diffusione allo stato solido. Nella variante del processo *pack cementation* nota come "*above the pack*", i campioni da trattare sono collocati su una griglia sopra la miscela di alluminizzazione. Questo evita accidentali intrappolamenti di residui della miscela nel rivestimento

Per l'attività sperimentale di messa a punto dei rivestimenti alluminuri per la protezione dell'acciaio AISI316 è stato utilizzato l'impianto di *diffusion coating* operativo presso CSM (Figura 4.1), impianto già impiegato nelle attività di deposizione PVD eseguite nei precedenti ADP PAR Linea B1-a. Questo è un impianto per l'esecuzione di trattamenti *pack cementation* nella modalità *above the pack*. La miscela (*pack*), è posta all'interno di un cestello (*retort*), sotto la griglia porta campioni. I campioni da trattare sono collocati sopra la griglia del cestello (*above the pack*) che, una volta chiuso (modalità *semi sealed*) viene posto all'interno del forno. Questo è dotato di termocoppie che misurano e controllano la temperatura del processo. Il sistema opera in flusso di gas inerte (Ar). Il flusso di gas è misurato e controllato attraverso un sistema di trasduttori.



Figura 4.1 – Impianto CSM pack cementation: (sopra) dettagli del retort e (sotto) impianto

Molti sforzi sono stati fatti negli ultimi anni (5-13) per sviluppare gli alluminuri di ferro come rivestimenti al fine di sfruttarne le loro proprietà di resistenza a corrosione/ossidazione permettendo l'utilizzo di acciai ferritici ed austenitici a più alte temperature e/o in ambienti dove non hanno adeguata resistenza ad ossidazione/corrosione. Sulla base del diagramma binario Fe – Al, si vede che nell'alluminizzazione di substrati base ferro si possano formare molti composti intermetallici $FeAl_3$, Fe_2Al_5 , $FeAl_2$, $FeAl$ o Fe_3Al così come soluzioni solide di Al in Fe. La formazione di queste fasi dipende dalla composizione del pack, dalla temperatura e dalla durata del processo. Questi parametri controllano infatti i flussi di diffusione, che determinano la struttura finale del rivestimento. Nel caso di leghe Al-Cr-Fe, bisogna considerare anche la presenza del Cr facendo riferimento piuttosto al diagramma ternario Fe-Al-Cr.

E' generalmente riconosciuto che molte fasi intermetalliche sono estremamente fragili. Anche nel caso degli alluminuri di ferro tale generalizzazione rimane valida. Per queste, si riporta un incremento di duttilità all'aumentare della temperatura e nelle fasi Fe – Al meno ricche in Al. Alla fase $AlFe$ ad esempio si riconosce una duttilità superiore rispetto a Al_5Fe_2 (14). Sulla base di tali considerazioni è stato scelto di sviluppare rivestimenti alluminuri bassa attività, favorendo cioè la formazione di fasi meno ricche in Al e quindi meno fragili. Nella selezione dei componenti della pack è stato quindi scelto di utilizzare leghe base Al piuttosto che Al puro. In particolare è stata utilizzata una lega Al – Co, scegliendo di impiegare un prodotto commerciale reperibile sul mercato.

Quale sale attivatore è stato selezionato il NH_4Cl , cioè un attivatore che decompone evitando così la formazione di particelle solide che possano rimanere intrappolate nel rivestimento compromettendone la qualità. Esso inoltre non presenta tossicità, a differenza del rispettivo fluoruro.

Obiettivo della messa a punto dei parametri di processo è stato rendere il trattamento di alluminizzazione compatibile con il ciclo termico dell'acciaio AISI316. Sono stati quindi investigati trattamenti di alluminizzazione nell'ambito dell'intervallo di temperature (750 – 900) °C. Al fine di valutare la compatibilità del trattamento di alluminizzazione con la preservazione della microstruttura dell'acciaio, sono state eseguite da CSM analisi OM della sezione metallografica dei campioni alluminizzati (Optical Microscope), misura della dimensione del grano austenitico e misura della durezza, comparando i valori acquisiti per il substrato AISI316 prima e dopo il processo di alluminizzazione pack cementation. Per ogni campione è stata inoltre misurata la variazione di peso determinata dall'arricchimento in Al. Tale variazione è stata quindi comparata con lo spessore ottenuto per i rivestimenti accresciuti tramite alluminizzazione, determinati attraverso l'analisi OM.

4.1 – Variazione dei parametri del processo di alluminizzazione

Sono stati eseguiti trattamenti di alluminizzazione adottando n.4 diversi valori di temperatura, modificando la durata del processo al fine di compensare la variazione di temperatura. La Tabella 4.1 riassume i parametri adottati durante la messa a punto del processo, riportando per ciascun provino alluminizzato il peso iniziale, il peso dopo il trattamento e l'incremento di peso misurato, sia in valore assoluto che come variazione percentuale rispetto al peso iniziale del campione.

Tabella 4.1 – Variazione di peso dei provini in funzione dei parametri di processo (temperatura e tempo)

sample	T(°C)	time(hrs)	pre(g)	post(g)	delta(g)	%	AVG.
1	900	2	27,3452	27,3859	0,0407	0,149	0,148
2	900	2	27,7453	27,786	0,0407	0,147	
3	850	4	27,6285	27,6617	0,0332	0,120	0,118
4	850	4	27,7486	27,7809	0,0323	0,116	
5	750	8	27,7438	27,7564	0,0126	0,045	0,047
6	750	8	27,5496	27,5631	0,0135	0,049	
7	800	6	27,5233	27,5449	0,0216	0,078	0,073
8	800	6	27,5077	27,5263	0,0186	0,068	

Nel grafico di Figura 4.2 la variazione di peso dei provini, sia come valore assoluto che come variazione percentuale, è riportata in funzione della temperatura del processo.

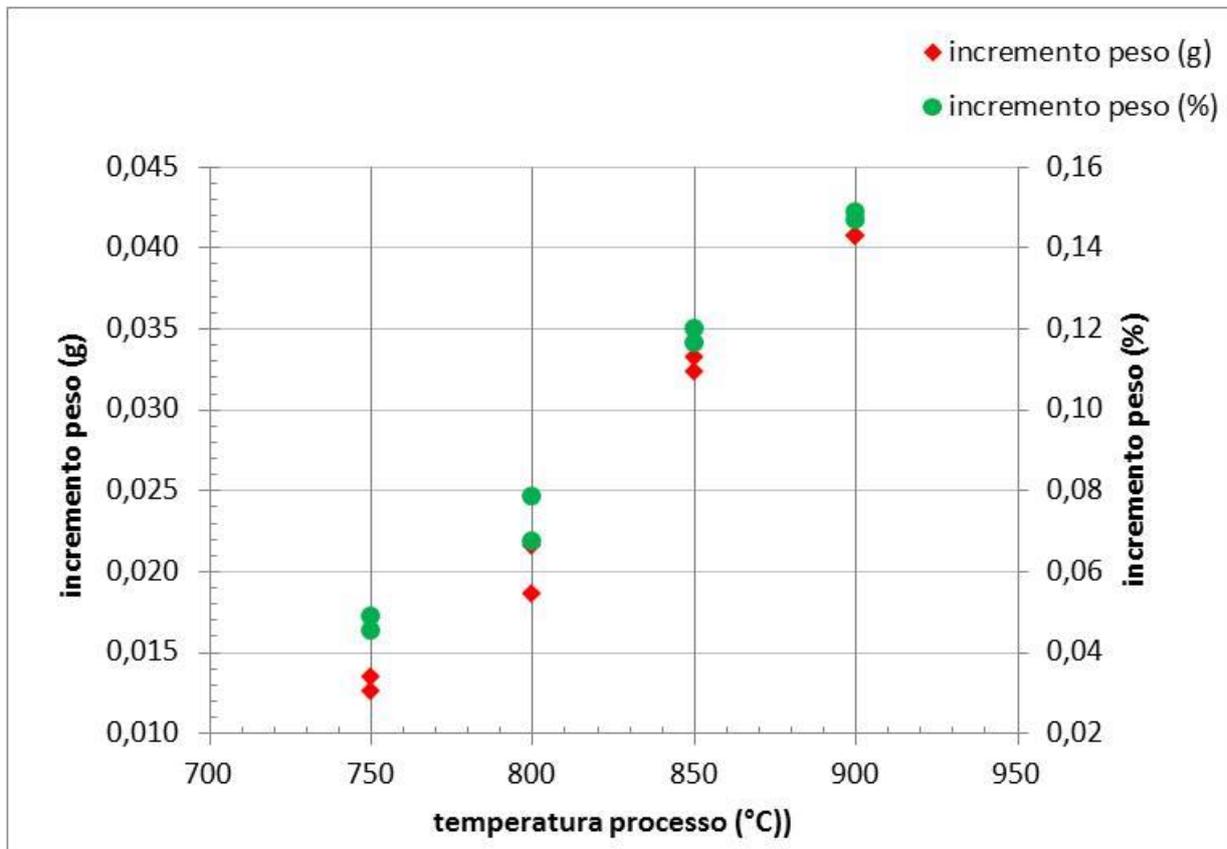


Figura 4.2 – Variazione di peso dei provini in AISI316 in funzione della temperatura di processo



Figura 4.3 – Aspetto dei provini prima (sinistra) e dopo (destra) il trattamento di alluminizzazione a 900 °C con stasi di 2 ore



Figura 4.4 - Aspetto dei provini prima (sinistra) e dopo (destra) il trattamento di alluminizzazione a 850 °C con stasi di 4 ore



Figura 4.5 - Aspetto dei provini prima (sinistra) e dopo (destra) il trattamento di alluminizzazione a 750 °C con stasi di 8 ore



Figura 4.6 - Aspetto dei provini prima (sinistra) e dopo (destra) il trattamento di alluminizzazione a 800 °C con stasi di 6 ore

Sono stati investigati tramite analisi OM lo spessore del rivestimento prodotto, la misura della dimensione del grano austenitico ed acquisiti i valori di durezza nel centro del provino di acciaio.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	18	76

4.2 – Analisi OM

La sezione metallografica dei campioni alluminizzati è stata investigata attraverso analisi OM. Sulla base dell'incremento di peso relativo al trattamento eseguito a 750 °C, congiuntamente all'aspetto dei provini presentato al termine del processo, si è deciso di non indagare ulteriormente tale valore di temperatura. Per ottenere arricchimenti significativi in Al dei provini in acciaio sarebbe stato infatti necessario prolungare ulteriormente il trattamento di alluminizzazione, definendo parametri di processo poco conciliabili con l'alluminizzazione di componenti in acciaio.

Le immagini ottenute mostrano un rivestimento con struttura a strati, così come attesa per un trattamento di alluminizzazione a bassa attività, con uno strato esterno (outer layer o additive layer) di spessore ridotto ed uno strato interno (inner layer o interdiffusion layer) più spesso.

Le sottostanti figure mostrano le immagini OM acquisite a diverso ingrandimento e gli spessori degli strati del rivestimento diffusivo. Nel caso del provino alluminizzato a 800 °C, le immagini mostrano lo strato esterno del rivestimento danneggiato dalla preparativa metallografica. Poiché tale provino è stato oggetto anche delle attività di caratterizzazione eseguite dall'Università di Tor Vergata, non è stato ritenuto necessario ripetere l'analisi da parte di CSM e si rimanda al seguito del Report per maggiori approfondimenti su tale microstruttura.

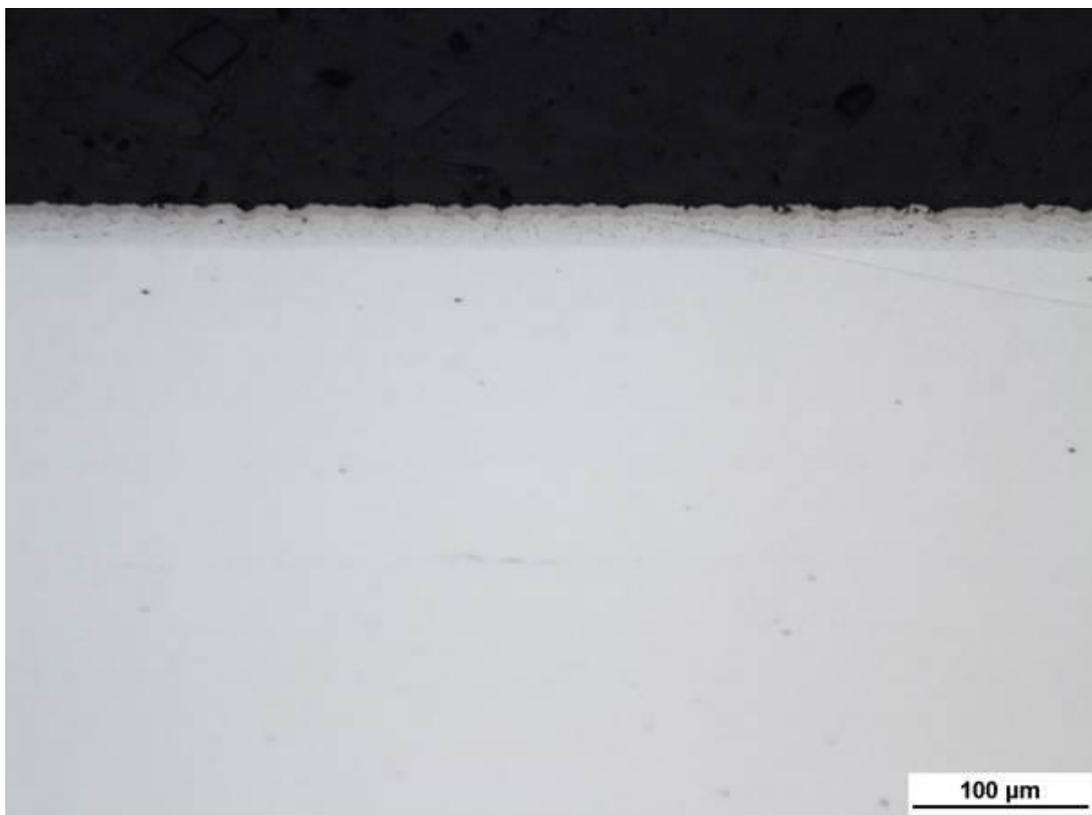


Figura 4.7 – Analisi OM (20X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento a (2hrs@900°C)

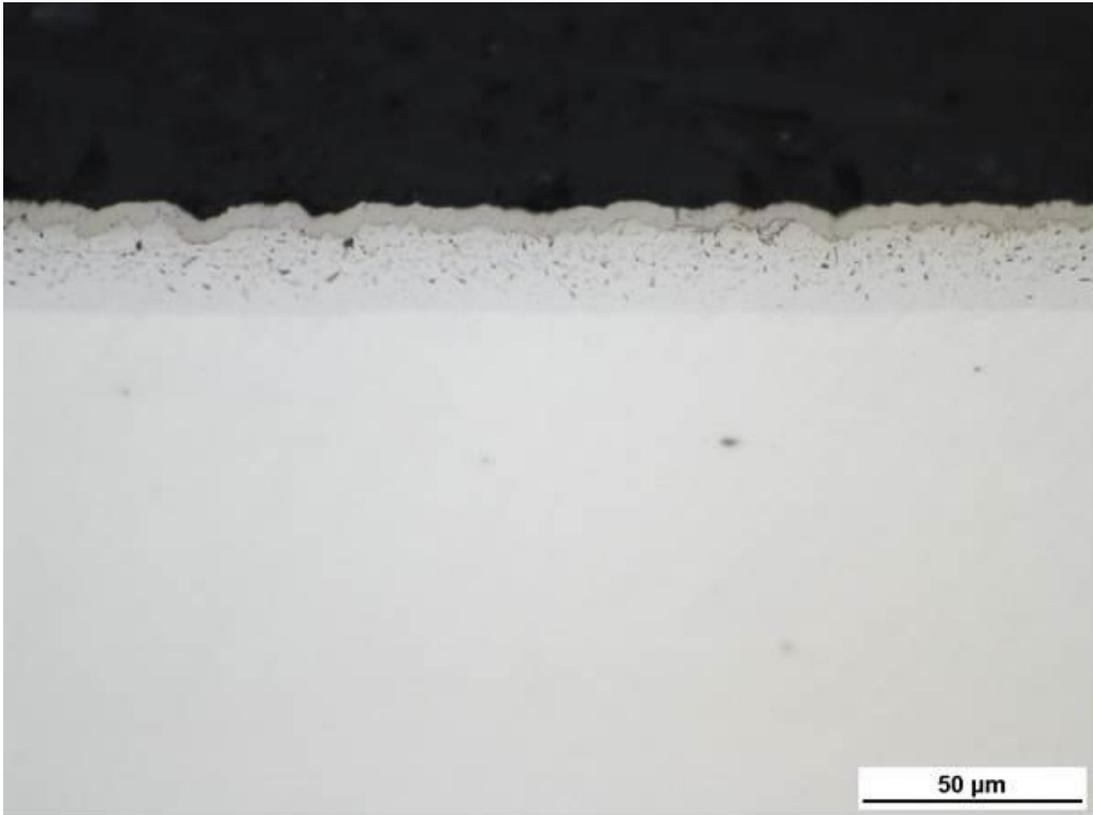


Figura 4.8 - Analisi OM (50X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento a (2hrs@900°C)

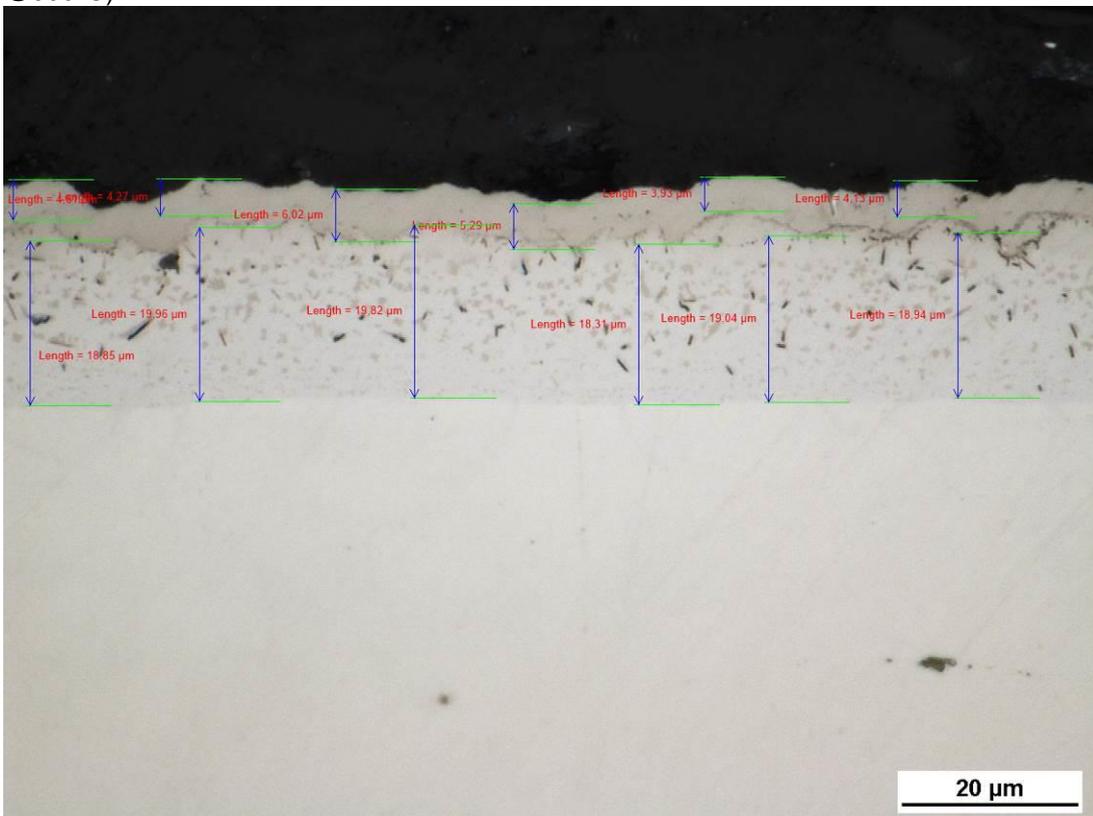


Figura 4.9 - Analisi OM (100X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento a (2hrs@900°C)

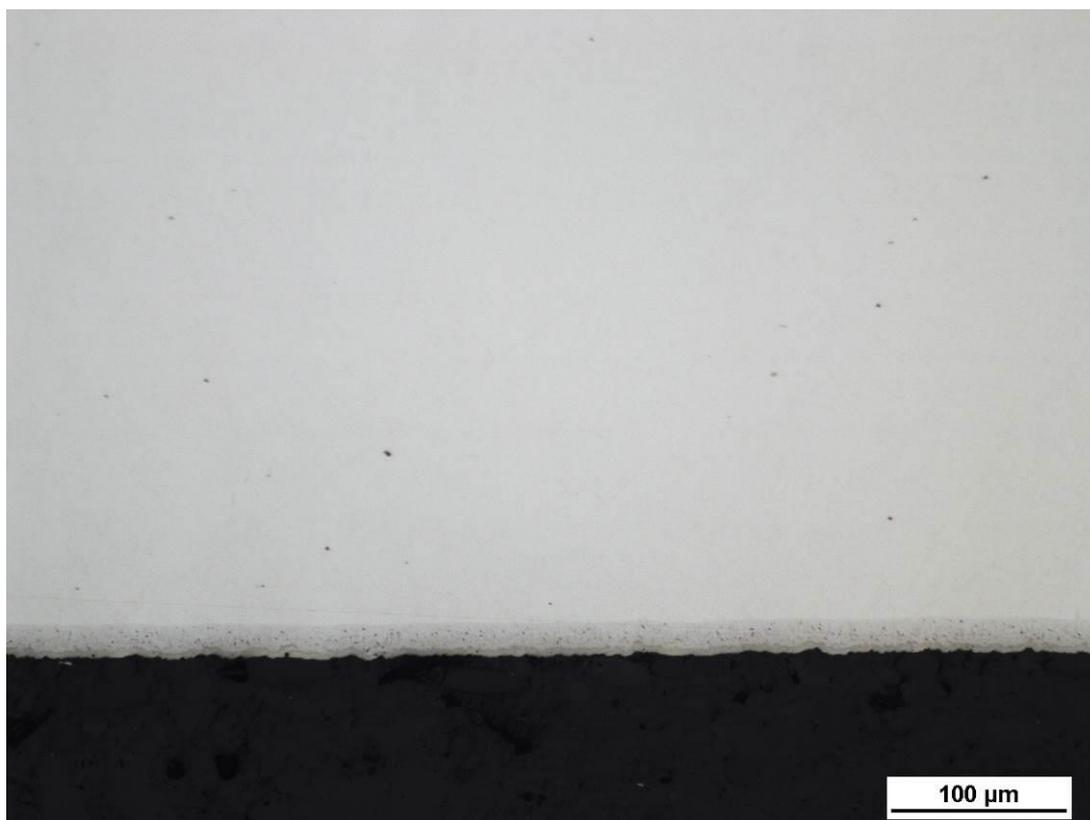


Figura 4.10 - Analisi OM (20X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento b (4hrs@850°C)

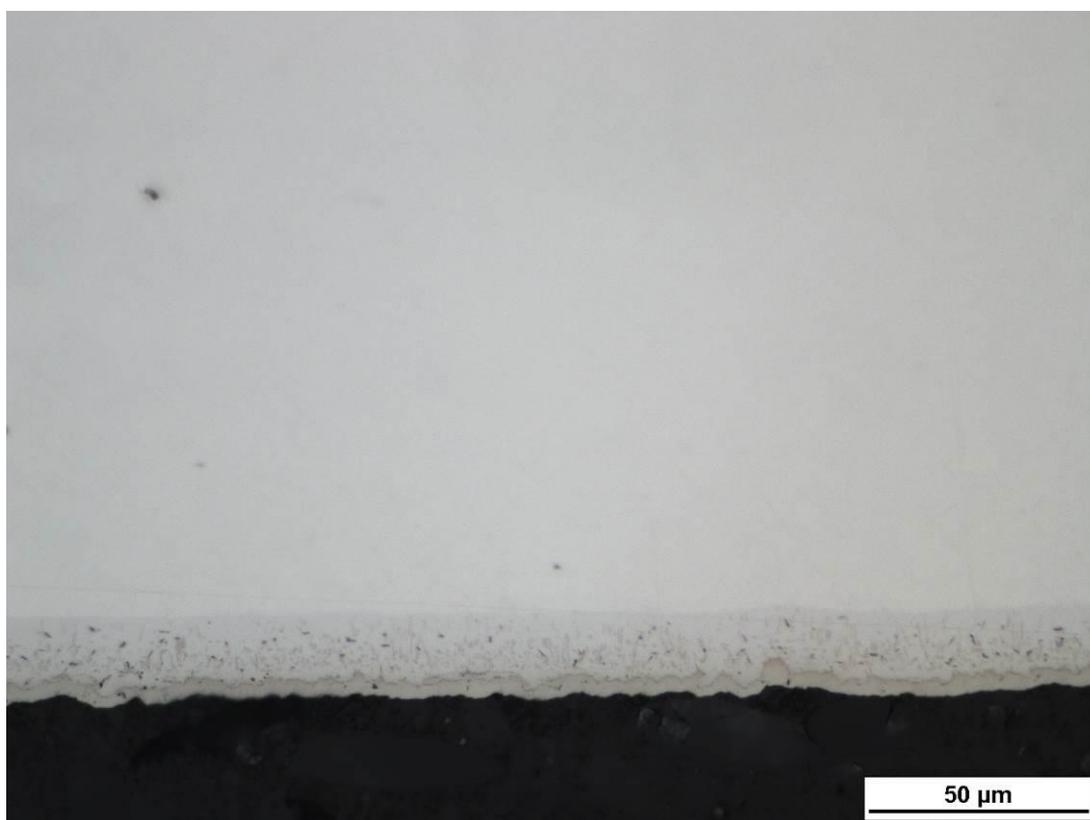


Figura 4.11 - Analisi OM (50X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento b (4hrs@850°C)

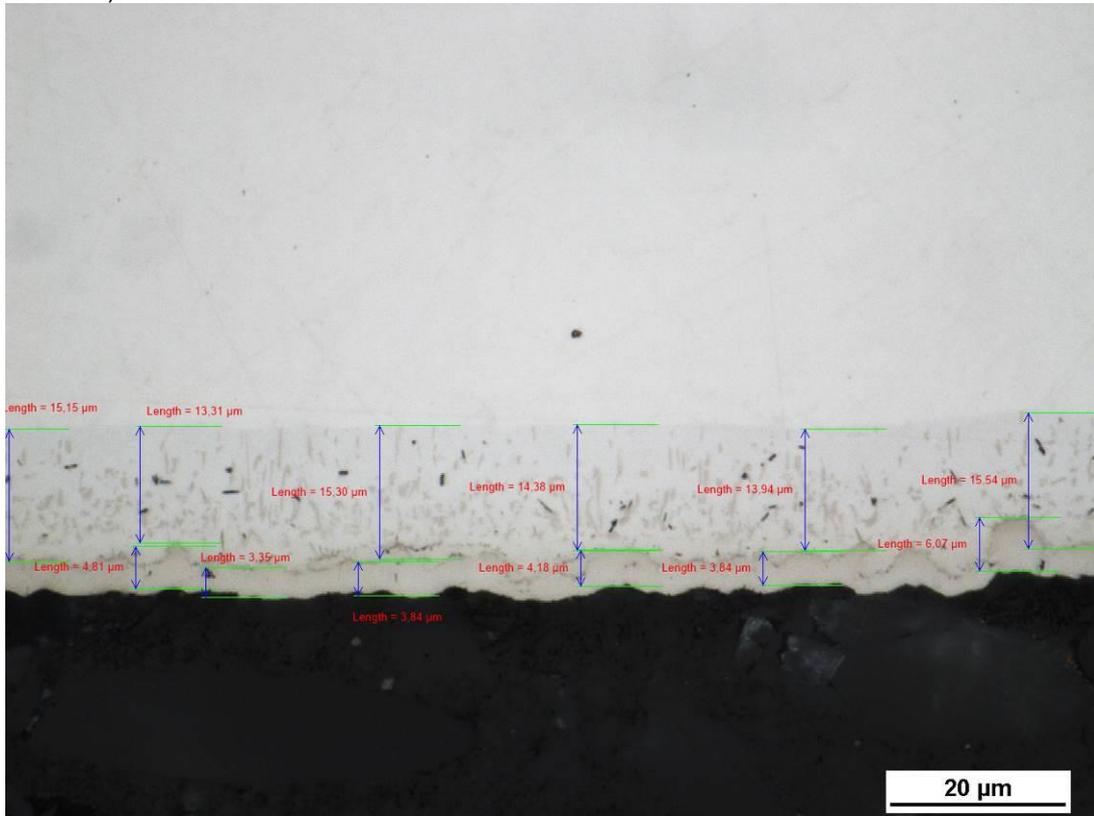


Figura 4.12 - Analisi OM (100X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento b (4hrs@850°C)

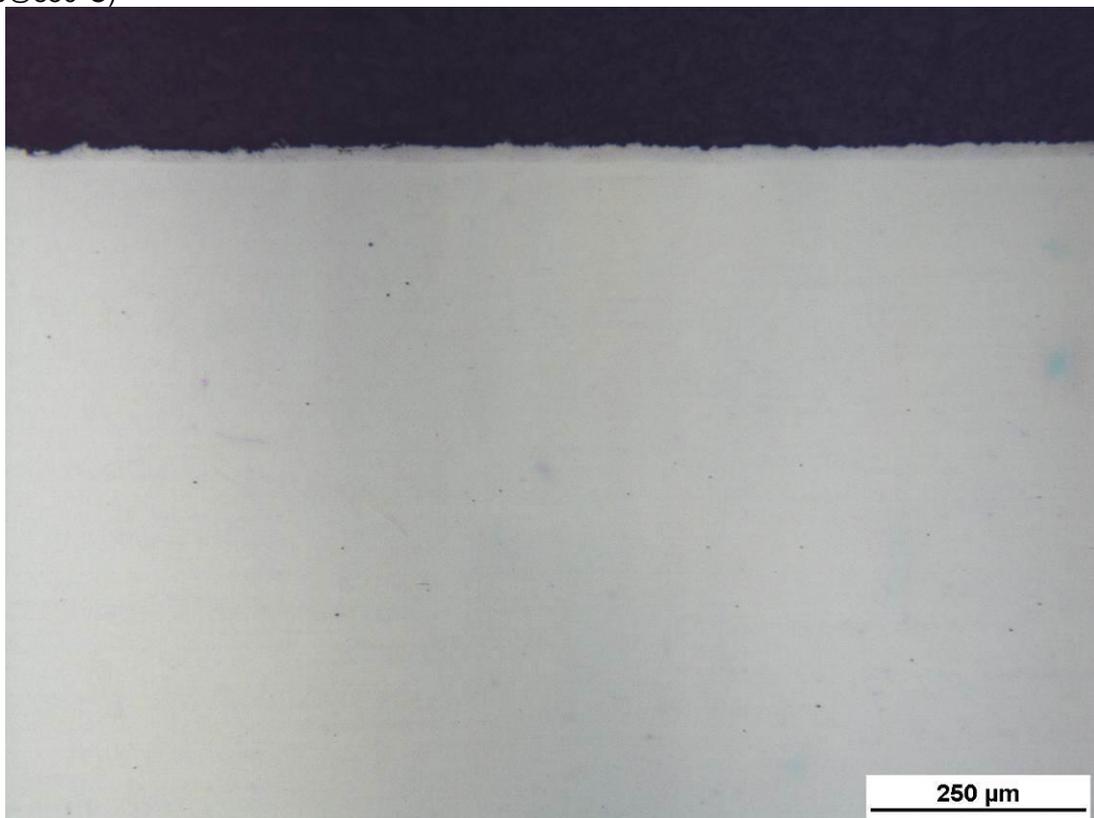


Figura 4.13 - Analisi OM (10X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento c (6hrs@800°C)

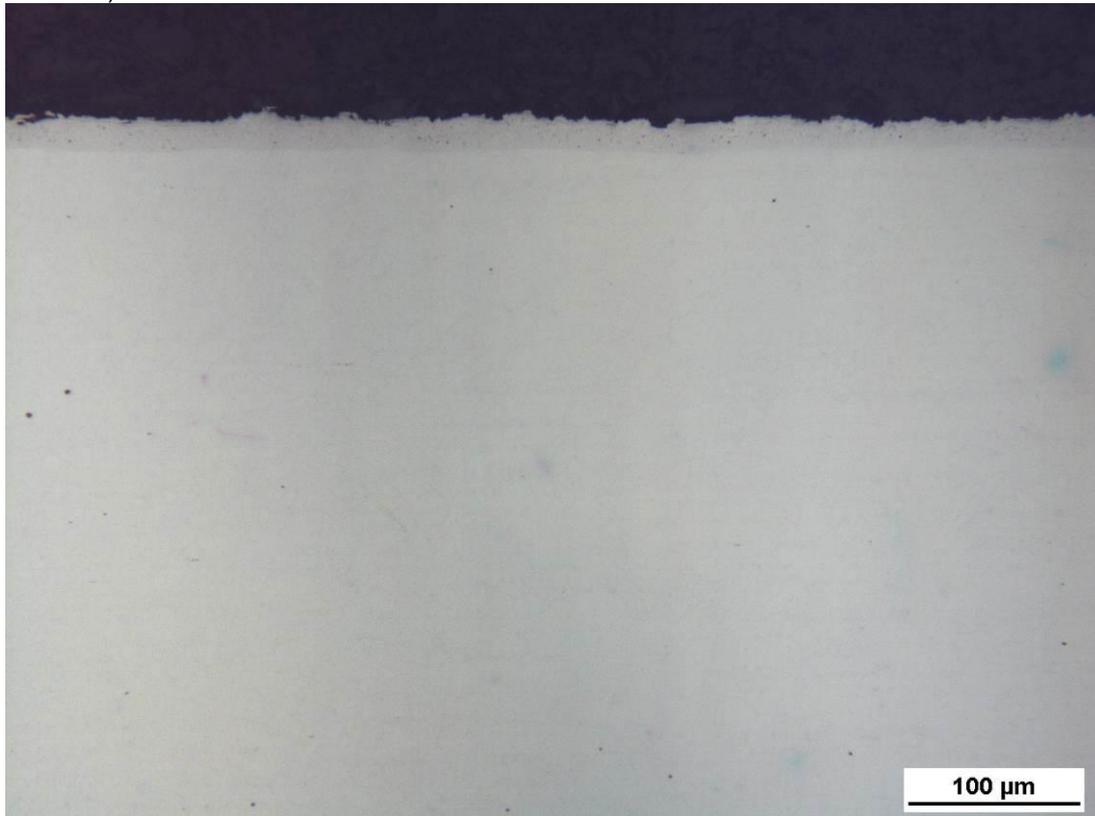


Figura 4.14 - Analisi OM (20X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento c (6hrs@800°C)

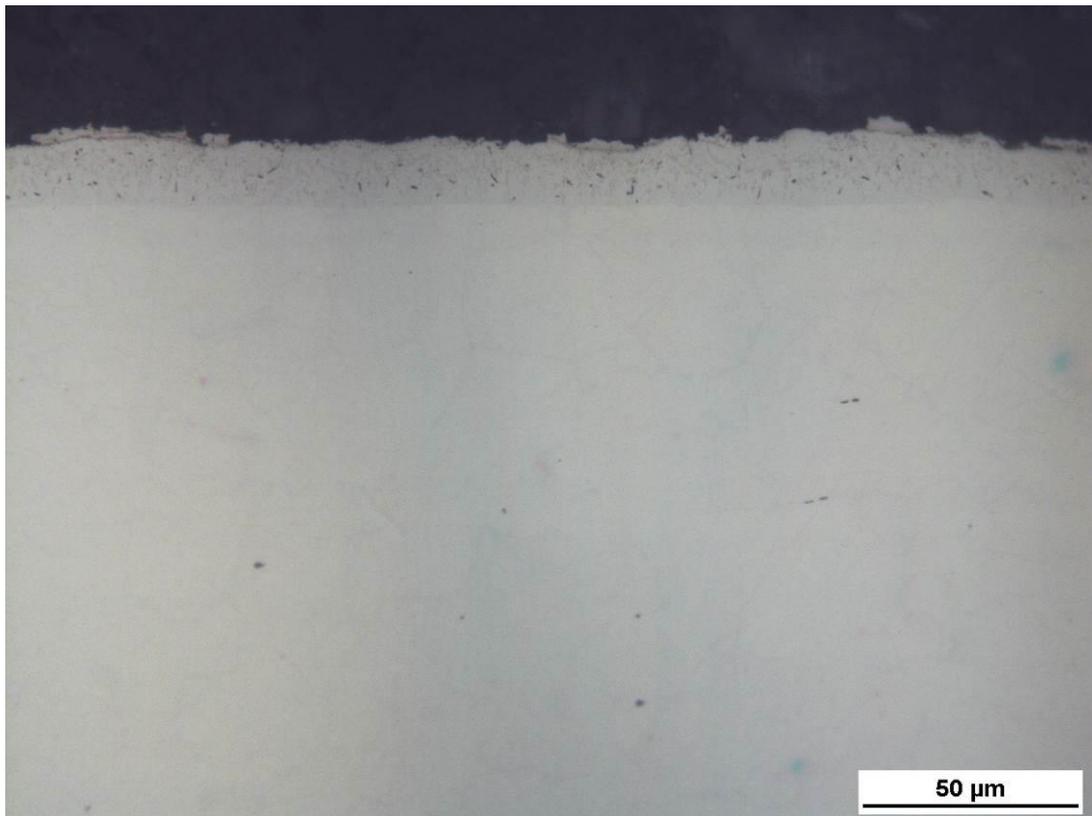


Figura 4.15 - Analisi OM (50X) della sezione metallografica del provino relativo al trattamento c (6hrs@800°C)

4.3 – Misura della dimensione del grano austenitico

Per ciascun insieme di parametri di processo adottati per i trattamenti di alluminizzazione, è stata misurata la dimensione del grano austenitico comparandola con il valore misurato per l'acciaio AISI316 non alluminizzato (campione tal quale). I valori sono stati misurati nel centro dei provini, al fine di non subire alcuna influenza generabile dall'arricchimento in Al apportato dal processo di alluminizzazione ed investigare quindi il solo effetto determinato dall'esposizione dell'acciaio ad alta temperatura sulla dimensione del grano austenitico.

Di seguito sono riportati per ciascuna tipologia di alluminizzazione i valori sperimentalmente acquisiti per la misura del grano e le immagini della microstruttura dell'acciaio in cui i grani sono stati evidenziati dall'attacco chimico. I valori misurati non indicano per nessuno dei trattamenti di alluminizzazione eseguiti alcuna variazione significativa della dimensione del grano rispetto all'acciaio tal quale imputabile all'esposizione ad alta temperatura. Le differenze riscontrate sono attribuibili infatti alla dispersione delle misure.

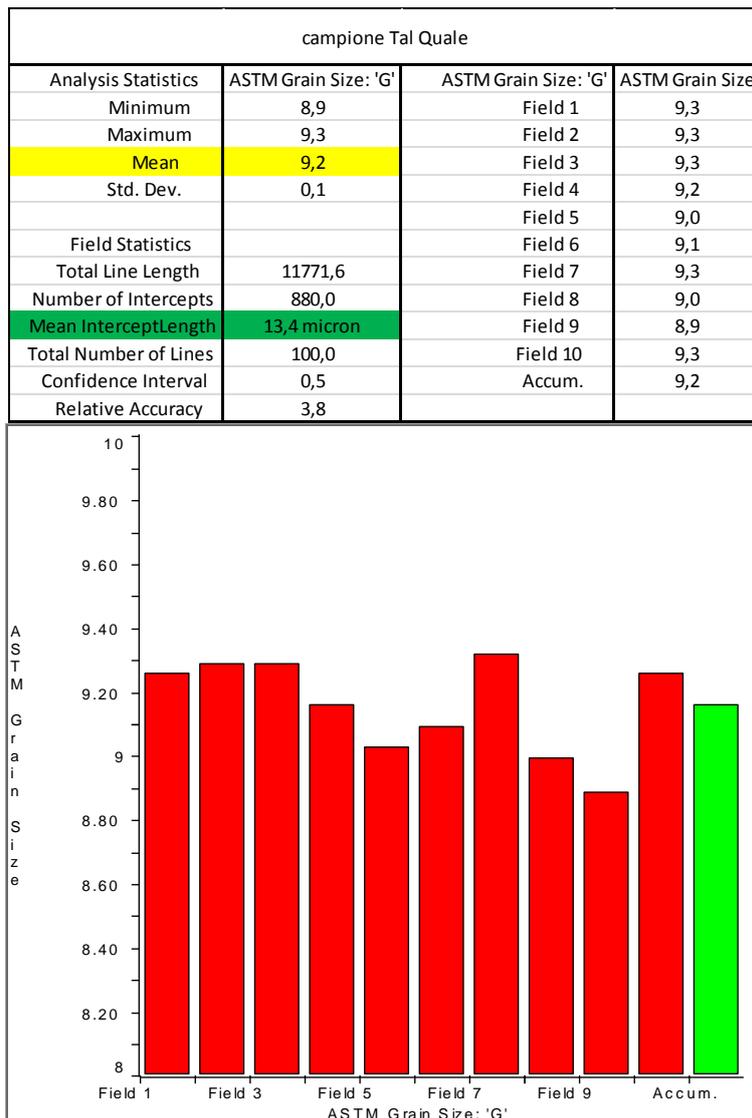


Figura 4.16 – Misura della dimensione del grano austenitico per un campione di AISI316 non sottoposto a trattamento di alluminizzazione (tal quale)

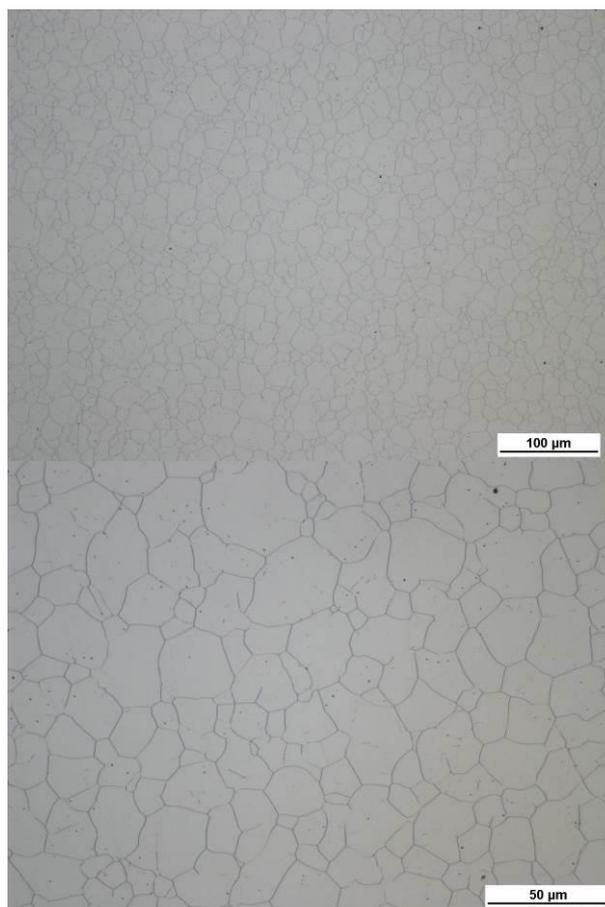


Figura 4.17 – Analisi OM (10X sinistra, 20X destra) della microstruttura dell'acciaio AISI316 non sottoposto a trattamento di alluminizzazione (tal quale) dopo attacco chimico per evidenziarne il grano austenitico

campione 6			
Analysis Statistics	ASTM Grain Size: 'G'	ASTM Grain Size: 'G'	ASTM Grain Size
Minimum	9,1	Field 1	9,4
Maximum	9,7	Field 2	9,2
Mean	9,4	Field 3	9,5
Std. Dev.	0,2	Field 4	9,5
		Field 5	9,1
Field Statistics		Field 6	9,4
Total Line Length	11771,6	Field 7	9,4
Number of Intercepts	964,0	Field 8	9,7
Mean InterceptLength	12,2 micron	Field 9	9,4
Total Number of Lines	100,0	Field 10	9,6
Confidence Interval	0,5	Accum.	9,4
Relative Accuracy	4,3		

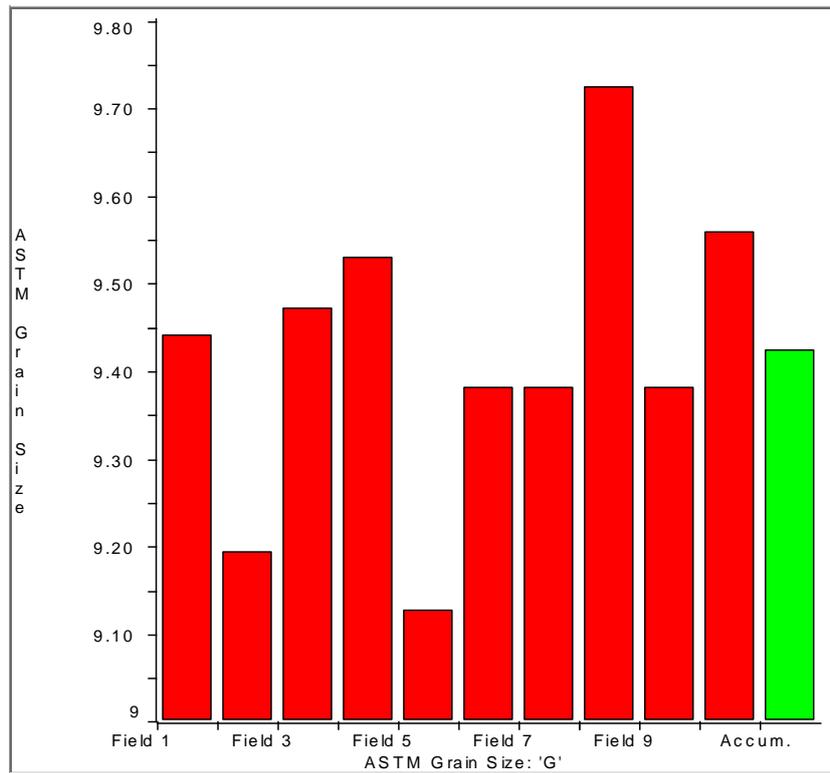


Figura 4.18 - Misura della dimensione del grano austenitico per un campione di AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (8 ore @750°C)

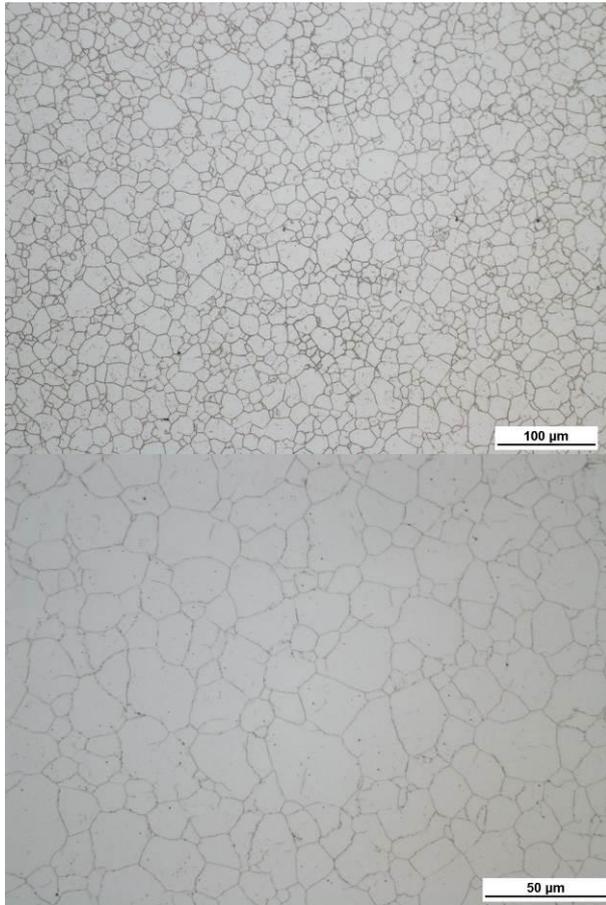


Figura 4.19 - Analisi OM (20X sinistra, 50X destra) della microstruttura dell'acciaio AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (8 ore@750°C) dopo attacco chimico per evidenziarne il grano austenitico

Campione 8			
Analysis Statistics	ASTM Grain Size: 'G'	ASTM Grain Size: 'G'	ASTM Grain Size
Minimum	8,7	Field 1	9,3
Maximum	9,8	Field 2	9,5
Mean	9,4	Field 3	9,5
Std. Dev.	0,3	Field 4	8,7
		Field 5	9,5
Field Statistics		Field 6	9,3
Total Line Length	11771,6	Field 7	9,0
Number of Intercepts	953,0	Field 8	9,5
Mean InterceptLength	12,4 micron	Field 9	9,7
Total Number of Lines	100,0	Field 10	9,8
Confidence Interval	1,1	Accum.	9,4
Relative Accuracy	8,6		

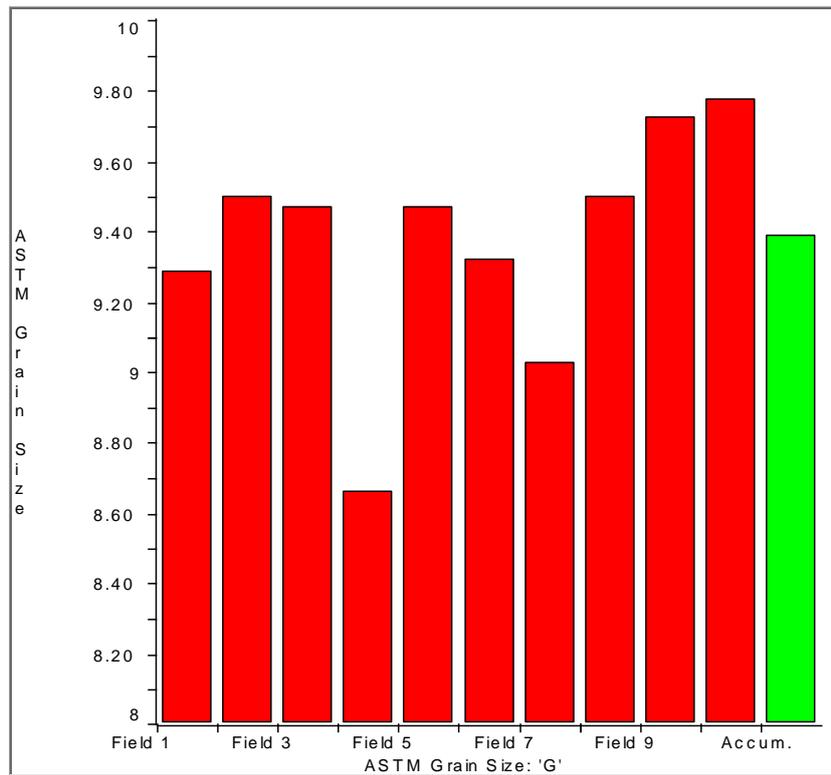


Figura 4.20 - Misura della dimensione del grano austenitico per un campione di AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (6 ore@800°C)

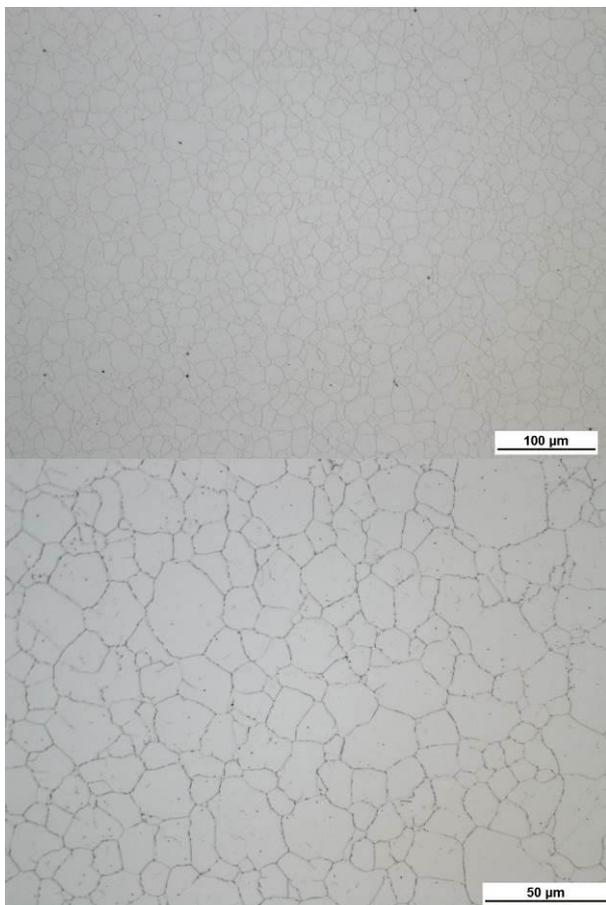


Figura 4.21 - Analisi OM (20X sinistra, 50X destra) della microstruttura dell'acciaio AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (6ore@800°C) dopo attacco chimico per evidenziarne il grano austenitico

Campione 1	
Analysis Statistics	ASTM Grain Size: 'G'
Minimum	9,3
Maximum	9,7
Mean	9,5
Std. Dev.	0,1
Field Statistics	
Total Line Length	5885,8
Number of Intercepts	503
Mean InterceptLength	11,7
Total Number of Lines	50
Confidence Interval	0,8
Relative Accuracy	7,2
ASTM Grain Size: 'G'	ASTM Grain Size
Field 1	9,5
Field 2	9,6
Field 3	9,3
Field 4	9,7
Field 5	9,6
Accum.	9,5

Figura 4. 22 - Misura della dimensione del grano austenitico austenitico per un campione di AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (2 ore@900°C)

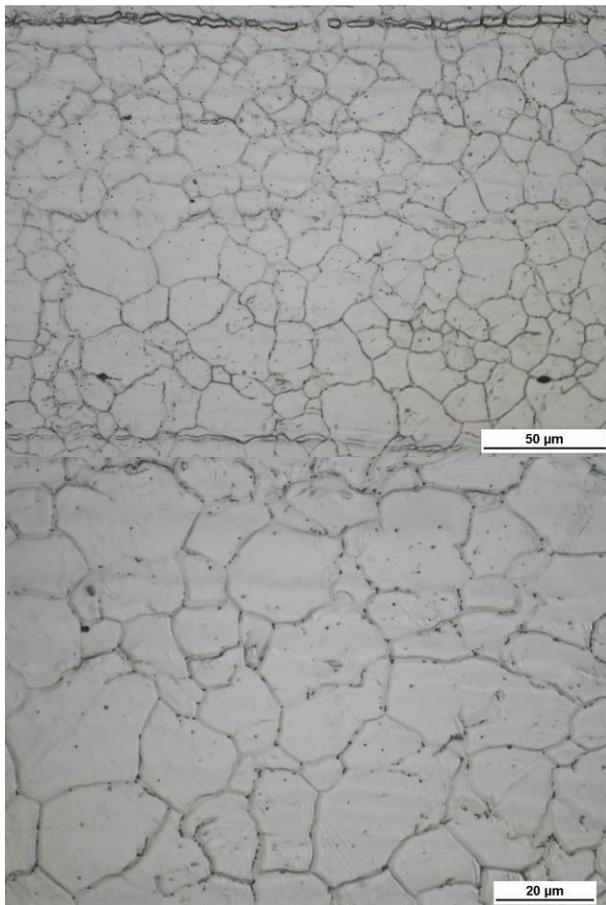


Figura 4.23 - Analisi OM (50X sinistra, 100X destra) della microstruttura dell'acciaio AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (2ore@900°C) dopo attacco chimico per evidenziarne il grano austenitico

Campione 3	
Analysis Statistics	ASTM Grain Size: 'G'
Minimum	9,4
Maximum	9,9
Mean	9,7
Std. Dev.	0,1
Field Statistics	
Total Line Length	5885,8
Number of Intercepts	524
Mean InterceptLength	11,2
Total Number of Lines	50
Confidence Interval	0,7
Relative Accuracy	6,4
ASTM Grain Size: 'G'	
Field 1	9,7
Field 2	9,4
Field 3	9,9
Field 4	9,6
Field 5	9,7
Accum.	9,7

Figura 4.24 - Misura della dimensione del grano austenitico austenitico per un campione di AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (4 ore@850°C)

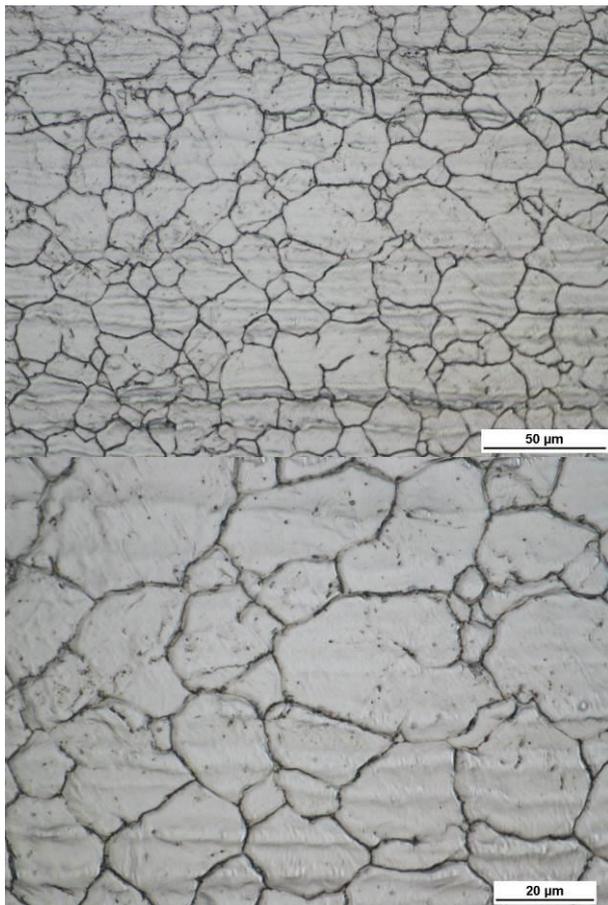


Figura 4.25 - Analisi OM (50X sinistra, 100X destra) della microstruttura dell'acciaio AISI316 sottoposto a trattamento di alluminizzazione (4ore@850°C) dopo attacco chimico per evidenziarne il grano austenitico

4.4 - Misura della durezza (HV)

Per i medesimi provini per cui è stata analizzata la dimensione del grano austenitico, è stata inoltre misurata la durezza (Vickers) con carico pari a 10 Kg. Analogamente a quanto realizzato per la misura del grano austenitico, i valori sono stati acquisiti nel centro dei provini, al fine di non subire alcuna influenza generabile dall'arricchimento in Al apportato dal processo di alluminizzazione ed investigare il solo effetto sulla durezza determinato dall'esposizione dell'acciaio ad alta temperatura. La Figura 4.26 riporta i risultati delle misure di durezza, ripetuti per ciascun provino in n.3 diversi punti.

Tal Quale		Campione 1		Campione 3		Campione 6		Campione 8	
	HV								
1	150	1	177	1	168	1	161	1	159
2	158	2	174	2	178	2	158	2	160
3	155	3	162	3	165	3	158	3	158
Media	154	Media	171	Media	170	Media	159	Media	159

Figura 4.26 – Comparazione dei valori di durezza fra l'acciaio AISI316 non alluminizzato (tal quale) ed il medesimo acciaio sottoposto a trattamento di alluminizzazione per 2 ore a 900 °C (campione 1), per 4 ore a 850 °C (campione 3), per 6 ore a 750 °C (campione 6) e per 6 ore a 800 °C (campione 8).

Le differenze misurate per i campioni alluminizzati rispetto al tal quale non indicano alcuna variazione significativa e sono attribuibili alla dispersione delle misure. Come per la misura della dimensione del grano austenitico, anche la durezza non rivela alcuna variazione della microstruttura a seguito del trattamento termico di alluminizzazione.

5 - Processi preliminari di saldatura TIG di provini in AISI 316

Lo scopo di questa attività è stata la realizzazione di un giunto saldato di 316L di spessore pari a 6 mm per prove preliminare di alluminizzazione. Fra i vari processi di saldatura a fusione, il processo tig è stata individuato come tra i migliori processi utilizzati nel settore nucleare per la capacità di produrre giunti di ottima qualità ed è stato quindi selezionato per le attività inerenti al presente Report.

La saldatura TIG (Tungsten Inert Gas) o GTAW (Gas Tungsten Arc Welding) è un procedimento di saldatura ad arco con elettrodo in tungsteno infusibile, sotto protezione di gas inerte che può essere eseguito con o senza materiale d'apporto. Il procedimento si basa su una torcia in cui è inserito l'elettrodo in tungsteno avvolto dal flusso di gas inerte che serve da protezione del bagno che fuoriesce da un bocchello di ceramica. L'operatore (nel caso di saldatura manuale) o robot (nel caso di saldatura semi-automatica) muove la torcia lungo il giunto per spostare il bagno di fusione, posizionando l'elettrodo ad una distanza dal giunto di qualche millimetro e mantenendo la stessa stabile. Occorre evitare il contatto fisico dell'elettrodo al giunto per evitare contaminazione del giunto stesso (tracce di tungsteno nel bagno fuso) che genererebbe nella zona di contatto una struttura fragile. Nel caso di apporto materiale l'operatore fa scorrere la bacchetta in modo da avere una costante fusione del materiale d'apporto nel bagno fuso, nel caso di una saldatura semi-automatica l'apporto di materiale avviene tramite traina-filo a velocità costante.

5.1 – Produzione dei giunti saldati

Per le prove di saldatura e realizzazione del giunto, i lembi delle lamiere di saldatura sono realizzati con cianfrino a V (Figura 5.1) con angolo di 30 ° e spalla da 1-1,5 mm.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	34	76

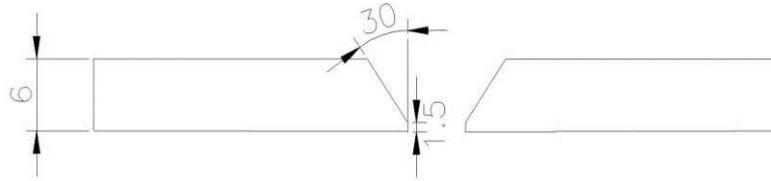


Figura 5.1 – Dettaglio del cianfrino

Per la realizzazione dei giunti è stato utilizzato un robot ABB 2400L a cui è stato collegato la torcia e il traina-filo del generatore TIG dell' ESAB modello CADDY 2400i (Figura 5.2). I provini sono stati ricavati da AISI316 di fornitura CSM.



Figura 5.2 – Sistema CSM robot per saldatura

Come materiale di apporto è stato utilizzato il filo AWS310LMo prodotto dalla Sandvik nome commerciale 25.22.2 L Mn di diametro 1,2 mm, qui selezionato per le buone proprietà meccaniche mantenute anche alle alte temperatura e per la resistenza alla corrosione. Alle estremità delle lamiere sono stati saldati dei talloni il cui compito è stato mantenere costante il gap (spazio presente tra i lembi). Nelle prove eseguite sono state modificate la velocità del filo (da 0,8 a 1,5 m) e la corrente. terminate le prove sono stati selezionati i parametri considerati maggiormente soddisfacenti e sono stati realizzati due giunti, di cui uno con passata a rovescio. La passata a rovescio è spesso utilizzata per avere riduzione delle deformazioni del giunto durante il processo di saldatura e per ottenere una regolarità della root. I giunti eseguiti sono stati sottoposti a controlli radiografici per l'individuazione di eventuali

indicazioni interni al giunto e a controlli con liquidi penetranti per l'individuazione di eventuali indicazioni superficiali (affioranti).

	SPECIFICA DEL PROCEDIMENTO DI SALDATURA		ID. No. Sample 89_16				
	WELDING PROCEDURE SPECIFICATION		Rev.: – Rev.:				
			Data: – Date: (13/09/16)				
Pagina: – Sheet: 35 di / of 76							
CLIENTE / CLIENT: ENEA		PROGETTO / PROJECT:					
Norme / Specifiche applicabili: Applicable code / Specification:		EN ISO 15609-1 Specification and approval of welding procedures for metallic materials – Welding procedure specification – Part 1: Arc welding					
Tipo di giunto: Joint type:		Tipo di processo di saldatura: Welding process type:					
<input checked="" type="checkbox"/> BW <input type="checkbox"/> FW <input type="checkbox"/> _____		Partly mechanized					
Sistema di preriscaldamento: Preheat system:		Temperatura di preriscaldamento: Preheat temperature:					
Pulizia del giunto tra le passate: Joint cleaning between runs:		Saldatore(i): Welder(s):					
A mezzo di mole abrasive e/o spazzole metalliche Brushing and/or grinding		N°1 saldatori N°1 welders					
Tempo di attesa: Waiting time:		Tra la 1ª e la 2ª passata / Between 1 st and 2 nd pass					
max. - min. -		Tra la 2ª e le altre passate / Between 2 nd and other passes					
Elettrodo di tungsteno (tipo e dim.) Tungsten electrode (type and size):		Diametro dell'ugello o ceramica: Orifice or gas cup size:					
WL2 2,4mm		9.6mm					
Metallo base Base metal 1 316L	<input type="checkbox"/>	Tubo / Pipe	<input type="checkbox"/>	Metallo base Base metal 2 316L	Tipo di accoppiatore: Clamp type: Rimozione dell'accoppiatore: Time of clamp removal: Modo di trasferimento: Mode of metal transfer: Cordoni stretti o larghi: String or weave beads:		
	<input type="checkbox"/>	Forgiato / Forging	<input type="checkbox"/>				
	<input checked="" type="checkbox"/>	Lamiera / Plate	<input checked="" type="checkbox"/>				
	Tipo di acciaio / Steel type						
	Grado di acciaio / Steel grade						
	Produttore / Manufacturer						
Diametro esterno / Outside diameter							
6		Spessore / Thickness		6			
Dettagli della preparazione del giunto / Welding preparation details			Sequenze di saldatura / Welding sequences				
<p>A = 6 mm B = 1 mm C = 30° D = 1 mm</p>							
PARAMETRI DI SALDATURA WELDING DETAILS	Passata N°: / Run N°:	1		2		3 ÷ n	
	Processo di saldatura: / Welding process:	GTAW		GTAW		GTAW	
	Posizione e direzione di saldatura: Welding position and direction:	1G		1G		1G	
	Tipo di corrente - Polarità: Current type - Polarity:	(AC/DC) (+ / -) DC		DC		DC	
	Intensità media: / Average amperage:	(A) 220		200		200	
	Tensione media: / Average voltage:	(V) 14-15		14-15		14-15	
	Velocità saldatura: / Welding speed:	(mm/min) 240		240		240	
	Velocità del filo: / Wire speed:	(m/min) 1		0.8		1.5	
MAT. D'APPORTO FILLER METAL	Materiale d'apporto: / Filler metal:	310L Mo		310L Mo		310L Mo	
	Specifica e classificazione EN / AWS: EN / AWS specification and classification:	EN ISO 14343-A-G 25 22 2 N L A5..9:ER310LMo		EN ISO 14343-A-G 25 22 2 N L A5..9:ER310LMo		EN ISO 14343-A-G 25 22 2 N L A5..9:ER310LMo	
	Produttore: / Manufacturer:	SANDVIK		SANDVIK		SANDVIK	
	Nome commerciale: / Trade name:	25.22.2.L Mn		25.22.2.L Mn		25.22.2.L Mn	
	Dimensioni: / Size:	(Ø mm) 1.2		1.2		1.2	
Tipo di gas di protezione o flusso: Type of shielding gas or flux:		ARGON		ARGON		ARGON	
Portata gas di protezione: Shielding gas flow rate:		(l/min) 15		15		15	

CSM Centro Sviluppo Materiali	SPECIFICA DEL PROCEDIMENTO DI SALDATURA WELDING PROCEDURE SPECIFICATION		ID. No. Sample 90_16			
			Rev.: – Rev.:			
			Data: – Date: (13/09/16)			
				Pagina: – Sheet: 36 di / of 76		
CLIENTE / CLIENT: ENEA		PROGETTO / PROJECT				
Norme / Specifiche applicabili: Applicable code / Specification:		EN ISO 15609-1 Specification and approval of welding procedures for metallic materials – Welding procedure specification – Part 1: Arc welding				
Tipo di giunto: Joint type:		<input checked="" type="checkbox"/> BW <input type="checkbox"/> FW <input type="checkbox"/> _____		Tipo di processo di saldatura: Welding process type:		
				Partly mechanized		
Sistema di preriscaldamento: Preheat system:		-----		Temperatura di preriscaldamento: Preheat temperature:		
Pulizia del giunto tra le passate: Joint cleaning between runs:		A mezzo di mole abrasive e/o spazzole metalliche Brushing and/or grinding		Saldatore(i): N°1 saldatori Welder(s): N°1 welders		
Tempo di attesa: Waitingtime:		max. - min. - max. - min. -		Tra la 1 ^a e la 2 ^a passata / Between 1 st and 2 nd pass Tra la 2 ^a e le altre passate / Between 2 nd and other passes		
Elettrodo di tungsteno (tipo e dim.): Tungsten electrode (type and size):		WL2 2,4mm		Diametro dell'ugello o ceramica: Orifice or gas cup size:		
				9.6mm		
Metallo base Base metal		<input type="checkbox"/> Tubo / Pipe <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Forgiato / Forging <input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> Lamiera / Plate <input checked="" type="checkbox"/>		Metallo base Base metal		
1		Tipo di acciaio / Steel type		2		
316L		Grado di acciaio / Steel grade		316L		
		Produttore / Manufacturer		Rimozione dell'accoppiatore: Time of clamp removal:		
		Diametro esterno / Outside diameter		Modo di trasferimento: Mode of metal transfer:		
6		Spessore / Thickness		Cordoni stretti o larghi: String or weave beads:		
		6				
Dettagli della preparazione del giunto / Welding preparation details			Sequenze di saldatura / Welding sequences			
<p>A = 6 mm B = 1 mm C = 30° D = 1 mm</p>						
PARAMETRI DI SALDATURA WELDING DETAILS	Passata N°: / Run N°:		1		2 ÷ n	
	Processo di saldatura: / Welding process:		GTAW		GTAW	
	Posizione e direzione di saldatura: Welding position and direction:		1G		1G	
	Tipo di corrente - Polarità: (AC/DC) Current type - Polarity: (+ / -)		DC		DC	
	Intensità media: / Average amperage: (A)		220		220	
	Tensione media: / Average voltage: (V)		14-15		14-15	
	Velocità saldatura: / Welding speed: (mm/min)		240		240	
	Velocità del filo: / Wire speed: (m/min)		1		1.5	
MAT. D'APPORTO FILLER METAL	Materiale d'apporto: / Filler metal:		310L Mo		310L Mo	
	Specifica e classificazione EN / AWS: EN / AWS specification and classification:		EN ISO 14343-A-G 25 22 2 N L A5..9:ER310LMo		EN ISO 14343-A-G 25 22 2 N L A5..9:ER310LMo	
	Produttore: / Manufacturer:		SANDVIK		SANDVIK	
	Nome commerciale: / Trade name:		25.22.2.L Mn		25.22.2.L Mn	
	Dimensioni: / Size: (Ø mm)		1.2		1.2	
Tipo di gas di protezione o flusso: Type of shielding gas or flux:			ARGON		ARGON	
Portata gas di protezione: Shielding gas flow rate:			15 (l/min)		15	

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	37	76

N° RAPPORTO RX16/17-2016 N° REPORT		RAPPORTO DI PROVA RAGGI X X RAY INSPECTION REPORT		N° PAGINA 1 N° PAGE	
S/N	VISTA 1	COMMESSA- JOB	CLIENTE - CUSTOMER ENEA	PROGETTO -PROGECT	

5.2 – Controllo radiografico dei giunti saldati

Per il controllo radiografico è stato utilizzato un tubo radiogeno da 300Kv e macchia focale 3mm della YXLON modello EVO 300D e sviluppatrice automatica AGFA. Il controllo radiografico non ha evidenziato nessuna indicazione, per tanto i giunti sono risultati integri al 100%.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	38	76

MATERIALE - MATERIAL AISI 316L		GEOMETRIA - GEOMETRY Cianfrino a V		SPESSORE - TICKNESS 6 mm	
NORMATIVA STANDARD EN 5579:2014 CLASSE A DENSITA' CLASSE A		SPECIFICA - SPECIFICATION		CRITERI DI ACCETTABILITA' ACCEPTABLE CRITERIA. EN ISO 10675-1 classe 1	
PROCEDURA DI CONTROLLO TEST PROCEDURE					
MARCA SORGENTE MARK SOURCE YXLON EVO 300D	FOCALE FOCAL SPOT 3mm	DISTANZA F-F S-F DISTANCE 700mm	DISTANZA O-F O-F DISTANCE 0mm	Penombra Unsharpness 0.15 mm	
POSIZIONE.FILM FILM POSITION ESTERNA	POS. SORGENTE SOURCE POSITION ESTERNA	TEC.RADIOG.- RADIOGRAPHIC TECHNIQUE SINGOLA IMMAGINE SINGOLA PARETE		TENS. VOLT. 140Kv	CORRENTE CURRENT (mA/min) 4.5
TIPO DI PELLICOLA FILM TYPE AGFA D4	SCHERMO ANTERIORE FRONT SCREEN 0.05mm		SCHERMO TRA PELLICOLE SCREEN BETWEEN FILM		
	SCHERMO POSTERIORE 0.10 mm BACK SCREEN				
IQI 10FEEN	POS. IQI-IQI POSITION LATO SORGENTE	TEMPO ESPOSIZIONE EXPOSURE TIME 1 MIN		DENSITA' -DENSITY VISTA V1A 2,2-2.8	
ANGOLO DI RIPRESA EXPOSURE ANGLE		RIF.ESPOSIZIONE - RIF.EXPOSURE		RIF.FOTO	
TRATT. PELLICOLA FILM PROCESS AUTOMATICA		MARCA SVILUPPATRICE TRADE MARK PROCESSOR AGFA		SVILUPPO-DEVELOPPER G 135	
TEMPERATURA DI SVILUPPO 28°C DEVELOPER TEMPERATURE		TEMPO DI SVILUPPO DEVELOPER TIME 100 Sec.		FISSAGGIO-FIXER G 335	

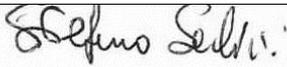
N° PROG R	S/N	IQI RICHiesto/VISIBILE REQUIRED/VISIBLE	ZONA DIFETTO DEFECT ZONE	DISCONTINUITA <i>Discontinuites</i>	ESITO <i>Result</i>
1	89-16	W14/W14	NESSUNA	NESSUNA	CONFORME
2	90-16	W14/W14	NESSUNA	NESSUNA	NESSUNA
ISO 9712 LIV 2	NOME - NAME ANTONIO				
					
	DATA	Date 15/09/16			

5.3 – Controllo con liquidi penetranti dei giunti saldati

Il controllo con liquidi penetranti è stato eseguito con liquidi a contrasto di colore della CGM tipo AVIO B (basso contenuto di zolfo) e rilevatore Rotrivel White. Anche questo controllo non ha evidenziato alcuna dato, per tanto i giunti sono risultati totalmente integri.

RAPPORTO CONTROLLO CON LIQUIDI PENETRANTI				N° LP16-17/2016	
Dye Penetrant inspection report					
COMMESSA		LOTTO/lot	COMPONENTE/component LAMIERE AISI 316L		
NORMATIVE/STANDARD EN ISO 3452, EN ISO 3059, EN ISO EN ISO 23277 CLASSE 1		Rev			
DESCRIZIONE PRODOTTO/item description Salatura GTAW su AISI 316L					
COND.SUPERFICIALI surface condition	<input checked="" type="checkbox"/> saldato As welded	<input type="checkbox"/> Molato/ Ground	<input type="checkbox"/> Lavorato Machined	<input type="checkbox"/> Forgiato as forged	<input type="checkbox"/> Fuso as cast
METODO DI CONTROLLO Control method			MODALITA' OPERATIVE Inspection procedure		
<input checked="" type="checkbox"/> VISIBILE Visible	PULITORE Cleaner	SOLVENTE	PULITURA Cleaning	ACQUA	
<input type="checkbox"/> FLUORESCENTE Fluorescent	PENETRANTE Penetrant	AVIOB	APPICAZIONE PENETRANTE Penetrant application	SPRAY	
<input checked="" type="checkbox"/> SOLUBILE IN ACQUA Water washable	RILEVATORE Developer	ROTRIVEL WHITE	TEMPO DI PENETRAZIONE Penetration time	10 Min	
<input type="checkbox"/> POST EMULSIFICABILE Post emulsificable	MARCA Trade mark	CGM	RIMOZIONE PENETRANTE Removal penetrant	ACQUA NEBULIZZATA	
<input type="checkbox"/> SOLUBILE IN SOLVENTE Solvent removable	INTENSITA' UV UV light intensity		ESSICCAZIONE Drying process	FORNO	
	ALLA DISTANZA Distance of (mm)		DURATA ESSICCAZIONE Drying time	5 Min	

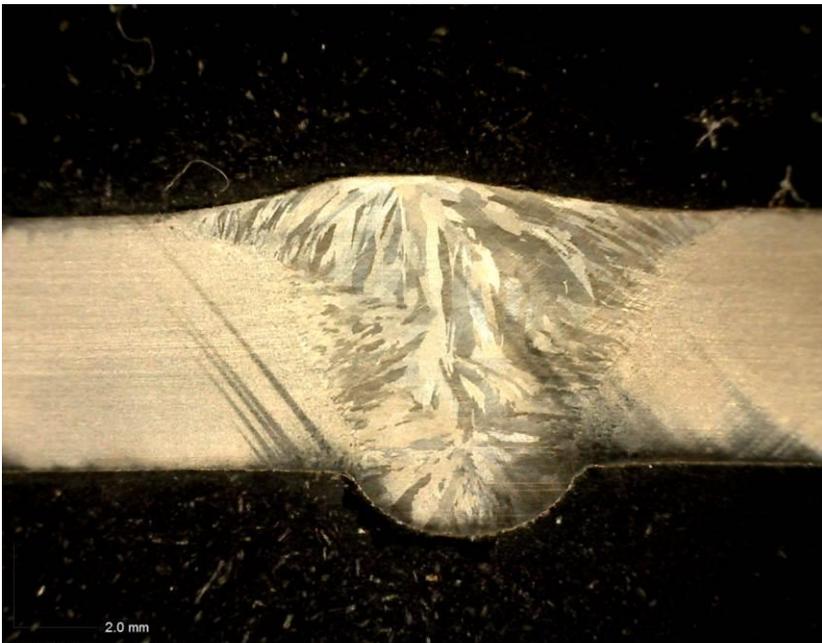
 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	40	76

	RADIOMETRO Radiometer	ND 2302 S/N 14026842	TEMP. ESSICCAZIONE Drying temperature	50°C
	SONDA Probe	LP471A	APPLICAZIONE RILEVATORE Developer application	SPRAY
	SONDA UV UV Probe		TEMPO DI SVILUPPO Developing time	20 Min
INFORMAZIONI PERSONALE ISPETTIVO Inspection Personnel information				
	LIVELLO PND NDT Level	ISO 9712 LIVELLO 2		
	CERTIFICATO N° N° Certificate	004036-PT-2-C		
	COGNOME Name	SABATINI STEFANO		
	DATA Date	15 SETTEMBRE 2016		
	FIRMA Signature			

RAPPORTO DI PROVA LIQUIDI PENETRANTI FLUORESCENTI Dye Penetrant inspection report			DOC.N° LP16-17/2016	
			PAG. 1_1	
SPECIFICA O.TGI.03 FERRARI VENTILATORI PT		Criteria di accettabilità EN ISO 23277 CLAS.1 Assessment criteria		
N° Prog.	CAMPIONE	<i>DISCONTINUITA'</i> <i>DISCONTINUITES</i>	ZONA DIFETTO DEFECT ZONE	RISULTATO
1	89-16	NESSUNA		CONFORME
2	90-16	NESSUNA		CONFORME

5.4 – Analisi OM dei giunti saldati

Dai due giunti sono è stato prelevato una sezione per la realizzazione di un campione metallografico per l'analisi geometrica dei giunti.

CAMPIONE	FOTO
<p style="text-align: center;">89-16</p>	 <p style="text-align: center;">2.0 mm</p> <p style="font-size: small;">CAMP89_16</p>
<p style="text-align: center;">90-16</p>	 <p style="text-align: center;">2.0 mm</p> <p style="font-size: small;">CAMP90_16-1</p>

6 – Alluminizzazione dei provini saldati

Le caratterizzazioni eseguite per i provini alluminizzati non hanno evidenziato variazioni della microstruttura dell'acciaio determinate dall'esposizione ad alta temperatura nell'intervallo di parametri tempo e temperatura investigati.

Il trattamento eseguito a 750 °C non è stato considerato adatto all'alluminizzazione di componenti in AISI316, per il ridotto apporto di alluminio generato dal processo, come indicato dalla variazione di peso misurata per i provini esposti. Il processo eseguito a 800 °C è stato in grado di produrre rivestimenti alluminurici ed è stato preferito rispetto ai processi eseguiti a temperature superiori, 900 °C e 850 °C, mantenendoci così in condizioni conservative.

I provini in AISI316 con cordoni di saldatura eseguiti secondo i parametri sopra selezionati sono stati quindi alluminizzati secondo il trattamento a 800 °C per 6 ore. Oltre ai provini saldati sono stati alluminizzati provini in AISI316 di tipo A.



Figura 6.1 - Aspetto dei provini prima (sinistra) e dopo (destra) il trattamento di alluminizzazione a 800 °C con stasi di 6 ore

E' stata quindi eseguita l'analisi OM di entrambe le tipologie di provini saldati.

6.1 – Analisi OM dei provini con giunto saldato alluminizzati

La sezione metallografica dei provini con giunto saldato alluminizzati è stata investigata attraverso analisi OM, analizzando l'aspetto del rivestimento alluminurico nelle diverse aree del provino con giunto saldato, internamente al giunto (weld cap e weld root) ed esternamente ad esso. L'analisi OM mostra la presenza del rivestimento in tutte le aree del giunto investigate, con morfologia diversa a causa della diversa composizione chimica dell'acciaio utilizzato quale filo nel processo di saldatura TIG. In queste prove preliminari di saldatura è stato infatti deciso di selezionare il materiale del filo considerandone anche le proprietà meccaniche del materiale. E' tuttavia possibile selezionare altre composizioni, dando priorità all'affinità chimica del filo con quella dei componenti da saldare.

A causa della diversa morfologia del rivestimento alluminurico formatasi in corrispondenza delle diverse aree del giunto, la preparativa metallografica ha

prodotto aree danneggiate, principalmente asportando lo starto esterno del rivestimento, come visibile nelle immagini OM.

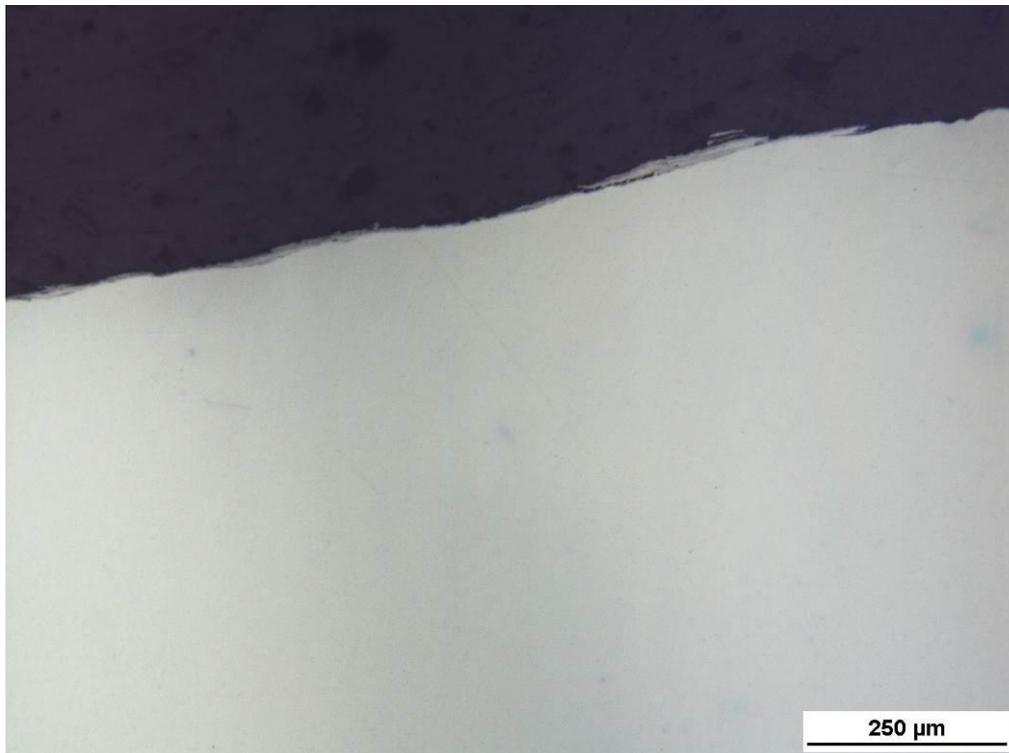


Figura 6.2 – Analisi OM (10X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

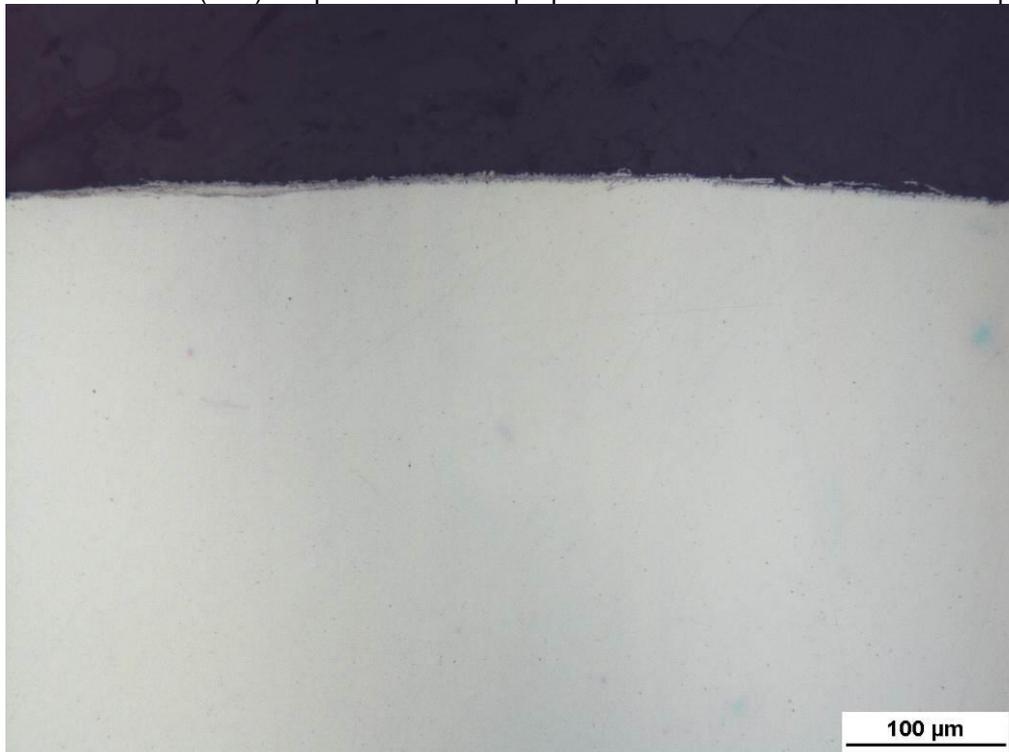


Figura 6.3 - Analisi OM (20X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

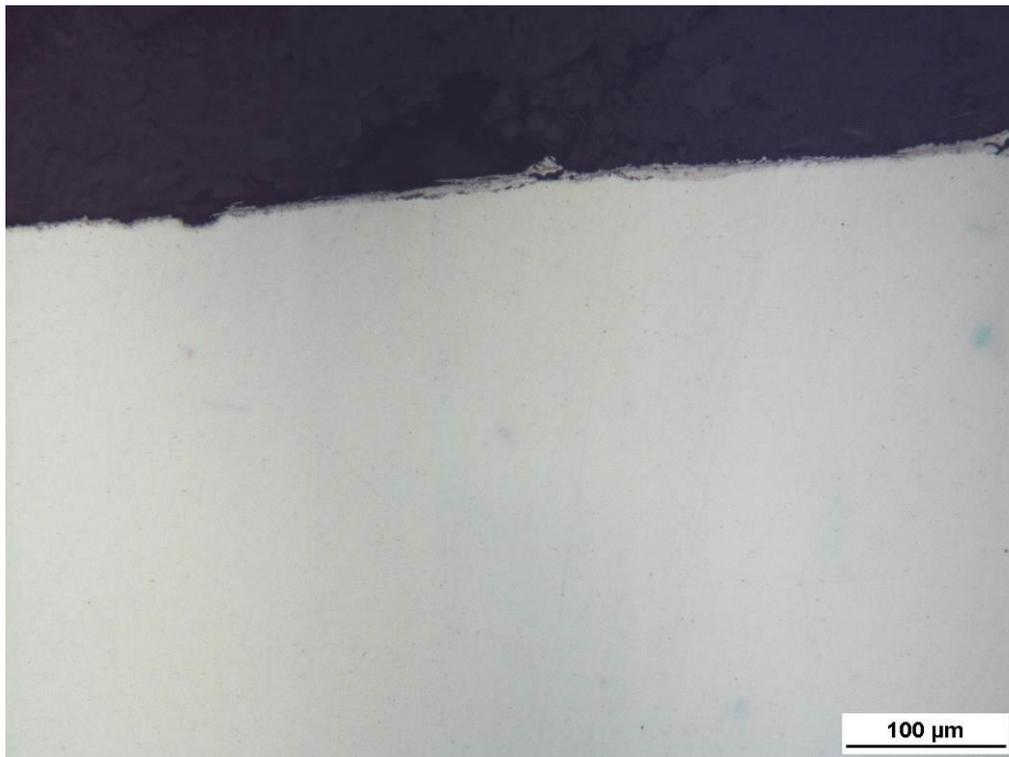


Figura 6.4 - Analisi OM (20X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

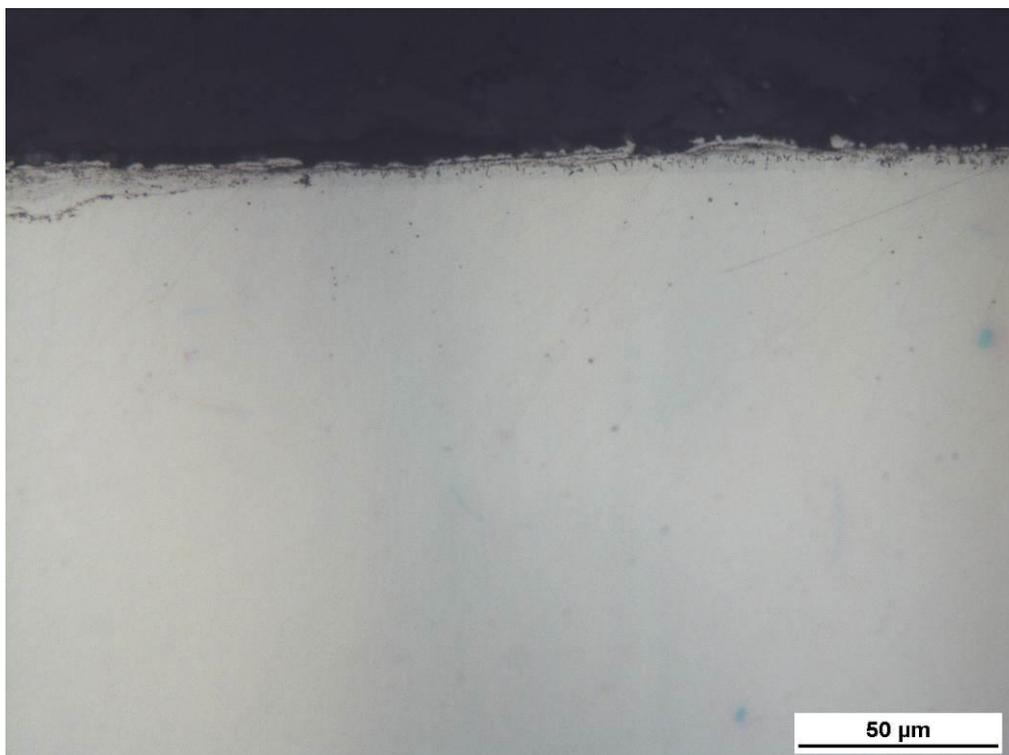


Figura 6.5 - Analisi OM (50X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

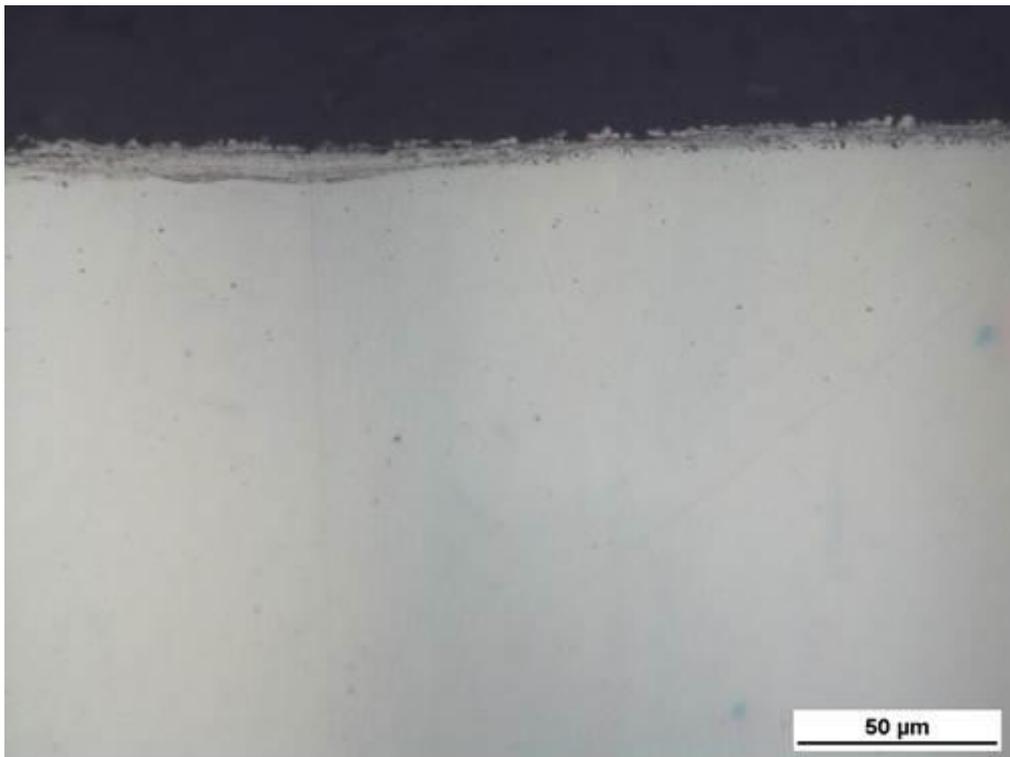


Figura 6.6 - Analisi OM (50X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

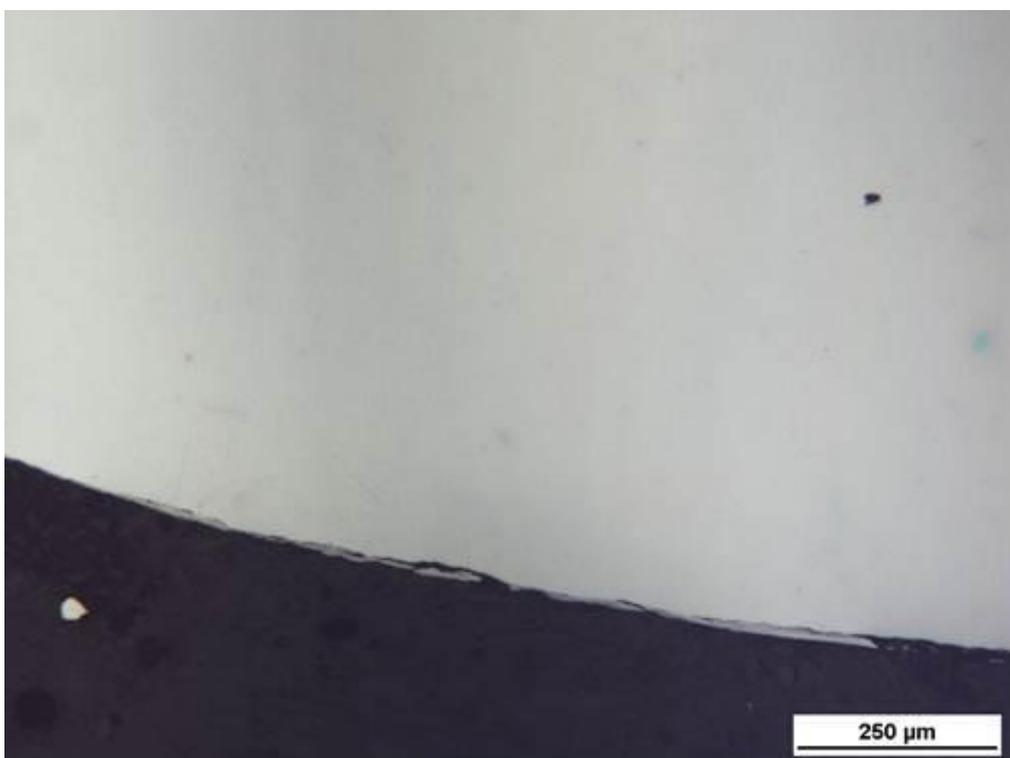


Figura 6.7 - Analisi OM (10X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

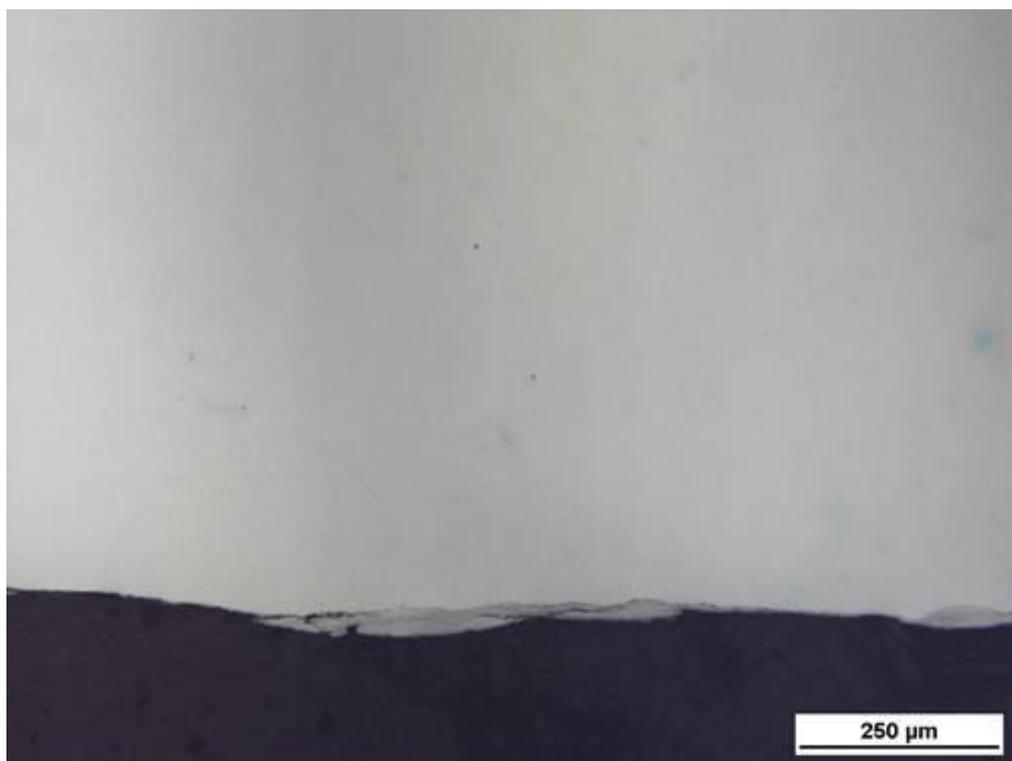


Figura 6.8 - Analisi OM (10X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

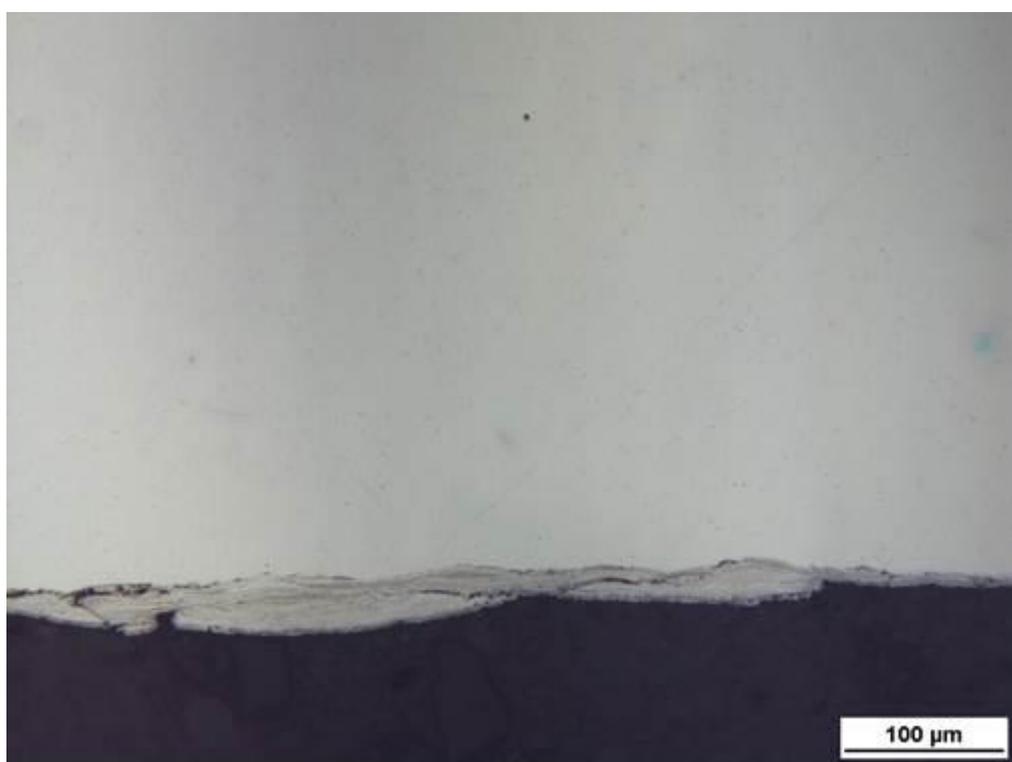


Figura 6.9 - Analisi OM (20X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

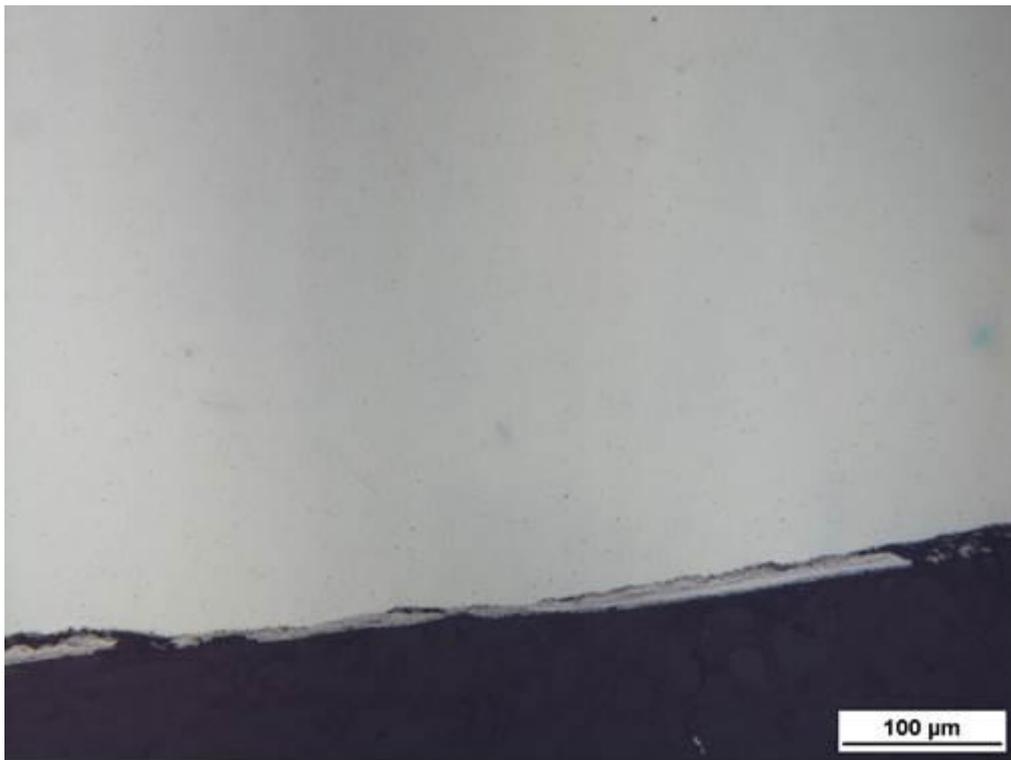


Figura 6.10 - Analisi OM (20X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

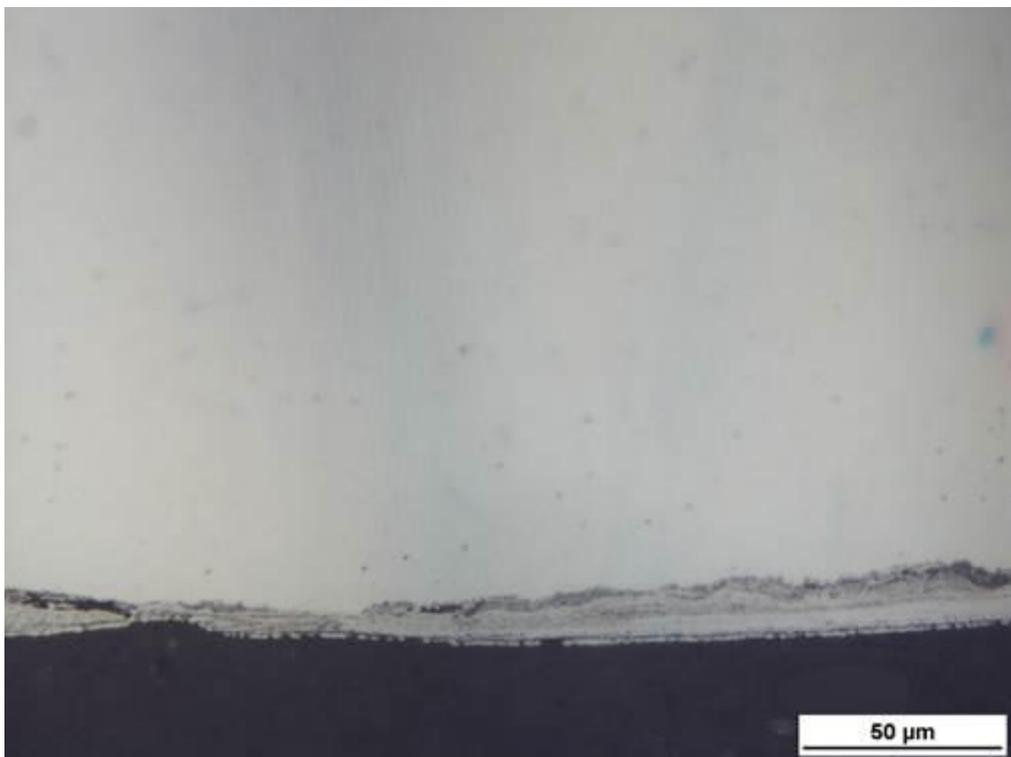


Figura 6. 11 - Analisi OM (50X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

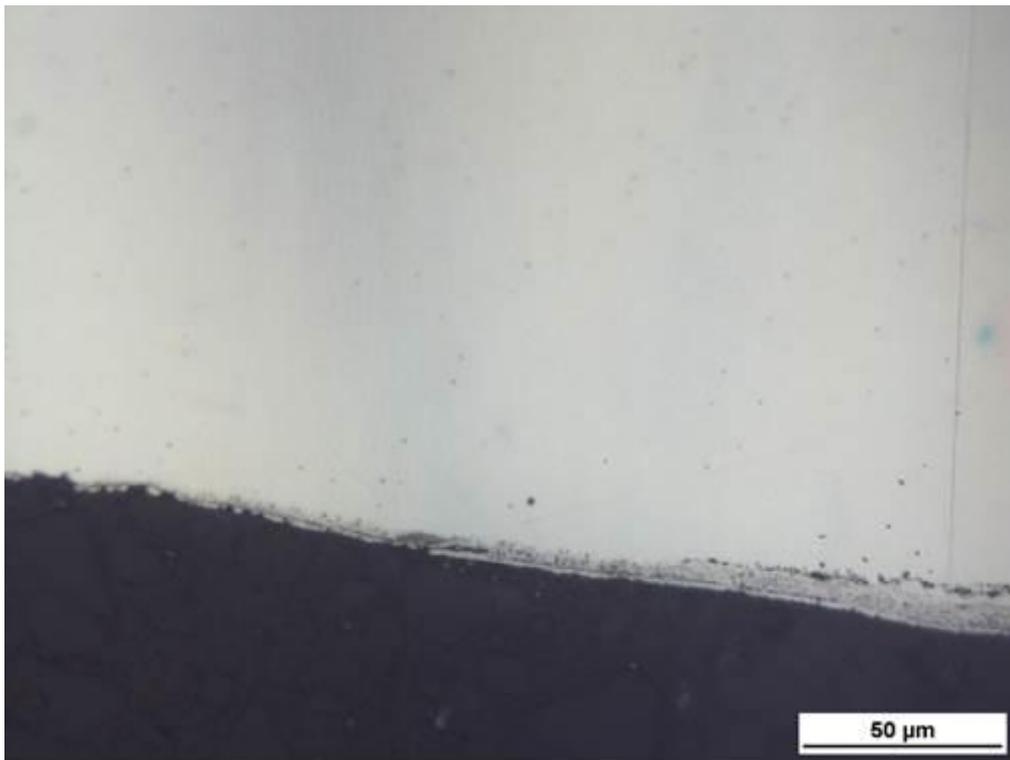


Figura 6.12 - Analisi OM (50X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

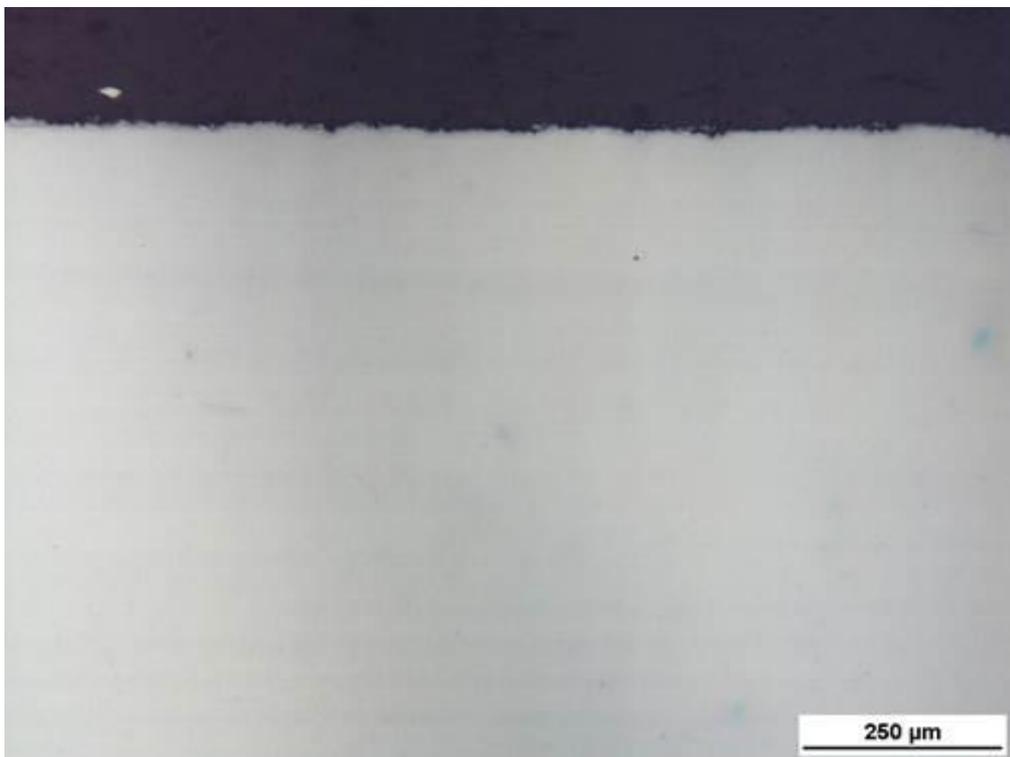


Figura 6.13 - Analisi OM (10X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: area esterna al giunto

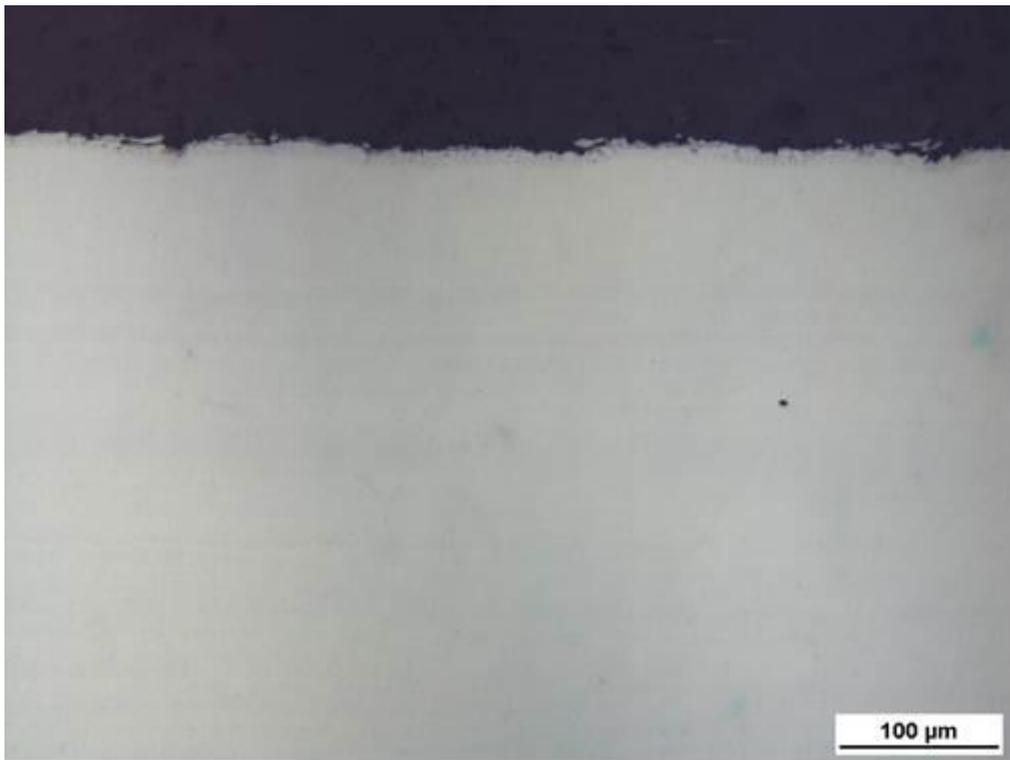


Figura 6.14 - Analisi OM (20X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: area esterna al giunto

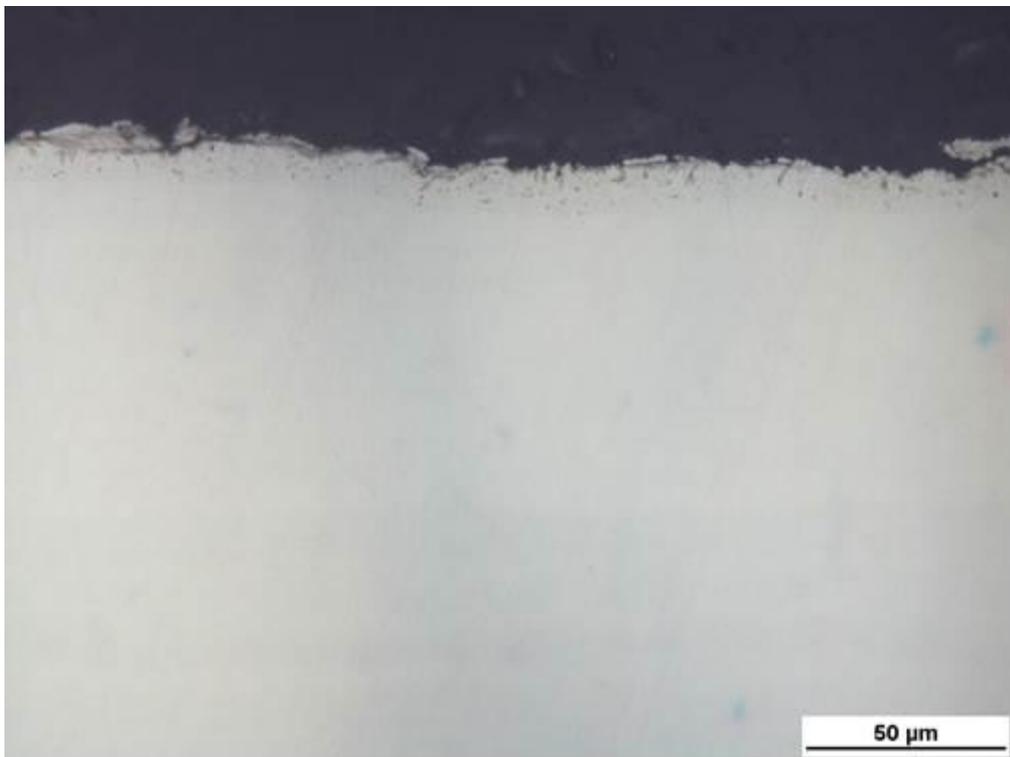


Figura 6.15 - Analisi OM (50X) del provino 89/16 dopo processo di alluminizzazione: area esterna al giunto

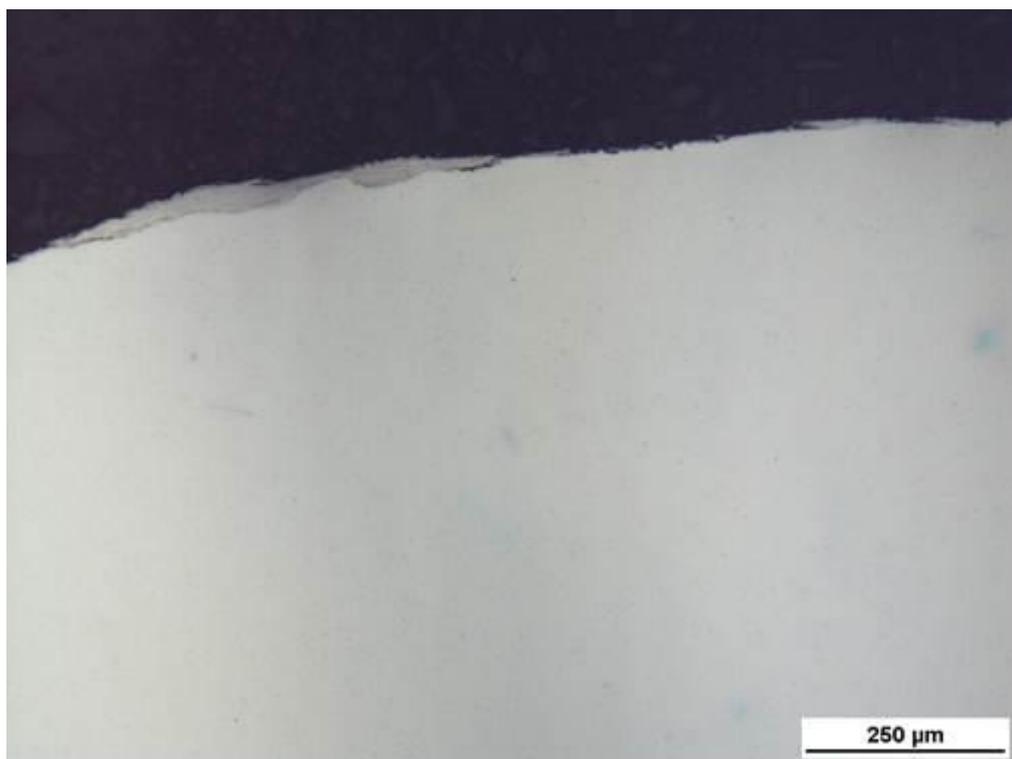


Figura 6.16 - Analisi OM (10X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

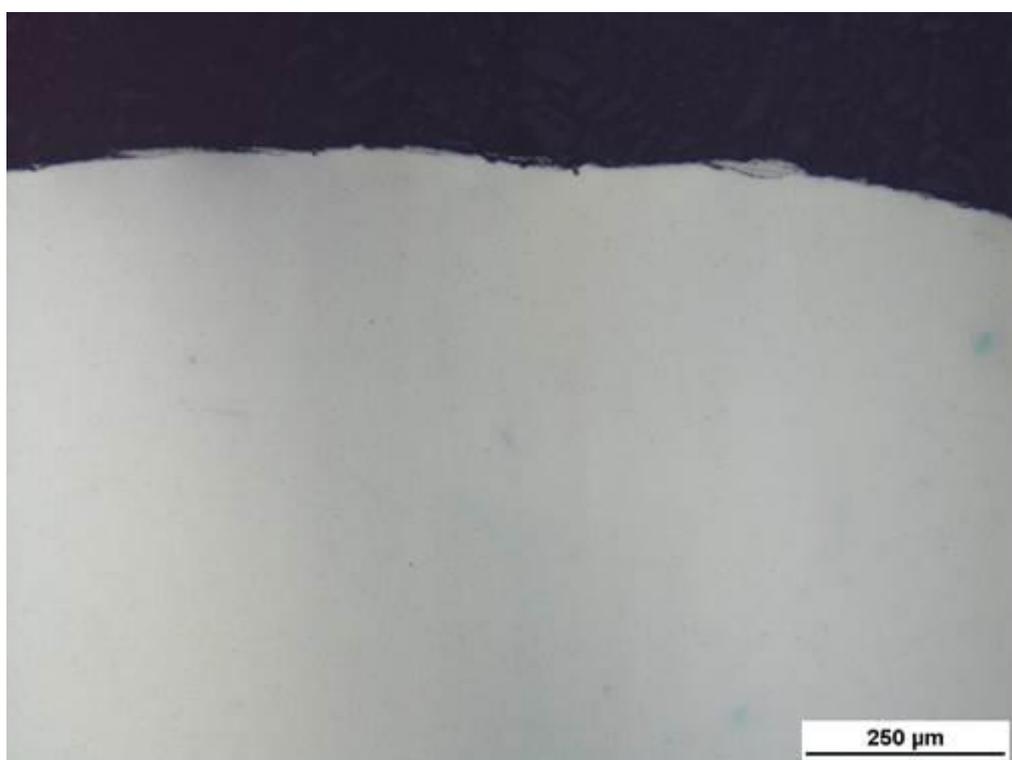


Figura 6.17 - Analisi OM (10X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

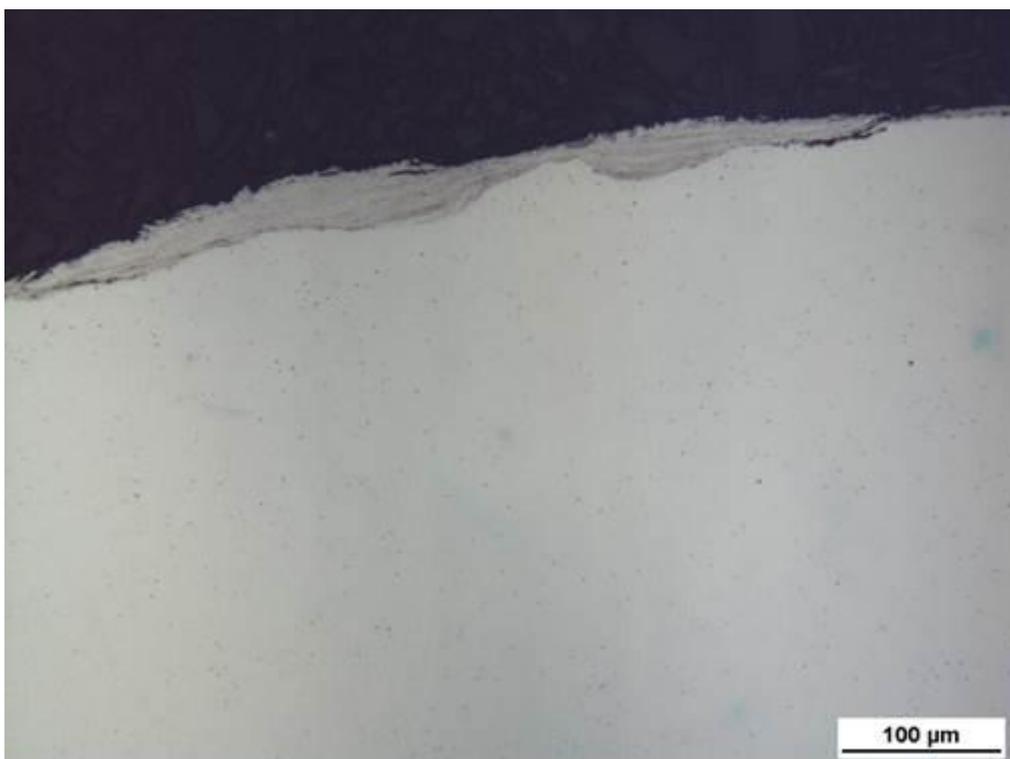


Figura 6.18 - Analisi OM (20X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

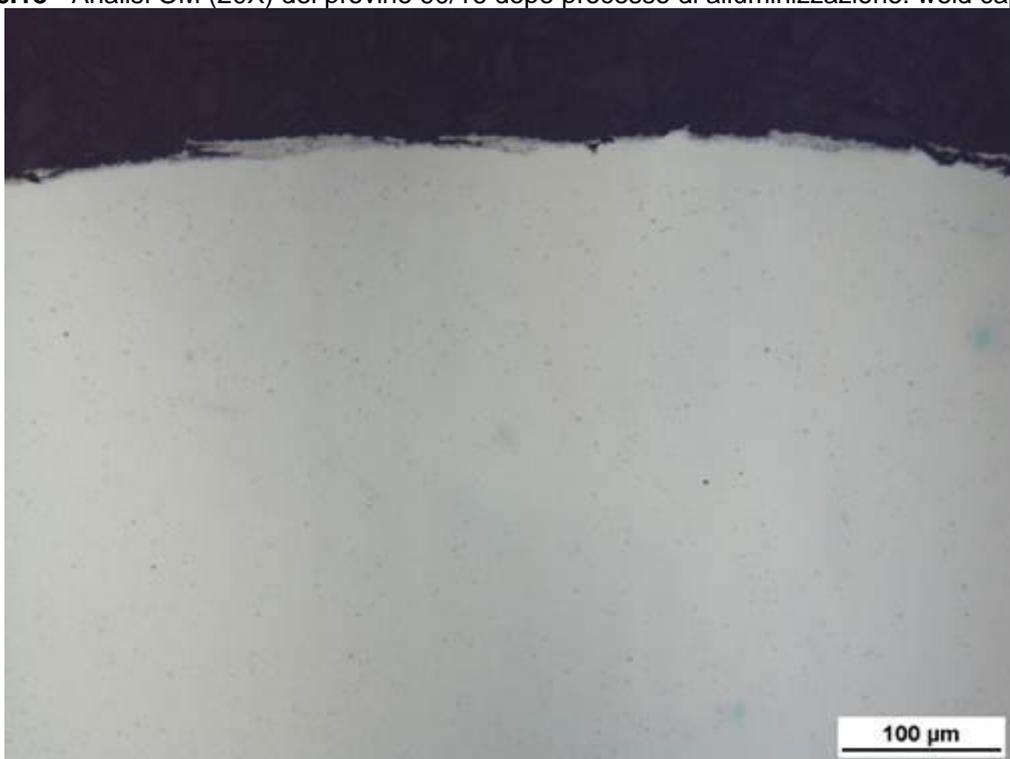


Figura 6.19 - Analisi OM (20X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

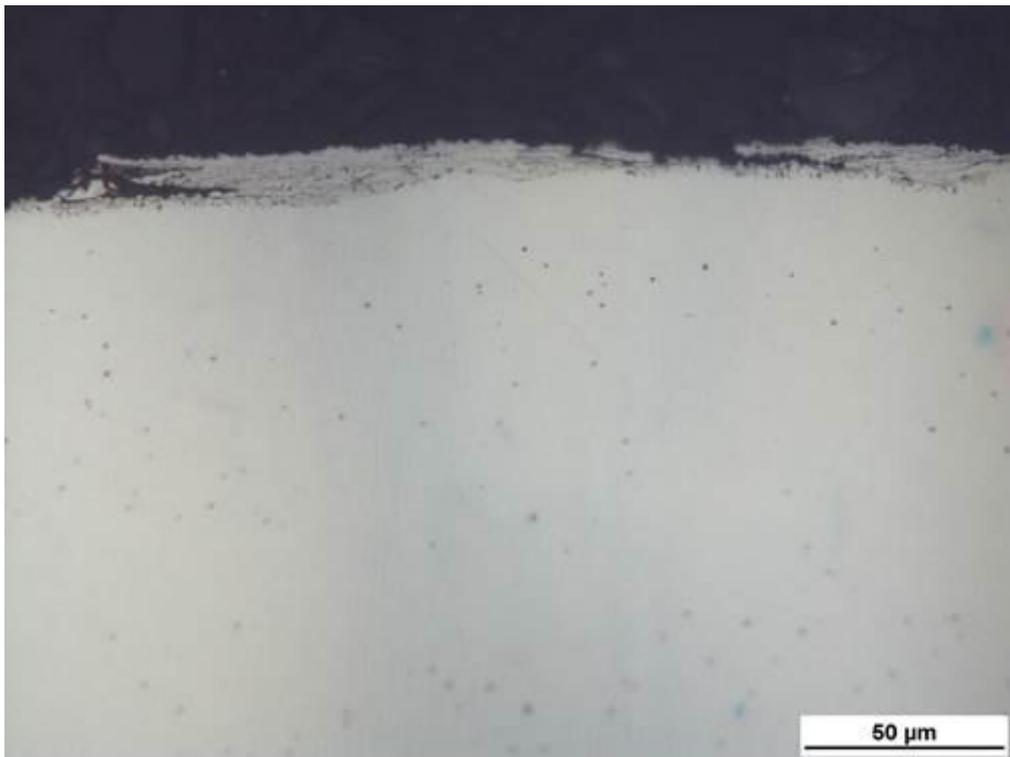


Figura 6.20 - Analisi OM (50X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld cap

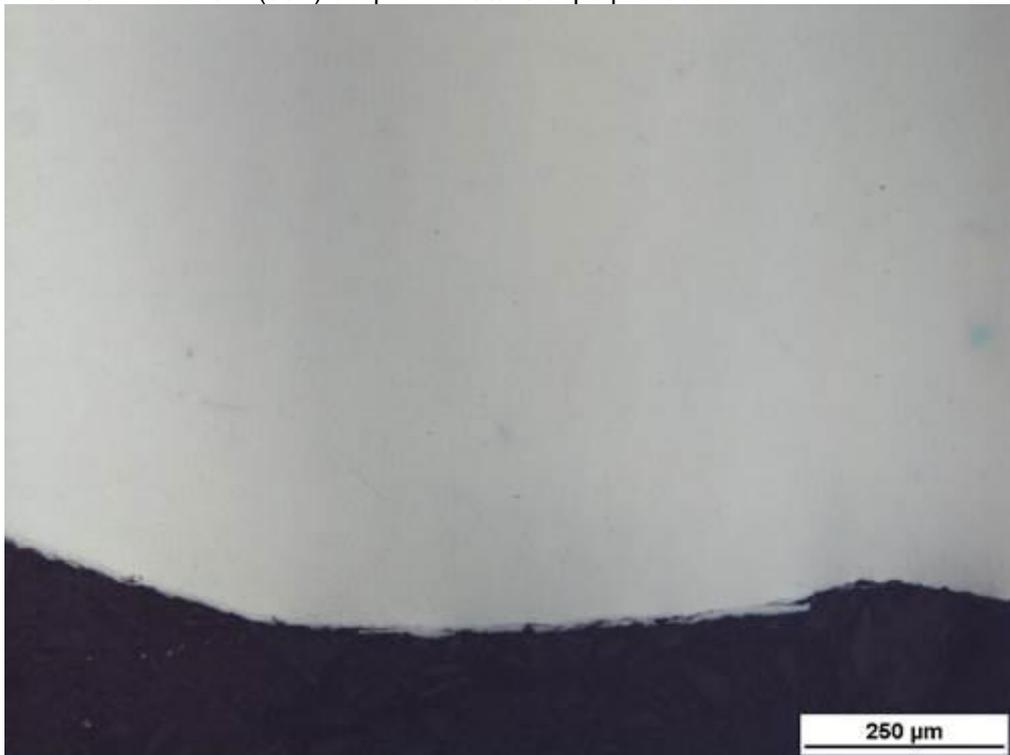


Figura 6.21 - Analisi OM (10X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

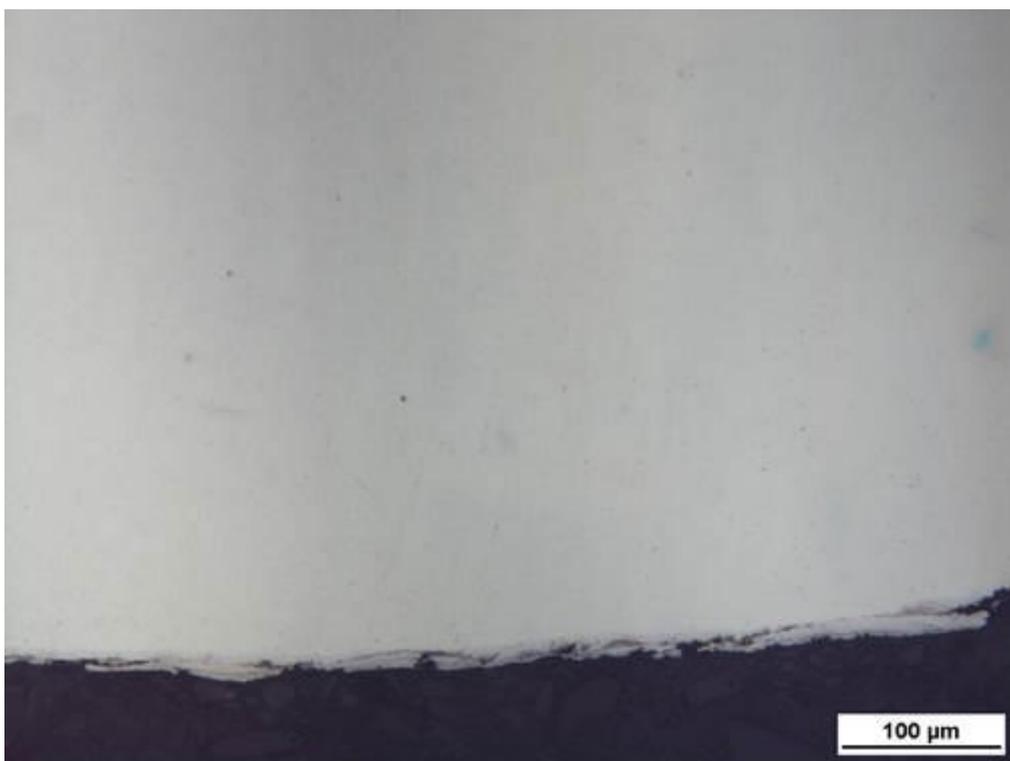


Figura 6. 22 - Analisi OM (20X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

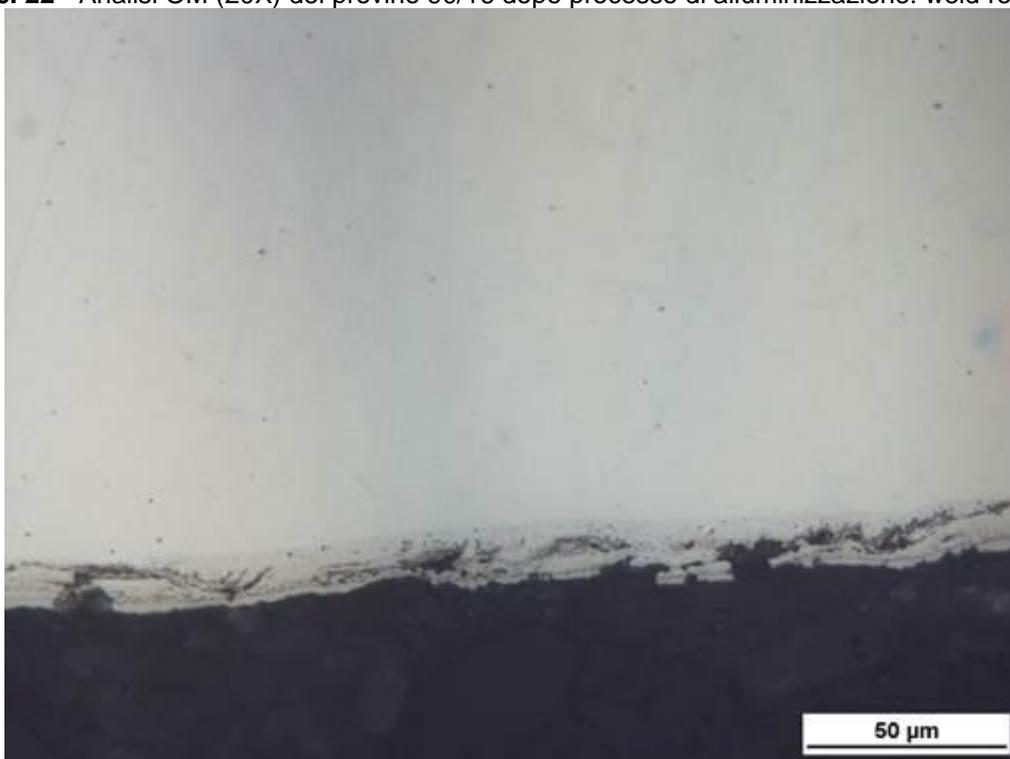


Figura 6. 23 - Analisi OM (50X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: weld root

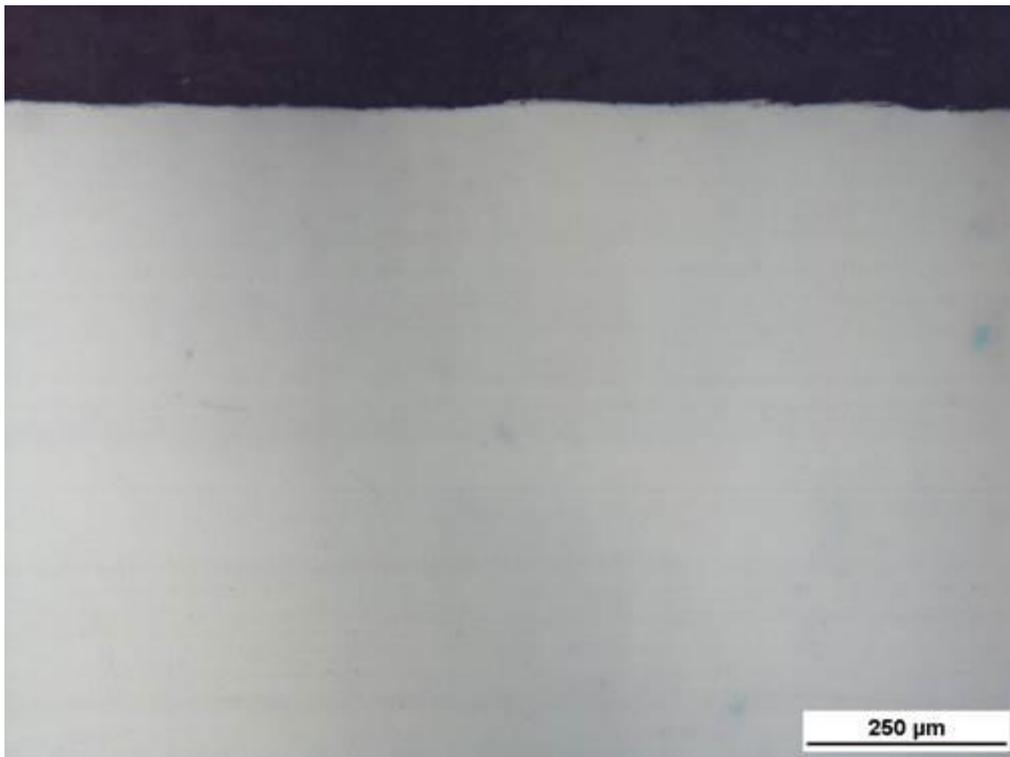


Figura 6.24 - Analisi OM (10X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: area esterna al giunto

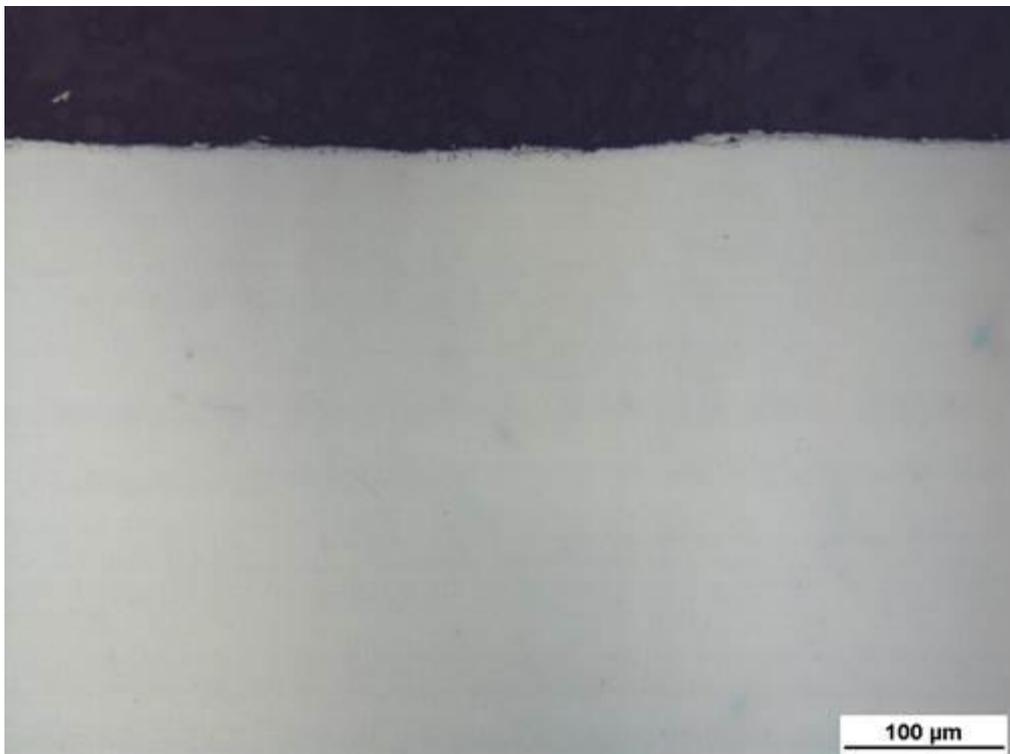


Figura 6. 25 - Analisi OM (20X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: area esterna al giunto

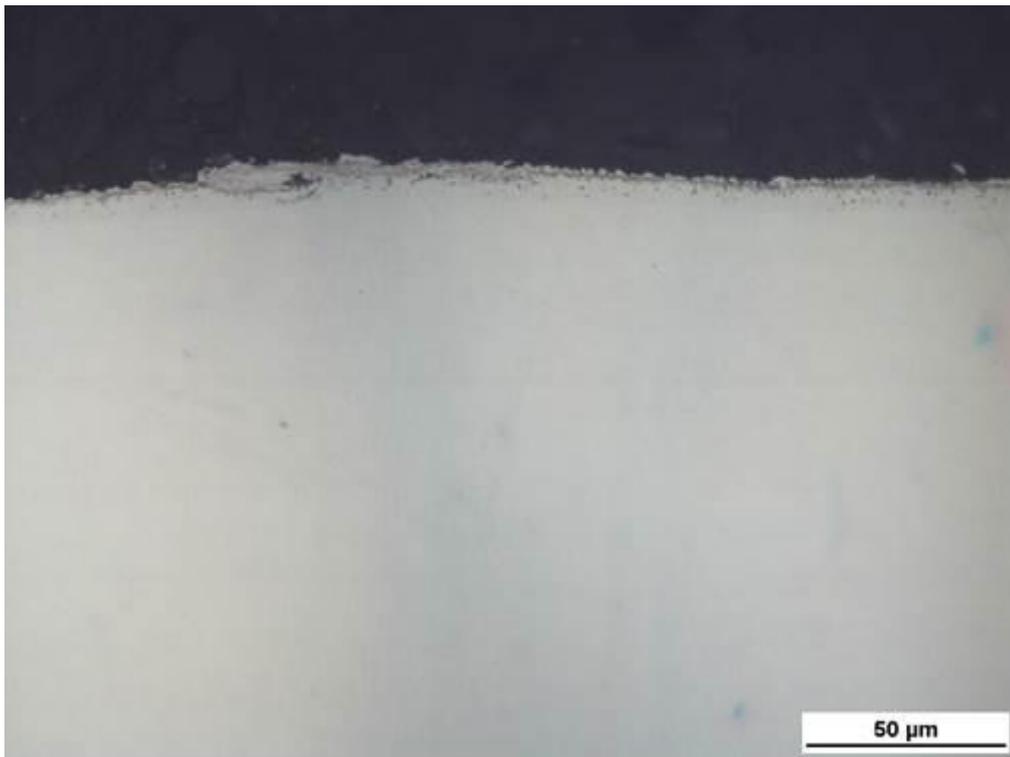


Figura 6.26 - Analisi OM (50X) del provino 90/16 dopo processo di alluminizzazione: area esterna al giunto

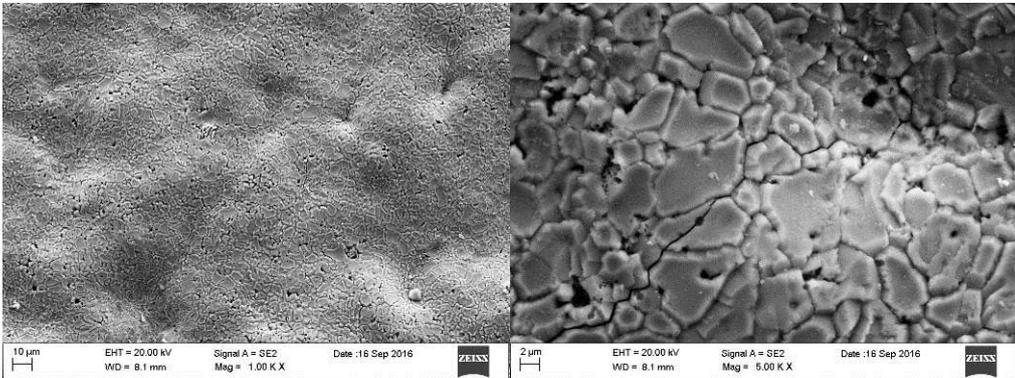
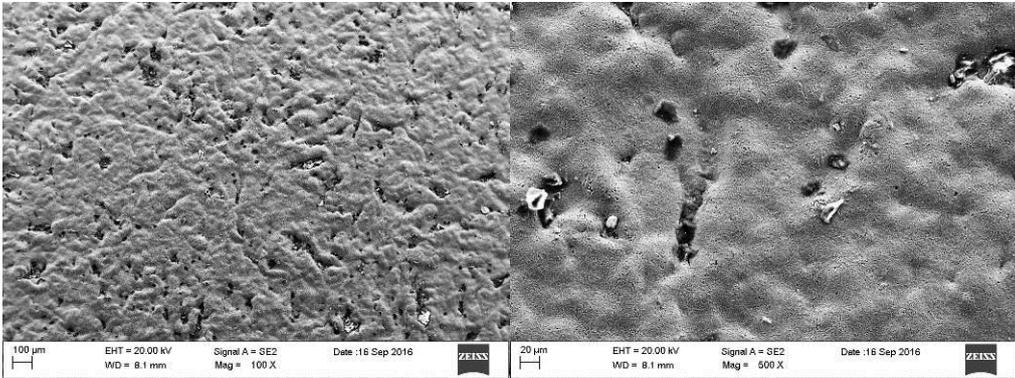
7 - Analisi SEM, Microscopia Ottica e Prove di Microdurezza Vickers su Diffusion Coating

I diffusion coating caratterizzati sono i campioni 1BC, 2BC, 7BC, 8BC e 8.

I campioni 1BC e 2BC sono stati ottenuti alluminizzando l'acciaio 15-15 Ti utilizzando granuli Al/Co nel processo Pack Cementation condotto alla T di 1070°C per 45 minuti. I campioni 7BC e 8BC sono stati ottenuti alluminizzando l'acciaio T91 utilizzando granuli Al/Cr nel processo Pack Cementation condotto alla T di 780°C per 12 ore. Il campione 8 è stato ottenuto alluminizzando l'acciaio 316 utilizzando granuli Al/Co nel processo Pack Cementation condotto alla T di 800 °C per 6 ore. I diffusion coating su 1515 Ti e su T91 sono stati sottoposti a test in Pb fuso da ENEA-BRASIMONE.

La microstruttura superficiale dei campioni pre e post trattamento in Pb fuso è stata osservata al SEM.

Nelle Figura 7. 1 - Figura 7. 4 sono riportate le micrografie SEM dei campioni 2BC e 8BC.



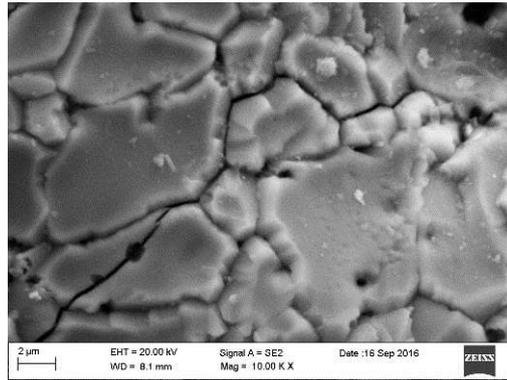
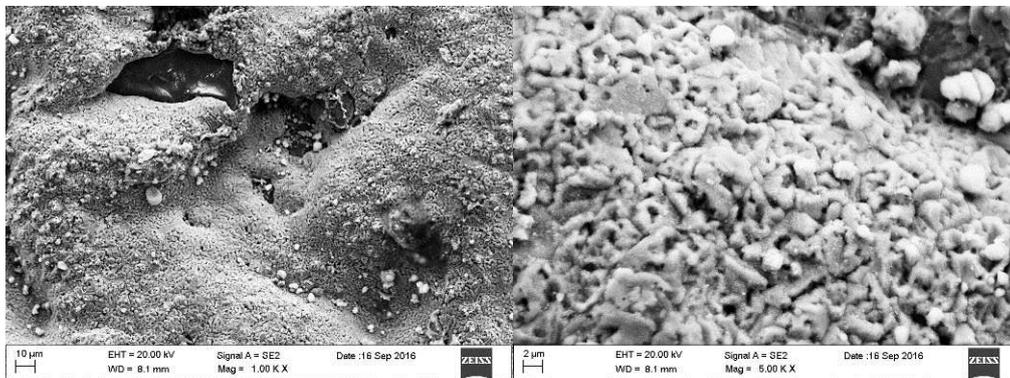
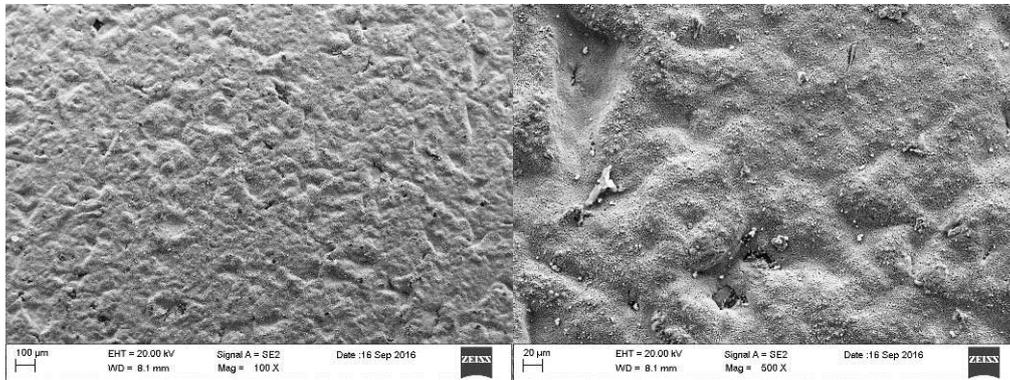


Figura 7. 1 - Micrografie SEM della superficie del campione 2BC *as-prepared*



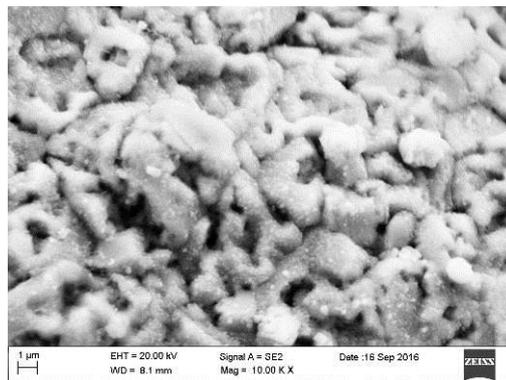
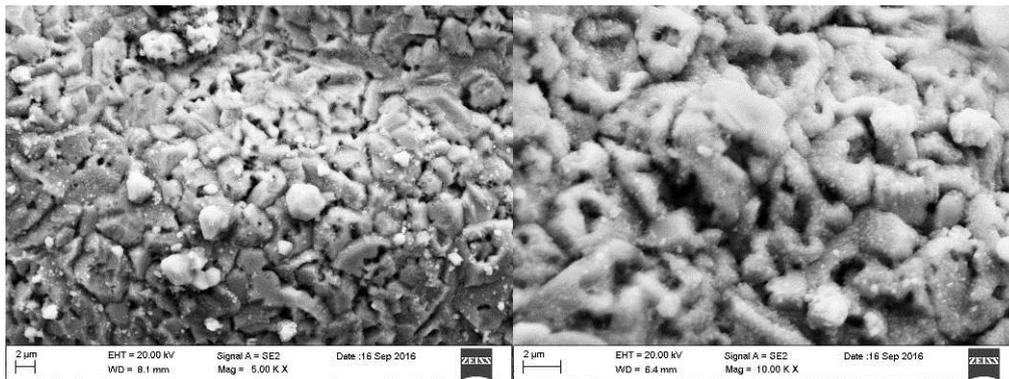
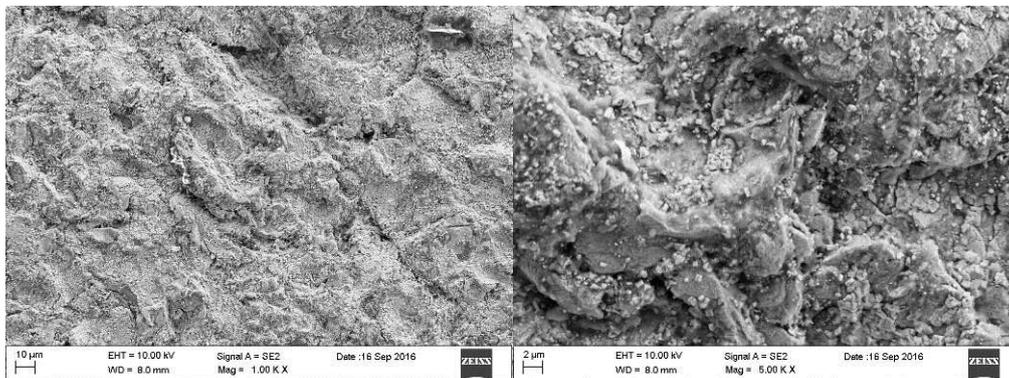
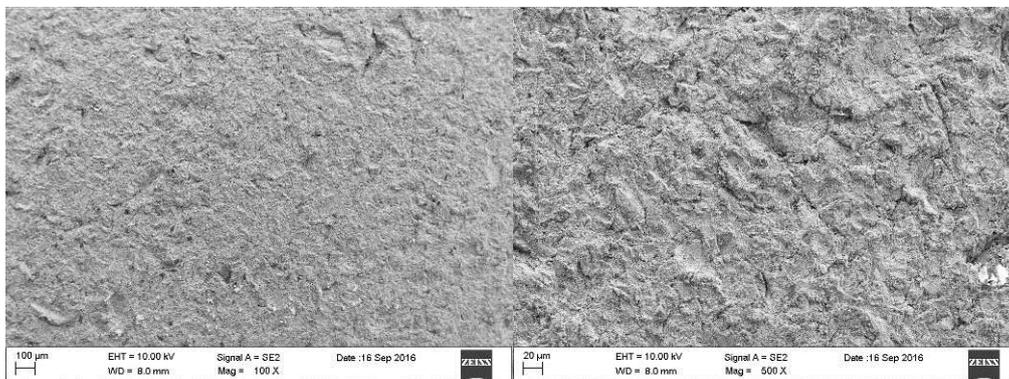


Figura 7. 2 - Micrografie SEM della superficie del campione 2BC dopo il test in Pb fuso



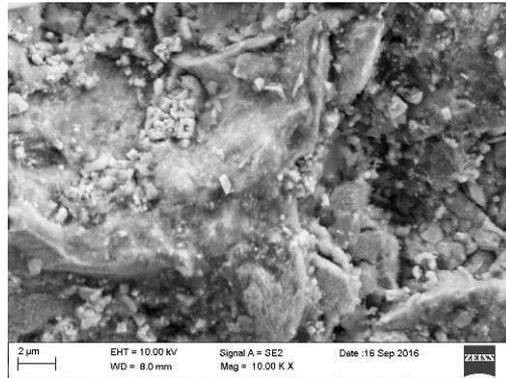
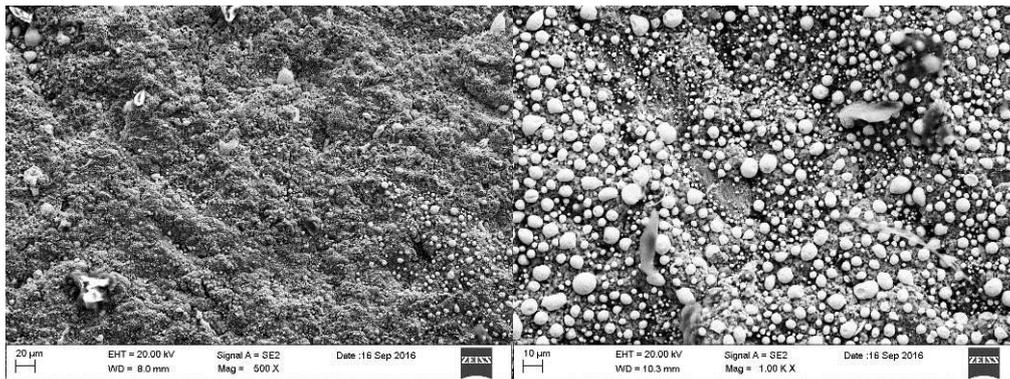
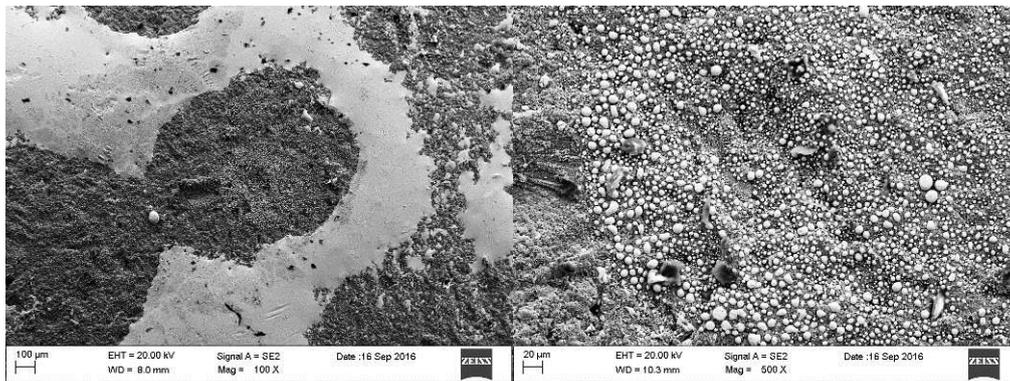


Figura 7. 3 - Micrografie SEM della superficie del campione 8BC *as-prepared*



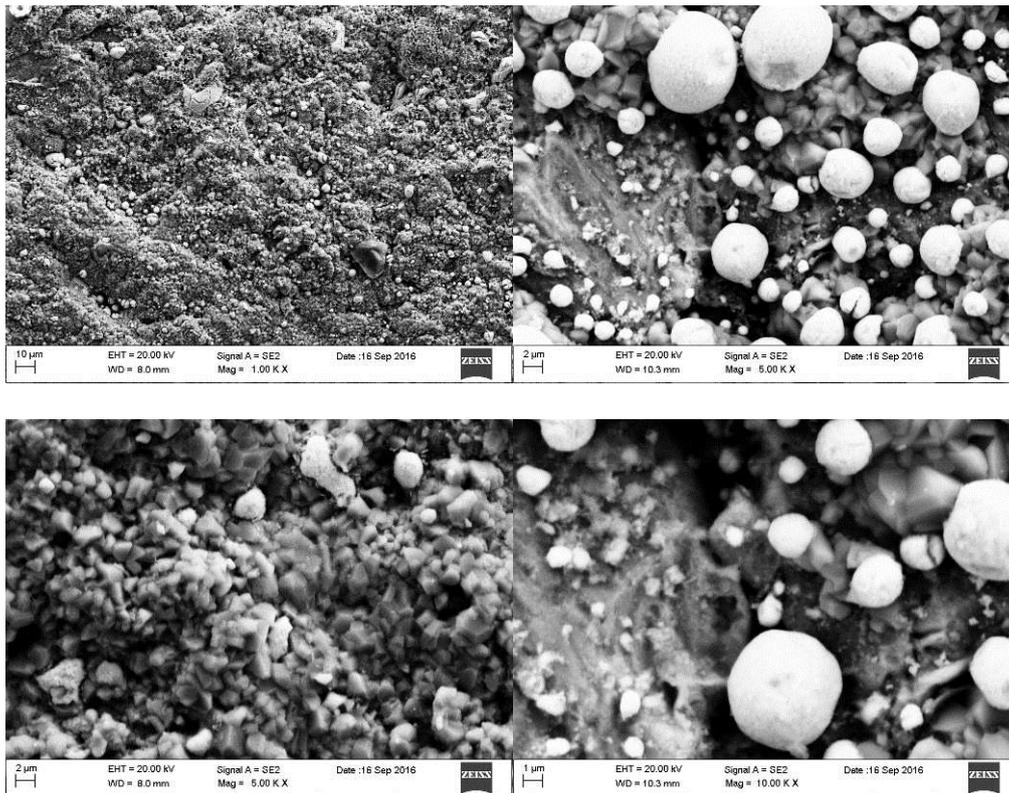


Figura 7. 4 - Micrografie SEM della superficie del campione 8BC dopo il test in Pb fuso

La superficie del diffusion coating su 1515 Ti (campione 2BC) mostra diverse cricche e pori all'interno e lungo i bordi di grano (Figura 7. 1). La superficie del *diffusion coating* su T91 risulta essere più compatta (campione 8BC, Figura 7. 3).

A seguito del test in Pb fuso le due diverse tipologie di campione mostrano sulla superficie aggregati di particelle formatesi presumibilmente durante la permanenza nel bagno di Pb fuso.

I campioni testati in Pb ed i *diffusion coating* su 316 *as-prepared* sono stati inoltre preparati metallograficamente. La preparativa ha previsto: taglio con una lama diamantata, inglobatura in resina epossidica e lucidatura. I campioni sono stati caratterizzati tramite analisi SEM e microscopia ottica e sottoposti a prove di microdurezza Vickers in sezione. Nelle Figura 7. 5 - Figura 7. 6 sono riportate le immagini ottenute al SEM ed al microscopio ottico, relative ai diffusion coating testati in Pb fuso.

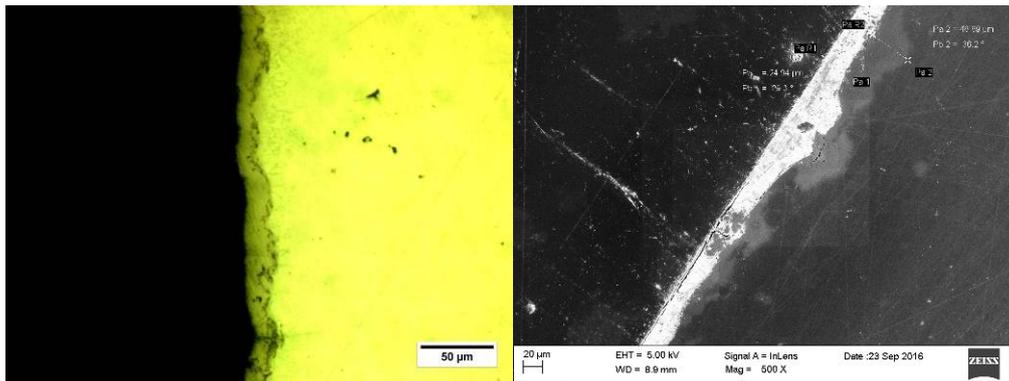
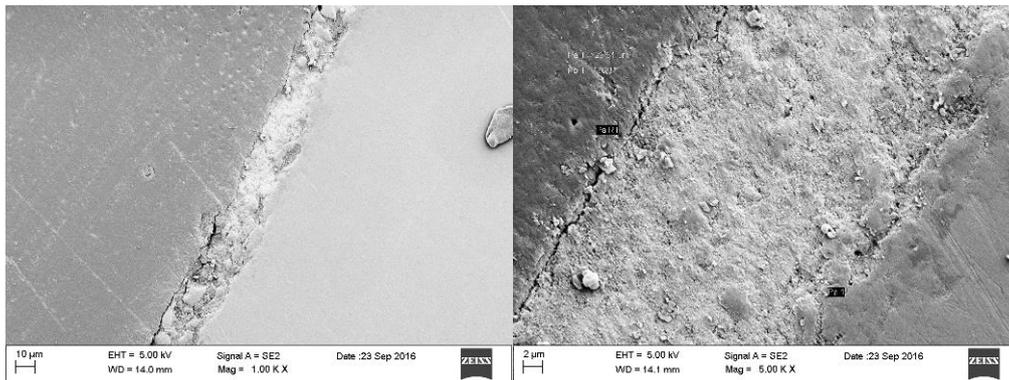


Figura 7. 5 - Microscopia ottica, ingrandimento 40 x (a sinistra) e micrografia SEM (a destra) della sezione del campione 1BC testato in Pb fuso.



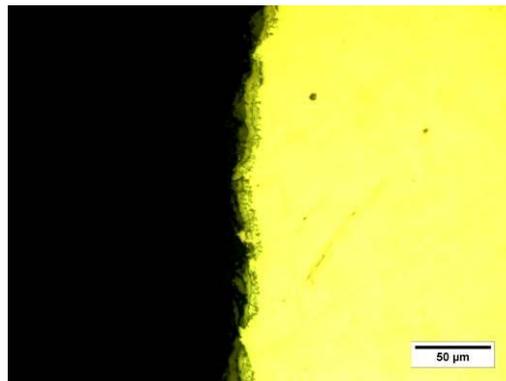


Figura 7. 6 - Microscopia ottica, ingrandimento 40x (in basso) e micrografie SEM (in alto) della sezione del campione 7BC testato in Pb fuso.

Nel campione 1BC la zona alluminizzata risulta essere di circa 70 μm , di cui l'*outer layer* è circa 25 μm (Figura 7. 5). La microscopia ottica ha messo in evidenza solo l'*outer layer* del diffusion coating. Lo spessore del diffusion coating non è variato rispetto a quello della stessa tipologia di provini prima del test in Pb fuso, oggetto di studio del PAR2014 (campioni 26/15). Il campione 7BC ha un *diffusion coating* di spessore circa 20 μm (Figura 7. 6), leggermente superiore rispetto a quello della stessa tipologia di provini prodotti nel PAR 2014, il cui spessore della zona alluminizzata era pari a 10 μm (campioni 29/15). Rispetto alla stessa tipologia di campioni prima delle prove in Pb fuso, l'analisi effettuata in sezione non ha rilevato quindi significativi cambiamenti microstrutturali nei *diffusion coating*, in termini di spessore.

Sui campioni 1BC, 2BC e 7BC testati in Pb fuso e 8 sono state condotte prove di microdurezza lungo la sezione, da bordo a bordo, per valutare l'effetto della diversa composizione elementare lungo la sezione sulla durezza. Le indentazioni sono state effettuate applicando un carico di 100 g per 30 s. I valori di microdurezza misurati sono riportati nella Tabella 7.1. Nel caso dei *diffusion coating* su 15-15 Ti, le prove di microdurezza sono state effettuate su due provini ottenuti adottando gli stessi parametri nel processo *pack cementation*, entrambi sottoposti al test in Pb fuso nelle stesse condizioni (1BC e 2BC), allo scopo di verificare la riproducibilità. Per i campioni 7BC e 8 è stata anche effettuata un'ulteriore prova di microdurezza impiegando rispettivamente un carico di 300 g (Tabella 7. 4) e 50 g (Tabella 7. 6) per 30 s.

Tabella 7.1 - Valori di Microdurezza Vickers misurati lungo la sezione del campione 1BC testato in Pb fuso

d1 (μm)	d2 (μm)	HV	zona
20,91	27,81	312,5	Diffusion coating
22,69	22,4	364,8	Diffusion coating
33,07	32,78	171,1	
33,4	32,88	168,8	Centro del provino

33,15	33,78	165,6	Centro del provino
32,59	32,3	176,2	Centro del provino
33,49	33,28	166,4	Centro del provino
33,22	33,11	168,6	Centro del provino
32,64	32,77	173,4	
32,6	33,16	171,5	
31,91	31,91	182,6	
29,65	29,77	210,1	
30,54	30,52	199,1	
29,63	29,31	213,5	
28,21	28,21	228,3	
27,77	28,18	236,9	
29,14	29,56	215,3	
30,20	29,85	205,7	
20,46	27,14	327,4	Diffusion coating

Tabella 7. 2 - Valori di Microdurezza Vickers misurati lungo la sezione del campione 2BC testato in Pb fuso

d1 (μm)	d2 (μm)	HV	zona
21,38	21,16	409,9	Diffusion coating
30,68	29,97	201,7	
29,23	27,96	226,8	
30,71	31,81	189,9	
31,22	31,86	186,4	
32,89	32,23	174,9	Centro del provino
32,78	33,75	167,6	Centro del provino
33,65	32,84	167,8	Centro del provino
30,98	31,63	189,2	
30,36	30,43	200,7	
32,40	32,86	174,2	
30,14	30,93	198,9	
29,06	29,19	218,6	
30,42	29,22	208,5	
31,92	32,75	187,4	
30,37	30,43	200,7	
25,96	24,92	266,5	
22,20	28,54	288,1	
22,43	21,84	378,5	Diffusion coating

Tabella 7. 3 - Valori di Microdurezza Vickers misurati lungo la sezione del campione 7BC testato in Pb fuso, applicando un carico di 100 g

d1 (μm)	d2 (μm)	HV	zona	
29,2	27,99	226,8	bordo	
30,68	31,21	193,7		
32,13	32,31	178,7		
32,69	32,49	174,6		
32,44	32,82	174,2		
32,41	31,92	179,2		
32,25	32,73	175,7		
31,55	32,5	180,9		
32,81	32,54	173,7		
32,25	32,09	179,2		
32,49	32,51	175,6		
32,48	32,31	176,7		
32,89	32,32	174,4		
31,81	31,97	182,3		
31,81	30,98	188,1		
32,08	31,91	182,2		
27,81	30,12	218,3		bordo

Tabella 7. 4 - Valori di Microdurezza Vickers misurati lungo la sezione del campione 7BC testato in Pb fuso, applicando un carico di 300 g.

d1 (μm)	d2 (μm)	HV	zona
52,24	53,8	197,9	bordo
49,59	52,85	212,1	
50,13	52,23	212,4	
51,03	52,53	207,5	
51,44	53,05	203,8	

51,07	53,73	202,6	
50,4	52,17	211,5	
51,23	52,69	207,4	
50,37	52,3	211,5	
50,24	52,6	210,4	
51,38	52,27	210,4	
50,32	51,99	212,6	
50,94	53,57	203,7	
49,8	53,08	210,2	
50,71	52,98	207	bordo

Per quanto riguarda l'alluminizzazione del 15-15 Ti (campioni 1BC e 2BC), i *diffusion coating* mostrano valori di microdurezza maggiori rispetto a quelli ottenuti in corrispondenza dell'acciaio. In particolare, i valori di microdurezza misurati sugli strati alluminizzati variano tra 310-410 HV, i valori misurati in corrispondenza dell'acciaio sono compresi tra 165-290 HV. I valori corrispondenti al centro della sezione del provino, zona dell'acciaio meno influenzata dal processo di alluminizzazione sono di circa 165-175 HV.

I risultati confermano una buona riproducibilità del processo di produzione dei provini. I valori di microdurezza misurati non variano inoltre in modo significativo rispetto a quelli ottenuti per la stessa tipologia di campioni prima del test in Pb fuso, caratterizzati durante la campagna sperimentale del PAR2014.

Per quanto riguarda il campione su T91(campione 7BC), a causa del ridotto spessore del *diffusion coating* che si ottiene alla temperatura di 780°C (circa 20 µm), inferiore alle dimensioni dell'impronta lasciate dall'indentatore (Figura 7. 7), non è stato possibile ottenere valori di microdurezza relativi solamente allo strato alluminizzato. I valori di microdurezza ottenuti lungo la sezione sono pressoché costanti, circa 200-210 HV per la prova effettuata utilizzando un carico di 300 g, valori confrontabili con quelli della stessa tipologia di provini pre-test in Pb fuso, oggetto di studio del PAR2014.

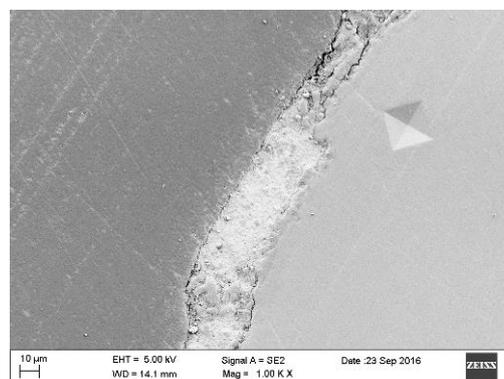


Figura 7. 7 - Immagine SEM dove è possibile osservare che le impronte ottenute applicando un carico di 100 g hanno dimensioni superiori allo spessore del *diffusion coating* del campione 7BC.

Per quanto riguarda il campione 8 *as-prepared* (*diffusion coating* su 316), i valori di microdurezza misurati in corrispondenza del centro della sezione del provino (zona non alluminizzata) sono di circa 165-175 HV. In corrispondenza dei bordi sono stati misurati valori leggermente maggiori (200-220 HV) (Tabella 7. 5 - Tabella 7. 6). Non è stato possibile ottenere valori di microdurezza relativi al solo *diffusion coating*, poichè lo spessore (circa 10 µm, Figura 7. 8) è inferiore alla dimensione dell'impronta (circa 30 µm utilizzando un carico di 100 g e 20 µm utilizzando un carico di 50 g). In Figura 7. 8 sono riportate le immagini acquisite al microscopio ottico della sezione del campione su cui sono state effettuate le prove di microdurezza.

Tabella 7. 5 - Valori di Microdurezza Vickers misurati lungo la sezione del campione 8

d1 (µm)	d2 (µm)	HV	zona
27,87	30,08	220,9	bordo
26,80	31,56	217,8	bordo
31,12	30,27	196,8	bordo
32,55	32,71	174,2	
32,61	32,92	172,7	
32,68	33,46	169,6	
32,91	32,68	172,4	Centro del provino
33,65	33,27	165,6	Centro del provino
32,55	33,32	171,0	Centro del provino
32,67	32,60	174,1	Centro del provino
32,93	32,95	170,9	
33,65	33,62	163,9	
33,13	33,42	167,5	
32,99	32,86	171,1	
33,43	33,38	166,2	
32,59	33,19	171,4	
33,28	33,60	165,8	
29,58	30,29	206,9	bordo
29,70	29,28	213,2	bordo

Tabella 7. 6 - Valori di Microdurezza Vickers del campione 8 misurati in sezione in corrispondenza del bordo, utilizzando un carico di 50 g

d1 (µm)	d2 (µm)	HV	Zona
20,82	20,89	213,2	bordo
20,77	21,01	212,5	bordo
21,19	20,93	209,1	bordo
22,11	21,42	195,7	bordo
20,91	20,79	213,1	bordo

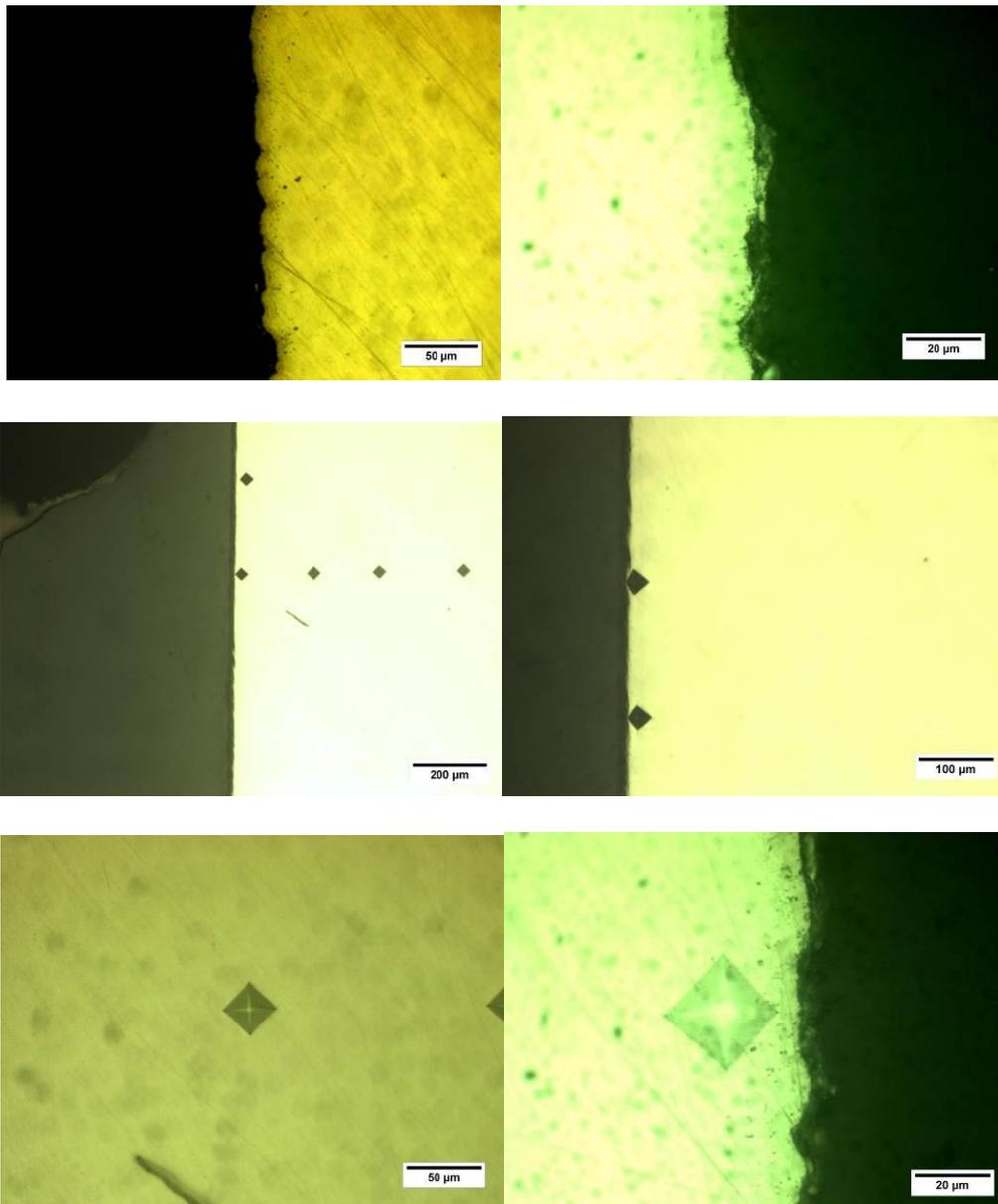


Figura 7. 8 - Microscopia ottica della sezione del campione 8 su cui sono state effettuate le prove di microdurezza utilizzando carichi di 50 e 100 g.

8 - Prove di Microdurezza Vickers, Microscopia Ottica e Prove di Flessione a 3 punti e successiva Analisi SEM di campioni PVD di AlTiN e AlTiN modificato conTa.

I campioni di AlTiN e AlTiN modificato conTantalo, depositati *via* PVD su acciaio 316 che sono stati caratterizzati da un punto di vista meccanico-microstrutturale sono il 63/16, 64/16 ed il 66/16.

Sui provini di AlTiN (63/16 e 64/16) oggetto di studio sono state condotte prove di microdurezza sulla superficie seguendo la normativa ASTM E 384 – 99 applicando carichi decrescenti compresi tra gli estremi 2000 e 100 grammi per un intervallo tempo di 30 secondi.

Sono state eseguite 5 prove per ciascun carico con la finalità di avere valori statisticamente attendibili.

Nelle Tabella 8. 1 e Tabella 8. 2 sono riportati i valori di microdurezza misurati sulla superficie dei due campioni.

Tabella 8. 1 - Valori di Microdurezza Vickers misurati sulla superficie del campione 63-16

d1 (µm)	d2 (µm)	HV	Carico
17,08	16,6	653,9	100g
12,38	23,41	579,1	100g
15,99	18,35	629,0	100g
15,39	18,50	645,8	100g
16,14	17,10	671,3	100g
38,36	40,67	356,3	300g
44,58	36,36	339,7	300g
40,05	35,13	393,7	300g
40,32	42,29	324,5	300g
35,70	38,65	402,6	300g
39,98	72,25	294,5	500g
57,27	65,54	245,9	500g
54,69	53,84	314,9	500g
57,21	58,51	277,0	500g
59,86	57,46	265,5	500g
121,18	127,10	240,7	2kg
135,51	143,27	190,9	2kg
137,84	140,32	191,7	2kg
133,59	149,79	184,7	2kg
127,16	146,74	205,0	2kg

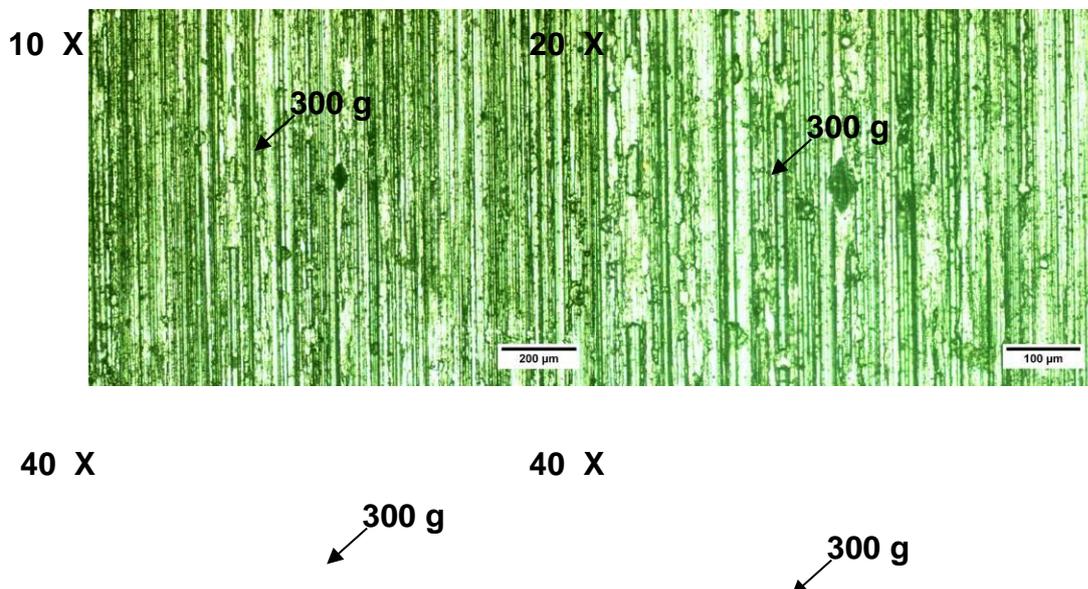
Tabella 8. 2 - Valori di Microdurezza Vickers misurati sulla superficie del campione 64/16

d1 (µm)	d2 (µm)	HV	Carico
18,54	17,49	570,1	100g
17,70	22,95	448,9	100g
25,93	15,67	437,0	100g
20,66	19,44	461,3	100g
21,28	24,44	354,9	100g

44,47	41,65	300,0	300g
51,31	42,71	251,7	300g
39,62	44,63	313,5	300g
41,08	49,07	273,8	300g
39,75	44,38	314,4	300g
60,54	58,45	261,9	500g
54,76	65,33	257,2	500g
55,95	62,05	266,4	500g
56,84	56,25	290,0	500g
57,38	55,13	293,0	500g
133,21	131,16	212,3	2kg
121,53	129,80	234,9	2kg
134,10	137,44	201,2	2kg
128,61	132,90	216,9	2kg

Come atteso, si osserva per entrambi i campioni un aumento della durezza al diminuire del carico applicato e conseguentemente al diminuire della dimensione dell'impronta, fenomeno attribuibile ad una minor profondità di penetrazione dell'indentatore e quindi ad un minor contributo del substrato alla durezza composita. Il campione 63/16, ottenuto utilizzando una pressione più elevata di N₂ nel processo PVD è caratterizzato da valori maggiori di microdurezza rispetto al campione 64/16. Per carichi applicati pari a 100 g, i valori massimi di microdurezza misurati sono 671.3 HV per il campione 63/16 e 570.1 HV per il campione 64/16.

E' da evidenziare una non trascurabile differenza tra i valori delle due diagonali delle impronte, che influenzano l'accuratezza dei valori di microdurezza ottenuti, causata dal fatto che i campioni non hanno una superficie liscia. A titolo di esempio si riportano nelle Figura 8. 1 e Figura 8. 2 le immagini dei campioni ottenute al microscopio ottico utilizzando diversi ingrandimenti, che evidenziano la presenza di solchi sulla superficie che hanno influenzato la geometria delle impronte.



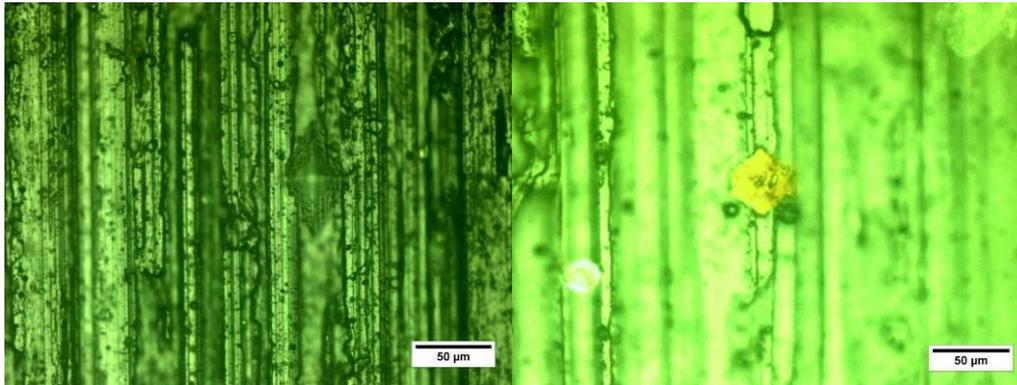


Figura 8. 1 - Microscopia ottica della superficie del campione 63/16

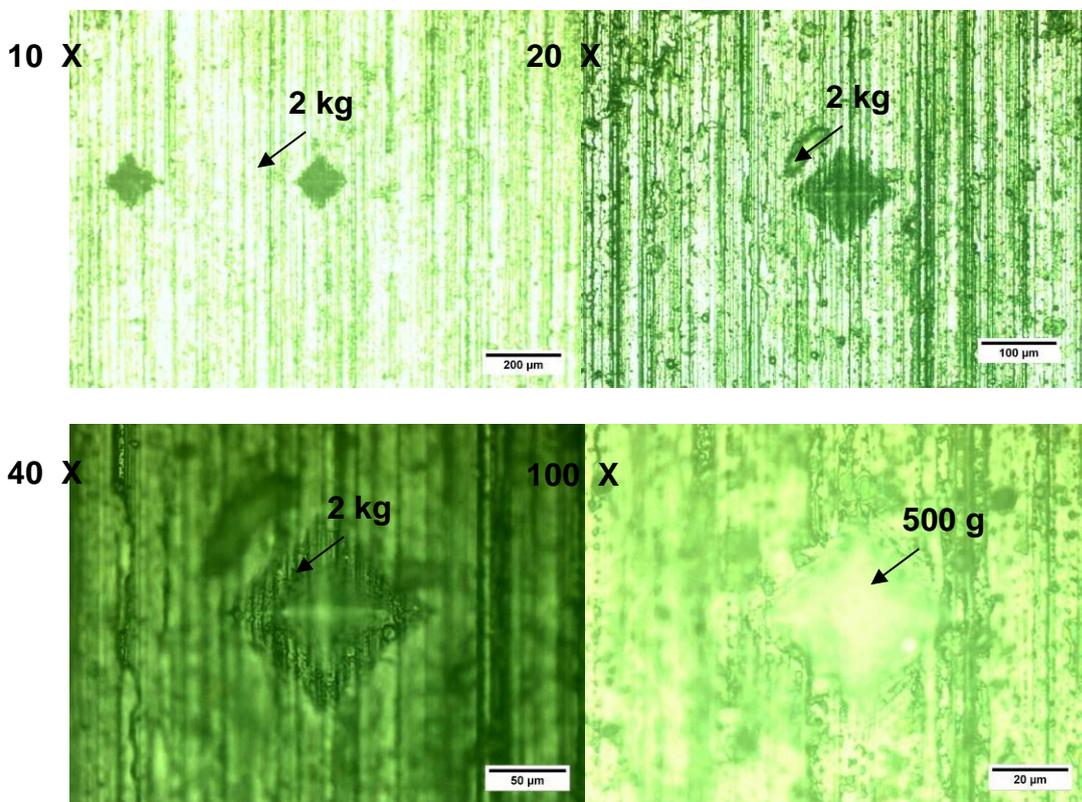


Figura 8. 2 - Microscopia ottica della superficie del campione 64/16

L'adesione dei rivestimenti PVD di AlTiN modificati con Tantalio su lamierini in acciaio 316 spessi 1.9 mm, larghi 13.85 mm e lunghi 90 mm è stata stimata mediante prove di flessione a 3 punti condotte nelle seguenti condizioni: distanza coltelli 30 mm, velocità di deformazione 0.2 mm/min. Poiché il fine delle prove è stato quello di valutare un' eventuale insorgenza di cricature o delaminazione dei rivestimenti, sottoposti a reali condizioni di interesse applicativo (massima deformazione plastica in esercizio pari all'1%), le prove non sono state condotte fino a rottura, ma sono state arrestate al raggiungimento del valore della freccia di mezzeria pari a 1.2 mm corrispondente ad una deformazione a flessione dell' 1.5%, di cui l'1% è la componente plastica. La deformazione elastica a flessione pari a 0.5% (e corrispondente freccia pari a 0.4 mm) è stata preventivamente determinata

dalla curva a flessione di un provino sacrificale su cui è stata effettuata la prova fino al valore di corsa pari a 5 mm. Le prove sono state effettuate su lamierini in 316 rivestiti solo su una faccia in AlTiN drogato con Tantalio, che durante la prova è stata posizionata in corrispondenza dei due coltelli inferiori (zona sottoposta a massima trazione) (Figura 8. 3). A seguito della prova di flessione è stata osservata tramite microscopia ottica e SEM la superficie rivestita in AlTiN drogato con Tantalio dei due provini del campione 66/16.

Nelle Figura 8. 4 e Figura 8. 5 sono riportate le immagini acquisite al microscopio ottico in cui è possibile osservare la presenza di cricche in direzione trasversale rispetto alla lunghezza dei lamierini, formatesi a seguito della prova. Come riferimento è mostrata la superficie dei campioni prima del test a flessione. Il numero di cricche presenti sulla superficie diminuisce dal centro verso i due lati.

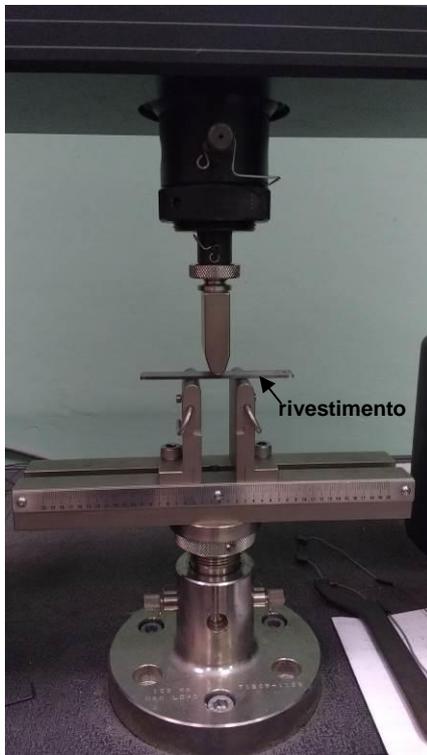
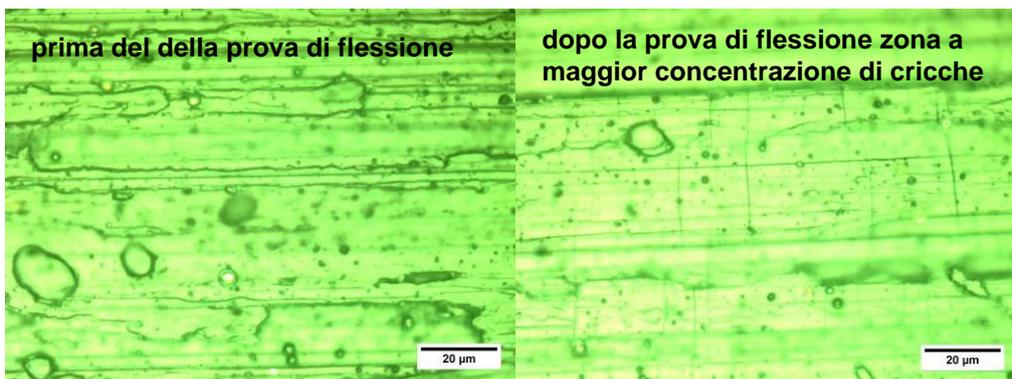


Figura 8. 3 - Provino del campione 66/16 sottoposto a prova di flessione a 3 punti



dopo la prova di flessione zona a minor concentrazione di cricche

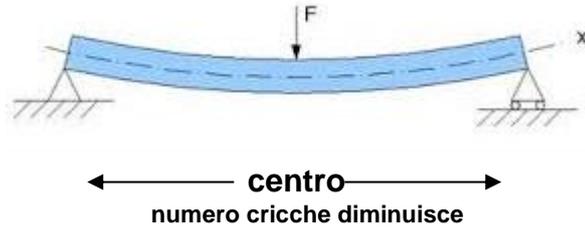
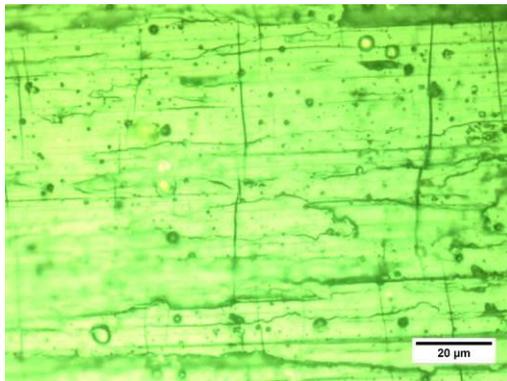


Figura 8. 4 - Microscopia ottica della superficie del campione 66/16 (provino #1) pre e post prova di flessione, ingrandimento 100x.

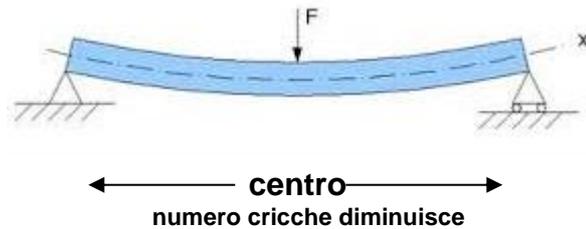
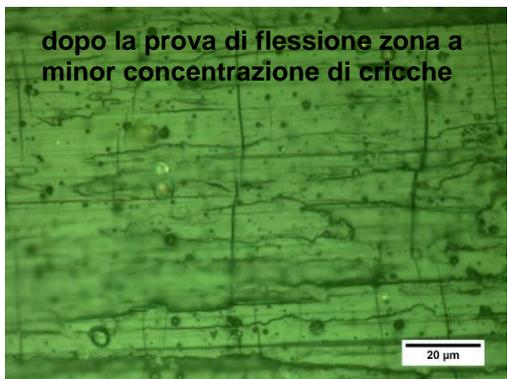
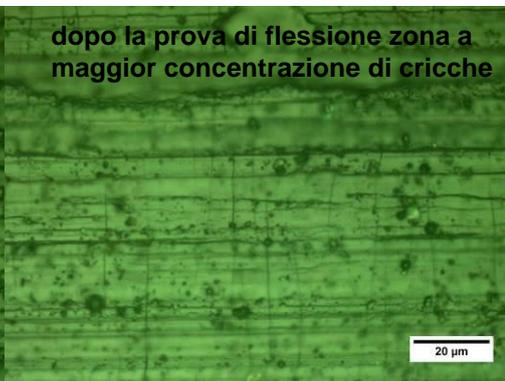
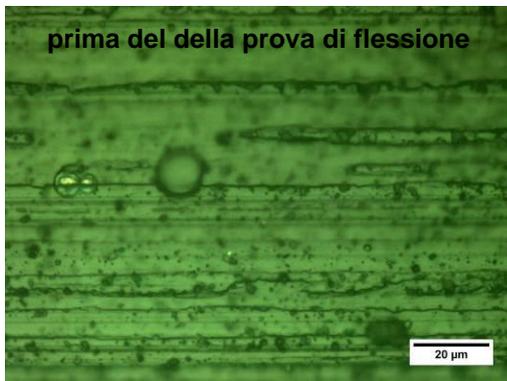


Figura 8. 5 - Microscopia ottica della superficie del campione 66/16 (provino #2) pre e post prova di flessione, ingrandimento 100x.

Le micrografie SEM riportate in Figura 8. 6 mostrano che la larghezza delle cricche è di circa 100 nm.

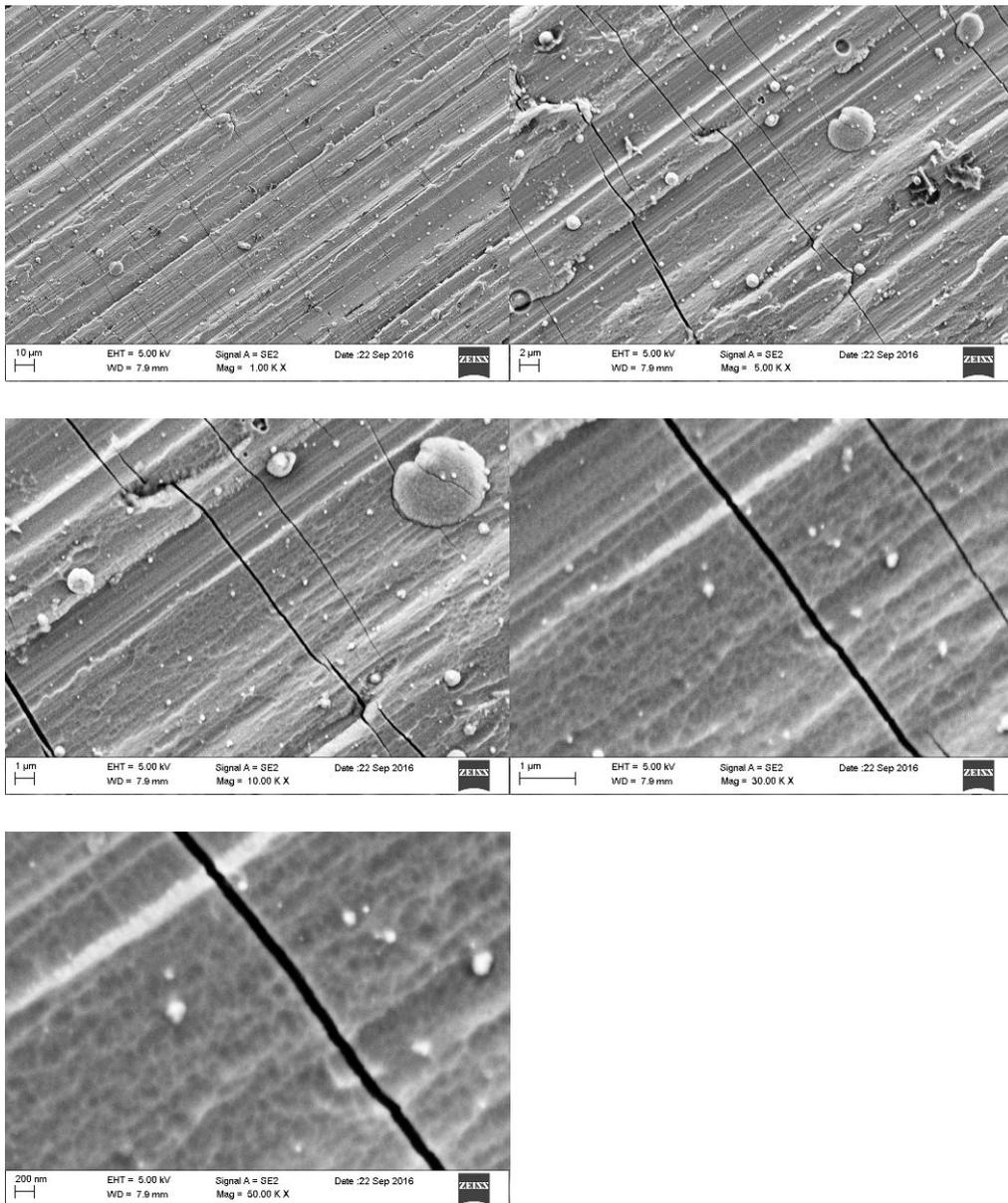


Figura 8. 6 - Micrografie SEM della superficie rivestita in AlTiN drogato con Tantalio di un provino del campione 66/16 dopo la prova di flessione.

9 - Trattamenti di Ossidazione di Diffusion Coating e di Rivestimenti PVD di AlTiN e AlTiN modificato con Tantalio

Il *diffusion coating* su 316 (campione 7) e i rivestimenti PVD di AlTiN (campioni 63/16 e 64/16) e AlTiN drogato con Ta (campione 65/16 e 2 provini del campione 66/16) su acciaio 316 sono stati sottoposti a trattamenti termici in aria a 1000°C per 15 minuti, utilizzando un forno a muffola, pesati prima e dopo il trattamento di ossidazione e successivamente caratterizzati tramite analisi XRD per verificare la formazione di ossidi cristallini.

Nella Tabella 9. 1 è riportato, per i diversi campioni, il peso prima e dopo il trattamento di ossidazione e l'incremento percentuale di peso (Δ %) registrato dopo il trattamento termico.

Tabella 9. 1 - Per i *diffusion coating* su 316 e i campioni rivestiti di AlTiN e AlTiN modificato è riportato il peso prima e dopo il trattamento di ossidazione e l'incremento percentuale di peso (Δ %) registrato dopo il trattamento termico.

Campione	Peso prima (g)	Peso dopo (g)	Δ (%)
7	27.5455	27.5479	0.0087
63/16	27.7912	27.8495	0.21
64/16	27.9144	27.9475	0.12
65/16	27.6392	27.6756	0.13
66/16 A	27.3924	27.4068	0.05
66/16 B	27.3277	27.3426	0.05

I campioni rivestiti di AlTiN (modificati e non con Tantalio) mostrano un maggior incremento percentuale di peso rispetto al campione in acciaio 316 alluminizzato (campione 7). Il maggior incremento di peso è stato riscontrato per il campione 63/16.

10 - Conclusioni

Le attività di deposizione da fase vapore (PVD) condotte nella Fase1 hanno permesso di produrre rivestimenti sottili AlTiN ed AlTiN drogati per aggiunta di Ta (analisi SEM – EDS, analisi XRD). L'analisi XRD eseguita dopo il trattamento di ossidazione in aria ha rivelato un diverso comportamento dei rivestimenti AlTiN senza e con drogaggio con Ta, indicando nei secondi il rallentamento dell'evoluzione delle fasi dovute al processo ossidativo.

Le attività di deposizione attraverso processo di alluminizzazione a bassa attività dell'acciaio AISI316 condotte nella Fase 2 hanno permesso (analisi OM) di produrre rivestimenti alluminuri nell'intervallo (800 – 900) °C senza indurre alterazioni della microstruttura dell'acciaio, investigata tramite misura della dimensione del grano austenitico e della durezza dell'acciaio prima e dopo il trattamento di alluminizzazione.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	75	76

Le attività preliminari di saldatura attraverso processo TIG condotte nella Fase 3 hanno permesso di ottenere giunti saldati dei componenti in AISI316 (controllo radiografico, ai liquidi penetranti, analisi OM) che è stato possibile alluminizzare secondo i parametri selezionati nella Fase 2 (analisi OM). L'aspetto delle varie aree del giunto saldato mostrano disuniformità attribuibili alla diversa composizione chimica del filo utilizzato nel processo TIG rispetto all'acciaio AISI316, scelto in queste prove preliminari di alluminizzazione di giunti saldati per le sue proprietà meccaniche. A tale disuniformità è attribuibile anche il danneggiamento dello strato esterno del rivestimento alluminuro indotto dalla preparativa metallografica.

L'analisi microstrutturale ha rilevato che non ci sono significativi cambiamenti nello spessore dei *diffusion coating* su 1515 Ti e T91 dopo il test in Pb fuso. E' stata inoltre osservata la presenza di aggregati di particelle sulla superficie dei campioni, formati presumibilmente durante la permanenza nel bagno di Pb fuso. I valori di microdurezza Vickers misurati lungo la sezione dei campioni testati in Pb fuso sono confrontabili con quelli ottenuti per la stessa tipologia di campioni pre-test. Il processo *Pack Cementation* effettuato sull'acciaio 316 ha portato alla formazione di un *diffusion coating* di circa 10 µm. Le prove di microdurezza Vickers effettuate sulla superficie di rivestimenti di AlTiN su acciaio 316 hanno rilevato una maggior durezza per il campione 63/16 (valore massimo misurato circa 670 HV). I lamierini in 316 rivestiti di AlTiN modificato con Tantalio a seguito di una prova di flessione condotta fino all'1% di deformazione plastica mostrano la presenza di cricche di larghezza pari a circa 100 nm sulla superficie del rivestimento, che durante la prova è stata posizionata in corrispondenza dei due coltelli inferiori (zona sottoposta a massima trazione). A seguito di trattamenti termici effettuati in aria alla temperatura di 1000°C per 15 minuti, i campioni rivestiti di AlTiN (modificati e non con Tantalio) mostrano un maggior incremento percentuale di peso rispetto al *diffusion coating* su 316.

Abbreviazioni ed acronimi

UNITV, Università di Roma Tor Vergata; CSM, Centro Sviluppo Materiali; PVD, Physical Vapor Deposition; SEM, Microscopio Elettronico a Scansione; HV, Durezza Vickers; XRD, Diffrazione a Raggi X; OM, Microscopia Ottica; TIG, processo di saldatura Tungsten Inert Gas.

Bibliografia

1. Procedia Technology 14 (2014) 430 - 437
2. Journal of Materials Processing Technology 143 – 144 (2003) 352 - 357
3. Surf&Coat Technol. (2012) 206 – 318 (11-12) 2954 – 2960
4. Appl. Phys. Lett. 99 (2011)
5. Surf. Coat. Technol., (2010), 204, pp. 2737–2744
6. Mater. Corros., (2005), 56, pp. 882– 889.
7. Mater. Corros., (2005), 56, pp. 874–881.
8. Intermetallics, (2006), 14, pp. 811–817.

 Ricerca Sistema Elettrico	Sigla di identificazione	Rev.	Distrib.	Pag.	di
	ADPFISS – LP2 – 125	0	L	76	76

9. Surf. Coat. Technol., (2005), 200, pp. 1219–1224.
10. Surf. Coat. Technol., (2009), 204, pp. 766–770.
11. Trib. Int., (2010), 43, pp. 161–170.
12. Mater. Corros., (2005), 56, pp. 897–906.
13. J. Mater. Perf. Eng., (2011), 20, pp. 298–305.
14. Tribology vol. 8, 2 (2014) pp. 57 – 64.