



Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia  
e lo sviluppo economico sostenibile



*Ministero dello Sviluppo Economico*

## RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Analisi locale a risoluzione sub-micrometrica degli stress residui e  
correlazione con il comportamento a rottura macroscopico di AFS

*Edoardo Bemporad, Marco Sebastiani*



ANALISI LOCALE A RISOLUZIONE SUB-MICROMETRICA DEGLI STRESS RESIDUI  
E CORRELAZIONE CON IL COMPORTAMENTO A ROTTURA MACROSCOPICO DI AFS

Edoardo Bemporad, Marco Sebastiani (Università di Roma TRE, Dipartimento di Ingegneria Meccanica e Industriale)

Settembre 2012

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Area: Razionalizzazione e risparmio nell'uso dell'energia elettrica

Progetto: Risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

Responsabile del Progetto: Giuseppe Barbieri, ENEA

## Indice

Sommario.....	4
<i>Introduzione</i> .....	5
<b>CAPITOLO1</b> .....	<b>6</b>
<i>Descrizione degli esperimenti:</i> .....	7
<i>Descrizione sintetica dei risultati:</i> .....	11
<i>Campione 1760</i> .....	12
<i>Campione 1760 – trattato termicamente</i> .....	13
<i>Campione 1762</i> .....	14
<i>Discussione e Conclusioni</i> .....	15
<b>CAPITOLO2</b> .....	<b>17</b>
<i>Introduzione alle tecniche di correlazione digitale di immagine</i> .....	18
<i>Trasferimento del know-how acquisito ad ENEA – applicazione su prove meccaniche macroscopiche</i> .....	20
<b>CAPITOLO3</b> .....	<b>25</b>
<i>Modellazione FEM per il calcolo dei micro-stress sulle pareti delle celle</i> .....	26
<i>Correlazione tra le misure di stress residuo ed il comportamento macroscopico osservato</i> .....	29
<b>Conclusioni</b> .....	<b>30</b>
<b>Riferimenti bibliografici</b> .....	<b>31</b>
<b>Breve curriculum scientifico del gruppo di lavoro</b> .....	<b>32</b>
<b>Parco Strumenti disponibile presso l’unità di ricerca:</b> .....	<b>33</b>
<b>Pubblicazioni del gruppo degli ultimi 3 anni</b> .....	<b>34</b>

## Sommario

Le attività nel corso della seconda annualità del progetto sono state principalmente mirate al conseguimento di due obiettivi specifici:

1. Sviluppo di metodologie innovative ad alta risoluzione per la misura locale degli stress residui [1-4] all'interno delle singole fasi individuate sulle pareti cellulari di schiume in alluminio
2. Sviluppo, e trasferimento ad ENEA, di metodologie in non-contatto per la mappatura bidimensionale ad alta risoluzione del campo di deformazione nel corso di prove meccaniche macroscopiche su pannelli sandwich caratterizzati da core in schiuma di alluminio, tramite l'utilizzo di tecniche di correlazione digitale di immagine (Digital Image Correlation, DIC) [5-10]

I due obiettivi sono stati pienamente conseguiti:

1. È stata sviluppata, per la prima volta in letteratura, una metodologia per l'analisi a risoluzione sub-micrometrica delle tensioni residue in singole fasi delle pareti cellulari di schiume in alluminio, e sono stati riscontrati risultati significativi che potranno avere un impatto decisivo sullo sviluppo di nuove metodologie di progettazione di tali strutture.
2. È stata sviluppata una metodologia per lo studio in non-contatto (tramite DIC) del comportamento meccanico dei pannelli. La metodologia è stata trasferita ad ENEA, come da contratto.

Infine, le conoscenze acquisite sono state utilizzate per proporre correlazioni tra lo stato di micro-stress misurato e il comportamento macroscopico osservato

## Introduzione

Lo sviluppo di materiali metallici cellulari è di grande interesse sia per l'alleggerimento strutturale dei vettori per il trasporto terrestre sia, allo stesso tempo, al fine di ottenere un incremento dell'assorbimento di energia in caso di incidente con un miglioramento del livello di sicurezza dei vettori/passeggeri.

Attualmente esistono pochi produttori al mondo di schiume strutturali a celle chiuse che vengono impiegate principalmente per la realizzazione di assorbitori di energia e nella realizzazione di Aluminum Foam Sandwich (AFS). Questi ultimi, promettono caratteristiche meccaniche flessionali assai interessanti che li rendono candidati all'impiego nel settore dell'alleggerimento strutturale dei vettori per il trasporto. Tuttavia, uno dei principali limiti nell'impiego di AFS per scopi strutturali, evidenziato anche dalle prove preliminari di caratterizzazione di pannelli AFS commerciali effettuate da ENEA durante le attività del PaR 2008-2009, è una forte variabilità della resistenza a flessione, che risulta in genere caratterizzata da cedimenti localizzati.

Tale comportamento può essere correlato con il differente livello di densità della porosità e difettosità, ed è certamente influenzato dallo stato tensionale microstrutturale interno delle pareti delle celle del core.

Nonostante la evidente rilevanza dei micro-stress all'interno delle pareti delle celle ed alle interfacce come parametro di progettazione di componenti in schiuma di alluminio, allo stato attuale non sono disponibili tecniche di misura che consentano di quantificare stati tensionali residui all'interno delle pareti delle singole celle della struttura[1-2], o addirittura all'interno delle singole fasi costituenti il materiale.

La analisi quantitativa ed il controllo del comportamento meccanico di strutture sandwich caratterizzati da un core in schiuma di alluminio richiede quindi lo sviluppo di tecnologie abilitanti per la caratterizzazione micromeccanica dei campioni, ed in particolare:

1. Sviluppo di strumenti in non contatto per la misura locale del campo di deformazione nel corso delle prove di compressione e di flessione, basati sull'utilizzo di tecniche di correlazione digitale di immagine (Digital Image Correlation), e trasferimento del know-how acquisito ad ENEA
2. Misura locale degli stress residui, su scala micrometrica, sulle pareti delle celle e sulle singole fasi costituenti il materiale;

Le attività di ricerca che sono state svolte dal Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università Roma Tre, descritte in maggiore dettaglio nel seguito, sono state pertanto mirate alla caratterizzazione micromeccanica e degli stress residui del core e delle singole fasi che lo costituiscono ed allo sviluppo di modelli di correlazione fra lo stato tensionale iniziale del core ed il livello di resistenza macroscopico dei pannelli AFS.

## CAPITOLO1

Analisi locale a risoluzione sub-micrometrica degli stress residui (micro-stress) in differenti zone del pannello ed identificazione dei trattamenti termici di distensione ottimali

## *Descrizione degli esperimenti:*

Uno dei parametri di maggiore interesse per la corretta comprensione del comportamento meccanico e dei modi di cedimento dei materiali e dei rivestimenti è sicuramente rappresentato dalla presenza di tensioni residue conseguenti al processo produttivo, e da come queste sono influenzate e/o correlate con la microstruttura.

Gli stress residui [1-4] possono controllare e modificare importanti proprietà fisiche dei materiali, come ad esempio il gap di banda ottica e quindi la frequenza della luce emessa da un diodo. In altri casi gli stress residui nascono semplicemente come conseguenza delle lavorazioni operate su un componente, ad esempio a seguito dei processi di carbocementazione si generano tensioni residue di compressione sulla superficie degli acciai; in aggiunta processi di rivestimento o indurimento superficiale possono indurre distorsioni sul componente qualora venisse lavorato meccanicamente in fasi successive. Molto spesso gli stress residui sono il fenomeno principale che limita le prestazioni in esercizio, come ad esempio, le tensioni residue di trazione che insorgono in corrispondenza di cordoli di saldatura.

La realizzazione di modelli predittivi affidabili è spesso un obiettivo primario di ricerca di base; fondamentalmente l'insorgere di stress residui è conseguenza di deformazioni inelastiche permanenti, dovute a creep, plasticità, transizione di fase, processi di rivestimento, impiantazione ionica, etc.

In linea del tutto generale è quindi possibile analizzare stati di stress residui tramite la misura e/o simulazione di deformazioni residue permanenti (Eigenstrains [9]).

Molti esempi di interesse strategico, in cui gli stress residui giocano il ruolo più importante nel determinare il comportamento in esercizio del componente possono essere trovati nei settori dell'ingegneria meccanica, energetica, aerospaziale e biomedicale.

Le applicazioni spaziano da superleghe di Nickel in cui la distribuzione di stress intergranulare ha un ruolo decisivo nel determinare la vita in esercizio, stress residui in rivestimenti spessi termospruzzati per barriere termiche, distribuzione di stress in rivestimenti termospruzzati in idrossiapatite per applicazioni biomediche, l'analisi degli stress in rivestimenti sottili antiusura ottenuti per Physical Vapour Deposition (PVD), fino ad arrivare alle tensioni residue che si sviluppano sulle pareti delle celle di schiume metalliche, oggetto della presente relazione.

In questa ultima situazione, l'analisi di tale proprietà (che ha sicuramente una influenza sui modi di cedimento) risulta essere estremamente difficoltosa dal punto di vista sperimentale, in quanto richiede, in alcuni casi, non solo una elevata risoluzione spaziale della tecnica di misura (dell'ordine del micron), ma anche una decisa influenza degli aspetti microstrutturali (e.g. tessitura e orientazione preferenziale), rendendo quindi necessario la selezione e l'utilizzo di opportune tecniche di misura, spesso non convenzionali.

A tal proposito, si ricorda che le tecniche di valutazione degli stress residui possono essere classificate in (a) tecniche non distruttive, come diffrazione di neutroni o ai raggi X e spettroscopia RAMAN, e (b) tecniche distruttive e semidistruttive, che consistono nella rimozione controllata di materiale e nella misura delle deformazioni di rilassamento conseguenti.

Questi metodi possono essere utilmente descritti considerando il parametro principale che è misurato sperimentalmente.

Nel caso della diffrazione ai raggi X e di neutroni, questo parametro è la spaziatura interplanare del reticolo cristallino, che è usata come un “sensore di deformazione su scala atomica”: la deformazione residua elastica è determinata in termini della variazione relativa di tale spaziatura interplanare rispetto ad un valore di riferimento (configurazione non stressata), e permette il calcolo degli stress residui usando la legge di Hooke nella forma più appropriata (cioè utilizzando la matrice di rigidezza elastica anisotropa).

L’approccio più diffuso per la misura degli stress tramite diffrazione ai raggi X è rappresentata dal cosiddetto “metodo del  $\sin^2\psi$ ” che consiste nella misura del parametro reticolare per diverse combinazioni degli angoli, che descrivono la radiazione incidente rispetto al sistema di riferimento del campione, e permette, nella sua configurazione basilare, di ottenere il valore delle tensioni residue nel piano del campione come media all’interno dello spessore analizzato.

Tuttavia, i metodi tradizionali XRD per la valutazione degli stress residui sono limitati in termini di risoluzione spaziale a qualche frazione di millimetro, e sono quindi poco adatti all’analisi, ad esempio, di stress intergranulari in materiali policristallini aventi dimensioni del grano dell’ordine del micrometro.

Solo recentemente lo sviluppo di radiazioni X di sincrotrone micro-focalizzate ha aperto la strada alla misura di stress su scala sub-micrometrica. L’aspetto limitante di tali tecnologie è la scarsa accessibilità alle sorgenti di sincrotrone di terza generazione (elevata intensità, elevata luminosità, possibilità di ottenere una radiazione X policromatica focalizzata).

In ogni modo, allo stato attuale, è possibile creare con tali sorgenti un fascio focalizzato dalle dimensioni inferiori a 100 nm. La natura policromatica della radiazione incidente sul campione permette la creazione di un reticolo di diffrazione di Laue su un detector bidimensionale. L’acquisizione dei dati può essere effettuata sia in riflessione che in trasmissione. Ulteriori dettagli su queste tecniche e sulla loro implementazione sono disponibili in letteratura.

Risulta quindi evidente come l’utilizzo e l’applicazione routinaria di tecniche basate su diffrazione sia scarsamente applicabile al caso della misura delle tensioni residue sulle pareti cellulari di schiume metalliche, a conseguenza dei limiti intrinseci della tecnica e dei suoi costi eccessivi nel caso della diffrazione da sincrotrone [9].

È quindi evidente come lo studio delle tensioni residue in schiume metalliche richieda lo sviluppo di tecniche di misura non convenzionali, innovative e ad alta risoluzione, che siano caratterizzate, allo stesso tempo, da una risoluzione spaziale ed accuratezza di posizionamento sub-micrometriche e da una accessibilità all’industria in termini di costi e facilità d’uso.

A tal fine, in questo progetto è stato proposto di utilizzare una tecnica innovativa, recentemente sviluppata presso l’unità di Roma Tre (Materials Science and Engineering A 528 (2011) 7901– 7908), basata sulla rimozione controllata di materiale di uno scasso di dimensioni micrometriche di forma anulare, realizzata tramite microscopia a fascio ionico focalizzato (FIB). L’analisi delle deformazioni di rilassamento è effettuata tramite correlazione digitale di immagine (DIC, [10]) a seguito della realizzazione di immagini SEM ad alta risoluzione[5-9].

Gli stress residui (sia il valor medio che, ove necessario, il profilo nello spessore scavato) sono infine calcolati a partire dalle deformazioni di rilassamento misurate tramite modelli costitutivi analitici o tecniche di simulazione agli elementi finiti (FEM).

Uno schema del metodo è riportato nella seguente figura (in cui i dati riportati sono esemplificativi e si riferiscono ad un rivestimento in nitrato di cromo, CrN, su acciaio per applicazioni in utensileria, [11]).



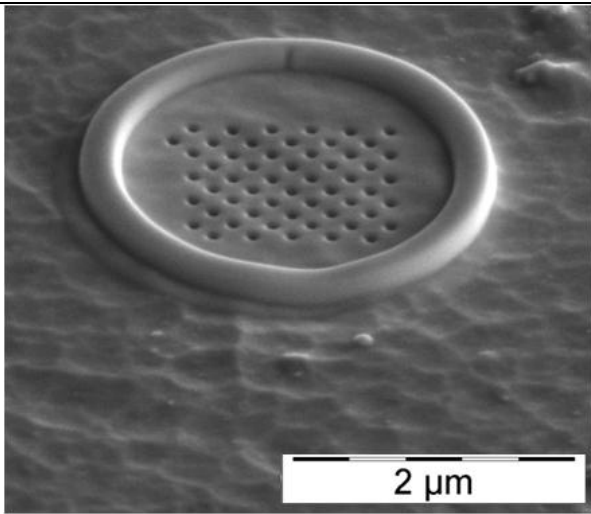


Fig. 1.1

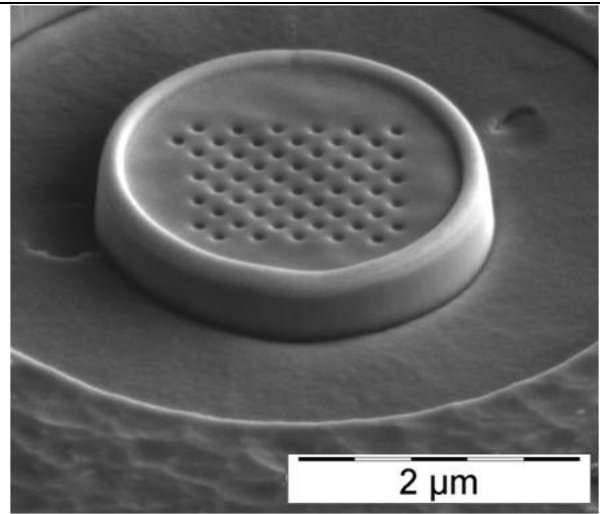


Fig. 1.2

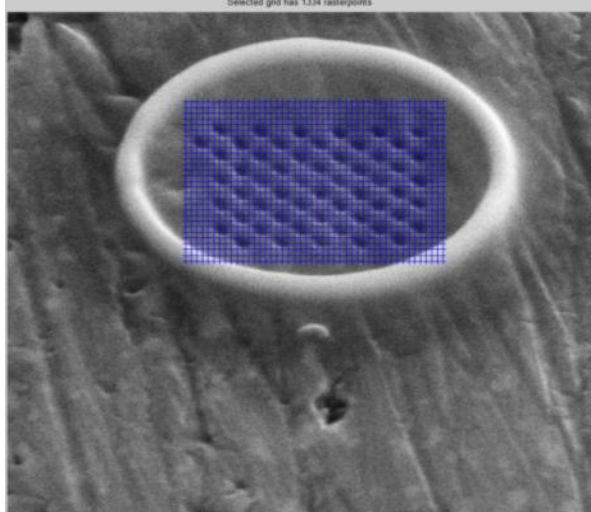


Fig. 1.3

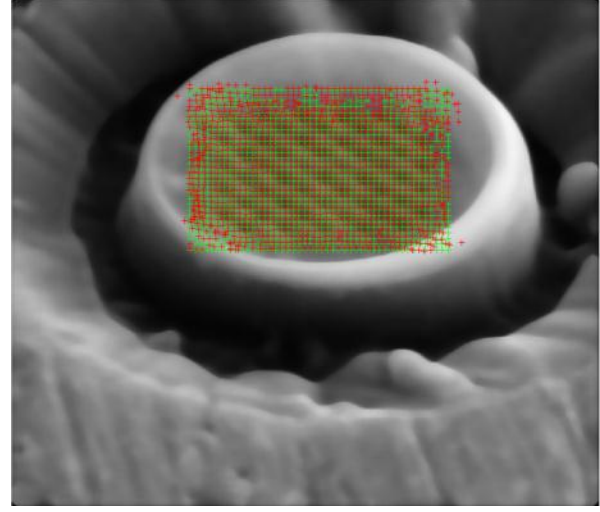


Fig. 1.4

Scheme of the method going from the FIB pillar realization, Digital image correlation for strain analysis to FEM calculation of the stress profile along the thickness

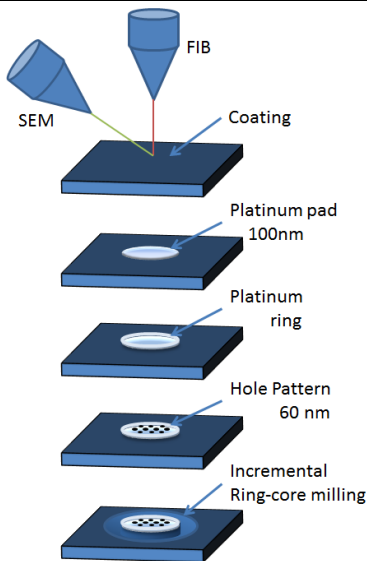


Fig. 1.5

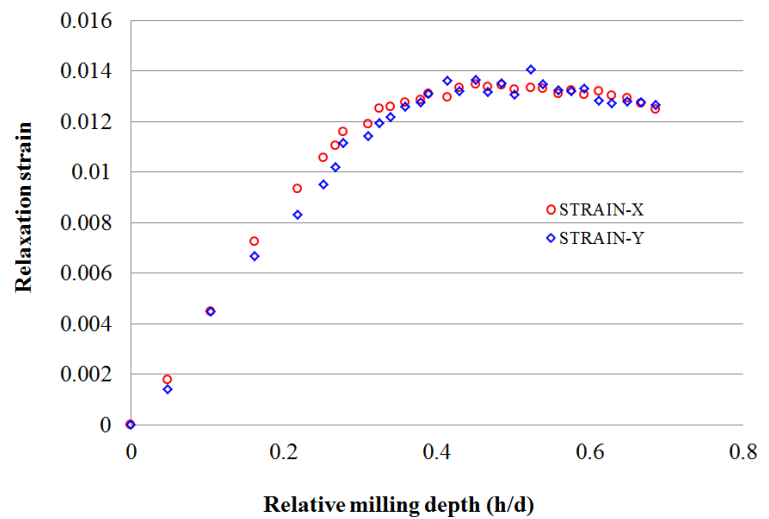


Fig. 1.6

La tecnica garantisce una risoluzione dell'ordine del micron ( $\mu\text{m}$ ) nelle tre direzioni spaziali, e quindi può permettere in questo caso di effettuare misure locali di stress sulle varie fasi costituenti la schiuma.

Tale misura è assolutamente unica a livello internazionale e potrà permettere di sviluppare modelli di correlazione tra stress residuo e comportamento in esercizio, assolutamente innovativi dal punto di vista scientifico e di rilevanza strategica dal punto di vista progettuale.

Definita l'applicabilità della tecnica al caso di studio in esame, ed evidenziata la assoluta innovatività a livello internazionale della applicazione proposta, la sperimentazione è stata effettuata seguendo il seguente piano:

1. Produzione dei campioni, preparativa metallografica e trattamenti termici (effettuati presso ENEA). Il campo di stress residuo presente sulle pareti di una struttura cellulare metallica è una funzione complessa del processo produttivo dei campioni (stress residuo conseguente al processo di espansione e ai relativi vincoli meccanici), degli eventuali trattamenti di finitura realizzati (stress residuo conseguente all'incrudimento superficiale dovuto ai trattamenti meccanici), nonché dei trattamenti termici cui il campione è sottoposto (e.g. rilassamento degli stress residui a seguito di un trattamento di distensione). Al fine di separare i singoli contributi al campo di stress residuo in esercizio, sono stati prodotti e preparati i seguenti campioni
  - a. Campione #1760: campione solo lucidato dopo produzione e, successivamente alla prima sessione di misure di stress, trattato termicamente\*;
  - b. Campione #1762: Campione trattato termicamente\* dopo produzione, lucidato e infine sottoposto a nuovo trattamento termico\*;

\*Trattamento termico: 10 min a 345°C e raffreddamento in forno.

2. Sui campioni prodotti è stata applicata la seguente campagna di caratterizzazione:
  - a. Caratterizzazione microstrutturale SEM e analisi delle fasi presenti;
  - b. Misura degli stress residui tramite incremental micron-scale ring-core method (i $\mu$ RCM), secondo lo schema:
    - i. Realizzazione di almeno tre prove su ogni campione e su entrambe le fasi identificate, tramite una procedura FIB-SEM automatizzata specificatamente sviluppata;
    - ii. Analisi DIC delle deformazioni di rilassamento conseguenti al processo di rimozione di materiale, utilizzando una routine implementata in Matlab (descritta nel dettaglio nel capitolo successivo);
    - iii. Calcolo delle tensioni residue su entrambe le fasi tramite specifici modelli agli elementi finiti (descritti nel dettaglio nel capitolo successivo).

Il campione #1760 è stato successivamente trattato termicamente (stesso trattamento termico). Su tale campione trattato sono state effettuate ulteriori misure di stress residuo. Il confronto tra le prove fatte sullo stesso campione 1760, prima e dopo il trattamento termico, può dare quindi informazioni quantitative sulle tensioni residue aggiuntive conseguenti al processo di lucidatura (che devono essere ovviamente sottratte al campo di tensioni complessivo in quanto artificialmente indotte a seguito del processo di preparativa metallografica).

Le misure sul campione 1762, forniscono invece le condizioni di stress a seguito di un eventuale trattamento termico di distensione sui pannelli.

### Descrizione sintetica dei risultati:

Di seguito sono riportate alcune micrografie relative alle analisi, nonché i dati di deformazione di rilassamento misurate sulle due fasi costituenti la schiuma per i campioni analizzati, mentre la seguente tabella riporta la sintesi delle deformazioni di rilassamento e degli stress residui misurati sui campioni e sulle singole fasi:

Tabella I – sintesi dei risultati di misura di stress residuo sulle singole fasi costituenti le pareti delle celle.

	MATRIX	MATRIX	SECONDARY PHASE	SECONDARY PHASE
Sample	relaxation strain at h/d=0.45	$\sigma_R$ (MPa)	relaxation strain at h/d=0.45	$\sigma_R$ (MPa)
1760-TQ	0.001987	-207.4	0.004894	-1098.1
1760-TT	-0.000089	9.3	0.002588	-580.7
1762	0.000257	-26.9	0.001118	-250.8

N.B. gli stress residui sono calcolati a partire dalle deformazioni di rilassamento utilizzando la procedura agli elementi finiti descritta in dettaglio nel capitolo successivo, relativo alle attività di modellazione.

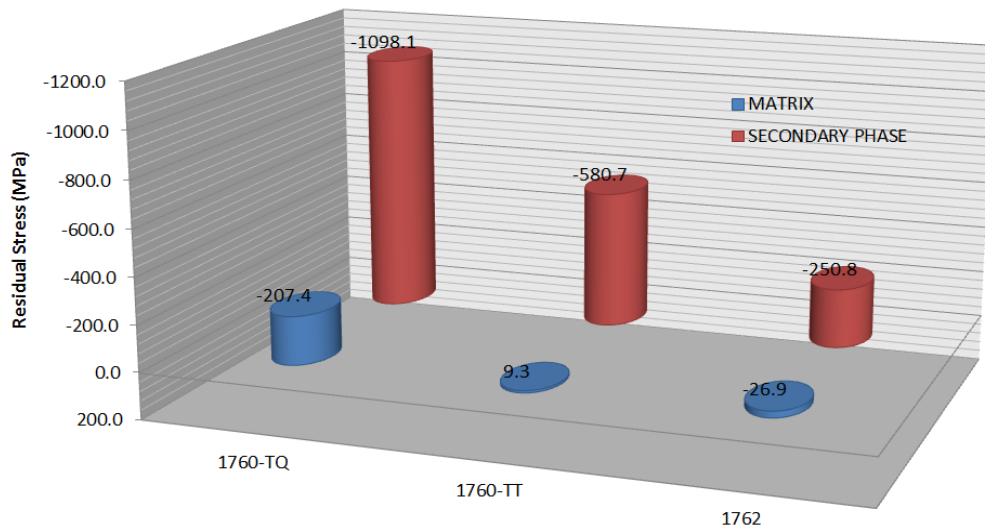


Fig. 1.7

**Nota importante:** scelta del modulo elastico e del rapporto di Poisson per le due fasi, parametri necessari per il calcolo delle tensioni residue a seguito della misura delle deformazioni di rilassamento. Per quel che riguarda il rapporto di Poisson, sono stati considerati i valori di letteratura parti a 0.35 per la matrice metallica e 0.24 per il composto intermetallico.

La misura del modulo elastico era invece già stata effettuata nel corso della prima annualità del progetto, tramite l'utilizzo di prove di nanoindentazione dinamica.

Si riassumono nella seguente tabella i risultati ottenuti. I valori di modulo elastico così ottenuti sono stati quindi impiegati per il calcolo degli stress.

Tabella II – misure di modulo elastico e durezza sulle singole fasi, effettuate tramite nanoindentazione

	Hardness [GPa]	Elastic Modulus [GPa]	Depth range considered for calculation [nm]
AFS-schiuma/matrice	1,55 ± 0,3	76,2 ± 9,2	200-300
AFS-schiuma/seconda fase	16,38 ± 2,2	191,10 ± 20,3	50-55 nm

Campione 1760

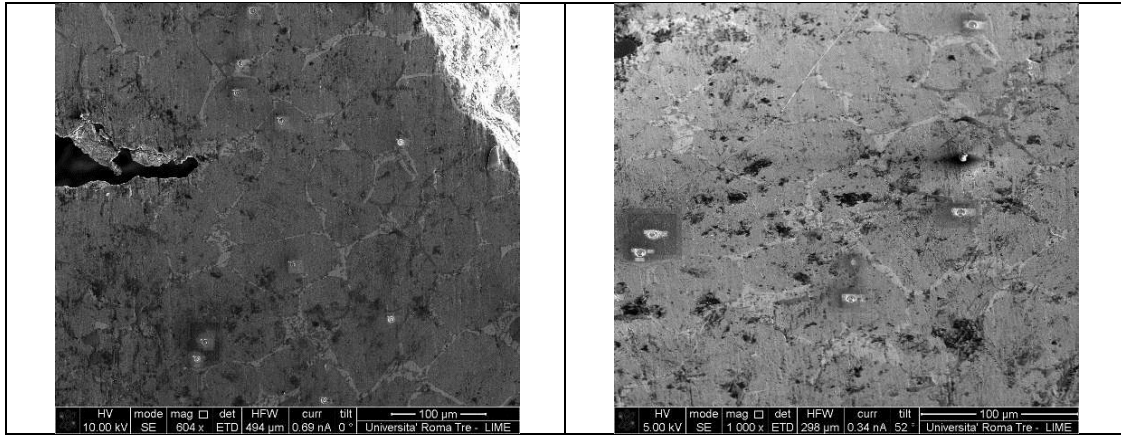


Fig. 1.8

Fig. 1.9

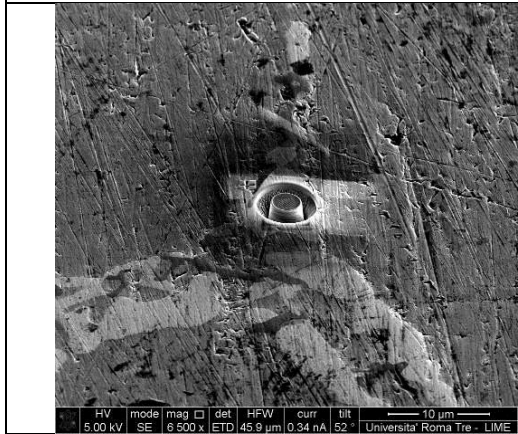


Fig. 1.10

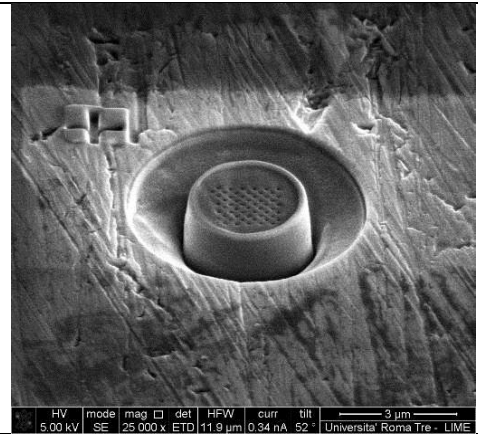


Fig. 1.11

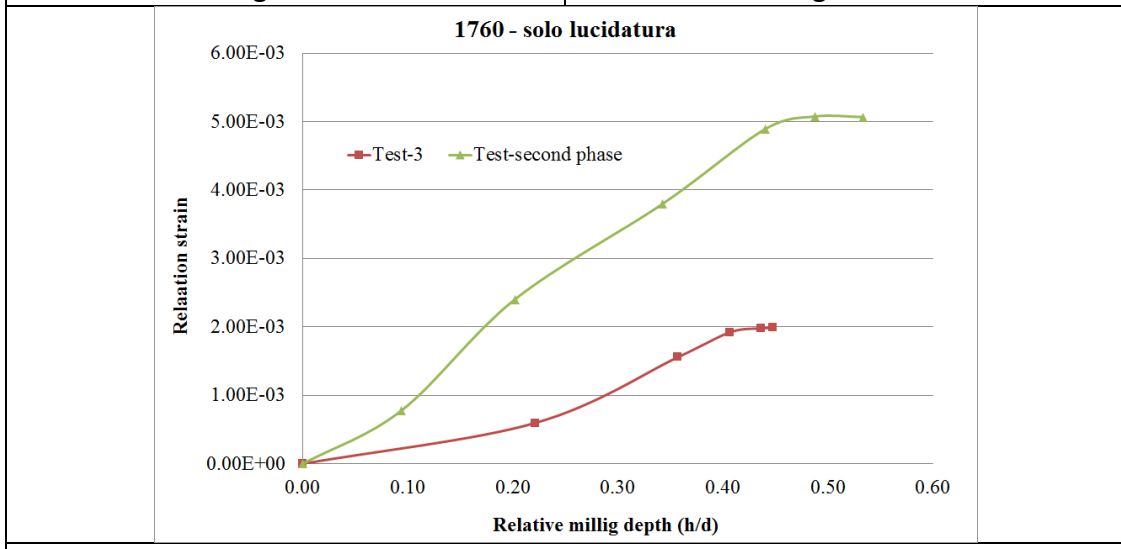
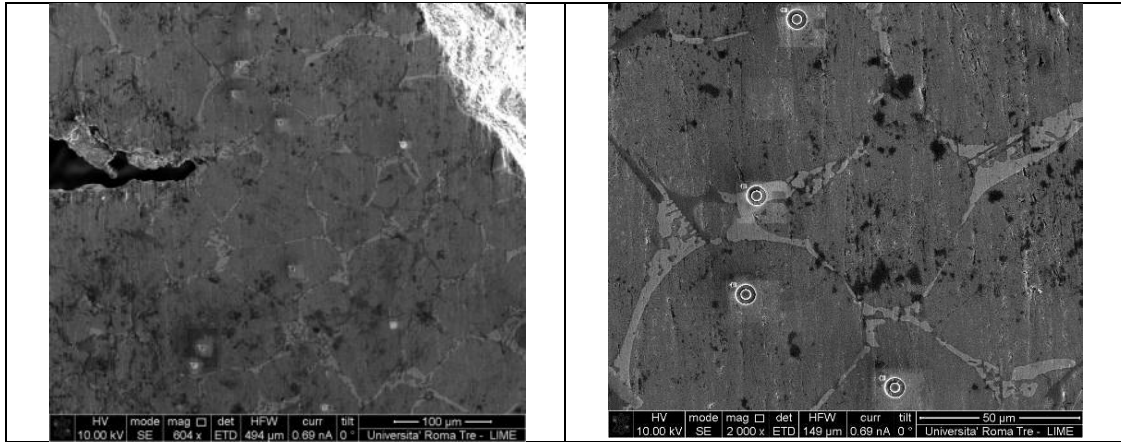


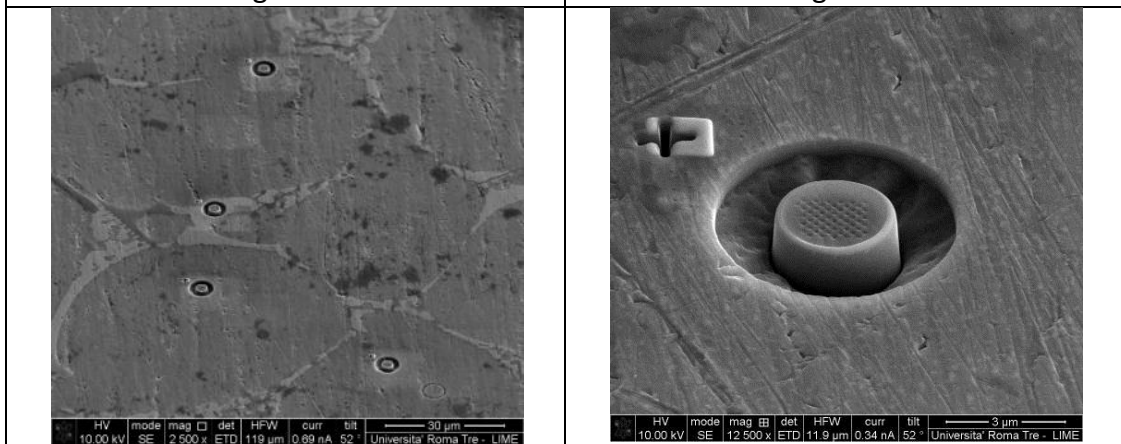
Fig. 1.12 – 1760 deformazioni di rilassamento in corrispondenza delle due fasi

**Campione 1760 – trattato termicamente**



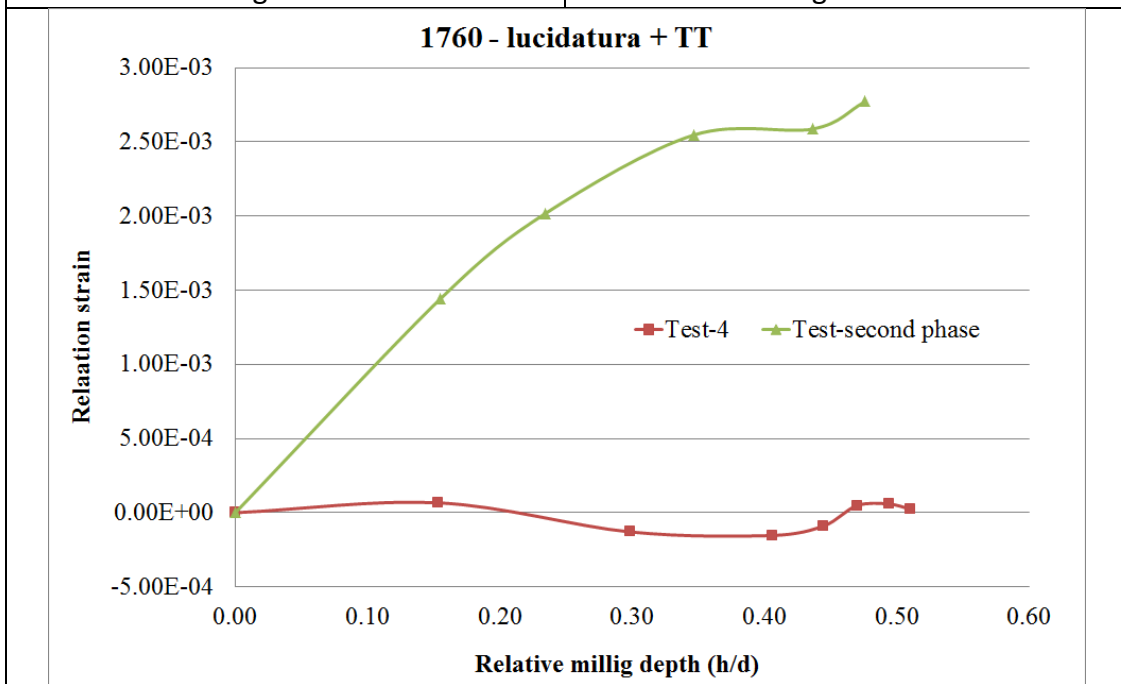
**Fig. 1.13**

**Fig. 1.14**



**Fig. 1.15**

**Fig. 1.16**



**Fig. 1.17 – 1760-TT deformazioni di rilassamento in corrispondenza delle due fasi**

Campione 1762

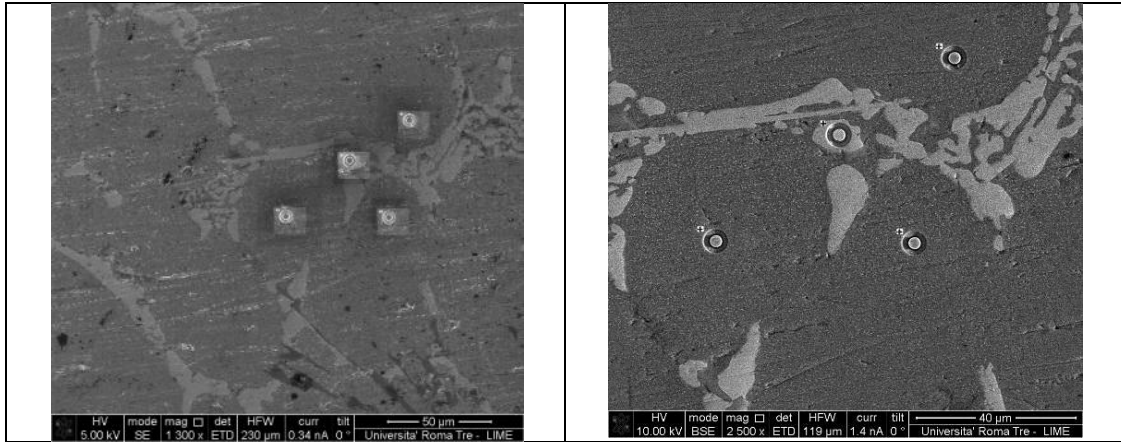


Fig. 1.18

Fig. 1.19

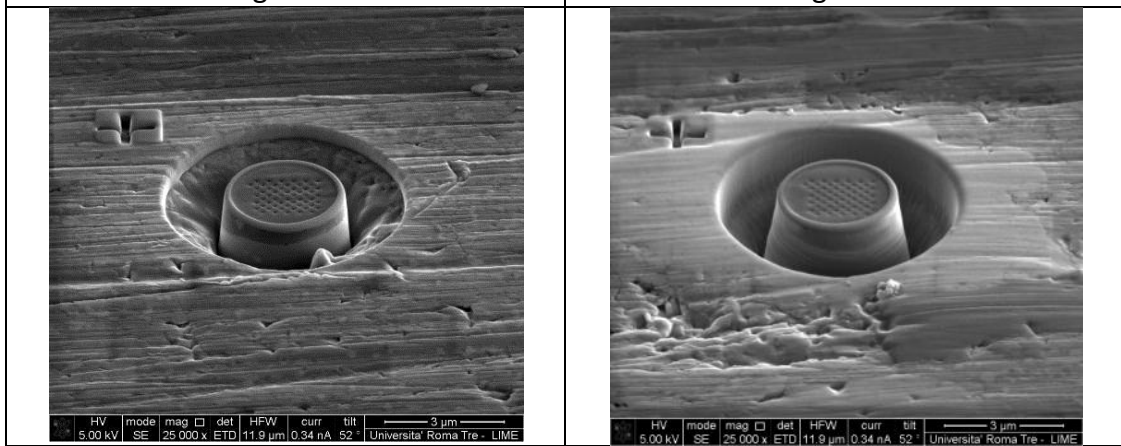


Fig. 1.20

Fig. 1.21

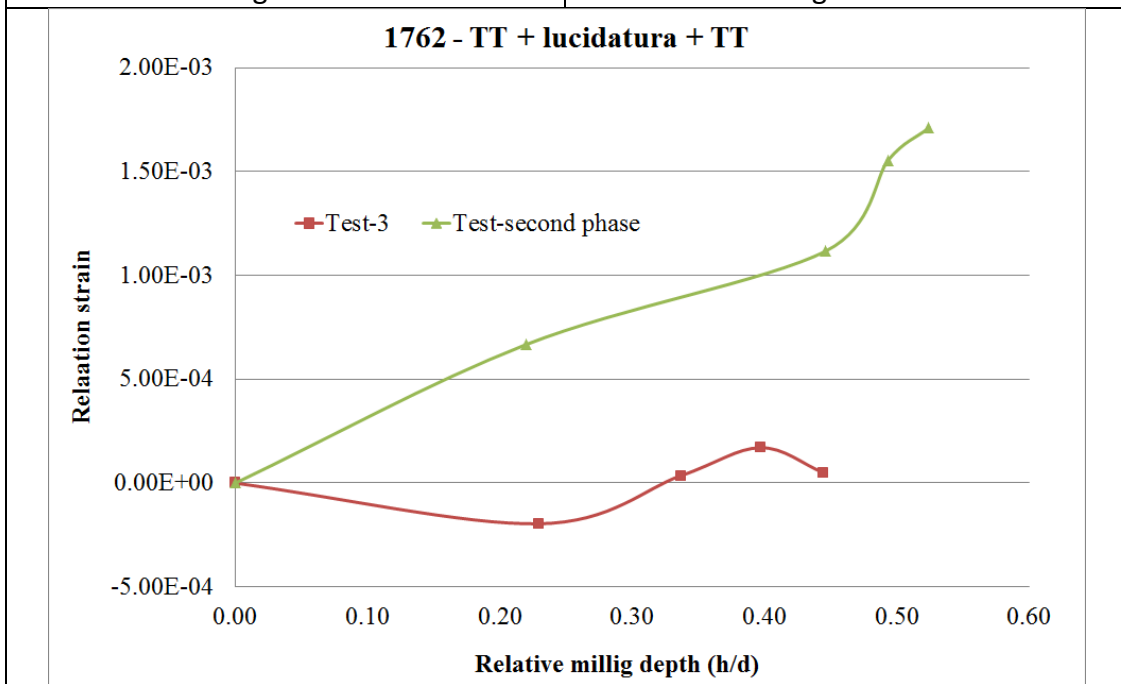


Fig. 1.22 – 1762 deformazioni di rilassamento in corrispondenza delle due fasi

## Discussione e Conclusioni

1. Per tutti i campioni analizzati, la fase secondaria, quella a maggiore durezza, ha mostrato stress residui di compressione (deformazioni di rilassamento positive), significativamente superiori, in valore assoluto, agli stress presenti nella matrice.
2. Nel caso del campione 1760 (solo lucidato), sono stati misurati significativi stress residui di compressione anche all'interno della matrice metallica;
3. Lo stress di compressione nella matrice per il campione 1760 è tuttavia imputabile all'incrudimento superficiale indotto dal processo di preparativa metallografica; tale valore di stress è infatti dello stesso ordine di grandezza del carico di snervamento atteso per tale materiale;
4. A conferma di ciò, il medesimo campione 1760 dopo trattamento termico mostra delle tensioni residue trascurabili all'interno della matrice, mentre si mantiene un significativo stato tensionale di compressione all'interno della seconda fase, che è ridotto rispetto al campione tal quale, probabilmente a causa di meccanismi di rilassamento conseguenti all'innescio di processi diffusivi;
5. Anche nel caso del campione 1762, lo stress residuo nella matrice metallica è praticamente nullo (ovvero inferiore a quelli che sono i margini di errore attesi per la tecnica), mentre si mantiene la compressione sulla fase secondaria;
6. L'insorgere dello stato di stress di compressione all'interno di tale fase, può essere spiegato tramite una serie di meccanismi:
  - a. Stress dovuti a contrazione termica differenziale nel corso del raffreddamento susseguente all'espansione: la natura intermetallica conferisce alle fasi secondarie in leghe di alluminio un coefficiente di espansione termica sicuramente inferiore rispetto alla matrice metallica, e che quindi comporta una deformazione residua di compressione sulla fase secondaria, data in prima approssimazione dalla seguente equazione:

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = (\alpha_1 - \alpha_2)(T - T_{ref})$$

Dove  $\alpha_1$  ed  $\alpha_2$  sono i coefficienti di espansione termica (CTE) delle due fasi, e  $T_{ref}$  è la temperatura alla quale si assume che il sistema sia privo di stress (che in questo caso è la temperatura all'inizio della fase di raffreddamento finale, subito dopo l'espansione).

È notevole come, ipotizzando un salto termico pari a 500 °C ed una (approssimativa, ma realistica) differenza in termini di CTE pari a  $5 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  tra le due fasi, si ottenga un valore di deformazione residua attesa pari a  $2.5 \cdot 10^{-3}$ , valore prossimo a quanto stimato per il campione 1760-TT (in cui sono stati probabilmente eliminati gli stress aggiuntivi dovuti alla lucidatura meccanica). Il valore delle tensioni misurato sul campione 1760-TT sembra quindi dare una rappresentazione fedele del reale stato di stress sulla fase secondaria a seguito della produzione.

- b. Stress dovuti a distorsione reticolare all'interno della fase secondaria. Andando ad osservare il diagramma di stato Al-Cu, si nota come il composto  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (è) sia caratterizzato da un certo intervallo di miscibilità. Ciò potrebbe comportare un eccesso (o difetto) di atomi di Rame (o Alluminio) rispetto alla configurazione stechiometrica, che potrebbero indurre un certo livello di distorsione reticolare, a sua volta associabile ad una ulteriore componente di tensione residua di compressione, specialmente nel caso di un rapidissimo raffreddamento dalla temperatura di espansione della schiuma.

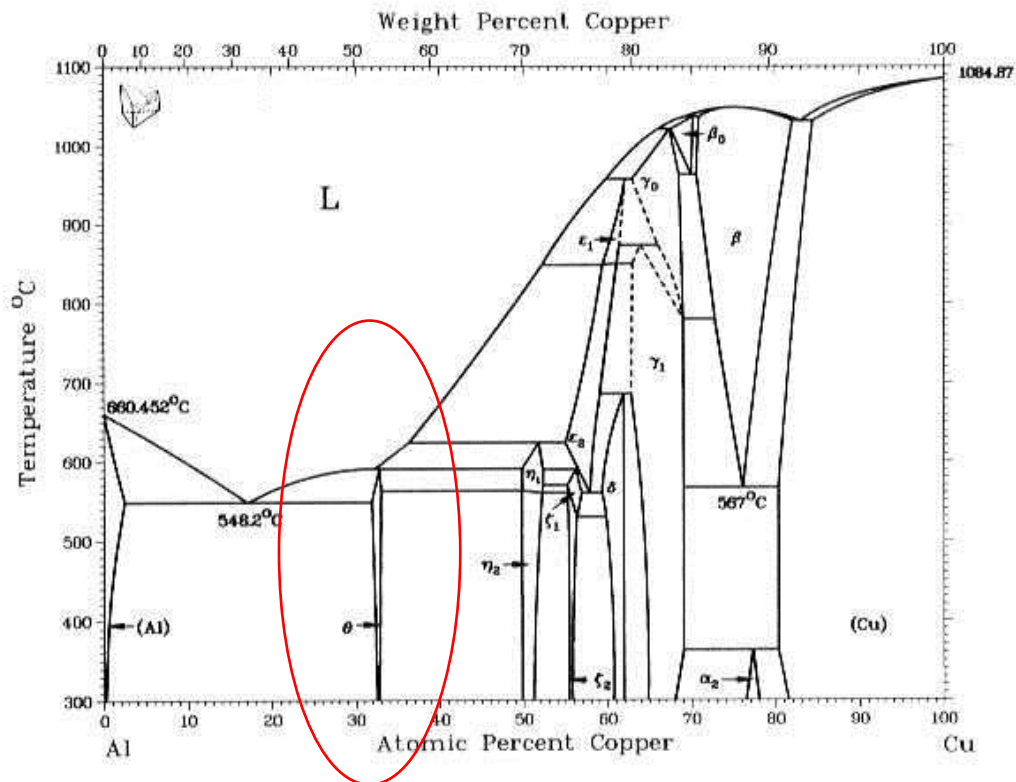


Fig. 1.23

7. Le analisi sul campione 1760-TT e sul campione 1762 confermano come lo stato di stress presente all'interno della matrice, e lontano dai grani di fase secondaria, sia relativamente basso.
8. Tuttavia, uno stato di deformazione residua di trazione nella matrice dovrà essere necessariamente presente (per motivi di equilibrio) in corrispondenza della interfaccia con la fase secondaria.

In conclusione, è stato quantitativamente osservato come all'interno della parete delle celle esistano dei gradienti di stress residuo significativi, che sono essenzialmente correlabili alla distribuzione delle fasi, essendo le fasi secondarie caratterizzate da significativi stress di compressione.

Tali gradienti localizzati di stress possono anche essere con-causa dell'innesco di cedimenti localizzati sotto l'azione di una sollecitazione meccanica macroscopica, in particolare se si vengono a verificare in corrispondenza di altre difettosità caratteristiche della schiuma (e.g. micro-porosità).

La gestione della dimensione e distribuzione della fase secondaria dura è quindi fondamentale ai fini del controllo della distribuzione dello stress residuo e, conseguentemente, dei modi di cedimento in esercizio della schiuma.



## CAPITOLO2

Sviluppo di procedure di correlazione digitale di immagine (DIC) e analisi dei dati per lo studio dei meccanismi di cedimento dei pannelli

## Introduzione alle tecniche di correlazione digitale di immagine

Il metodo della correlazione digitale di immagine (Digital Image Correlation (DIC) method) ha mostrato un rapido sviluppo nelle ultime due decadi, a causa del significativo aumento della disponibilità di sistemi digitali per la realizzazione di immagini ad alta risoluzione, alle varie scale dimensionali (dal nano al macro). Tra le varie tecniche di acquisizione disponibili ricordiamo: (i) microscopia ottica, (ii) microscopia elettronica in scansione (SEM), microscopia a forza atomica (AFM), microscopia ai raggi-X (Scanning Transmission X-ray Microscopy (STXM)).

In questa sede ci si limita ad una descrizione del concetto alla base della tecnica, senza scendere nei dettagli di natura matematica.

Nonostante i metodi tradizionali di misura delle deformazioni siano ancora ampiamente diffusi sia nel settore della ricerca che dell'industria, le tecniche DIC mostrano dei vantaggi significativi per alcune applicazioni specifiche. Solo per citare gli aspetti più rilevanti, si ricorda che le tecniche DIC permettono (i) una misura accurata della deformazione in modalità non-contatto, (ii) la possibilità di andare a monitorare la deformazione in molti punti specifici della medesima struttura (che possono anche essere individuati dopo la prova) e (iii) la assoluta indipendenza dalla scala dimensionale caratteristica del campione.

I principi delle tecniche DIC attualmente in uso sono ancora essenzialmente analoghi a quelli originariamente proposti nell'ambito delle tecniche anemometriche per la mappatura dinamica di un flusso di particelle che si evolvono all'interno di un fluido.

La sola differenza è che nella meccanica dei solidi ogni singola particella è rimpiazzata con una porzione finita di superficie (sub-dominio), al cui centro è definito un marker, il cui movimento viene tracciato, come descritto nella figura sottostante. Ogni sub-dominio ha una sua dimensione caratteristica (misurata in pixel<sup>2</sup>), che può essere preimpostata insieme al numero di sub-domini presenti sull'immagine.

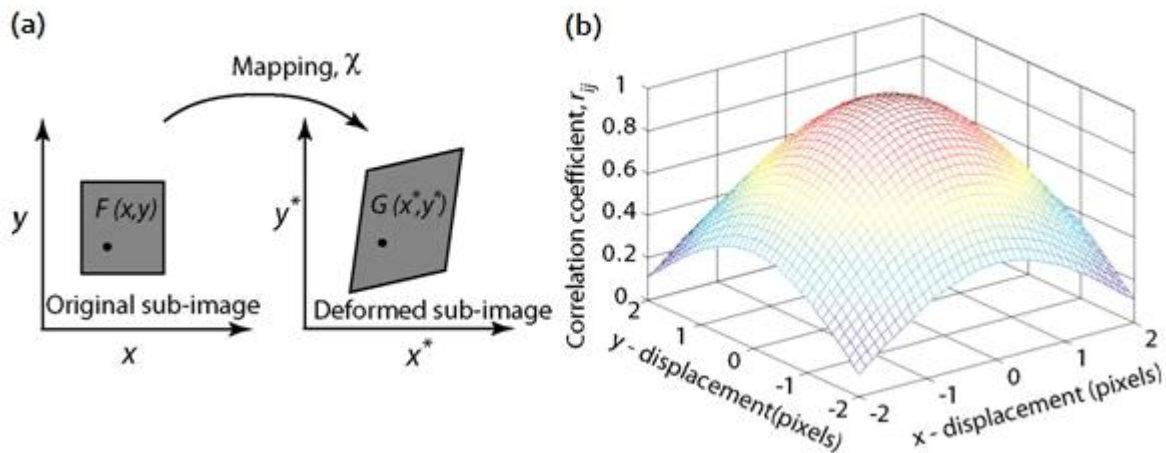


Fig. 2.1

È necessario inoltre considerare il fatto che i sub-domini che vengono tracciati (figura soprastanti) possono ovviamente subire essi stessi deformazioni e/o distorsioni, e quindi cambiare nel corso della sequenza di analisi la loro geometria.

In ogni modo, il principio alla base della tecnica è che la nuova posizione di un sub-dominio può essere calcolata grazie alla determinazione della funzione di correlazione tra il sub-dominio di riferimento e le varie (sequenziali) posizioni che acquisisce nei vari passi della analisi.

La nuova posizione più probabile (e quindi la funzione "spostamento") di un sub-dominio è quella che dà il valore massimo della funzione di correlazione. In altre parole, gli spostamenti sono trovati come:

$$(u^*, v^*) = \arg \max \chi(u, v) \quad (1)$$

Dove  $\div$  è la funzione di correlazione,  $(u,v)$  tutti i possibili valori di spostamento lungo le due coordinate sul piano dell'immagine e  $(u^*, v^*)$  la coppia di valori di spostamento finale che corrispondono al massimo della funzione di correlazione.

Dividendo l'immagine in un determinato numero di sub-domini è possibile calcolare la mappa bidimensionale degli spostamenti, dai quali si può (ovviamente) calcolare il campo di deformazioni.

È importante notare come tale tecnica possa portare ad avere una risoluzione dell'ordine di 1/1000 pixels.

In questo progetto, è stata utilizzata una routine in Matlab in cui è implementata tale procedura DIC, tramite l'utilizzo della funzione di libreria `cpcorr`.

Il software permette di eseguire in sequenza le seguenti operazioni:

1. Definizione della sequenza di file da analizzare e definizione della immagine di riferimento
2. Definizione della griglia di marker di riferimento e delle sue dimensioni
3. Definizione della dimensione dei sub-domini
4. Definizione di eventuali filtri da applicare sulle immagine in fase di pre-processing
5. Analisi delle immagini e calcolo dei vettori di spostamento per ogni marker e per ogni immagine;
6. Post-processing
  - a. Filtro dei marker che non sono stati tracciati adeguatamente
  - b. Filtro dei marker che hanno mostrato oscillazioni randomiche
  - c. Filtro dei marker che si sono mossi eccessivamente rispetto ai vicini
  - d. Creazione delle mappe 2D degli spostamenti e delle deformazioni lungo l'intera sezione dei pannelli
  - e. Analisi specifica di aree selezionate dell'immagine, al fine della individuazione di cedimenti localizzati sui pannelli
  - f. Tracciatura di singoli punti in cui è stata individuata la lacerazione della schiuma e individuazione dell'innesco del cedimento del pannello

**Trasferimento del know-how acquisito ad ENEA – applicazione su prove meccaniche macroscopiche**

Nelle figure sottostanti è mostrato un esempio significativo di applicazione delle metodologie DIC allo studio dei campi di deformazione nel corso di una delle prove di flessione realizzate presso ENEA.

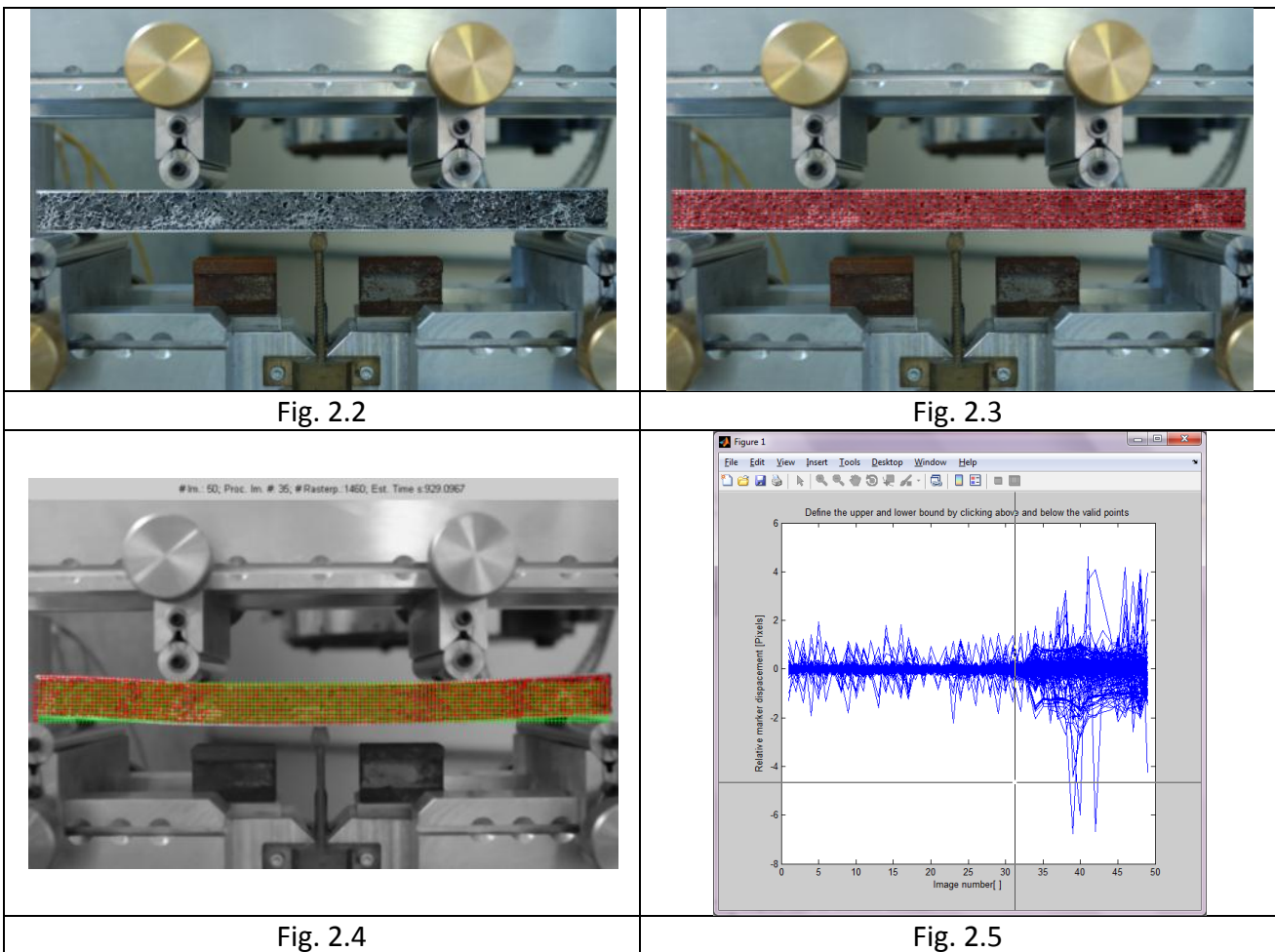
La procedura di seguito descritta è stata implementata presso l’università di Roma TRE e successivamente trasferita ad ENEA, come previsto nel progetto.

Le figure 2.2-2.3 mostrano il processo di definizione della griglia di marker (riferimento). Il numero dei marker e la dimensione dei sub-domini sono stati individuati a seguito di un processo di ottimizzazione, mirato ad ottenere la necessaria risoluzione spaziale in termini di deformazione (che ovviamente deve essere significativamente inferiore alla dimensione media delle celle) mantenendo dei tempi relativamente brevi per l’esecuzione dell’analisi.

Nel caso dell’esempio riportato in figura 2.3, sono stati definiti oltre 1000 marker (associati ad altrettanti sub-domini) distribuiti uniformemente lungo tutta la sezione del pannello. La dimensione di ogni sub-dominio è stata fissata pari alla metà della distanza tra i marker, in modo da garantire un sufficiente livello di sovrapposizione tra di essi (e quindi avere una elevata qualità dei risultati in termini di tracciabilità di ogni marker).

In fig. 2.4 è mostrata la distribuzione dei marker (griglia verde) nel corso di un generico step intermedio dell’analisi, mentre in fig. 2.5 si riporta un esempio della fase di post-processing di eliminazione dei markers che hanno mostrato un comportamento randomico nel corso delle prove.

La distribuzione della griglia così ottimizzata ha permesso, nel corso della fase di post-processing, di poter mappare la deformazione lungo tutta la sezione, e andare a individuare in modo estremamente accurato i fenomeni di cedimento del pannello, come di seguito descritto.



Nelle figure 2.6-2.20 è mostrato, a titolo esemplificativo, un set di dati relativi ad una prova di flessione su uno dei pannelli in esame. La fig. 2.7 mostra i risultati per il campo di spostamento (rispetto alla configurazione indeformata) relativo alla immagine riportata in fig. 2.6 (che si riferisce ad uno stato iniziale della prova).

La figura 2.7 descrive la tipica distribuzione degli spostamenti caratteristica di una flessione a 4 punti per un materiale omogeneo ed isotropo, e conferma che (a questo stadio della prova) non ci fossero effetti di deformazione localizzata correlati alla struttura cellulare del pannello.

La mappa 3D degli spostamenti corrispondente alla fig. 6 è riportata in fig. 15.

Nelle figure 2.16-2.17 è riportato il campo degli spostamenti calcolato per un ulteriore stadio intermedio della prova (successivo rispetto al precedente). In questo caso, la mappatura degli spostamenti mostra chiaramente un fenomeno di cedimento localizzato in corrispondenza di uno dei due appoggi laterali, probabilmente dovuto al cedimento localizzato per taglio della schiuma.

È notevole il fatto che, a questo stadio della prova, né i sensori di spostamento macroscopici né l'osservazione visiva del campione avessero identificato il cedimento.

Andando avanti con il test (fig. 2.10-2.11) il cedimento per taglio innescatosi precedentemente si propaga in modo irreversibile e diventa chiaramente identificato anche dai sensori di spostamento macroscopici installati (lvdt in questo caso). Le mappe 3D degli spostamenti lungo la prova sono riportate anche nelle fig. 2.14-2.20. Ovviamente, l'analisi del campo di spostamento per ogni singola immagine permette di ottenere (per semplice derivazione) il campo di deformazione sull'intera sezione del pannello, come riportato in fig. 2.12, in cui si evidenzia chiaramente l'elevato campo di deformazione in corrispondenza del punto di cedimento.

È importante ricordare che questa tecnica permette di ottenere la distribuzione 2D della deformazione per tutte le immagini realizzate (che nel caso della prova qui riportato era pari a 122), e garantisce quindi una mole di dati estremamente significativa per l'analisi dettagliata dei fenomeni di cedimento del pannello.

Un esempio è riportato nelle figure 2.21-2.23: una volta individuato la possibile posizione del primo cedimento del pannello, si può andare a studiare nel dettaglio l'evoluzione locale degli spostamenti nel corso della prova, andando a individuare un limitato set di markers localizzati nell'intorno della zona di rottura (identificati dai pallini rossi in fig. 2.21-2.22).

Non appena individuati i markers, si può tracciare lo spostamento di tali markers nel corso delle n prove realizzate.

Nell'esempio di fig. 2.23, viene tracciata la distanza tra due gruppi di markers posizionati nell'intorno della zona di lacerazione del pannello (lembo superiore e lembo inferiore della cricca) nel corso della prova.

Dopo una fase iniziale in cui gli spostamenti relativi tra i marker sono essenzialmente compatibili con un campo di deformazione elastico, si individua chiaramente il momento esatto dell'innescarsi del cedimento (indicato da una freccia blu in figura 2.23), che poi si evolve irreversibilmente fino al termine della prova.

Essendo ogni immagine realizzata univocamente correlata al carico applicato misurato, è stato quindi possibile identificare il carico di innescarsi dei pannelli di cedimento del pannello, insieme alla posizione esatta del cedimento medesimo.

In conclusione, lo strumento sviluppato in questo progetto si è rivelato quindi una tecnologia abilitante per lo studio dei fenomeni di cedimento in pannelli sandwich con core in schiuma di alluminio, in quanto:

1. La tecnica permette di ottenere la mappa 2D ad alta risoluzione delle deformazioni nel corso dell'intera prova, con una elevata risoluzione spaziale (sicuramente  $< 0.2$  mm) ed una risoluzione temporale pressoché illimitata, viste le potenzialità delle attuali fotocamere digitali;
2. Dalla analisi di ogni set di dati si può individuare, in modo univoco per ogni prova, la posizione ed il carico esatti di cedimento del pannello;
3. La tecnica permette, in fase di post-processing, di andare ad analizzare nel dettaglio l'evoluzione delle deformazioni nel punto identificato di cedimento;
4. L'estrema semplicità, versatilità ed economicità della prova permette l'utilizzo routinario della tecnica come strumento di caratterizzazione meccanica di tali materiali
5. L'utilizzo di tale strumento su materiali fortemente disomogenei quali le schiume di alluminio risulta essere fondamentale per incrementare l'affidabilità in esercizio dei pannelli.

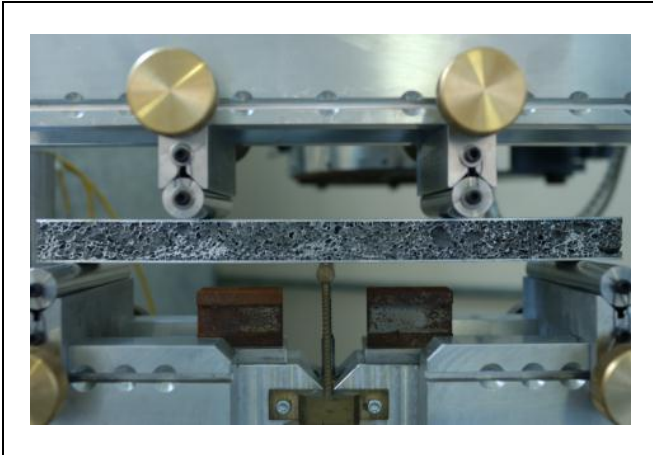


Fig. 2.6

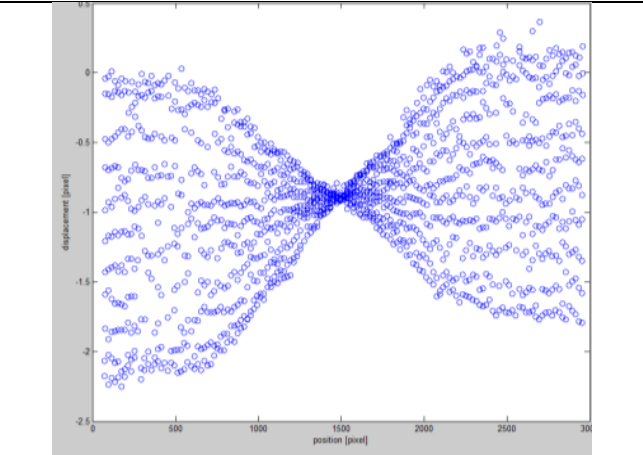


Fig. 2.7

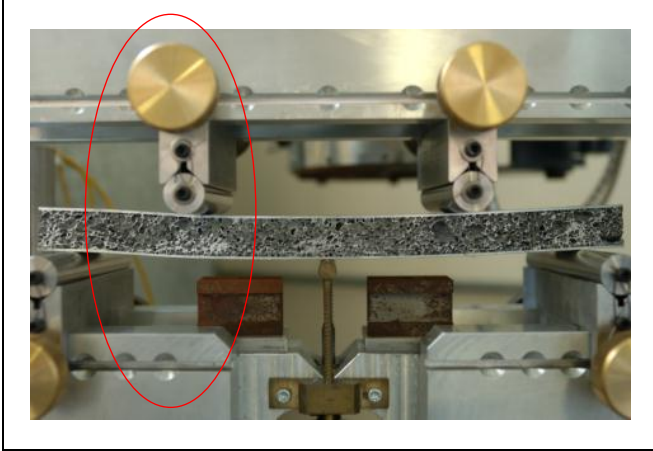


Fig. 2.8

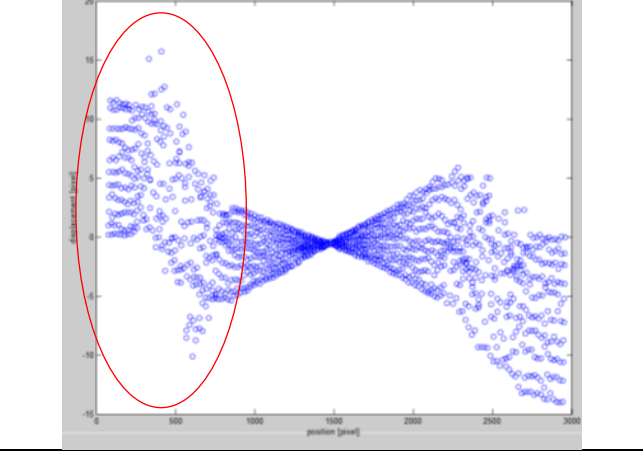


Fig. 2.9

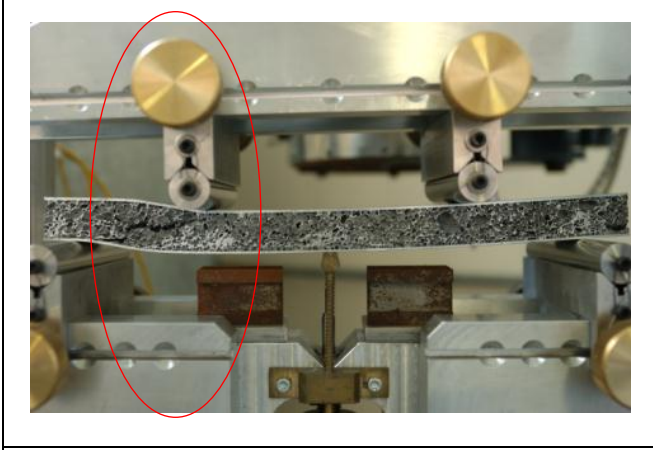


Fig. 2.10

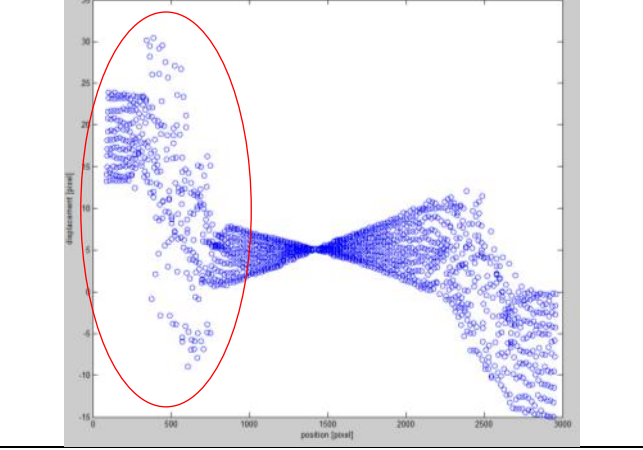


Fig. 2.11

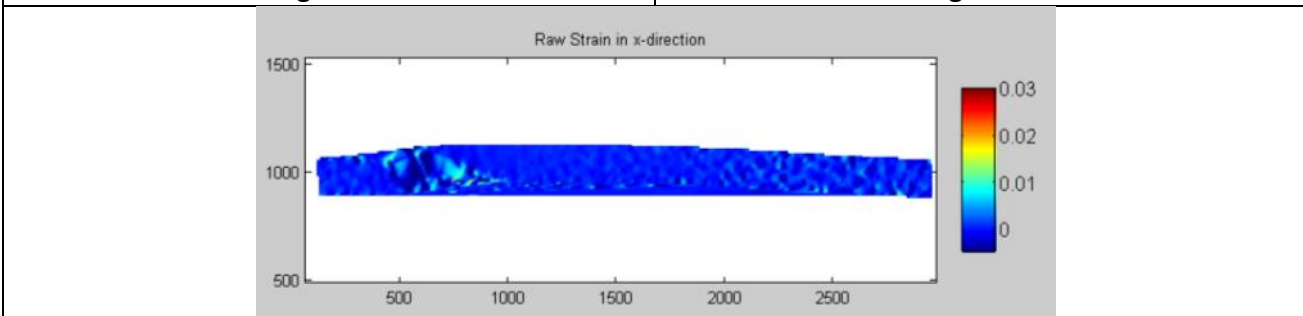


Fig. 2.12

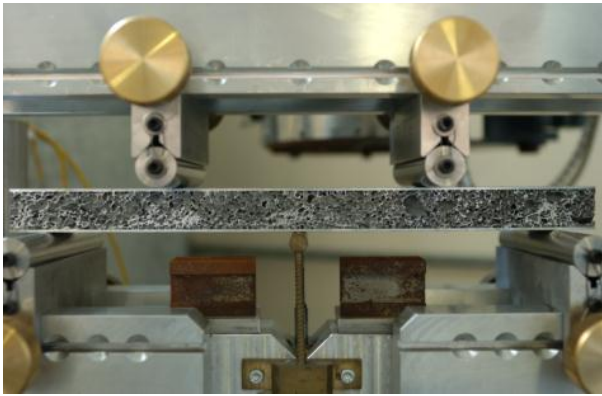


Fig. 2.13

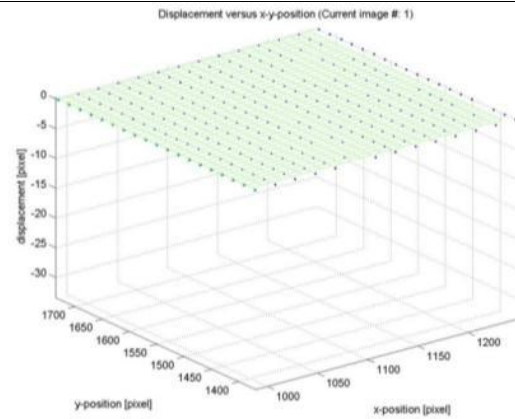


Fig. 2.14

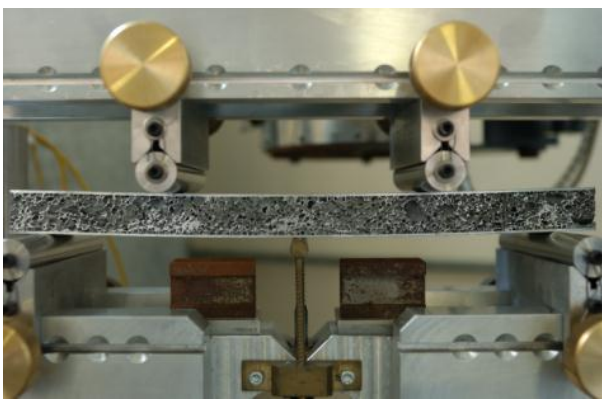


Fig. 2.15

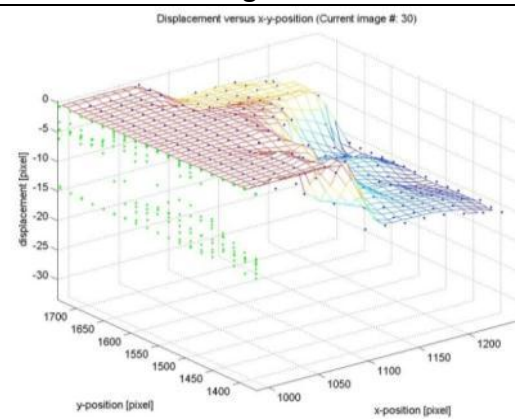


Fig. 2.16

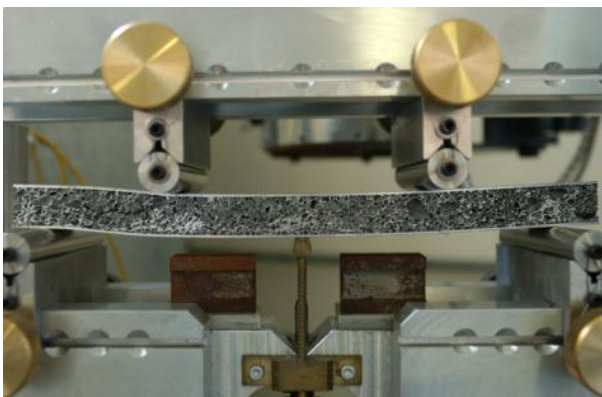


Fig. 2.17

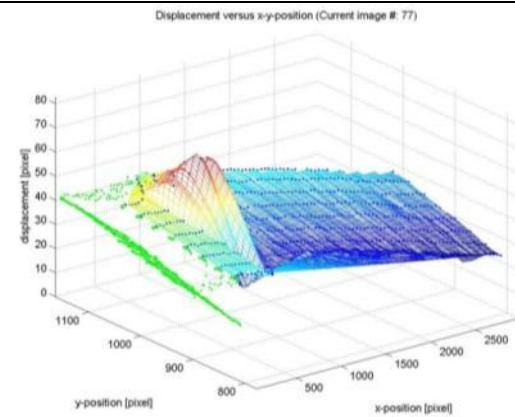


Fig. 2.18

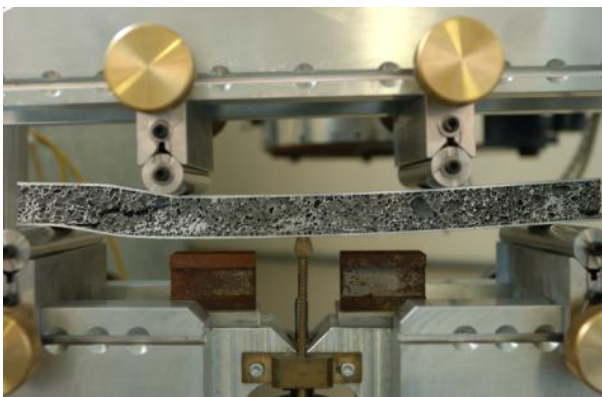


Fig. 2.19

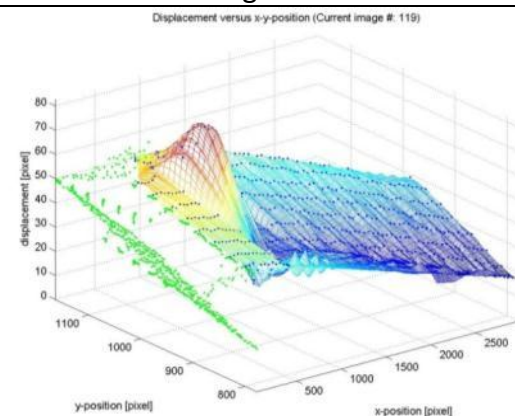


Fig. 2.20

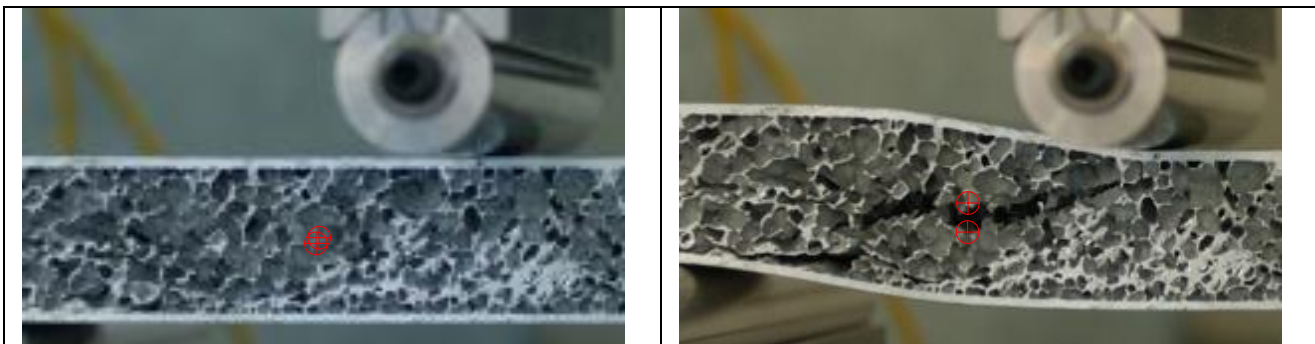


Fig. 2.21

Fig. 2.22

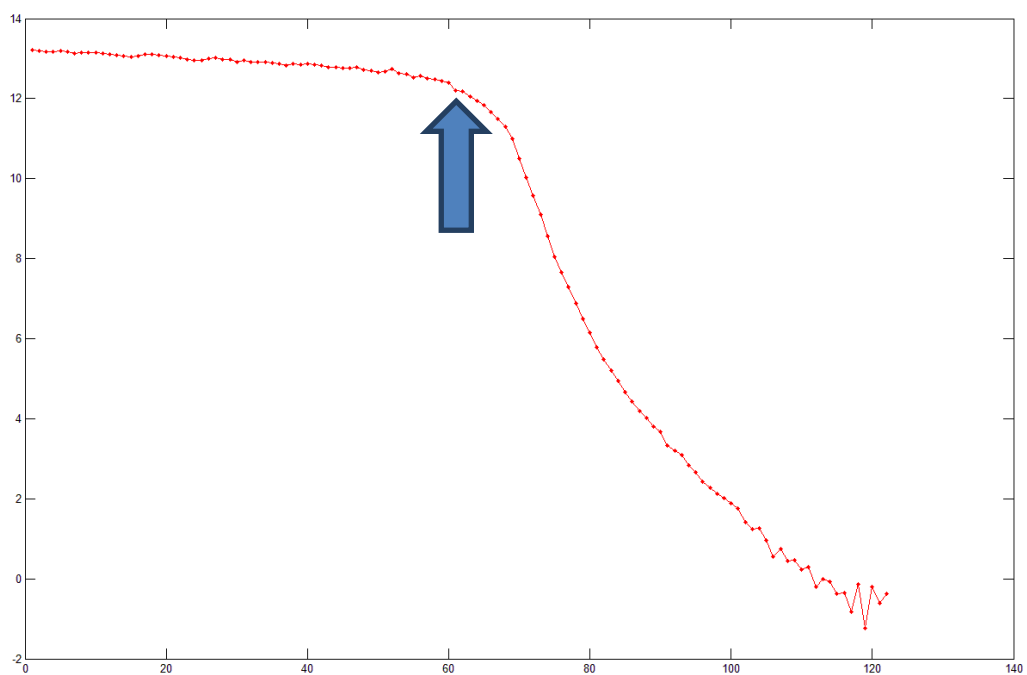


Fig. 2.23



## CAPITOLO3

### Modellazione e correlazione con il comportamento macroscopico

**Modellazione FEM per il calcolo dei micro-stress sulle pareti delle celle**

Il calcolo delle tensioni residue a partire dalle prove FIB-DIC di rilassamento (Incremental micro-scale ring-core method) ha richiesto lo sviluppo di uno specifico modello agli elementi finiti.

L’obiettivo del modello è stato quello di calcolare la componente media dello stress residuo a partire dalle deformazioni misurate (capitoli precedenti).

La necessità dello sviluppo di modelli numerici nasce dalla particolare geometria utilizzata (scasso anulare), che comporta un rilassamento parziale delle tensioni residue e quindi una correlazione tensione-deformazione non immediatamente ricavabile.

A questo fine, è stato sviluppato un modello agli elementi finiti, utilizzando il software commerciale ANSYS 9.0, che simula la rimozione di un volume toroidale da una superficie in cui sia stato preliminarmente applicato uno stato di stress residuo noto.

Alcuni dei modelli realizzati sono riportati nelle figure 3.2-3.4. I modelli consistono in un disco piano (realizzato utilizzando elementi quadratici assialsimmetrici) consistente in un rivestimento su substrato dissimile.

La realizzazione di un rivestimento serve unicamente a poter realizzare uno stato di stress residuo tramite l’applicazione nel modello di una differenza di temperatura.

L’algoritmo di calcolo delle funzioni di calibrazione e riassunto nella fig. 3.1. Innanzitutto, uno stato di stress equibiaassiale costante è imposto tramite l’applicazione di una differenza di temperatura al sistema. Lo stato di stress iniziale è quindi noto. Successivamente, la rimozione di materiale è simulata rimuovendo progressivamente gli elementi, come mostrato nelle figure 3.3-3.4.

Infine, le deformazioni di rilassamento  $\epsilon_r$  sono calcolate al termine di ogni passo incrementale, fino al raggiungimento dell’affondamento massimo.

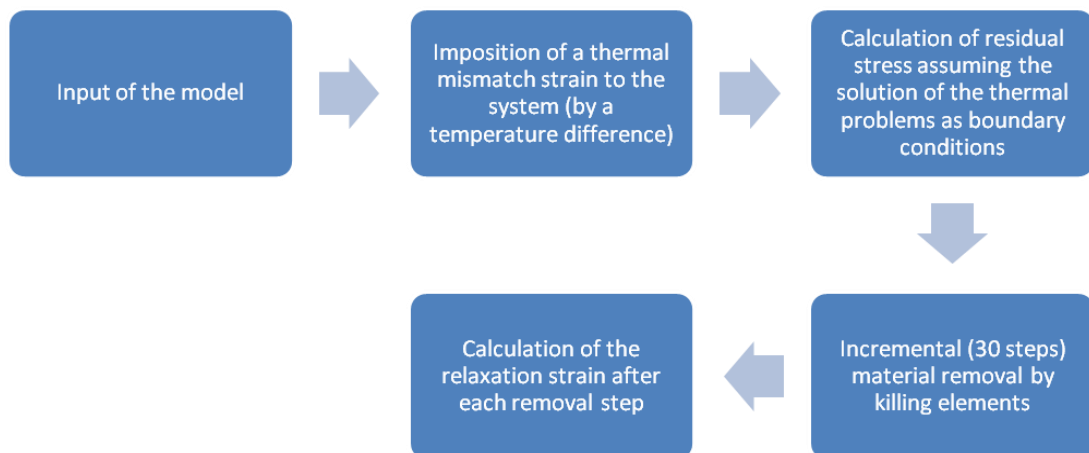


Fig. 3.1

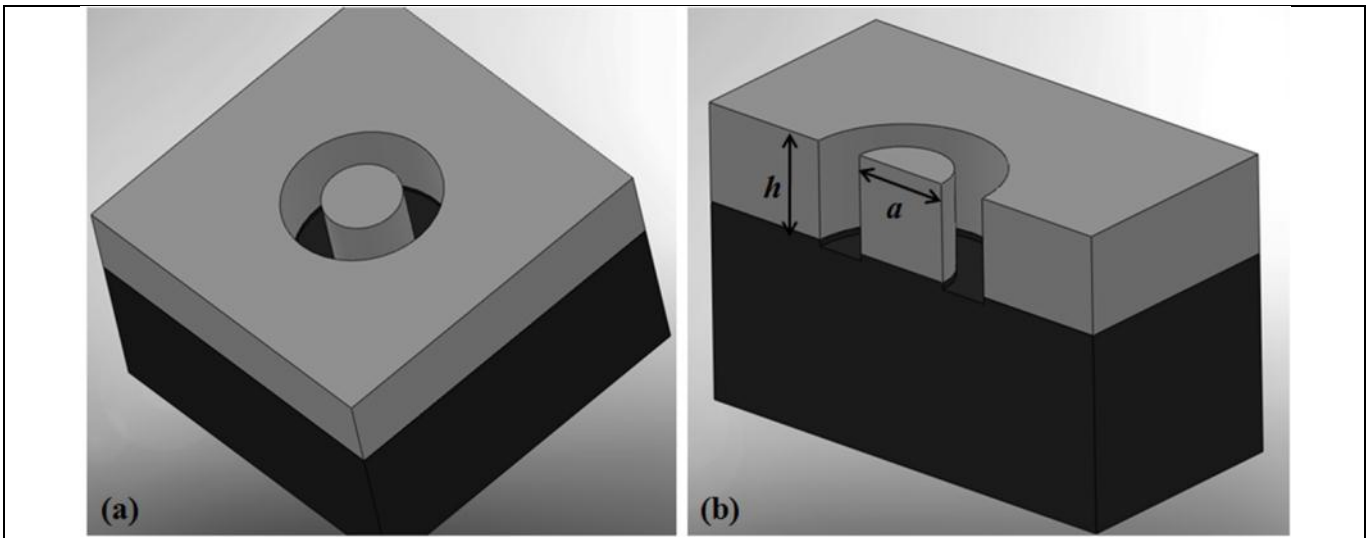


Fig. 3.2

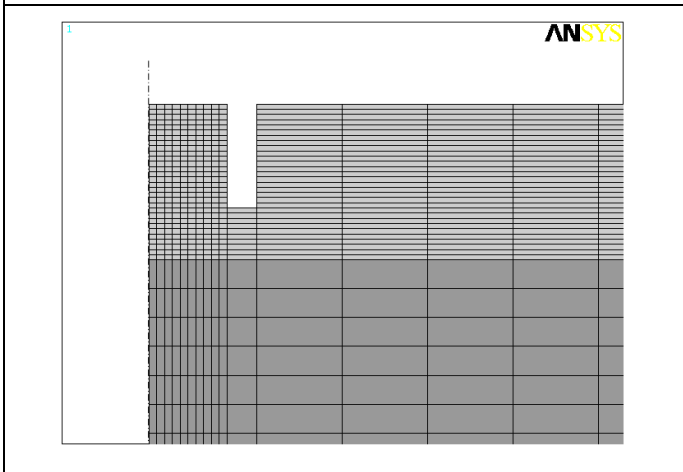


Fig. 3.3 detail of the axisymmetric FEM model of the ring drilling procedure: step 20 of 30.

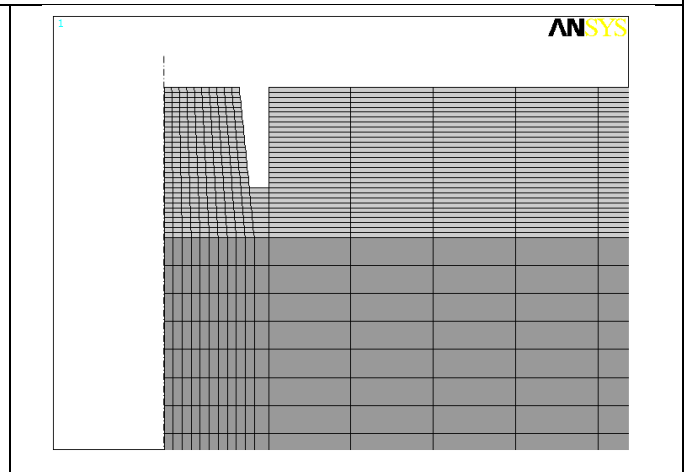


Fig. 3.4 detail of the axisymmetric FEM model with slope: step 20 of 30.

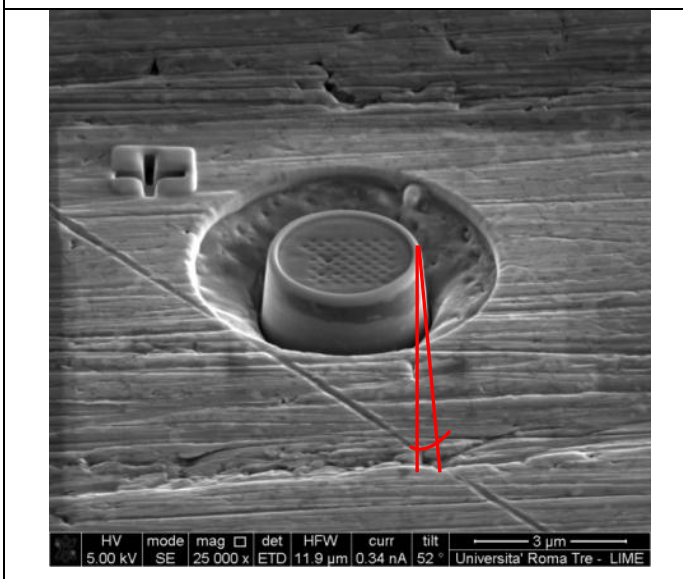


Fig. 3.5

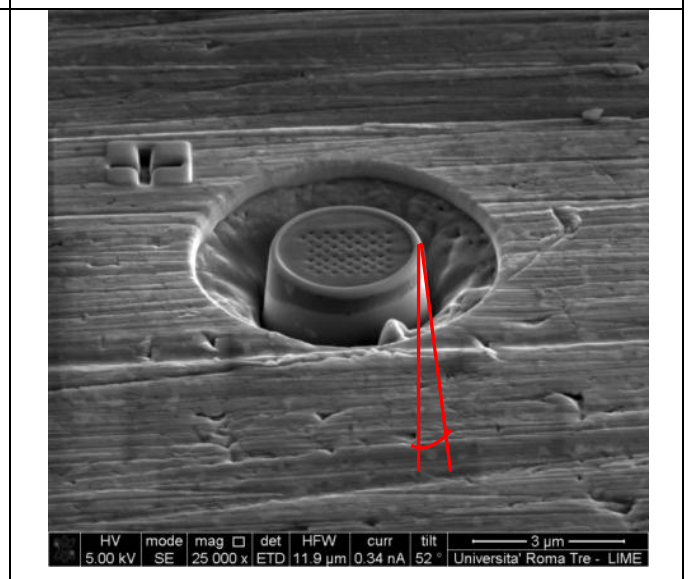


Fig. 3.6

Il risultato fondamentale ottenuto è riportato nella figura 3.7, in cui si mostra la curva di rilassamento simulate, normalizzata rispetto al modulo elastico biassiale.

Tale curva di calibrazione può essere utilizzata per il calcolo dello stress residuo per ogni singolo valore di h/d (essendo h la profondità dello scasso e d il diametro della micro-colonna realizzata), utilizzando la seguente espressione:

$$\bar{\sigma}_r = \varepsilon_r(h_{final}) \cdot \frac{E}{1-\nu} \cdot \frac{1}{A}$$

Essendo A ricavabile dalla figura 3.7.

Ad esempio, nel caso delle prove sulle schiume di alluminio, il valore fissato per h/d è stato pari a 0.45 (tab. I). In questo caso, la curva di calibrazione riportata in fig. 3.7 fornisce un coefficiente di calibrazione A = 1.112.

Tale coefficiente può essere quindi immediatamente utilizzato per il calcolo delle tensioni residue, come riportato nella tabella I del capitolo I. L'effetto della pendenza del pillar realizzato è stato preso in considerazione tramite lo sviluppo di modelli specifici, misurando la slope del pillar dopo ogni singolo test, come riportato nelle figure 3.3-3.6. Andando a considerare la pendenza reale dei pillar, il fattore di calibrazione medio calcolato è stato paria a A= 1.12.

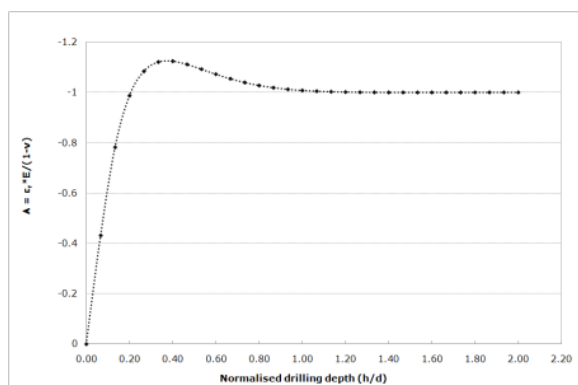


Figure 3.7

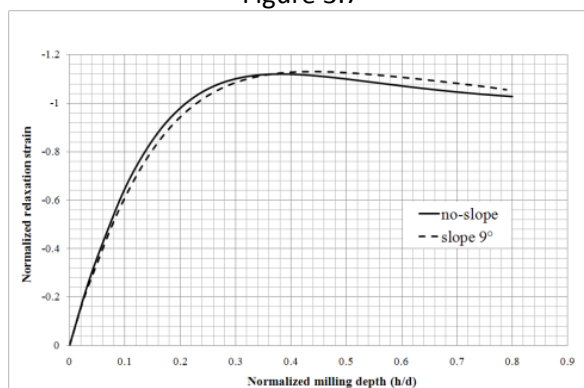


Figure 3.8 FEM modeling of the influence of lateral on relaxation strain profile during ring-milling over a residually stressed surface.

## **Correlazione tra le misure di stress residuo ed il comportamento macroscopico osservato**

Le due attività principali che sono state sviluppate nel corso della seconda annualità del progetto hanno portato ad un avanzamento significativo sulle conoscenze relative al comportamento meccanico delle schiume in esame, che possono essere così sintetizzati:

1. L'analisi locale ad alta risoluzione degli stress residui ha mostrato come esistano sicuramente dei gradienti di stress all'interno delle pareti di ogni singola cella, che possono essere solo ridotti (ma non eliminati) tramite la realizzazione di trattamenti termici di distensione. Tale campo di stress consiste essenzialmente in stati tensionali di compressione all'interno di grani di fase secondaria e di debole trazione all'interno della matrice;
2. I meccanismi di cedimento nel corso di prove di flessione e compressione macroscopica sono essenzialmente caratterizzati dall'innescamento (nelle fasi iniziali della prova) di micro-fessurazioni localizzate a livello della singola parete. Lo sviluppo delle tecnologie DIC per l'analisi localizzata delle deformazioni nel corso della prova ha permesso di identificare in modo estremamente accurato tali cedimenti

Tali informazioni sono fondamentali per la comprensione approfondita del comportamento meccanico di queste strutture e sono intrinsecamente correlati.

Difatti, il cedimento localizzato in tali materiali può essere immaginato come una funzione complessa di:

1. Durezza e modulo elastico intrinseci delle fasi costituenti la schiuma (analizzati nel dettaglio nel corso della prima annualità del presente progetto);
2. Coefficiente di incrudimento della matrice metallica;
3. Stato di tensione residua della schiuma (in particolare: gradienti di stress)
4. Presenza di micro-difettosità, quali cricche e porosità

Lo studio della distribuzione degli stress residui suggerisce quindi come la presenza di grani grossolani di fase secondaria possa essere non raccomandabile ai fini della ottimizzazione del comportamento meccanico macroscopico dei pannelli, in quanto tale distribuzione delle fasi produrrebbe eccessivi gradienti di tensione residua e potrebbe essere causa di punti di innescamento di frattura. È notevole il fatto che la presenza di grani grossolani di fase secondaria è spesso identificata nelle zone di interfaccia tra la pelle ed il core dei pannelli, a seguito di parziale ricottura localizzata della schiuma nel corso del processo di giunzione pelle-core.

I risultati ottenuti in questo lavoro suggeriscono quindi, in modo univoco, come eventuali trattamenti termici sulle schiume debbano essere mirati all'ottenimento di una dispersione fine delle fasi secondarie, in particolare in corrispondenza delle giunzioni pelle-core.

Tale microstruttura, ottenibile con trattamenti termici specifici a seconda del tipo di materiale, comporterebbe anche il necessario aumento della durezza media ed una ottimizzazione del coefficiente di incrudimento.

Il controllo della microstruttura all'interfaccia tra la pelle ed il core risulta un ulteriore elemento di fondamentale importanza, essendo anch'esso direttamente correlabile allo stato di stress residuo ed alle proprietà meccaniche intrinseche delle pareti delle celle.

## Conclusioni

Gli obiettivi preposti nell'allegato tecnico al contratto sono stati conseguiti, ed in particolare:

1. È stata sviluppata, per la prima volta in letteratura, una metodologia per l'analisi a risoluzione sub-micrometrica delle tensioni residue in singole fasi delle pareti cellulari di schiume in alluminio, e sono stati riscontrati risultati significativi che potranno avere un impatto decisivo sullo sviluppo di nuove metodologie di progettazione di tali strutture.
2. È stata sviluppata una metodologia per lo studio in non-contatto (tramite DIC) del comportamento meccanico dei pannelli. La metodologia è stata trasferita ad ENEA, come da contratto.

Infine, le conoscenze acquisite sono state utilizzate per proporre correlazioni tra lo stato di micro-stress misurato e il comportamento macroscopico osservato.

Sviluppi futuri delle attività potranno essere la realizzazione di campagne sistematiche su pannelli specificatamente sviluppati basandosi sulle conclusioni ottenute nel presente lavoro.

Ad esempio, una delle attività maggiormente interessanti potrebbe essere quella di variare la composizione dei precursori ed i parametri di espansione della schiuma per ottenere microstrutture controllate, caratterizzate da una distribuzione delle fasi ottimizzata e da una elevata durezza.

Un'altra possibilità data dalle tecniche DIC è quella di poter verificare quantitativamente l'affidabilità dei pannelli (utilizzando un approccio tipo Weibull) andando a studiare i modi di cedimento su un numero significativo di campioni, andando infine a quantificare la reale probabilità di sopravvivenza delle varie popolazioni di campioni analizzate.

## Riferimenti bibliografici

- [1] P. J. Withers, H. K. D. H. Bhadeshia, *Mater. Sci. Tech.* 17 (2001) 355-365
- [2] P. J. Withers, H. K. D. H. Bhadeshia, *Mater. Sci. Tech.* 17 (2001) 366-375
- [3] E. Bemporad, M. Sebastiani, M.H. Staia, E. Puchi Cabrera, *Surf. Coat. Tech.* 203 (2008) 566
- [4] K.J. Kang, N. Yao, M.Y. He, A.G. Evans, *Thin Solid Films* 443 (2003) 71–77
- [5] N. Sabaté, D. Vogel, A. Gollhardt, J. Marcos, I. Gràcia, C. Cané, B.N. Michel, *Nanotechnology* 17 (2006) 5264–5270
- [6] B. Winiarski, P. J. Withers, *Appl. Mech. Mater.* 24-25 (2010) 267-272
- [7] S. Massl, J. Keckes, R. Pippan, *Acta Mater.* 2007;55:4835
- [8] A.M. Korsunsky, M. Sebastiani, E. Bemporad, *Surf. Coat. Tech.* 205 (2010) 2393–2403
- [9] A. M. Korsunsky, M. Sebastiani, E. Bemporad, *Mater. Lett.* 63 (2009) 1961–1963
- [10] Digital Image Correlation (DIC) Matlab© functions, Johns Hopkins University and the Karlsruhe Institute of Technology, [www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/12413](http://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/12413)
- [11] M. Sebastiani, C. Eberl, E. Bemporad, G. M. Pharr, *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 7901– 7908

## Breve curriculum scientifico del gruppo di lavoro

### **GRUPPO DI SCIENZA E TECNOLOGIA DEI MATERIALI – DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA MECCANICA E INDUSTRIALE – UNIVERSITÀ DI ROMA TRE**

Il gruppo di Scienza e Tecnologia dei Materiali, brevemente "STM" si avvale di un organico medio di almeno 10 unità: tre di personale strutturato (due professori ordinari e un tecnico), DUE RICERCATORI, tre dottorandi, due assegnisti più altri collaboratori finanziati su progetti di ricerca inclusa una persona con mansioni tecnico amministrative; a questi si affiancano personale in formazione su progetti di ricerca con partecipazione industriale e giovani tesisti sia della laurea triennale sia della laurea magistrale in ingegneria meccanica.

Le attività di ricerca possono essere riassunte secondo due tematiche principali:

- Studio di proprietà superficiali di sistemi rivestiti di interesse per l'ingegneria meccanica e dei microdispositivi mediante progettazione numerica ed analitica, tecniche di caratterizzazione avanzate, prove tecnologiche meccaniche, tribologiche e chimiche.
- sviluppo di metodologie avanzate multiscala per la caratterizzazione morfologica, strutturale e compositiva dei materiali mediante sonde ottiche ioniche, elettroniche e a contatto.

Gli obiettivi delle due tematiche risultano quindi:

- Sviluppo di tecniche e individuazione di indicatori di prestazione per l'applicazione delle correlazioni nanostruttura-microstruttura-processo-proprietà-prestazione al controllo e all'ottimizzazione del trattamento dei materiali specialmente per lo sviluppo di rivestimenti antiusura e resistenti a corrosione.
- Sviluppo di metodologie mediante approccio DOE (Design of Experiment) per la caratterizzazione nano e microstrutturale dei materiali e l'analisi delle correlazioni nanostruttura-microstruttura-proprietà-prestazioni, finalizzate alla predizione del comportamento dei materiali in condizioni reali di impiego, dell'affidabilità e delle modalità di degrado (failure analysis).

Il gruppo conduce le proprie attività di ricerca in tre strutture, il Laboratorio Interdipartimentale di Microscopia Elettronica (LIME), il laboratorio di Tecnologia dei Materiali (MATEC) collocato nella sezione Materiali e Misure del laboratorio sperimentale di ingegneria meccanica e industriale ed il laboratorio di elaborazione dati, elaborazione dell'immagine e modellistica dei materiali (MATEDP), collocato nell'area di Calcolo per la Ricerca del DIMI.



## Cooperazioni scientifiche internazionali

- University of Tennessee, Department of Materials Science and Engineering and Oak Ridge National laboratories (ORNL): prof. George M. Pharr
- Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Campus Nord, Institut für Materialforschung II: Dr. Christoph Eberl
- University of Oxford Department of Engineering Science, prof. Alexander Korsunsky;
- SIOMEC (Saxonian Institute of Surface Mechanics) and Technische Universität Chemnitz, dr. Norbert Schwarzer
- Central University of Venezuela, School of Metallurgy and Materials Science, prof. Mariana Staia and Eli Saúl Puchi-Cabrera
- Lille University Laboratoire de Mécanique, prof. Jacky Lesage and Didier Chicot
- Karlsruhe Forschungszentrum, Dr. Wilhelm Pfleging
- University of Rosario (Argentina), prof. J. N. Feugeas

## Parco Strumenti disponibile presso l'unità di ricerca:

**Piattaforma dual beam FEI Helios NanoLab 600**, composta da FEG-SEM (FEI Elstar) e colonna a fascio ionico (FEI Sidewinder, sorgenti ioni Gallio) equipaggiata con detector STEM, software e hardware per la preparazione di lamelle TEM, EDS (Oxford EDS digital system);

**Microscopio elettronico a scansione (FEI XL30)**, con filamento in esaboruro di lantanio, detectors BSE, SC, CL, EDS Edax Phoenix, real-time e lavoro in couterza)

**Microscopio elettronico a trasmissione (FEI CM120)**, con filamento in esaboruro di lantanio, double tilt, nano sonda, set-up analitic, EDS Edax DX 4) - digital camera Olympus Mega view III

**Microscopi ottici Nikon**, che includono uno stereomicroscopio, un microscopio dritto ed un microscopio verticale (con la possibilità di luce riflessa e trasmessa, polarizzata e Nomarskifilters)

**Diffrattometro rX: Scintag X1** con pdf4 database

Microdiffrattometro Bruker AXS, con tubo RX ad anodo rotante Cuka con detector di area (HI-STAR)

**Microscopio a forza atomica (NT-MDT)**, contact, semi-contact, lateral force ed altre modalità di misura)

**Nanoindentatore e nanoscratch Agilent G200** (carico applicato 0-500 mN, acquisizione continua e controeazionata di forza e affondamento, misura continua della rigidezza di contatto, stage piezoelettrico per il nano-posizionamento con accuratezza 2 nm, utilizzabile anche per la ricostruzione tridimensionale delle impronte)

**Microdurometro Vickers Knoop (Mitutoyo HM124)**, carico tra 0,5 e 2000 gf, tavola xy digitale, obiettivo 10X, 50X, 100X)

**Scratch Tester CSM Revetest** (carico 0-200N, indentatore Rockwell C, analisi dei carichi critici tramite microscopio ottico, emissione acustica e misura del coefficiente di attrito);

Tape test kit

**Profilometro in non-contatto**, testa confocale/interferometrica, LEICA 3DDCM

**Camera a nebbia salina** (Angelantoni) - Standard UNI, ASTM, DIN

**Tribometro per prove di usura complessa** di rivestimenti sottili. Possibilità di movimentazione su tre assi (accuratezza 1  $\mu\text{m}$ ). Controllo di forza con risoluzione 1 gf.

**Strumento per la misura dell'angolo di contatto**

Stage porta-campione mobile su tre assi (X,Y,Z), sensibilità di 1  $\mu\text{m}$  obiettivo 6X; Possibilità di utilizzare lo strumento secondo i due metodi Pendant Drop e Sessile Drop.

## Pubblicazioni del gruppo degli ultimi 3 anni

<b>Pubblicazioni su riviste internazionali con IF, indicizzate ISI e Scopus (2009-2012)</b>			
2012	Optimized coating procedure for the protection of TiAl intermetallic alloy against high temperature oxidation	Varlese F. A., Tului M., Sabbadini S., Pellissero F., Sebastiani M., Bemporad E.	Intermetallics
2012	Kircherite, a new mineral of the cancrinite - sodalite group with a 36-layer stacking sequence: occurrence and crystal structure	Cámara F, Bellatreccia F, Della Ventura G, Gunter M E, Sebastiani M, Cavallo A	American Mineralogist
2012	Effects of nanosilica addition on workability and compressive strength of Portland cement pastes	Berra M, Carassiti F., Mangialardi T., Paolini A. E., Sebastiani M.	Construction and Building Materials
2012	Influence of mechanical properties of tungsten carbide-cobalt thermal spray coatings on their solid particle erosion behaviour	Santana Y Y, La Barbera-Sosa J G, Bencomo A, Lesage J, Chicot D, Bemporad E, Puchi-Cabrera E-S, Staia H. M.	Surface Engineering
2012	High resolution residual stress measurement on amorphous and crystalline plasma-sprayed single-splats	Sebastiani M., Bolelli G., Lusvarghi L., Bandyopadhyay P.P., Bemporad E.	Surface and Coatings Technology
2012	Effects of intra-crystalline microcracks on the mechanical behavior under indentation of a marble	Bandini A., Sebastiani M., Bemporad E.	International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences
2012	FIB/SEM and SEM/EDS microstructural analysis of metal-ceramic and zirconia-ceramic interfaces	MASSIMI F., MERLATI G., SEBASTIANI M., BATTAINI P., MENGHINI P., BEMPORAD E.	Bulletin du Groupement International pour la Recherche Scientifique en Stomatologie et Odontologie
2012	X-ray diffraction study of microstructural changes during fatigue damage initiation in steel pipes	Pinheiroa B., Lesage J., Pasqualino I., Benseddiq N., Bemporad E.	Materials Science and Engineering A
2012	Residual stress measurement in thin films at sub-micron scale using Focused Ion Beam milling and imaging	Xu Song; Kong Boon Yeap; Jing Zhu; Jonathan Belnoue; Marco Sebastiani; Edoardo Bemporad; Kaiyang Zeng; Alexander Korsunsky	Thin Solid Films
2012	Wear mechanisms and in-service surface modifications of a Stellite 6B Co-Cr alloy	M. Sebastiani, V. Mangione, D. De Felicis, E. Bemporad, F. Carassiti	Wear
2012	An easy way to measure surface free energy by drop shape analysis	Mazzola L., Bemporad E., Carassiti F.	Measurement
2012	An innovative non-contact method to evaluate Surface Free Energy on micro-areas	Mazzola L., Sebastiani M., Bemporad E., Carassiti F.	Journal of Adhesion Science and Technology

2012	Effects of nanosilica addition on workability and compressive strength of Portland cement pastes	M. Berra, F. Carassiti, T. Mangialardi, A.E. Paolini, M. Sebastiani	Construction and Building Materials
2011	Ricoprimenti CAE-PVD: Difetti e Corrosione	Bemporad E., Sebastiani M., Mangione V., Carassiti F.	Trattamenti e Finiture
2011	Growth and Characterisation of LaZr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> Buffer Layers Deposited by Chemical Solution Deposition (Superconductivity Centennial Conference)	Angrisani A.A., Augieri A., Fabbri F., Freda R., Galluzzi V., Mancini A., Rizzo F., Rufoloni A., Vannozzi A., Sotgiu G., Pompeo N., Torokhtii K., Silva E., Bemporad E., Contini G., Celentano G.	Physics Procedia
2011	Residual stress measurement in thin films using the semi-destructive ring-core drilling method using Focused Ion Beam	X. Song, K.B. Yeap, J. Zhu, J. Belnoue, M. Sebastiani, E. Bemporad, K.Y. Zeng, A.M. Korsunsky	Procedia Engineering
2011	Depth-resolved residual stress analysis of thin coatings by a new FIB-DIC method	M. Sebastiani, C. Eberl, E. Bemporad, G. M. Pharr	Materials Science and Engineering: A
2011	Focused Ion Beam and Transmission Electron Microscopy as a powerful tool to understand localized corrosion phenomena	E. Bemporad, M. Sebastiani, D. De Felicis, V. Mangione, F. Carassiti	Corrosion Reviews
2011	Influence of Mechanical Properties of Tungsten Carbide-Cobalt Thermal Spray Coatings on their Solid Particle Erosion Behavior	Yucelys Y Santana, José G La Barbera-Sosa, Alfonso Bencomo, Jacky Lesage, Didier Chicot, Edoardo Bemporad, Eli S Puchi-Cabrera, Mariana H Staia	Surface Engineering
2011	Effect of composition on mechanical behaviour of diamond-like carbon coatings modified with titanium	Caschera, F. Federici, L. Pandolfi, S. Kaciulis, M. Sebastiani, E. Bemporad, G. Padeletti	Thin Solid Films
2011	Use of nanosilica in cement-based materials. Part II. Leaching behaviour of cement pastes	M. Berra, F. Carassiti, T. Mangialardi, A.E. Paolini, M. Sebastiani	Cement and Concrete Composites
2011	Filler–matrix interaction in solid-state foaming of composite foams	L.Mazzola, E. Bemporad, E.A. Squeo, F. Trovalusci and V. Tagliaferri	Journal of Cellular Plastic
2011	Flame treatment on plastic: a new surface free energy statistical prediction model and characterization of treated surfaces	L.Mazzola, E. Bemporad, F. Carassiti	Applied Surface Science
2011	On the Influence of Residual Stress on Nano-Mechanical Characterization of Thin Coatings	Sebastiani M., Bemporad E., Carassiti F.	Journal of Nanoscience and Nanotechnology.
2011	Surface Analysis and Osteoblasts Response of a Titanium Oxi-Carbide Film Deposited on Titanium by Ion Plating Plasma assisted (IPPA)	Mazzola L., Bemporad E., Misiano C., Pepe F., Santini P. and Scandurra R.	Journal of Nanoscience and Nanotechnology

2011	Residual stress measurement at the micrometer scale: focused ion beam (FIB) milling and nanoindentation testing	Sebastiani M. and Bemporad E. and Schwarzer N. and Carassiti F.	Philosophical Magazine: Structure and Properties of Condensed Matter
2010	Nell'ottica delle fibre	A. Calabrò, L.Mazzola	Trasferimento Tecnologico - rivista delle innovazioni tra scienza e lavoro
2010	Residual Stress Evaluation at the Micrometer Scale: Analysis of Thin Coatings by FIB milling and Digital Image Correlation	A. M. Korsunsky, M. Sebastiani, E. Bemporad	Surface and Coatings Technology
2010	Characterization of expanded austenite developed on AISI 316L stainless steel by plasma carburization	Molleja J. G. and Nosei L. and Ferròn J. and Bemporad E. and Lesage J. and Chicot D. and Feugeas J.	Surface & Coatings Technology
2010	Structural characterisation of High Velocity Suspension Flame Sprayed (HVSFS)	Bemporad E. and Bolelli G. and Cannillo V. and De Felicis D. and Gadow R. and Killinger A. and Lusvarghi L. and Rauch J. and Sebastiani M.	Surface & Coatings Technology
2010	Depth-sensing indentation modeling for determination of Elastic modulus of thin films	Tricoteaux A. and Duarte G. and Chicot D. and Le Bourhis E. and Bemporad E. and Lesage J.	Mechanics of Materials
2010	Fantappièite, a new mineral of the cancrinite-sodalite group with a 33-layer stacking sequence: Occurrence and crystal structure	Cámara F. and Bellatreccia F. and Della Ventura G. and Mottana A. and Bindi L. and Gunter M.E. and Sebastiani M.	American Mineralogist
2010	Effect of Titanium Carbide Coating by Ion Plating Plasma-Assisted Deposition on Osteoblast	Longo G., Girasole M., Pompeo G., Cricenti A., Misiano C., Acclavio A., Tizzoni A. C., Mazzola L., Santini P., Politi L., Scandurra R.	Surface and Coatings Technology
2010	On the measurement and interpretation of residual stress at the micro-scale	Korsunsky A.M. and Bemporad E. and Sebastiani M. and Hofmann F. and Dave S.	International Journal Of Modern Physics B (IJMPB)
2010	Austenite Modification of AISI 316L ss by Pulsed Nitrogen Ion Beams Generated in Dense Plasma Focus Discharges	Feugeas J. and Rico L. and Nosei L. and Gomez B. and Bemporad E. and Lesage J.	Surface and Coatings Technology
2010	F-substituted hydroxyapatite nanopowders: thermal stability, sintering behaviour and mechanical properties	Bianco A. and Cacciotti I. and Lombardi M. and Montanaro L. and Bemporad E. and Sebastiani M.	Ceramics International
2009	Hydrothermal N-doped TiO <sub>2</sub> : Explaining	D'Arienzo M. and Scotti R.	Applied Catalysis - B:

	photocatalytic properties by electronic	and Wahba L. and Battocchio C. and Bemporad E. b,	Environmental
2009	COMPLEX WEAR MEASUREMENT ON THIN COATINGS BY THE CRATERING METHOD	Bemporad E. and Comis E. and Sebastiani M. and Carassiti F. and Palumbo B.	LUBRICATION SCIENCE
2009	Preparation and mechanical characterization of dense and porous zirconia produced by gel casting with gelatin as a gelling agent	Tulliani J-M and Bartuli C. and Bemporad E. and Naglieri V. and Sebastiani M.	Ceramics International
2009	Mechanical properties of cellular ceramics obtained by gel casting: Characterization and modeling	Bartuli C. and Bemporad E. and Tulliani J-M and Tirillò J. and Pulci G. and Sebastiani M.	Journal of the European Ceramic Society
2009	Focused ion beam ring-drilling for residual stress evaluation	Korsunsky A.M. and Sebastiani M. and Bemporad E.	Materials Letters
2009	L'evoluzione del tradizionale	Bemporad E.	Roma Tre News
2009	Graded selective coatings based on zirconium and titanium oxynitride	RIZZO A and SIGNORE MA and TAPFER L and PISCOPIELLO E and CAPPELLO A and BEMPORAD E and SEBASTIANI M	Journal of physics d: applied physics

<b>Pubblicazioni su atti di congresso nazionali e internazionali (2009-2012)</b>			
2012	A New FIB-DIC Material Removal Method for Poisson's Ratio and Residual Stress Measurement in thin films	Sebastiani M., Bemporad E., Carassiti F.	Proceedings of 39th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego, USA, 23-27th April 2012
2011	Focused Ion Beam and Nanomechanical Tests for High Resolution Surface Characterisation	Bemporad E.	VIII Convegno INSTM sulla Scienza e Tecnologia dei Materiali, Aci Castello (CT), 26-29 Giugno 2011
2011	Tecniche di microscopia a Fascio Ionico Focalizzato ed Elettronica in Trasmissione come strumenti efficaci per la comprensione dei fenomeni di corrosione localizzata	Bemporad e., Sebastiani M., Mangione V., Carassiti F.	Atti Giornate Nazionali sulla Corrosione e Protezione, Villa Mondragone, Monte Porzio cartone 6-8 luglio 2011
2010	Focused ion beam and nanomechanical testing for high resolution materials characterization	Sebastiani, M., Bemporad E., Carassiti F.	10th Annual Micro Materials European User Meeting 27-28th Oct 2010, Politecnico Milano - Delegate Handbook
2010	Trasformazione ordine-disordine in sistemi Pt-Cu	Bemporad, E., Sebastiani M., De Felicis D	Atti del 10. Convegno Nazionale AIMAT, Capo Vaticano 5-8 settembre 2010
2010	A New Methodology For In-Situ Residual Stress Measurement In	M. Sebastiani, E. Bemporad, G. Melone, L. Rizzi, A. M.	AIP conference proceedings

	MEMS Structures	Korsunsky	
2010	FIB/SEM_ Analysis of Metal- and Zirconia-Ceramic Interfaces	Salvi, R. Merlati G., Battaini P., Sebastiani M., Massimi F., Menghini P. , Bemporad E.	Dental Materials: Abstracts of the Academy of Dental Materials Annual Meeting, Trieste, October 7-9 2010
2010	Tecniche di nanoindentazione statistica per la caratterizzazione nano-mecanica di materiali cementizi	Sebastiani M., Bemporad E., Mangialardi T., Paolini E.A., Carassiti F.	Atti del 10. Convegno Nazionale AIMAT, Capo Vaticano 5-8 Settembre 2010
2010	Focused Ion Beam and Nano-Mechanical Tests for High-Resolution Surface Characterization: Not So Far Away from Jewelry Manufacturing	Bemporad E. and Sebastiani M.	Proceedings of the 24th Santa Fe Symposium in Albuquerque, New Mexico, 16-19 May 2010
2009	Residual Stress Measurements at the Micrometric Scale: Focused Ion Beam (FIB) Milling and Nanoindentation Testing for Site-Specific Residual Stress	Sebastiani M., Bemporad E., Carassiti F., Schwarzer N.	VII Convegno INSTM sulla Scienza e Tecnologia dei Materiali, Tirrenia 9-12 giugno 2009
2009	Dense and porous zirconia prepared by gelatin and agar gel casting: microstructural and mechanical characterization	Tulliani J.M. and Naglieri V. and Bartuli C. and Pulci G. and Tirillo J. and Bemporad E. and Sebastiani M.	Proc. of the 11th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society-ECERS, Krakow, Poland, 21-25 June 2009
2009	Integrated approach for high resolution surface characterization: coupling focused ion beam with micro and nano mechanical tests	Bemporad E. and Sebastiani M. and Palmieri V. and Deambrosis S.	15th International Conference on Condensed Matter Nuclear Science
2009	ABRASIVE WEAR OF A COBALT-BASED ALLOY - STELLITE 6B; INVESTIGATION BASED ON ION PROBING TECHNIQUES	Sebastiani M. and Mangione V. and Carassiti F. and Bemporad E.	ECOTRIB-09 2nd European Conference on Tribology
2009	Deposition of TiO <sub>2</sub> Coatings: Comparison between High Velocity Suspension Flame Spraying (HVSFS), Atmospheric Plasma Spraying and HVOF-spraying	Bolelli G. and Cannillo V. and Lusvarghi L. and R. Gadow and Killinger A. and Rauch J. and Bemporad E. and Sebastiani M.	Thermal Spray 2009: Proceedings of the International Thermal Spray Conference