



Agenzia Nazionale per le Nuove Tecnologie,
l'Energia e lo Sviluppo Economico Sostenibile



Ministero dello Sviluppo Economico

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Analisi macro e micro strutturale dei materiali base e di giunti saldati di AFS

E. Bemporad, M. Sebastiani



Report RdS/2011/200

ANALISI MACRO E MICRO STRUTTURALE DEL MATERIALI BASE E DI GIUNTI SALDATI DI AFS
E. Bemporad, M. Sebastiani (Dipartimento di Ingegneria Meccanica e Industriale Università
Roma TRE)

Settembre 2011

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

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

Progetto: Studio per lo sviluppo di materiali innovativi per il risparmio di energia nel settore elettrico con particolare attenzione ai materiali per i mezzi di trasporto collettivi: Nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

Responsabile Progetto: Giovanni Pede, ENEA

Inquadramento programmatico.

Il Presente Report si inquadra nella Ricerca di Sistema Elettrico svolta dall'ENEA nell'ambito del relativo Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA.

La Ricerca di Sistema ha come obiettivo l'innovazione del Sistema Elettrico per migliorarne l'economicità, la sicurezza e la compatibilità ambientale, assicurando al Paese le condizioni per uno sviluppo sostenibile.

Per lo svolgimento delle attività di ricerca e sviluppo previste dal Piano Triennale della Ricerca di Sistema Elettrico il Ministero dello Sviluppo Economico ha stipulato Accordi di Programma con ENEA, CNR ed ERSE.

Le attività sono finanziate attraverso un fondo alimentato dalla componente A5 della tariffa di fornitura dell'energia elettrica, il cui ammontare viene stabilito dall'Autorità per l'Energia Elettrica e il Gas.

Nell'Accordo di Programma sono previsti temi di ricerca fondamentale e studi di carattere sistemico e prenormativo a totale beneficio dell'utente di sistema elettrico nazionale.

Le ricerche sono condotte dall'ENEA in collaborazione con le principali Istituzioni universitarie nazionali (oltre 28 Atenei e 65 diversi Dipartimenti coinvolti) e con le partecipate SOTACARBO e FN Nuove Tecnologie Avanzate. Nell'ambito dell'Accordo di Programma Triennale, l'ENEA ha terminato le attività terzo anno di attività.

L'accordo è meglio definito da un piano annuale di realizzazione, suddiviso in Attività. Ogni attività ha un contesto scientifico-programmatico di riferimento, suddiviso in aree e tematiche di ricerca, in ognuna delle quali sono definiti specifici progetti di ricerca, a loro volta suddivisi in obiettivi da perseguire.

Nel dettaglio, l'inquadramento programmatico completo del presente report è il seguente:

Accordo di Programma MSE-ENEA: Attività di ricerca e sviluppo di interesse generale per il sistema elettrico nazionale

Piano Triennale 2006-2008

Piano annuale di realizzazione Terza annualità (2008-2009): da realizzarsi tra l'ottobre 2010 ed il settembre 2011

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

Area di riferimento: razionalizzazione e risparmio nell'uso dell'energia elettrica

Tematica di ricerca: risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto elettrici

Progetto 3.5: studio per lo sviluppo di materiali innovativi per il risparmio di energia nel settore elettrico con particolare attenzione ai materiali per i mezzi di trasporto collettivi: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

Obiettivo E: Analisi dello stato dell'arte e qualificazione chimico/fisica di AFS standard e sviluppo di processi di schiumatura innovativi;

Obiettivo F: Sviluppo procedimenti di giunzione.

SOMMARIO

CAPITOLO1	6
Analisi microstrutturale e nanomeccanica dei materiali base	6
1.1 <i>Materiali analizzati</i>	7
1.2 <i>Obiettivi</i>	7
1.3 <i>Preparativa dei campioni:</i>	9
1.4 <i>Tecniche utilizzate:</i>	11
1.4.1 SEM-EDS:	11
1.4.2 Microdurezza e valutazione della curva ISE (ASTM E384)	11
Indentation Size Effect (ISE)	13
1.4.3 Nanoindentazione (UNI EN 14577/1-2).....	15
1.5 <i>Risultati (esposti per tecnica)</i>	20
1.5.1 <i>Analisi microstrutturali SEM-EDS</i>	20
Campione 1496	20
Campione 1498	24
1.5.2 <i>Tecnica utilizzata: Microdurezza Vickers</i>	29
Campione 1496	29
Campione 1497-Sezione A	30
1498 – profilo di microdurezza a partire dalla pelle	31
1.6 <i>Nanoindentazione</i>	33
1.6.1 AFS-schiuma, matrice della schiuma e seconda fase.....	33
CAPITOLO2	43
Analisi microstrutturale dei giunti saldati	43
2.1 <i>Materiali analizzati</i>	44
2.2 <i>Obiettivi</i>	44
2.3 <i>Preparativa dei campioni:</i>	45
2.4 <i>Risultati</i>	47
2.4.1 <i>Analisi micro strutturale ottica e di nano/micro durezza della MZ e valutazione della dimensione della HAZ delle saldature di AFS.</i>	47
Campione A2:.....	47
Campione A8:.....	47

Campione IQ:.....	48
2.5 <i>Analisi SEM/EDS con microanalisi della ZF e ZTA e valutazione della composizione locale del giunto saldato.</i>	50
Campione A2:.....	50
Campione Iq:	52
Campione A8:.....	53
2.6 <i>Confronto fra caratteristiche microstrutturali del MB e del giunto saldato.</i>	55

CAPITOLO1

Analisi microstrutturale e nanomeccanica dei materiali base

1.1 Materiali analizzati

Sono stati consegnati 3 campioni così identificati:

	<i>Codice LIME</i>	<i>Descrizione:</i>
1	1496	<i>Precursore AlMg1Si0.6</i>
2	1497	<i>Precursore AlSi10</i>
3	1498	<i>sandwich con core in schiuma metallica</i> <ul style="list-style-type: none">• <i>pelle:Al6082 (spessore 1,7mm)</i>• <i>core:AlSi6Cu6 (spessore 26,6mm)</i>

1.2 Obiettivi

- ❑ Caratterizzazione microstrutturale SEM-EDS: analisi della distribuzione delle fasi e analisi compositiva, sia sulla schiuma che all'interfaccia pelle schiuma, di pannelli AFS;
- ❑ Analisi microstrutturale delle interfacce tramite osservazione SEM;
- ❑ Analisi in sezione FIB-SEM
- ❑ Misura FIB-DIC degli stress residui sulle pareti della schiuma
- ❑ Caratterizzazione micromeccanica dei campioni dopo preparativa metallografica: analisi della microdurezza Vickers;
- ❑ Caratterizzazione nano-meccanica tramite nanoindentazione: analisi della nano-durezza e del modulo elastico.

1. Tecniche utilizzate (dettagli e parametri di prova in appendice)

- ❑ Microscopia SEM-EDS
- ❑ Microscopis FIB-SEM/FEG
- ❑ FIB-DIC ring-core method (stress residui)
- ❑ Microdurezza Vickers
- ❑ Nanoindentazione e profilo di nanoindentazione in corrispondenza delle interfacce

1.3 Preparativa dei campioni:

I campioni 1496 e 1497, sono stati sezionati longitudinalmente e trasversalmente alla loro direzione di laminazione, secondo lo schema di seguito riportato.

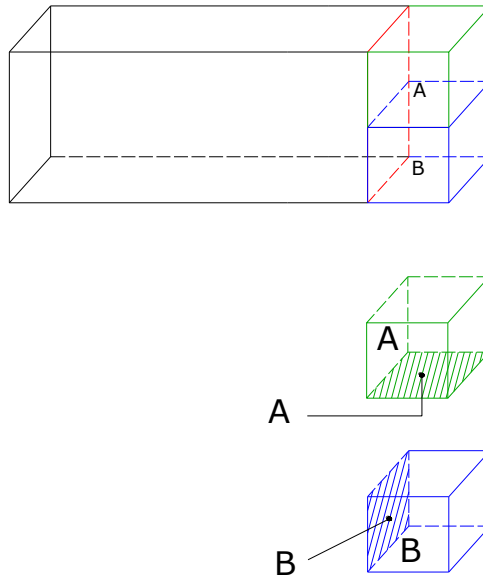


Figura 1: schema di prelievo e definizione delle superfici di analisi

In cui "A" e "B" indicano rispettivamente la sezione longitudinale e trasversale rispetto alla direzione di laminazione. Ogni porzione di campione è stato quindi inglobato e lucidato. La preparativa di leghe metalliche di alluminio è particolarmente complessa, a causa della bassa durezza infatti, un'errata dei parametri di lucidatura comporta la creazione di un elevato numero di artefatti (graffi, inclusioni dell'abrasivo e asportazioni delle particelle di TiH_2 disperse nella matrice).

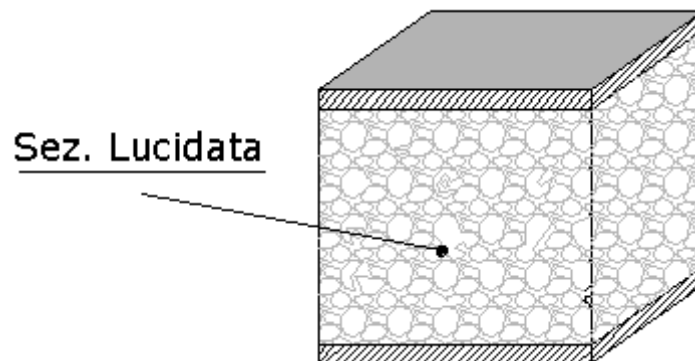
Dopo una campagna di prove volte all'ottimizzazione di tutti i passi del processo si è giunti alla definizione della seguente procedura:

- Taglio: la lama deve essere per materiali non ferrosi (CES 725L), la tagliatrice deve essere impostata con una velocità di rotazione di 2500 g/min.
- Inglobamento: il campione deve essere inglobato in resina acrilica. I parametri per l'inglobatrice sono : 10 min di riscaldamento, temperatura di 180° C, pressione di 310 bar e 5 min di raffreddamento.
- Lucidatura: eseguita con la lappatrice automatica MINIMET 1000, gli step della lucidatura sono descritti nella tab. 1 seguente:

STEP	Lubrificante	Abrasivo	Dimensione	Carico (lb)	Velocità	Tempo (min)
1	Metadi Fluid	Silicon Carbide Paper Discs	P320	3	25	3
2	Metadi Fluid	Silicon Carbide Paper Discs	P600	3	25	3
3	Metadi Fluid	Pasta Diamantata	6 μm	1	30	8
4	Metadi Fluid	Pasta Diamantata	3 μm	1	30	8
5	Metadi Fluid	Pasta Diamantata	1 μm	0	30	10
6	Metadi Fluid	Pasta Diamantata	0,25 μm	0	30	10

Tab. 1: Step di lucidatura

Per quanto riguarda il campione 1498 (pannello AFS), è stato sezionato con una troncatrice a disco diamantato, ricavando quindi una porzione di pannello 32x32x32 mm (vedi figura sottostante)



Utilizzando una Politrice elettomeccanica Abramin della Struers è stata eseguita l'operazione di spianatura e levigatura di una sezione della porzione di pannello precedentemente ricavata.

In questa operazione sono state utilizzate tre tipi di carta abrasive nel seguente ordine:

Carta abrasiva 220 grid (FEPA) a 300 giri/min per 3 minuti

Carta abrasiva 500 grid (FEPA) a 300 giri/min per 3 minuti

Carta abrasiva 1200 grid (FEPA) a 300 giri/min per 3 minuti

Successivamente è stata effettuata la lucidatura. Tale operazione è suddivisa in due fasi:

Nella prima fase si utilizza un panno di nylon sul quale viene spalmata una pasta diamantata da 6 μm . La procedura di "polishing" viene effettuata a 150 giri/min per una durata di 2 minuti.

Nella seconda fase (lucidatura finale) si utilizza un panno di seta sul quale è stata spalmata una pasta diamantata da 1 μm e la lucidatura eseguita a 150 giri/min (2 minuti).

Tra le due fasi di lucidatura il campione è stato prima sciacquato con alcole etilico anidro e poi pulito agli ultrasuoni per circa 10 minuti. In questo modo si evita di contaminare i panni da 1 μm con i detriti che si sono accumulati all'interno delle porosità durante la prima fase di lisciatura con il panno da 6 μm . I panni utilizzati per la procedura di lucidatura sono stati selezionati tra tutti i tipi possibili, al fine di conservare le eventuali inclusioni e le grosse precipitazioni presenti nelle "pelli" e nella "schiuma" del pannello sandwich. Dall'esperienza è noto infatti, che i panni "senza pelo", minimizzando l'attrito, non rimuovono le inclusioni, mentre i panni "con pelo" possono danneggiare il campione durante la fase di lucidatura, estraendo le inclusioni per effetto del maggior attrito esercitato sulla superficie.

1.4 Tecniche utilizzate:

Questo capitolo contiene i dettagli sulle tecniche di misura utilizzate che vengono descritte in questa fase per completezza e per fornire tutte le informazioni (soprattutto di tipo tecnico-operativo) necessarie e sufficienti per la corretta interpretazione dei risultati; Ovviamente vengono descritte in modo maggiormente sintetico le tecniche SEM-EDS, in quanto ampiamente note.

1.4.1 SEM-EDS:

Per l'analisi della morfologia e microstruttura interna dei campioni è stato impiegato il microscopio elettronico a scansione analitico (SEM, modello FEI XL30, LaB₆). L'ottimizzazione dei parametri di analisi del microscopio ha portato a preferire una tensione di accelerazione degli elettroni di 13KV.

L'imaging è stato ottenuto tramite elettroni secondari; tramite elettroni retrodiffusi è stato possibile evidenziare differenze nella composizione dei materiali. Le mappe compositive sono state infine eseguite tramite sonda EDS (parametri di acquisizione leggermente diversi nel caso di analisi EDS, in particolare: tensione 20kV dimensione dello spot maggiore rispetto alle analisi SEM convenzionali).

1.4.2 Microdurezza e valutazione della curva ISE (ASTM E384)

La durezza di un materiale è definita come la sua attitudine a resistere alla penetrazione da parte di un indentatore rigido di definita geometria che penetra lentamente il campione sotto l'azione di una forza nota **P**.

Essa si esprime analiticamente come la pressione di contatto caratteristica della prova di indentazione:

$$H = \frac{P}{A} = \beta \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

Dove A è la superficie di riferimento e d è la dimensione caratteristica dell'impronta risultante.

Il valore della superficie di riferimento A e della costante β variano al variare del tipo di indentatore e delle convenzioni adottate.

In particolare, nel caso delle prove di durezza Vickers il penetratore è costituito da un indentatore in diamante di forma piramidale a base quadrata, mentre la pressione di contatto è calcolata utilizzando l'area reale di contatto (ovvero la superficie laterale della piramide equivalente) come superficie di riferimento; l'espressione per il calcolo della durezza Vickers è quindi (figura sottostante):

$$HV = \frac{P}{A_{TAC}} = \frac{P}{d^2/2 \cdot \sin(\psi)} \left(= 1.8544 \frac{P}{d^2} \right) \left[\frac{gf}{\mu m^2} \right] \quad (2)$$

In cui ψ rappresenta l'angolo caratteristico dell'indentatore, come riportato nella figura sottostante.

In base alla norma ASTM E384, l'intervallo di carichi caratteristico delle misure di micro-indentazione è 1gf – 1000 gf.

Da notare come l'applicazione di tali tecniche di misure per valori di carico applicato inferiori ai 1000gf (range della microdurezza) richieda sempre e necessariamente una trattazione statistica rigorosa dei risultati: il numero di indentazioni necessario e sufficiente ad ottenere un risultato affidabile è sensibilmente superiore rispetto ad una prova di macro-durezza; allo stesso modo una scarsa ripetibilità del valore misurato è spesso indice di artefatti determinanti, come il cedimento fragile del materiale durante l'indentazione o una cattiva rugosità superficiale dello stesso (criteri a riguardo sono riportati nella normativa ASTM E384).

Per i campioni in esame sono state eseguite indentazioni con carichi da 300 fino a 5 gf (1gf = 0.01N). Ogni valore riportato corrisponde alla media di almeno 3 indentazioni.

Per i pannelli in esame sono stati eseguiti profili di micro indentazione che attraversano l'interfaccia pelle-matrice al fine di investigare la presenza di gradienti di proprietà attraverso l'interfaccia.

Le serie parallele di indentazioni sono state eseguite partendo dal centro della pelle (ad una distanza dalla superficie esterna di circa 1,2 mm) e scendono (una indentazione ogni 40 μ m) fino ad entrare nel core (schiuma) del pannello stesso.

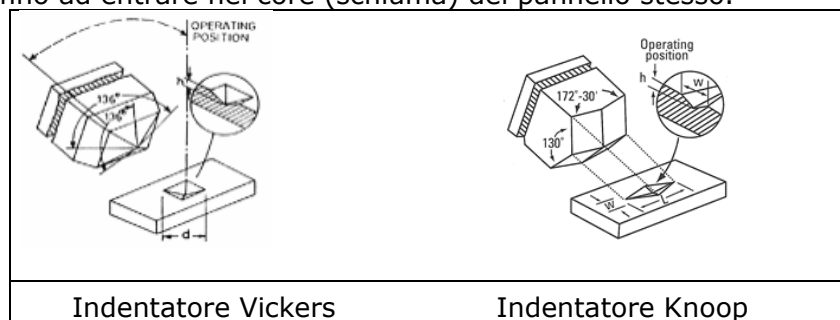


Figura 2: tipi di indentatori

Indentation Size Effect (ISE)

L'ipotesi fondamentale alla base delle prove di durezza è quella che il materiale abbia un comportamento perfettamente plastico.

Quando il carico applicato scende nel range della microdurezza questa ipotesi viene confutata da due evidenze sperimentali:

- Il valore di durezza diventa fortemente dipendente dal carico applicato in conseguenza dell'incrudimento localizzato del materiale;
- Il recupero elastico del materiale comincia ad essere una componente apprezzabile.

Un andamento tipico della durezza in funzione del carico applicato è rappresentato nella sottostante figura 3:

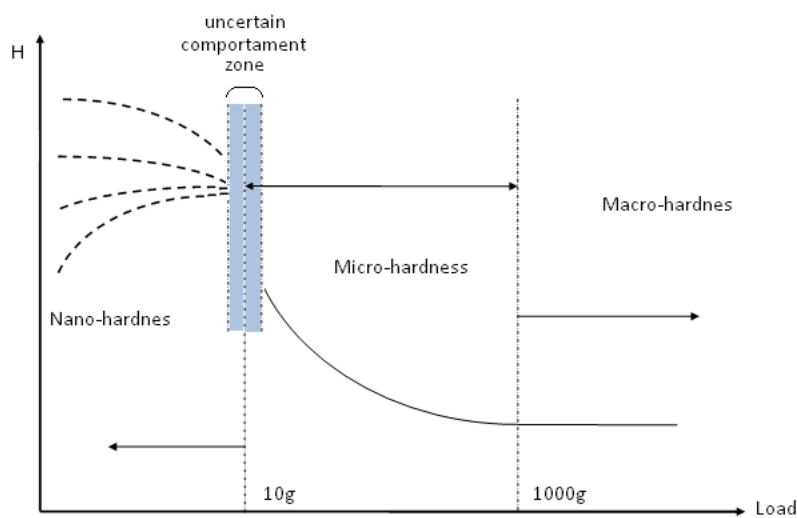


Figura 3: Influenza del carico applicato (indentation size effect) sul valore di durezza nei range di macro-micro- e nano-durezza.

Questa osservazione sperimentale impone che un valore di microdurezza debba sempre essere accompagnato dal carico a cui è stato ottenuto, e come la realizzazione dell'intera curva ISE sia estremamente più rappresentativa delle proprietà del materiale rispetto ad una misura singola, fornendo informazioni anche sulla possibilità di incrudimento dello stesso.

L'influenza del carico applicato sulla microdurezza di un materiale può essere descritto analiticamente secondo una vasta serie di modelli, sviluppati a partire dai primi anni del secolo scorso, che si basano essenzialmente sull'ipotesi che al diminuire della forza imposta, ovvero della dimensione dell'impronta, aumenti la densità di dislocazioni nella zona di contatto, conducendo ad un incrudimento localizzato, e quindi un aumento del valore di durezza misurato.

Tale fenomeno è conosciuto come "Indentation Size Effect" (ISE).

La prima rappresentazione analitica dell'ISE è quella data da Meyer nei primi anni del secolo scorso per indentatori sferici, descritta dalle seguenti relazioni:

$$P = a_m \cdot d^n \quad (3)$$

Che può essere riscritta utilizzando l'equazione (3):

$$H = H_0 \cdot d^{n-2} \quad (4)$$

In cui H_0 rappresenta il numero di durezza per carichi tendenti a zero, mentre n è chiamato "coefficiente di Meyer" e può essere correlato al coefficiente di incrudimento del materiale.

È evidente dalla espressione (4) come per $n=2$ il modello non preveda alcuna relazione tra carico applicato e dimensione dell'impronta.

Esistono diverse altre descrizioni analitiche del fenomeno dello "Indentation Size Effect", tra le quali è importante citare il modello di Thomas che impone un andamento di tipo iperbolico della durezza con le dimensioni dell'impronta:

$$H(d) = H_0 + \frac{k}{d} \quad (5)$$

In cui H_0 rappresenta la durezza per carichi molto alti, (che coincide quindi con il numero di macro-durezza).

Nella presente attività sperimentale i dati ISE sono interpolati con il modello di Meyer, in quanto risulta maggiormente utilizzato nell'ambito dell'ingegneria meccanica.

È importante notare come in molte situazioni (in particolare materiali metallici) il processo di lavorazione meccanica, e in generale di preparativa, effettuato sul campione può generare degli artefatti nello studio della curva ISE e del coefficiente di incrudimento del materiale.

In particolare, il processo di produzione e preparativa metallografica di un provino metallico spesso comporta la formazione di uno strato di "pelle" fortemente incrudito che altera le misure di ISE, facendo apparire una tendenza all'incrudimento del materiale fortemente superiore rispetto a quella reale.

Per questi motivi è sempre opportuno affiancare una analisi micro strutturale in sezione del campione che dia una stima quantitativa dello strato di pelle incrudito conseguente ai processi di produzione e preparativa del campione.

In questo studio si è applicata la seguente serie di carichi per la determinazione della curva ISE (gf): 300-200-100-50-25-10-5, quest'ultimo carico è stato utilizzato solo per il pannello AFS.

1.4.3 Nanoindentazione (UNI EN 14577/1-2)

Analisi della durezza e del modulo elastico su scala micro e nanometrica.

Una prova di indentazione strumentata [fig 12] prevede la penetrazione lenta di un indentatore di definita geometria (in genere indentatore piramidale Berkovich nel caso di prove di nanoindentazione) tramite l'applicazione controllata (e misura in controeazione) del carico normale P e la misura continua dell'affondamento h .

Il risultato tipico di una prova di indentazione è quindi rappresentato dalla curva P/h , di cui si riporta un esempio nel caso di indentatore piramidale:

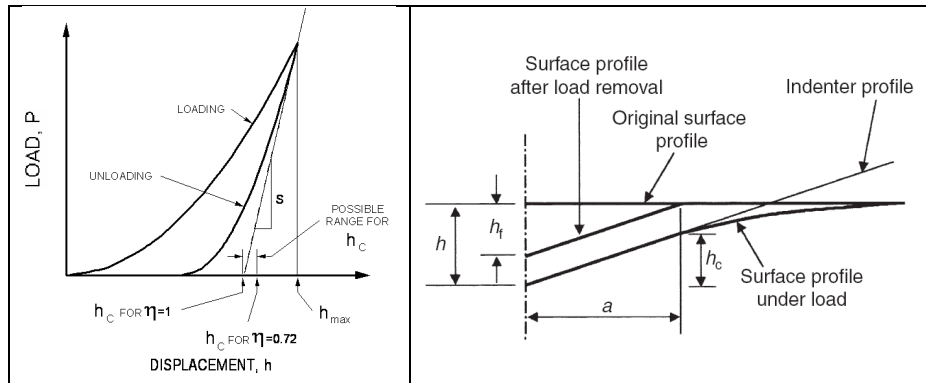


Figura 4: Depth-sensing indentation: curva P-h

Tale curva è composta da

- 1 tratto di carico (loading), in cui si hanno deformazioni di tipo elasto-plastico, il cui ammontare relativo varia al variare del carico massimo applicato;
- 2 tratto di scarico (unloading), in cui si ha il recupero elastico del materiale a seguito della rimozione controllata dell'indentatore.

Il modulo elastico ridotto (reduced modulus, che descrive il contatto elastico tra il campione e l'indentatore) è semplicemente ricavato dalla misura della rigidezza di contatto e dell'area di contatto, effettuate al momento dell'inizio della fase di scarico (cfr grafico sopra), tramite la seguente relazione derivante dalla soluzione di Sneddon per il contatto elastico tra un cono ed una superficie piana :

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_{proj}}} \quad (6)$$

Dove β è un fattore correttivo (relativo alla geometria dell'indentatore) pari a 1.034 nel caso di indentatore Berkovich.

L'area di contatto A_{proj} può essere calcolata in modo continuo a partire dalla profondità di indentazione h_c :

$$A_{proj} = f(h_c) \quad (7)$$

In cui la funzione $f(h_c)$, nota come funzione d'area è correlata all'area in sezione caratteristica dell'indentatore; tale funzione viene calcolata tramite calibrazione su campione standard in Silica amorfa (SiO₂).

Dalla misura del modulo ridotto, e conoscendo il rapporto di Poisson e le proprietà dell'indentatore, si può ricavare il **modulo elastico del materiale**

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (8)$$

Dove con il pedice s si intendono le proprietà del campione e con il pedice i le proprietà dell'indentatore.

È importante sottolineare come l'estrapolazione del modulo elastico necessiti della conoscenza del rapporto di Poisson del materiale; per questo motivo nel presente documento verranno sempre riportati sia i valori di modulo ridotto che quelli di modulo elastico, per il cui calcolo è stato assunto un valore di letteratura per il rapporto di Poisson.

La **durezza** del materiale è immediatamente calcolabile, una volta nota la funzione d'area:

$$H = \frac{P_{\max}}{A_{proj}|_{h_{\max}}} \quad (9)$$

Questo metodo (denominato metodo di Oliver-Pharr) è schematizzato in figura 15.

Nel caso in cui le prove vengano effettuate in **modalità CSM** (Continuous Stiffness Measurement), si ha la sovrapposizione di una forzante sinusoidale ($F(t) = F_0 e^{i\omega t}$) al segnale principale del carico applicato e la misura continua della risposta del materiale in termini di ampiezza e fase.

Tale processo permette di misurare in modo continuo la rigidità S e il coefficiente di smorzamento D del materiale in esame (assumendo noti la rigidità e il coefficiente di smorzamento intrinseci dello strumento).

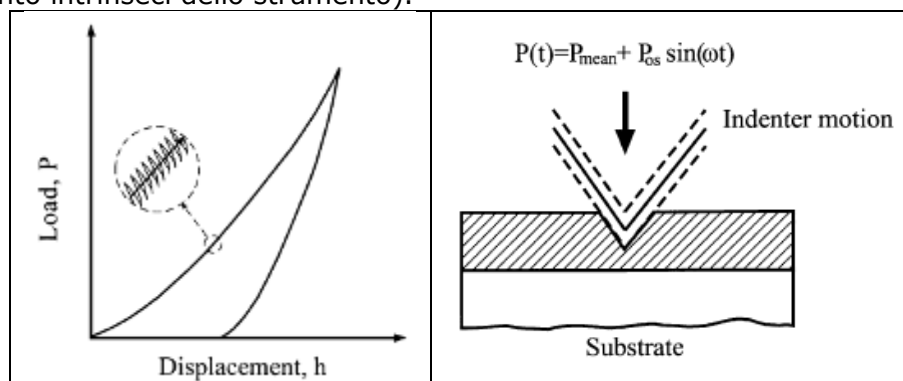


Figura 5: Principio di funzionamento delle tecniche di nanoindentazione dinamica (CSM, Continuous Stiffness Measurement)

L'utilizzo di tale tecnica (CSM) permette innanzitutto di ottenere le **curve continue** di durezza e modulo elastico in funzione dell'affondamento, con una maggiore possibilità di discriminare in errori di misura dovute alla rugosità superficiale o a difetti geometrici dell'indentatore, o ancora di estrapolare le proprietà intrinseche di film sottili.

Nel caso dei materiali in esame sono stati adottati i seguenti **parametri di prova**: (indentatore Berkovich, Nano Indenter MTS G200): modalità CSM (Continuous Stiffness Measurement), constant strain rate $0,05 \text{ s}^{-1}$, frequenza di oscillazione CSM 45 Hz, ampiezza di oscillazione 2 nm, massima profondità di indentazione 1000nm, rapporto di Poisson del campione 0,35 (tipico delle leghe di alluminio).

La possibilità di avere delle curve continue che descrivono la variazione delle proprietà meccaniche in funzione dell'affondamento permette di poter estrapolare le proprietà intrinseche degli strati superficiali, indipendentemente dalle proprietà degli strati sottostanti o valutare artefatti dovuti al processo di inglobamento o lucidatura, e quindi valutare la qualità del processo di lucidatura.

Sono state effettuate un minimo di 10 prove per ogni campione, distribuite in maniera randomica sull'intera superficie dello stesso.

La calibrazione dello strumento è stata effettuata prima di ogni serie di test tramite indentazioni su campione standard in Fused Silica.

Deve essere comunque considerato che il materiale in esame può avere un comportamento meccanico diverso rispetto al campione standard in Silica; in particolare, alcuni metalli duttili e polimeri termoplastici mostrano Piling-up nel corso della indentazione (vedi figura sottostante), con un conseguente errore nel calcolo dell'area di contatto (in grigio nella figura sottostante), che risulta in genere significativo nei primi 20-30 nm della prova.

Nel caso della lega metallica, una leggera modifica dell'area di contatto (rispetto alle geometrie di riferimento) è possibile, il che può comportare un errore (sottostima) dell'area di contatto medesima, dovuto al fenomeno del piling-up (tipico dei metalli duttili, figura sottostante), e quindi una sovrastima del modulo elastico e durezza.

Il raggio di curvatura reale dell'apice dell'indentatore (in genere 30-50 nm) induce un'ulteriore errore, che è in genere ben corretto dalle procedure di calibrazione su Silica, ma che comunque lascia una certa incertezza nei primi 10-15 nm della prova di indentazione, in cui non si ha un regime plastico perfettamente sviluppato: in questo tratto della prova si dovrebbe modellare il problema come un contatto elasto-plastico tra una sfera (di raggio 20-30 nm) e un semispazio.

Per tutti questi motivi, i dati presentati sono da considerarsi affidabili per profondità di indentazione $\geq 50 \text{ nm}$.



Figura 6: SX Sinking-in: tipico dei materiali ad elevato rapporto H/E (i.e. Fused Silica o i campioni di marmo); DX Piling-up: tipico dei materiali a basso rapporto H/E (i.e. metalli duttili o polimeri)

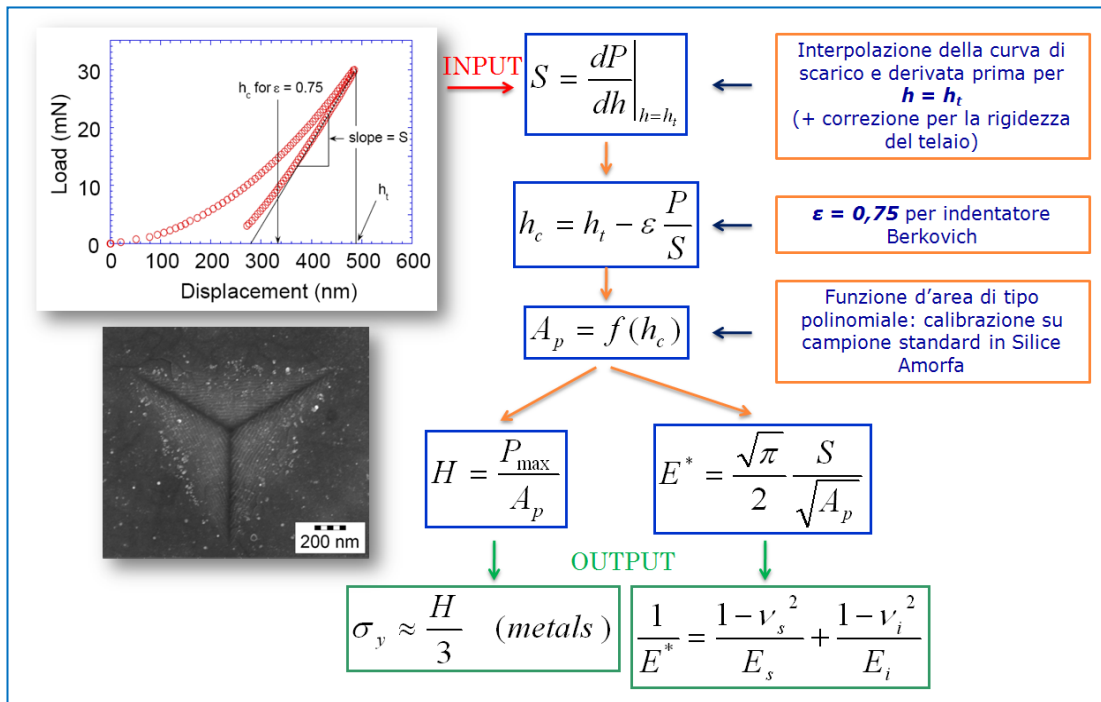


Figura 7: Riassunto schematico per la procedura seguita (Oliver-Pharr [1-2]) per il calcolo di durezza e modulo elastico per una prova standard di nanoindentazione. INPUT: una generica curva Carico-Affondamento, OUTPUT: la durezza e il modulo elastico calcolati al carico massimo nel momento di inizio della fase di scarico.

[1] W.C. Oliver and G.M. Pharr, J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, June 1992
 [2] W.C. Oliver and G.M. Pharr, J. Mater. Res., Vol. 19, No. 1, Jan 2004

Osservazione FIB/SEM-EDS in sezione

Le sezioni sono state realizzate sui campioni di precursore tramite microlavorazione a fascio ionico (FIB). Dopo aver posizionato la superficie del campione su un piano ortogonale alla colonna ionica (i.e. tilt di 52° rispetto alla colonna elettronica) è stata effettuata una deposizione preliminare di Platino (Pt) dello spessore di 1µm, al fine di proteggere la superficie del campione e lasciarla inalterata e priva di artefatti durante la rimozione di materiale.

Successivamente è stato realizzato uno scasso a valori di corrente ionica progressivamente decrescenti (da 9nA a 0,9 nA) in modo da ottenere una rimozione efficace in tempi brevi nelle fasi preliminari ed una pulitura efficace della sezione nelle fasi conclusive del processo.

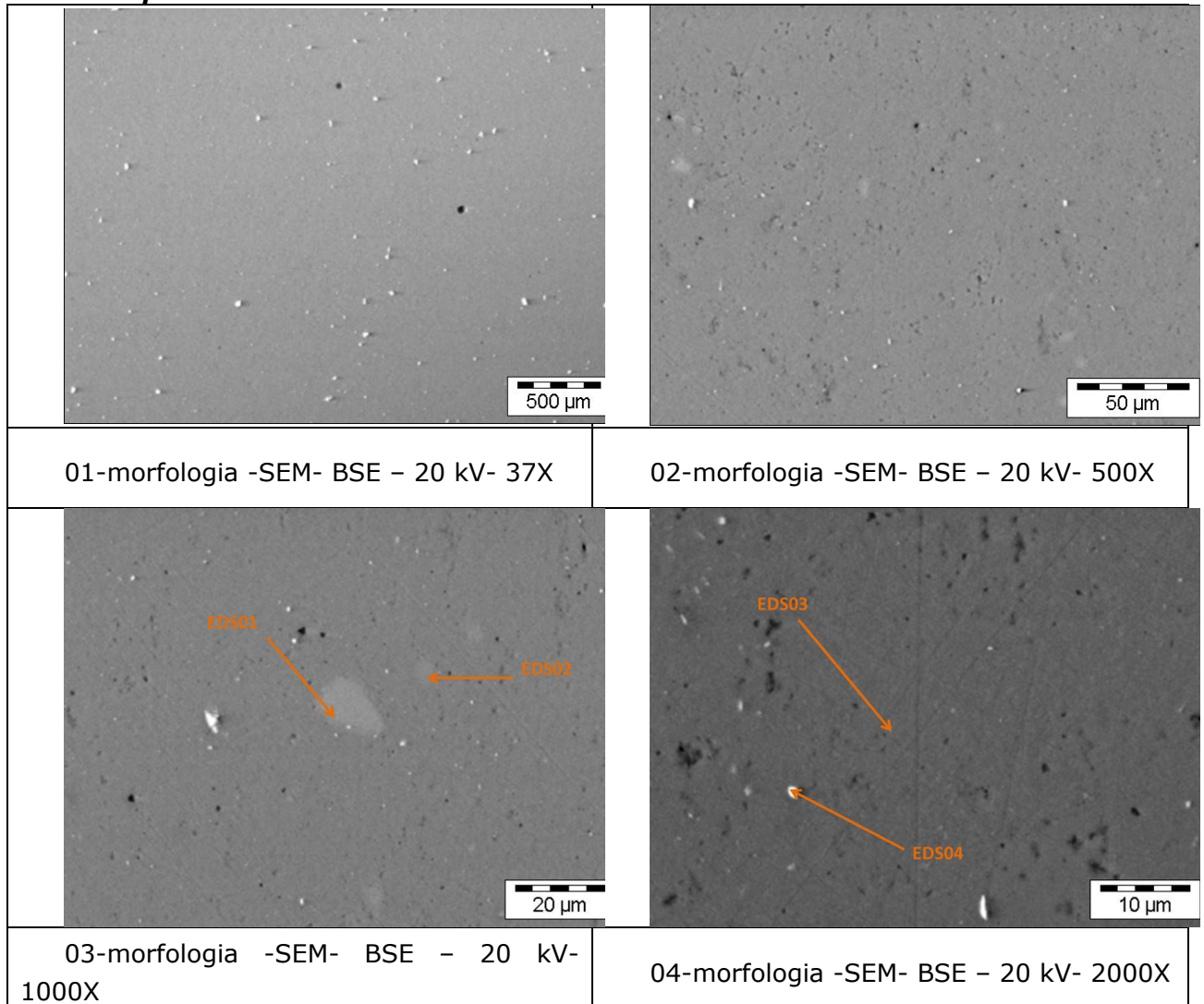
La sezione così ottenuta è stata utilizzata per acquisire micrografie SEM ad alta risoluzione e misurare quindi gli spessori dei vari strati componenti il rivestimento.

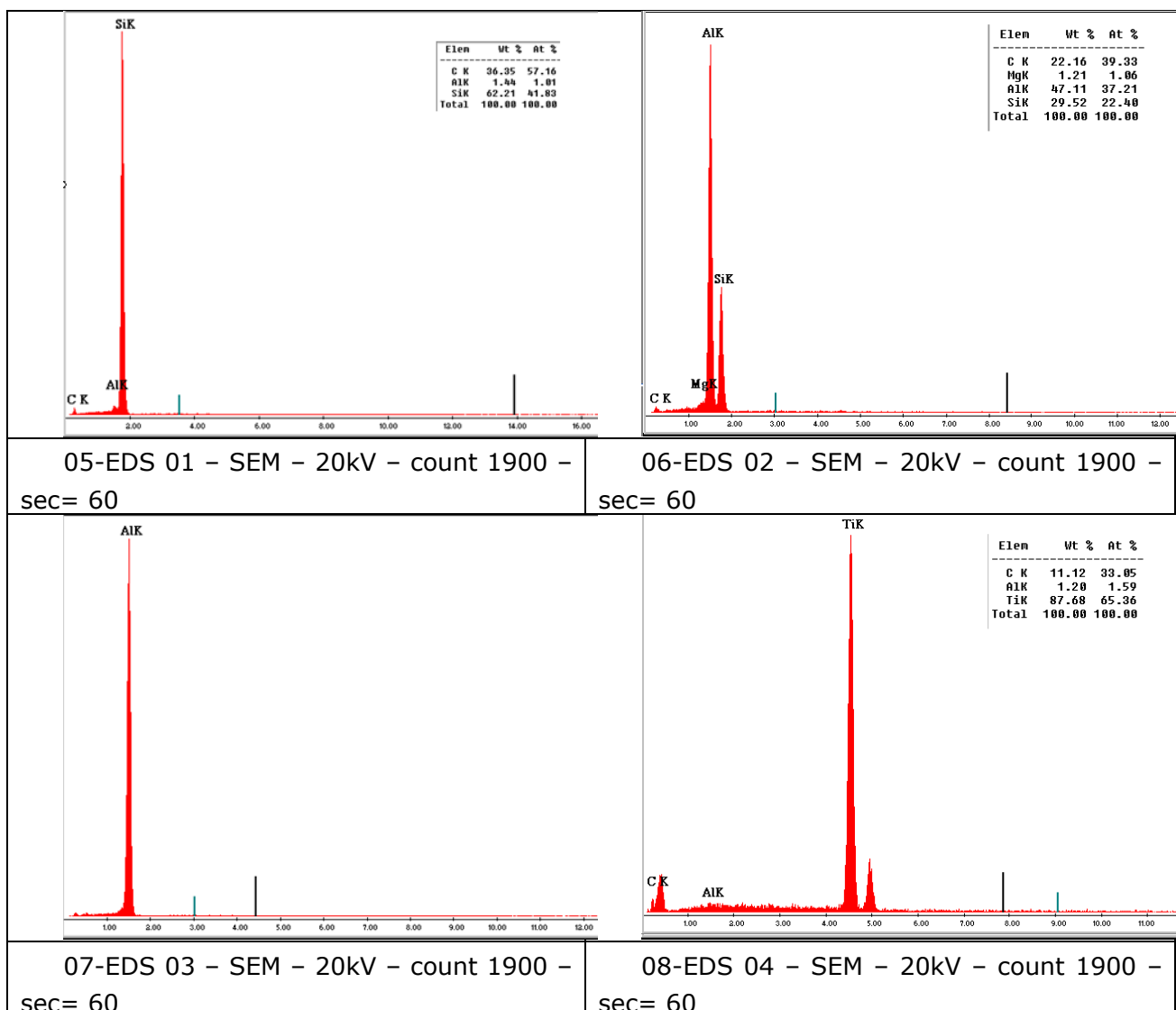
Sulla medesima sezione sono state effettuate mappe compositive EDS onde identificare definitivamente la presenza dello strato metallico in alluminio.

1.5 Risultati (esposti per tecnica)

1.5.1 Analisi microstrutturali SEM-EDS

Campione 1496





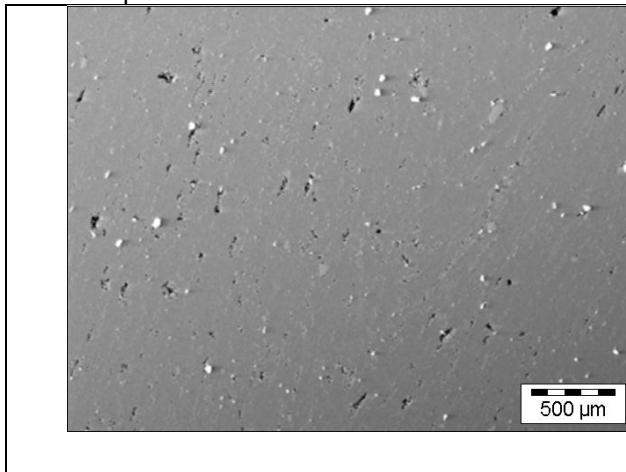
Commento campione 1496:

la microstruttura del precursore risulta essere sostanzialmente omogenea e caratterizzata da una matrice a base alluminio con la presenza di seconde fasi disperse.

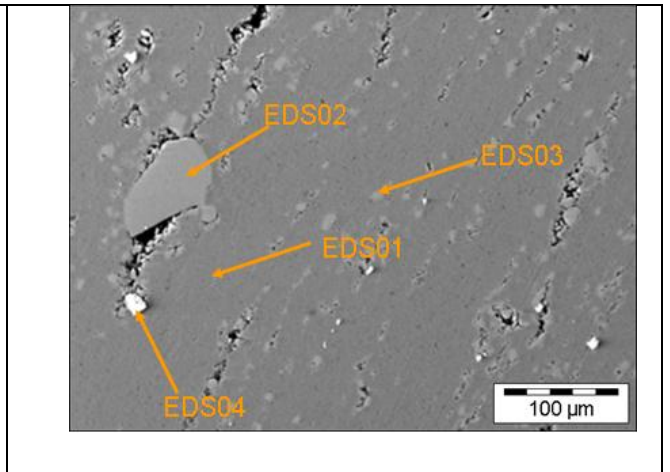
Le analisi puntuali EDS su micrografia SEM (realizzate tramite l'utilizzo di parametri ottimizzati rispetto a quelli convenzionali di imaging, come riportato nelle didascalie), hanno evidenziato la presenza di due diverse tipologie di fasi secondarie e/o inclusioni presenti all'interno della matrice di alluminio. La prima fase identificata, delle dimensioni medie di circa 5 μm , è risultata ricca in Silicio e quindi costituita molto probabilmente da carburi di silicio.

La seconda tipologia è costituita da fase ricca in Titanio, e quindi molto probabilmente TiH_2 (H non rilevabile dall'EDS), con dimensione media di circa 2 μm

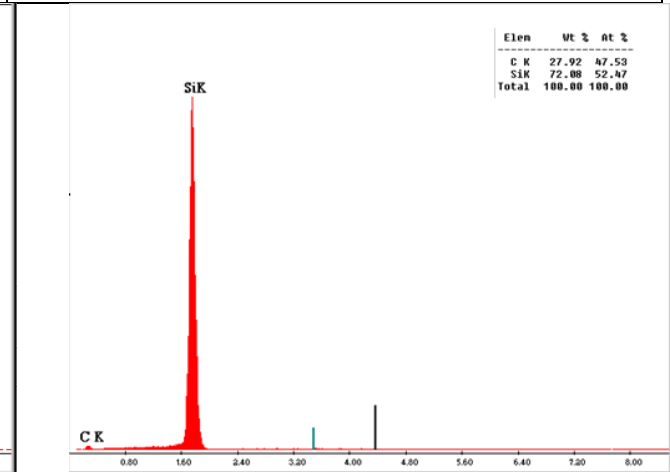
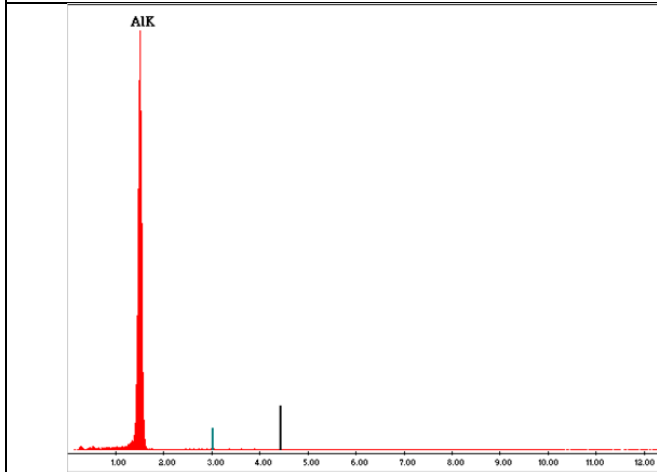
Campione 1497



09-morfologia -SEM- BSE – 20 kV- 37X

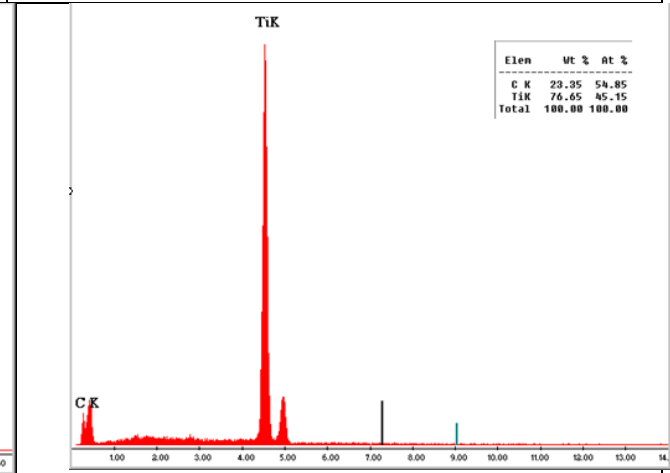
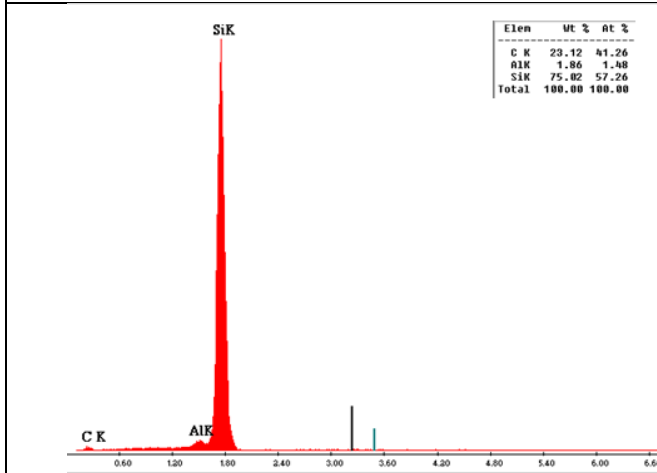


10-morfologia -SEM- BSE – 20 kV- 250X



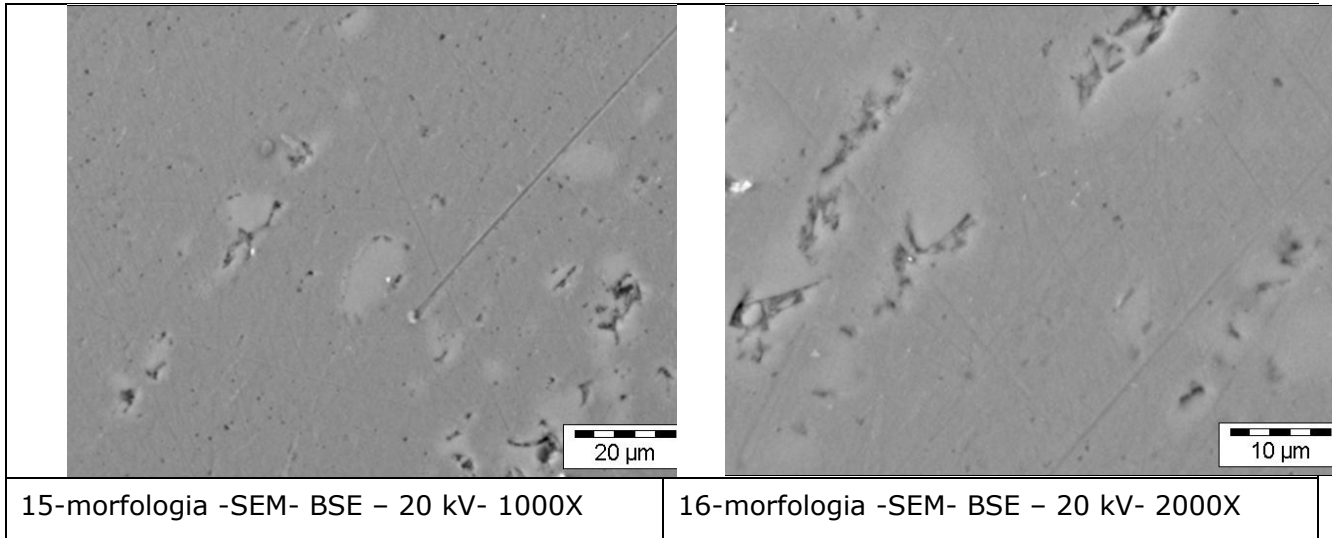
11-EDS 01 – SEM – 20kV – count 1900 – sec= 60

12-EDS 02 – SEM – 20kV – count 1900 – sec= 60



13-EDS 03 – SEM – 20kV – count 1900 – sec= 60

14-EDS 04 – SEM – 20kV – count 1900 – sec= 60



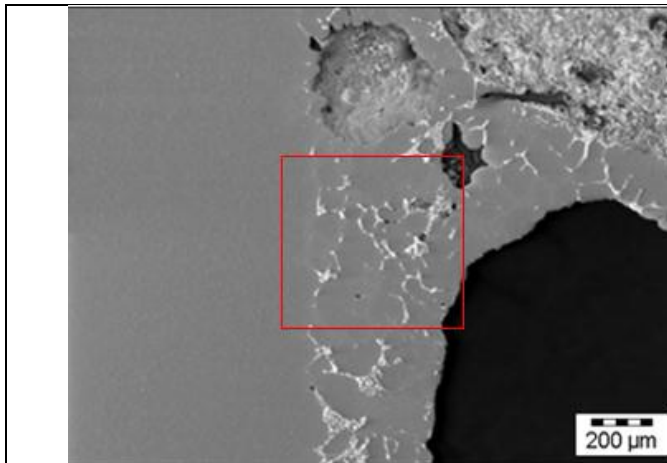
Commento campione 1497:

Le microstrutture del campione 1497 confermano la presenza di una matrice a base alluminio con presenza di seconde fasi disperse. Tuttavia, in questo caso si nota una maggiore disomogeneità microstrutturale, nonché la presenza di difettosità/porosità preferenzialmente orientate nella direzione di estrusione.

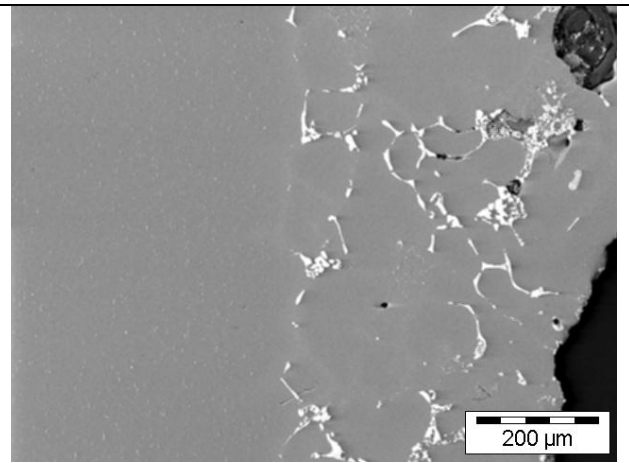
Anche per questo campione le analisi puntuali EDS hanno evidenziato la presenza di due diverse tipologie di fasi secondarie e/o inclusioni presenti all'interno della matrice di alluminio. La prima fase identificata, di taglia più grossolana rispetto al campione precedente, è risultata ricca in Silicio e quindi costituita molto probabilmente da carburi di silicio.

La seconda tipologia è costituita da fase ricca in Titanio, e quindi molto probabilmente TiH_2 (H non rilevabile dall'EDS).

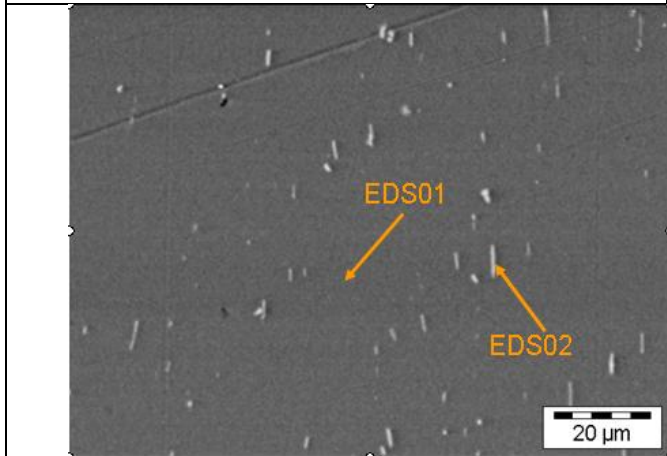
Campione 1498



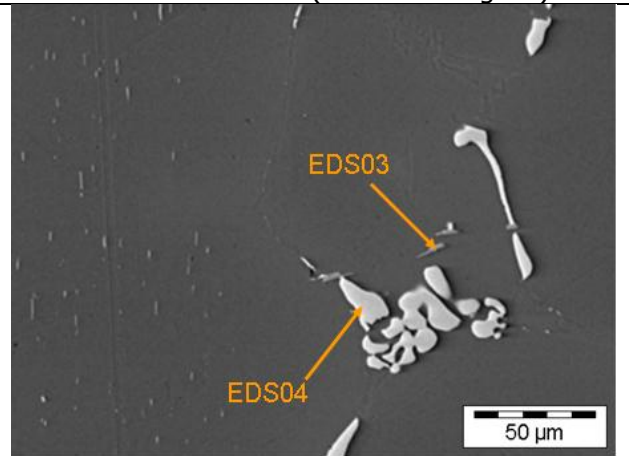
16- interfaccia pelle schiuma pannello AFS- SEM- BSE - 20 kV- 63X



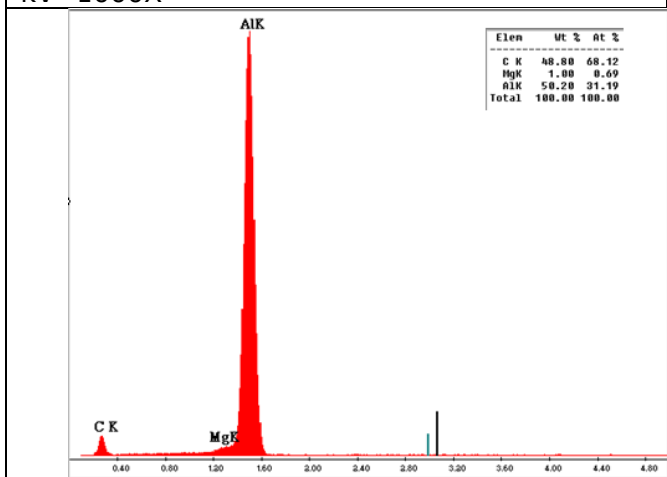
17- interfaccia pelle schiuma pannello AFS- SEM- BSE - 20 kV- 125X (zoom immag.16)



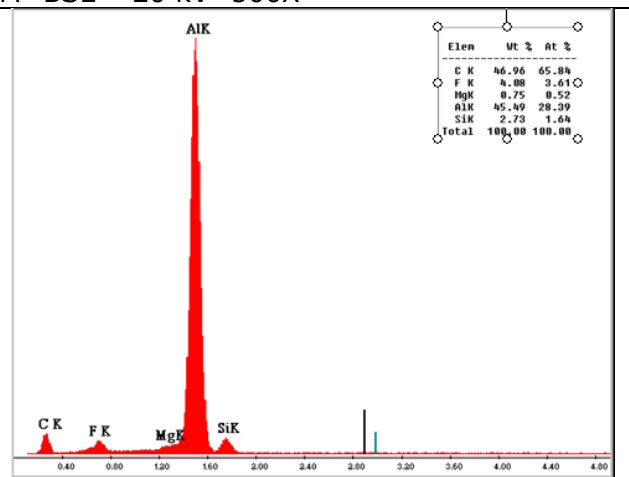
18- pelle pannello AFS - SEM- BSE - 20 kV- 1000X



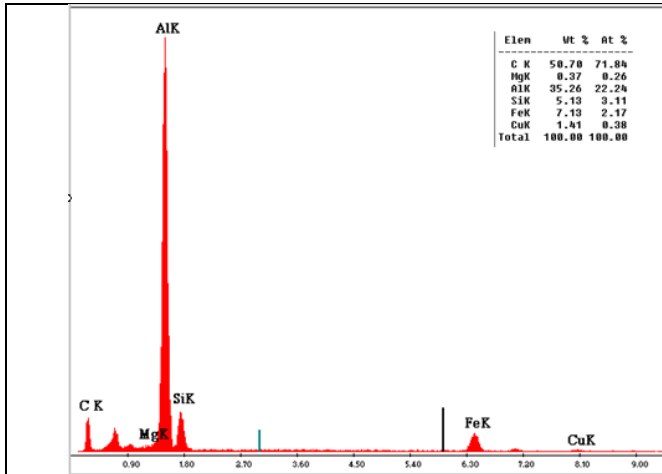
19- interfaccia pelle schiuma pannello AFS - SEM- BSE - 20 kV- 500X



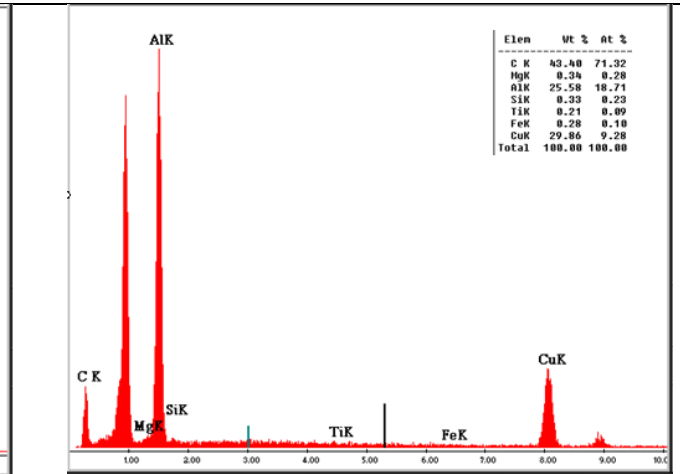
20-EDS 01 - SEM - 20kV - count 1900 - sec= 60



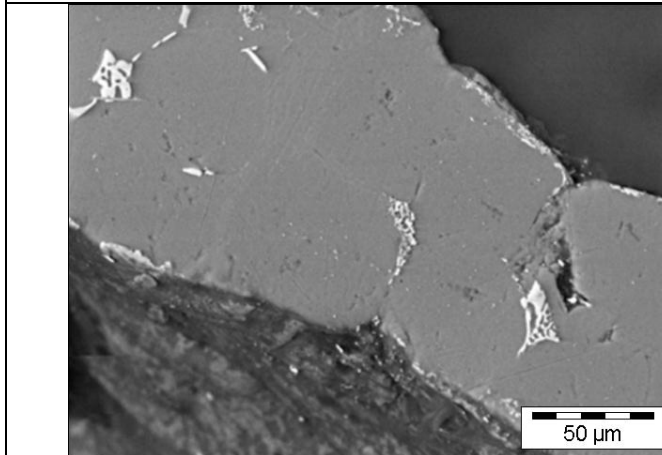
21-EDS 02 - SEM - 20kV - count 1900 - sec= 60



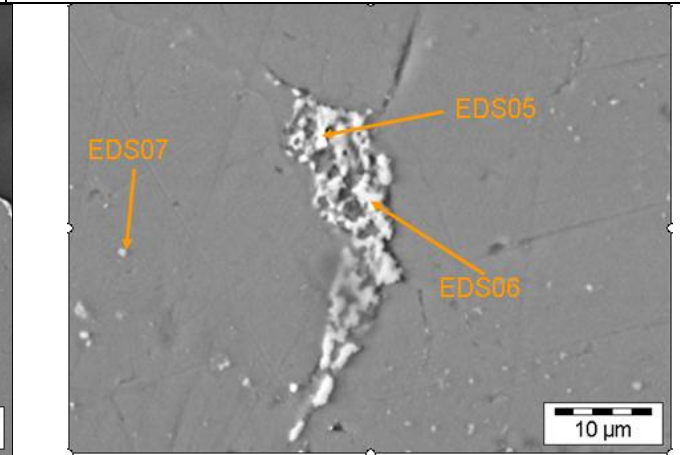
21-EDS 03 - SEM - 20kV - count 1900 - sec= 60



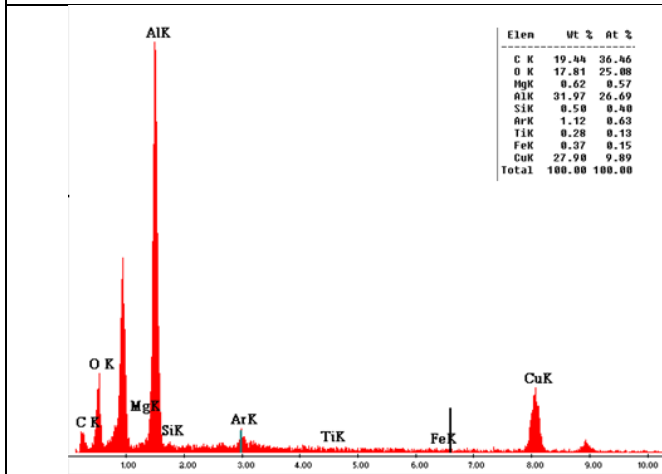
22-EDS 04 - SEM - 20kV - count 1900 - sec= 60



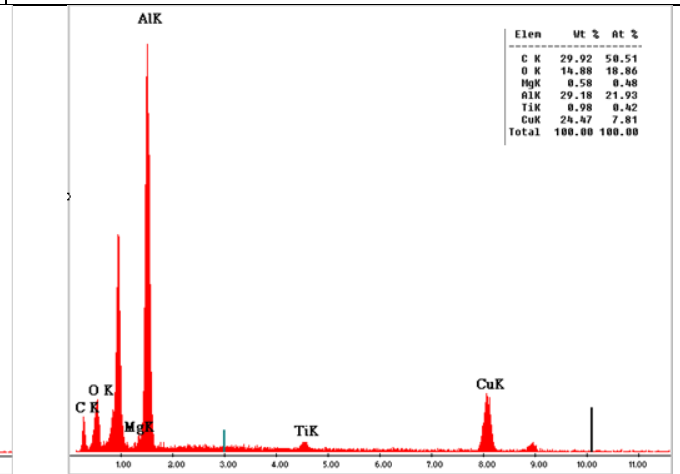
23- schiuma pannello AFS - SEM- BSE - 20 kV- 500X



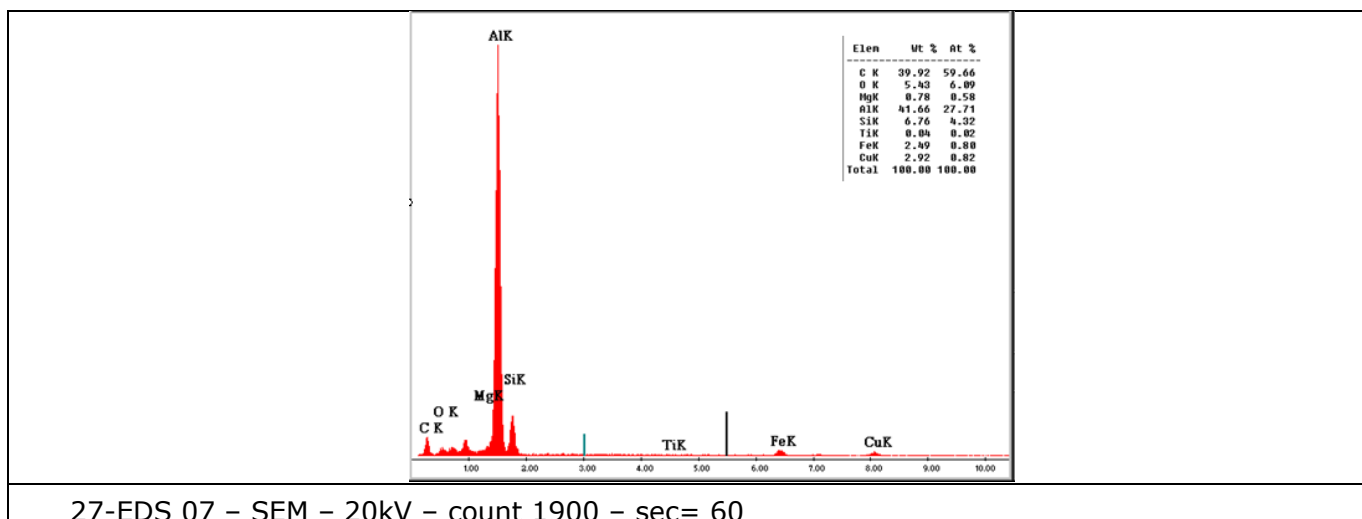
24- schiuma pannello AFS - SEM- BSE - 20 kV- 2000X



25-EDS 05 - SEM - 20kV - count 1900 - sec= 60



26-EDS 06 - SEM - 20kV - count 1900 - sec= 60



Commento campione 1498:

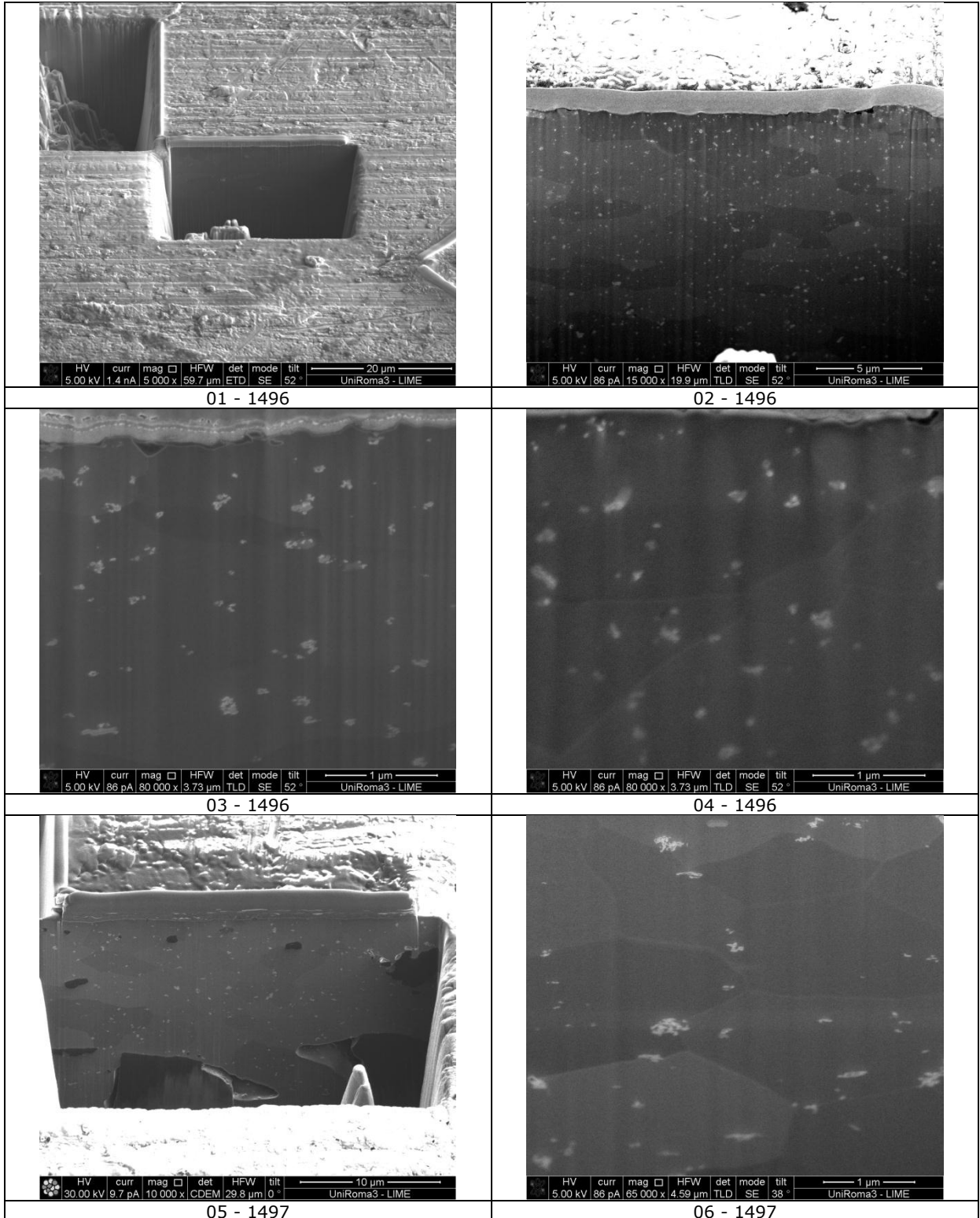
Le l'analisi SEM dell'interfaccia pelle/schioma hanno mostrato una buona integrità microstrutturale, con una limitata presenza di porosità e/o difettosità interfacciali.

L'analisi microstrutturale delle pareti delle celle mostra chiaramente la presenza di due fasi distinte, una matrice ricca in alluminio ed una seconda fase (probabilmente un composto intermetallico, poi confermato tramite prove in-situ di nanodurezza) ricca in Rame e Alluminio.

La microstruttura osservata risulta comparabile con quelle usualmente osservate in letterature per leghe da fonderia, ovvero con quella di una fase eutettico Al-Cu.

Analisi FIB dei precursori:

Al fine di verificare la reale microstruttura subsuperficiale dei precursori (al netto di eventuali artefatti di preparativa) sono state realizzate delle sezioni FIB, seguite da osservazioni microstrutturali SEM in sezione, di seguito riportate.



Le analisi mostrano delle differenze significative tra i campioni 1496 e 1497.

In particolare, si osserva una decisa omogeneità microstrutturale nel caso del campione 1496, con una distribuzione omogenea delle fasi disperse (risultati che confermano quanto già osservato tramite SEM su sezione lucidata).

Le immagini 03-04 (1496) e 05-06 (1497) forniscono dettagli ulteriori: si può notare infatti come la grana cristallina costituente il materiale sia leggermente deformata lungo la direzione di estrusione: ciò a indicare che il processo di estrusione abbia una leggera influenza sulla deformazione plastica della polvere di partenza. Tale deformazione risulta più marcata per il campione 1497, a indice che il processo di laminazione sia stato più severo in questo caso, ovvero che le proprietà proprie della polvere di partenza comportassero una maggiore duttilità (fig. 06).

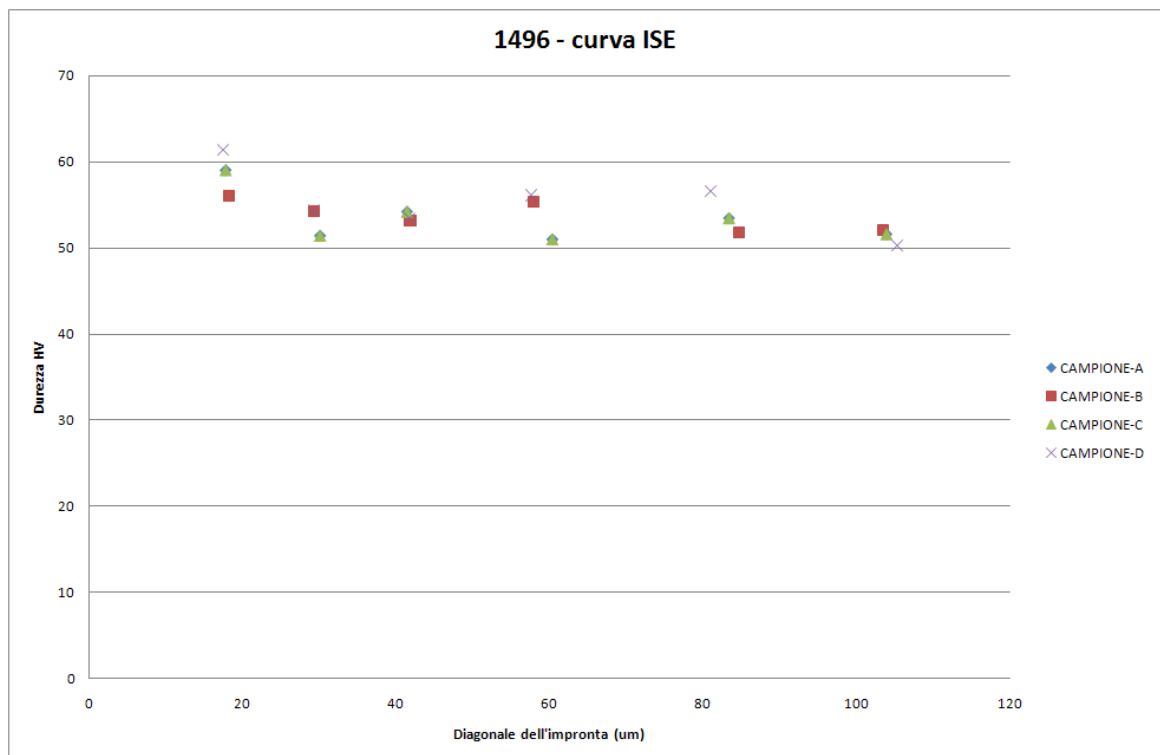
La deformazione dei grani è tuttavia assolutamente limitata (i.e. inferiore di quanto si osserva in genere per i metalli massivi laminati), e non dovrebbe avere un ruolo decisivo nel processo di schiumaggio.

È infine importante notare (a conferma di quanto osservato tramite SEM) come il campione 1496 sia caratterizzato da una diffusa presenza di difettosità subsuperficiali, evidentemente dovute al processo di estrusione.

1.5.2 Tecnica utilizzata: Microdurezza Vickers

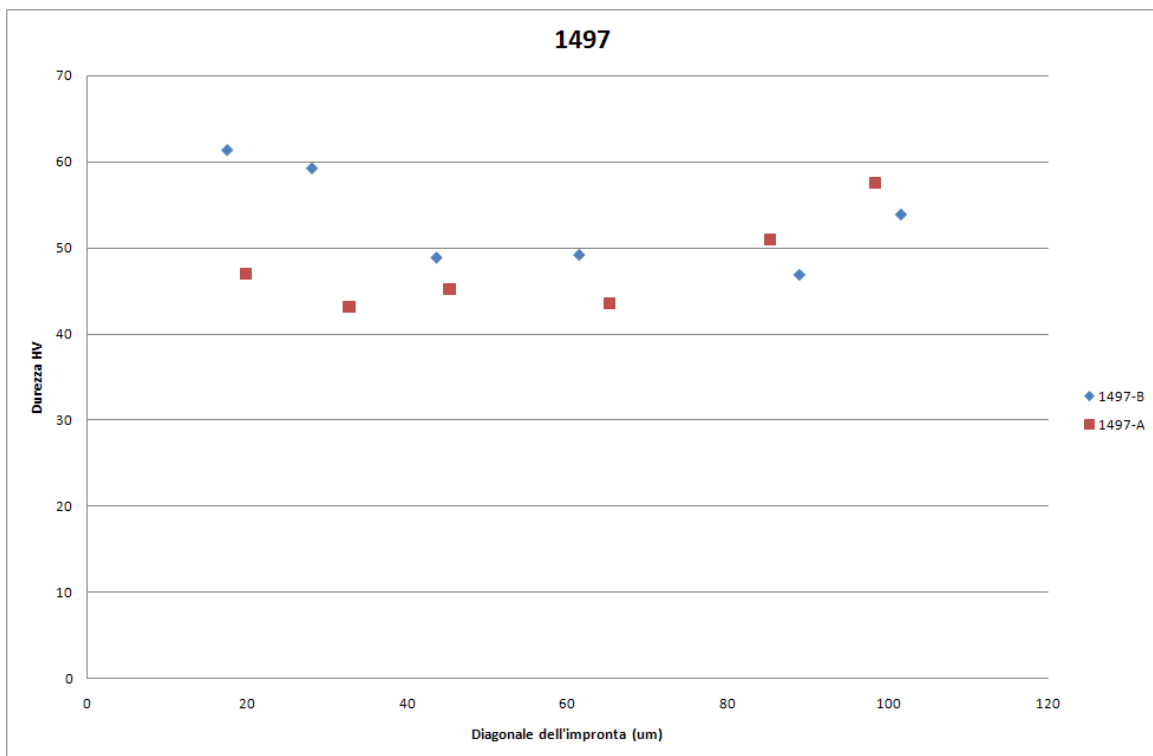
Campione 1496

L (gf)	HV (GPa)	Mean diagonal (μm)	\sim Indentation Depth (μm)
500	13,26 \pm 0,13	26,43 \pm 0,13	3,77
300	13,00 \pm 0,15	20,68 \pm 0,12	2,95
200	13,23 \pm 0,29	16,74 \pm 0,19	2,39
100	13,10 \pm 0,17	11,89 \pm 0,08	1,70
50	12,87 \pm 0,06	8,48 \pm 0,02	1,21
25	13,47 \pm 0,09	5,86 \pm 0,02	0,84
10	13,87 \pm 0,35	3,65 \pm 0,05	0,52
5	14,16 \pm 0,22	2,55 \pm 0,02	0,36

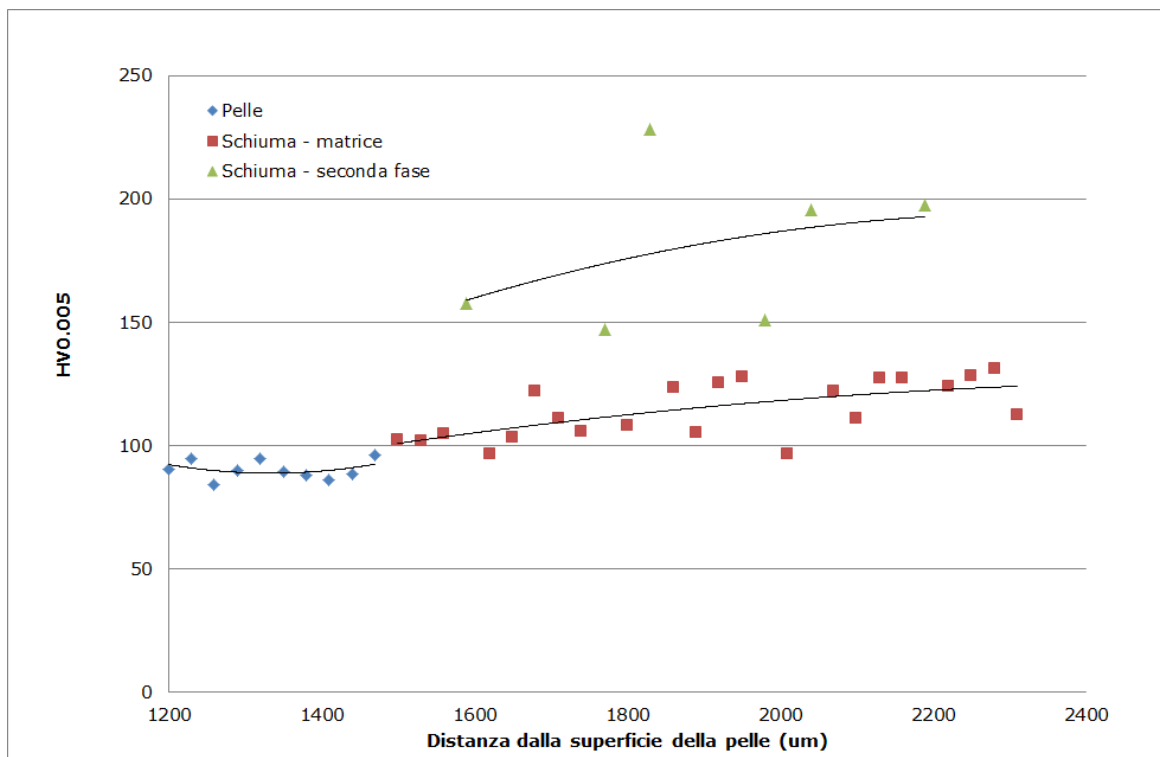
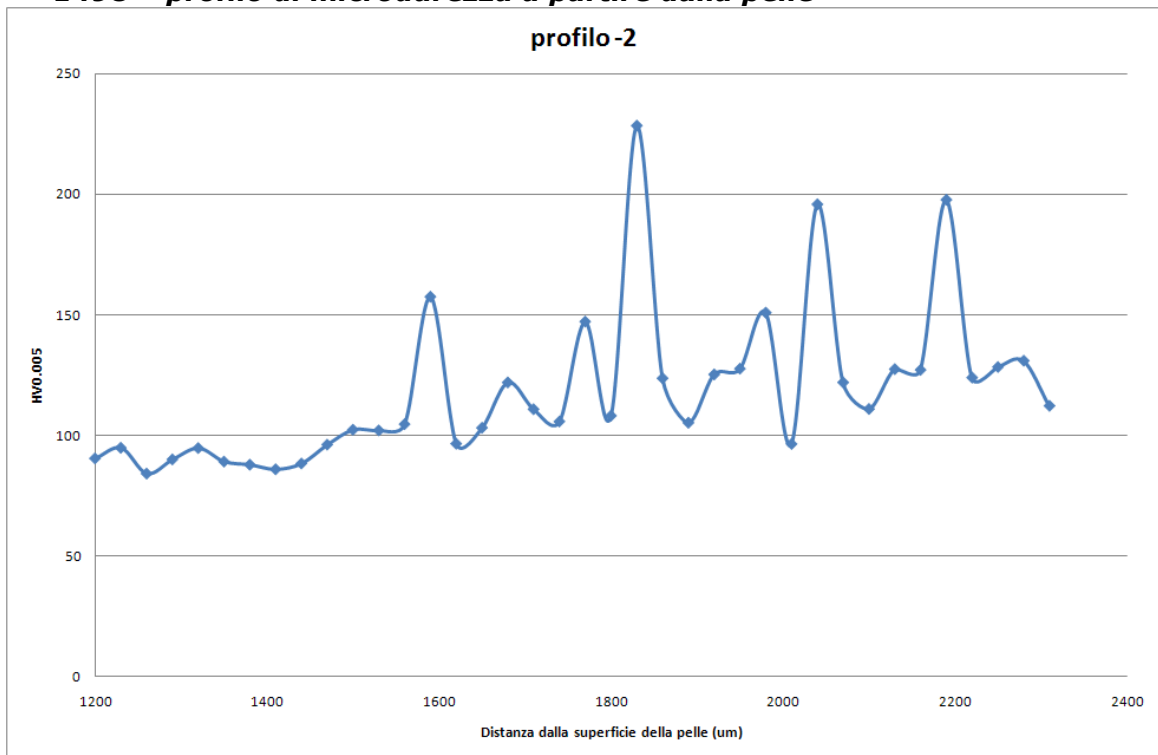


Campione 1497-Sezione A

L (gf)	HV (GPa)	Mean diagonal (μm)	\sim Indentation Depth (μm)
500	$13,26 \pm 0,13$	$26,43 \pm 0,13$	3,77
300	$13,00 \pm 0,15$	$20,68 \pm 0,12$	2,95
200	$13,23 \pm 0,29$	$16,74 \pm 0,19$	2,39
100	$13,10 \pm 0,17$	$11,89 \pm 0,08$	1,70
50	$12,87 \pm 0,06$	$8,48 \pm 0,02$	1,21
25	$13,47 \pm 0,09$	$5,86 \pm 0,02$	0,84
10	$13,87 \pm 0,35$	$3,65 \pm 0,05$	0,52
5	$14,16 \pm 0,22$	$2,55 \pm 0,02$	0,36



1498 – profilo di microdurezza a partire dalla pelle



Profilo di microdurezze realizzato lungo la sezione lucidata del pannello. Nel primo grafico si mostra il profilo tal quale, nel secondo si evidenziano le impronte realizzate sulla pelle, sulla matrice della schiuma e sulla seconda fase.

Commenti alle misure di microdurezza:

Le prove di microdurezza effettuate sui precursori mostrano una durezza in accordo con i valori di letteratura per leghe di alluminio e materiali analoghi, nonché una riproducibilità che cade nell'intervallo caratteristico di tali materiali.

Oltre a tali verifiche preliminari, è interessante osservare come non si osservi alcuna dipendenza significativa del numero di durezza Vickers misurato in funzione della carico applicato (ovvero della dimensione dell'impronta); si nota solo un leggero aumento della durezza per carichi inferiori ai 5 gf, effetto spesso imputato alla presenza di uno strato incrudito proveniente dal processo di lucidatura.

Tale osservazione fornisce informazioni rilevanti sullo stato di partenza dei precursori. Si può infatti concludere come il processo di estrusione delle polveri non comporti una alterazione drastica delle proprietà meccaniche del metallo (i.e. eccessiva deformazione plastica e/o incrudimento) rispetto a quelle di partenza. Questa osservazione conferma (tramite l'utilizzo di una tecnica molto meno costosa) quanto precedentemente indicato dalle analisi FIB.

È anche notevole il fatto che si sia osservata una maggiore disomogeneità dei dati per il campione 1497. Infatti, le analisi microstrutturali SEM avevano chiaramente mostrato una microstruttura maggiormente disomogenea (porosità/inclusioni) per questa serie di provini. L'analisi della varianza dei dati di microdurezza è quindi una prova tecnologica rilevante per verificare l'omogeneità microstrutturale dei precursori.

Per quanto riguarda il profilo di microdurezza realizzato lungo la sezione trasversale lucidata di un pannello (profilo di microdurezza a partire dalla pelle), le misure mostrano una differenza significativa di proprietà tra la pelle e la schiuma. Si nota chiaramente la transizione tra le due zone.

In aggiunta, si osserva come la schiuma sia caratterizzata da una estrema variabilità del valore di durezza.

Tale variabilità dei dati è probabilmente dovuta alla natura bifasica della schiuma, precedentemente evidenziata tramite le analisi SEM.

Infatti, da una semplice analisi statistica dei dati di microdurezza realizzati all'interno della schiuma, si nota una distribuzione bimodale dei dati di durezza Vickers, a indice della presenza di due fasi distinte: una prima fase (matrice) dalla durezza bassa e una seconda fase (probabilmente un composto intermetallico) dalla durezza significativamente superiore.

Tale osservazione è chiara nel secondo grafico, in cui si mostrano con colori diversi le impronte fatte sulla pelle, sulla matrice della schiuma e sulla seconda fase.

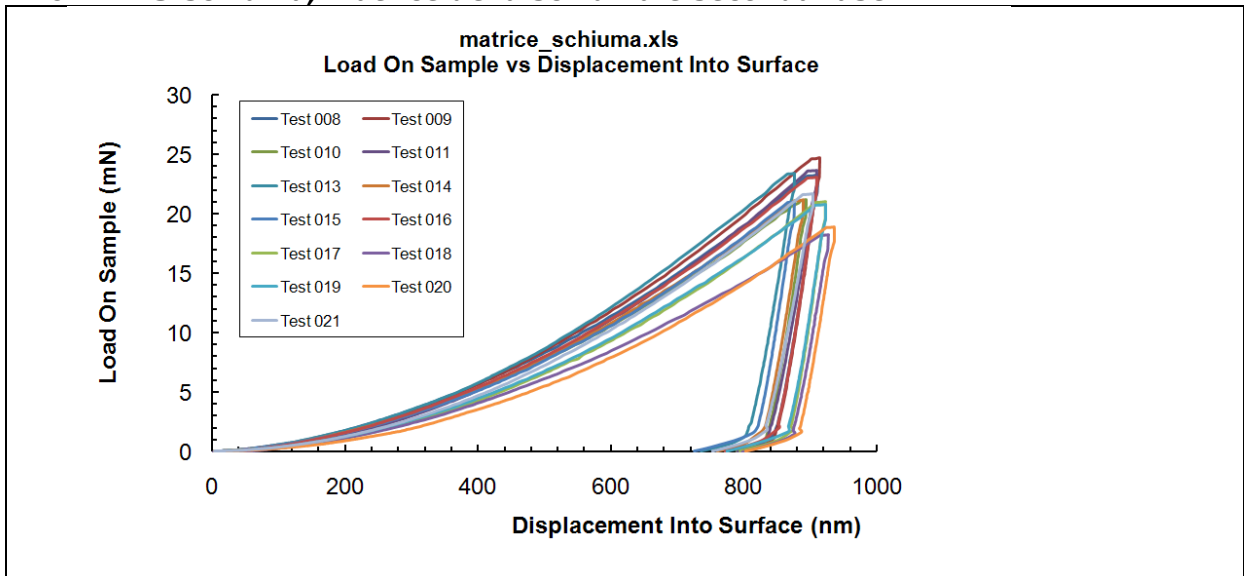
Da questo secondo grafico si osserva anche un trend per quanto riguarda la durezza della matrice nella schiuma, che sembra diminuire in corrispondenza dell'interfaccia.

Le prove di microdurezza hanno quindi permesso di ottenere indirettamente delle informazioni molto dettagliate sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche dei costituenti. Questo risultato è rilevante, in quanto le prove di microdurezza risultano molto meno costose e molto più accessibili delle tecniche di microscopia elettronica.

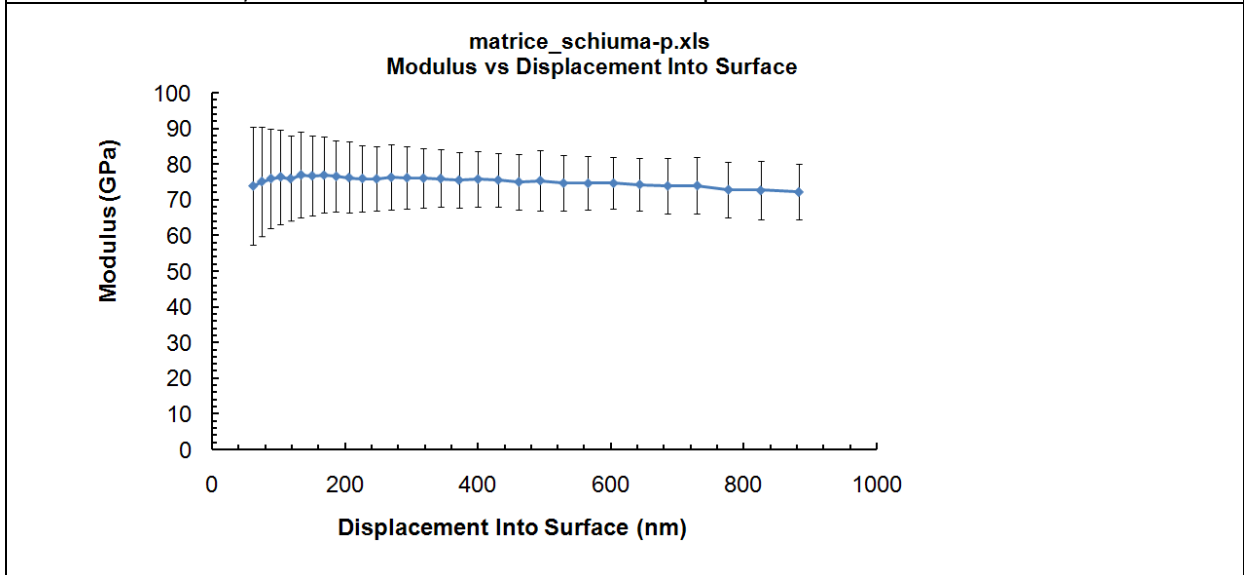
1.6 Nanoindentazione

Si riportano di seguito i dati di nanoindentazione per i campioni in esame, consistenti nelle curve modulo/affondamento e durezza affondamento per ogni materiale realizzate sia in corrispondenza della matrice costituente la microstruttura della schiuma sia in corrispondenza della seconda fase (ricca in Rame dalle analisi EDS).

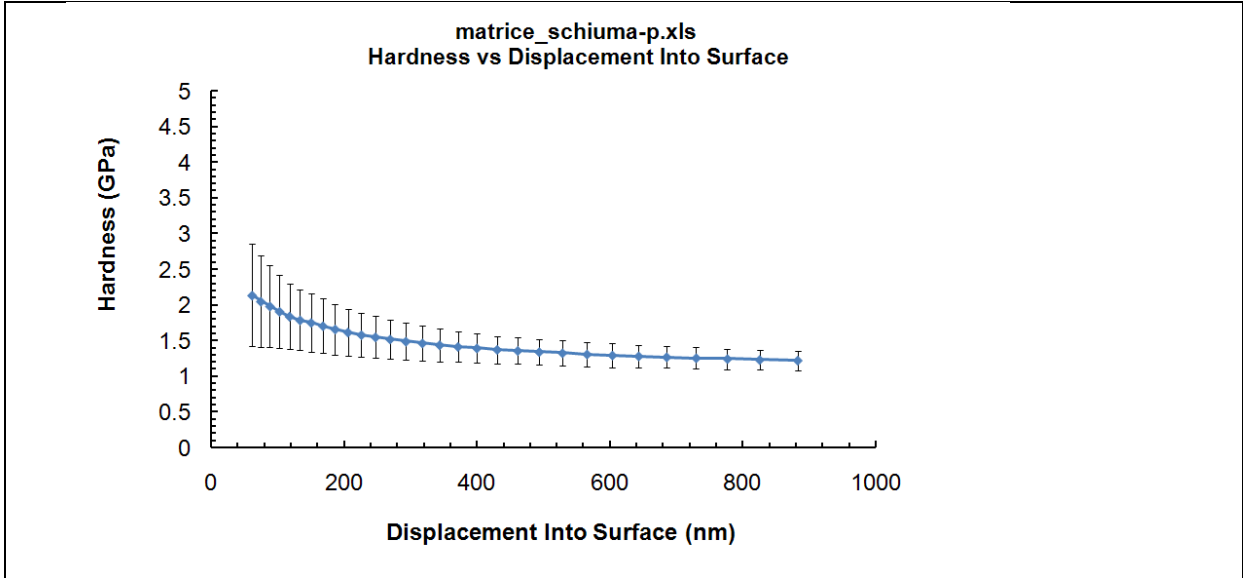
1.6.1 AFS-schiuma, matrice della schiuma e seconda fase



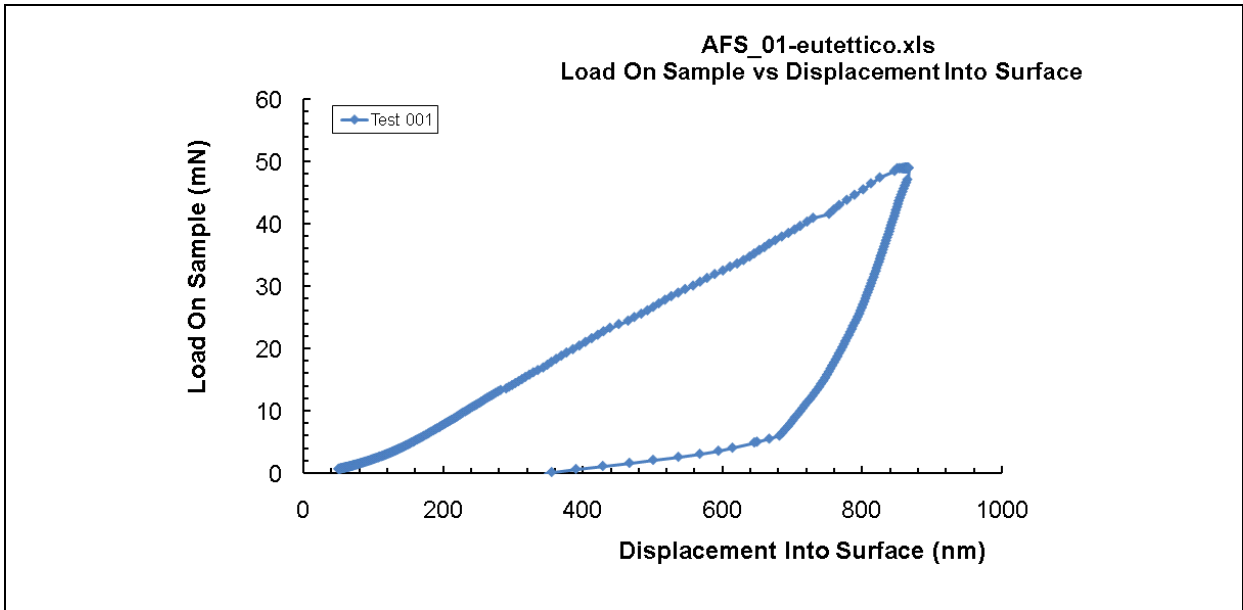
AFS-schiuma, matrice della schiuma – Load displacement raw data



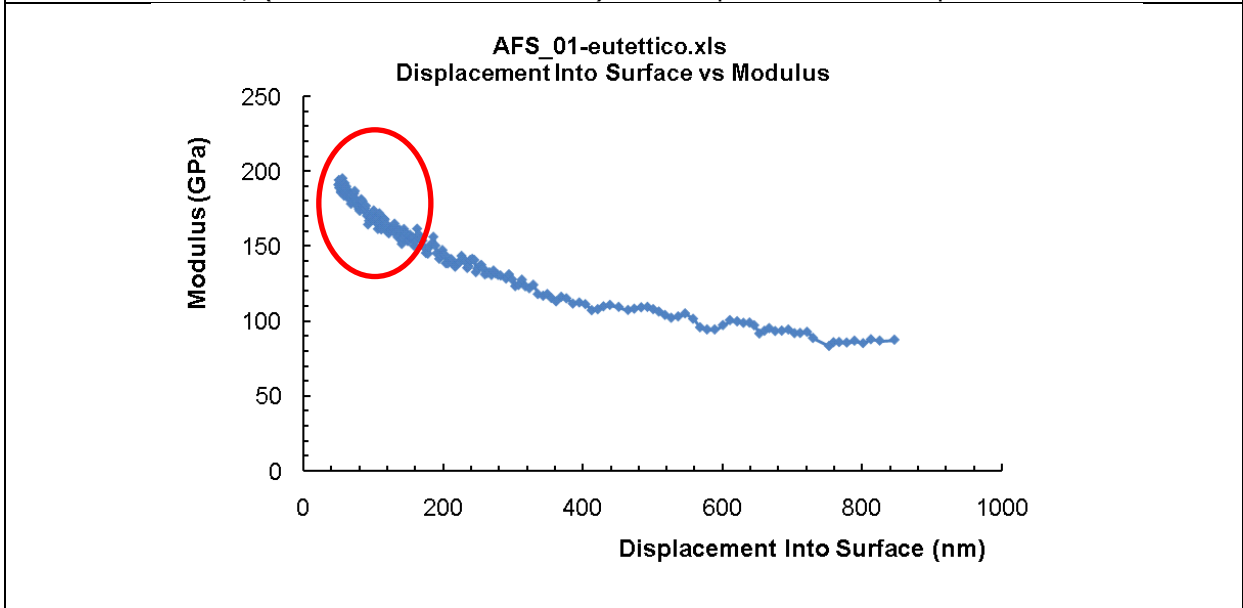
AFS-schiuma, matrice della schiuma – Modulus vs displacement into surface



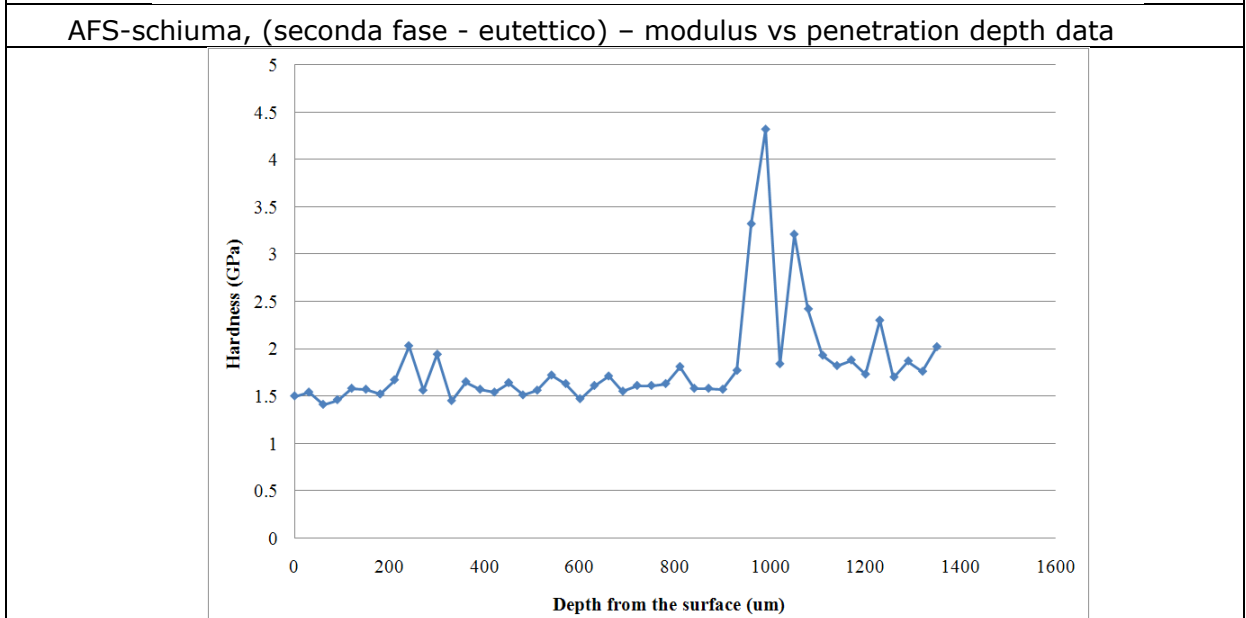
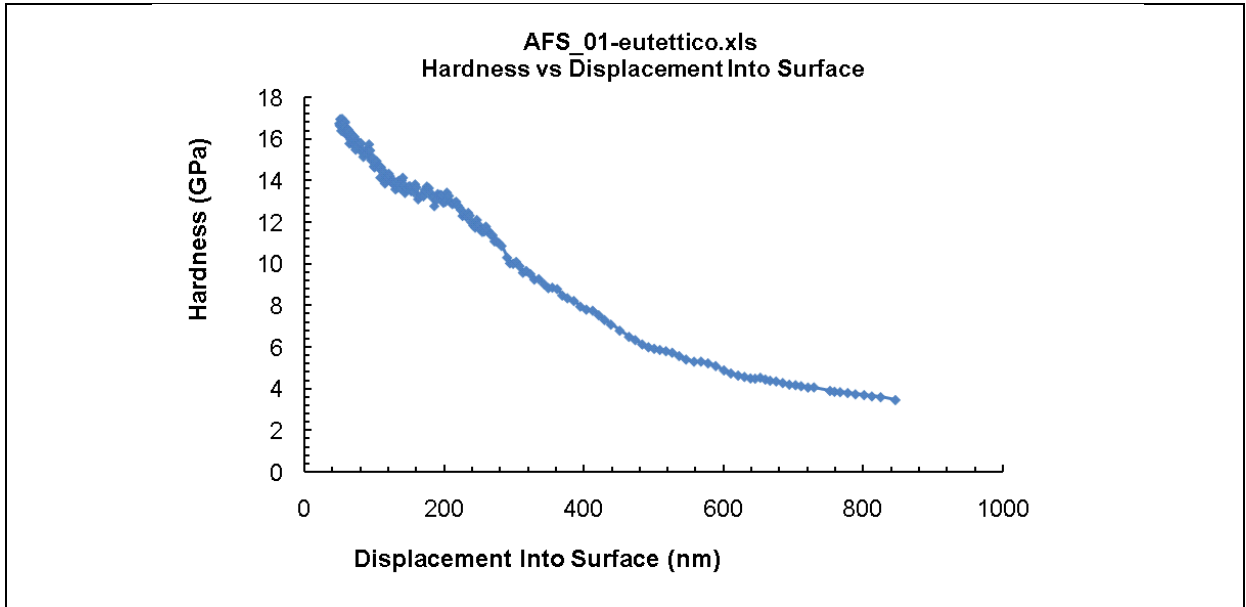
AFS-schiuma , matrice della schiuma - Hardness vs displacement into surface



AFS-schiuma, (seconda fase - eutettico) – example of a Load displacement curve



AFS-schiuma, (seconda fase - eutettico) – modulus vs penetration depth data



AFS - profilo di nanoindentazioni a partire dalla superficie in cui si distingue l'interfaccia

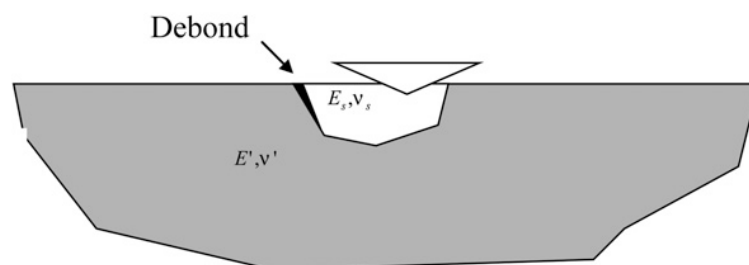
Commenti alle misure di nanodurezza:

Le misure di nanoindentazione effettuate hanno permesso di raggiungere un grado di dettaglio ulteriore rispetto alle prove di microdurezza, andando ad analizzare le proprietà specifiche delle due fasi costituenti la schiuma.

I valori di durezza e modulo elastico misurati all'interno della matrice mostrano una buona riproducibilità e portano a dei valori che sono perfettamente in accordo con quanto usualmente misurato per l'alluminio metallico.

Interessanti, anche se di più difficile interpretazione, sono le prove realizzate sulla seconda fase (di cui si riporta un esempio).

Dalle figure soprastanti si nota chiaramente come il modulo elastico e la durezza diminuiscano rapidamente in funzione dell'affondamento nel campione, nel caso delle impronte fatte sulla seconda fase. Questo comportamento può essere spiegato se si considera che la prova viene effettuata su un grano delle dimensioni di pochi μm , immerso in una matrice più cedevole e più soffice: ciò comporta che per affondamenti crescenti lo strumento "senta" sempre di più le proprietà meccaniche della matrice rispetto a quelle del grano di seconda fase in esame. Risulta quindi chiaro come i valori di durezza e modulo estrapolati per affondamenti molto piccoli ($< 100 \text{ nm}$) siano una stima affidabile delle reali proprietà della seconda fase. Il valore 100 nm non è scelto casualmente, in quanto rappresenta un valore sicuramente inferiore a $1/10$ della dimensione caratteristica del grano. La figura sottostante schematizza come una prova di nanoindentazione su un grano di dimensioni limitate possa essere influenzata dalla matrice, sia per problemi di influenza sul campo di deformazione elastica, che per possibili delaminazioni al bordo. Per questi motivi i dati di nanoindentazione su singole fasi devono essere acquisiti per affondamenti sufficientemente bassi, in modo tale da evitare gli effetti di bordo.



Da notare infine come le prove realizzate sulla seconda fase siano state molteplici, dalle quali sono state estratte quelle più significative in cui si era ottenuto un perfetto posizionamento della punta sul cuore del grano di seconda fase.

Fatte queste precisazioni, la tecnica ha permesso quindi di valutare le proprietà proprie delle due singole fasi costituenti la schiuma.

	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

È notevole come i valori delle proprietà della seconda fase siano compatibili con quelle di un intermetallico (in particolare la durezza): ciò conferma quanto ipotizzato a seguito delle analisi SEM-EDS, ovvero che la seconda fase sia un composto intermetallico.

Questa ipotesi è confermata dalla analisi della forma delle curve di indetazione riportate nelle figure precedenti; a parte l'evidenza di una maggiore resistenza alla deformazione plastica da parte della seconda fase (a parità di affondamento, carico applicato molto maggiore nel caso della seconda fase), l'informazione più interessante è data dalla forma della curva di **scarico**, che risulta pressochè verticale nel caso della matrice di alluminio, mentre è più "dolce" (a indice di una maggiore elasticità) nel caso della seconda fase. Il parametro numerico che descrive questo comportamento è il rapporto tra l'affondamento massimo e l'affondamento residuo (h_f/h_{max}).

I materiali metallici duttili che mostrano incrudimento sono in genere caratterizzati da un valore $h_f/h_{max} > 0.8$, mentre i materiali duri sono in genere caratterizzati da valori minori. Ampia discussione di questo comportamento è riportata nel riferimento [2] citato nella introduzione alla nanoindentazione nei capitoli precedenti.

L'analisi delle curve di scarico per le due fasi conferma quindi la natura di composto intermetallico della seconda fase dispersa (osservazione che deve essere presa in considerazione nel corso di eventuali simulazioni microstrutturali).

I risultati ottenuti dalle prove di nanoindentazione possono essere di fondamentale importanza in vista di una modellazione microstrutturale DIB-FEM (Digital Image Based Finite Element Modelling) del comportamento meccanico della schiuma. La conoscenza delle proprietà delle singole fasi può permettere di realizzare un modello FEM che riproduca fedelmente la microstruttura e che permetta una simulazione affidabile del comportamento della schiuma.

D'altro canto, la conoscenza delle proprietà e delle frazioni delle due fasi, può permettere di ottenere dei valori di proprietà mediati, da inserirsi in eventuali modellazioni FEM macroscopiche della struttura (i.e. in cui non si vada a realizzare un modello dettagliato della microstruttura).

Un parametro che rimane ancora incognito è la misura dei stress residui presenti nelle due fasi. Tale parametro è stato analizzato tramite una tecnica innovativa basata su microscopia a fascio ionico focalizzato (FIB) descritta nei paragrafi successivi.

Per quel che riguarda il profilo in sezione di nanodurezze (realizzato con una spaziatura di 20 μm tra le impronte) i risultati mostrano una interfaccia molto netta tra la pelle e la schiuma. Non si evidenziano infatti dei gradienti significativi di proprietà, bensì una transizione rapida in corrispondenza dell'interfaccia. La durezza della pelle risulta essere mediamente inferiore a quella della matrice a base alluminio all'interno della schiuma.

Le misure fatte sulle pareti delle celle delle schiume risultano essere fortemente variabili a causa della presenza dell'eutettico di durezza maggiore.

Analisi in-situ degli stress residui:

Uno dei parametri di maggiore interesse per la corretta comprensione del comportamento meccanico e dei modi di cedimento di pannelli e delle schiume è sicuramente rappresentato dalla presenza di tensioni residue all'interno della schiuma a seguito del processo di produzione.

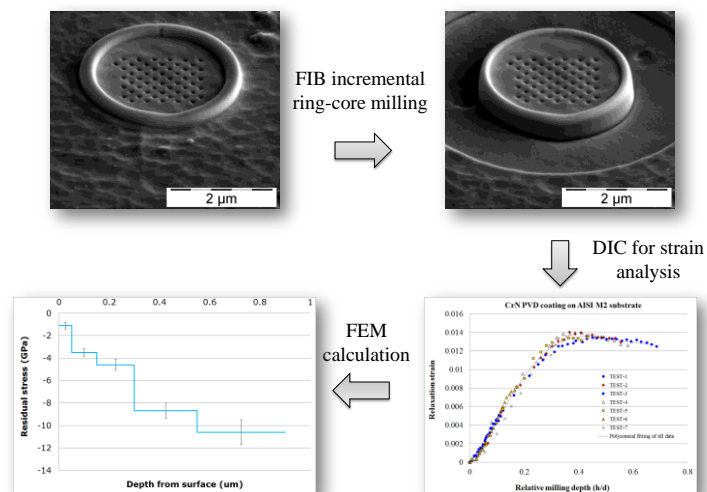
L'analisi di tale proprietà (che ha sicuramente una influenza sui modi di cedimento) risulta essere estremamente difficoltosa dal punto di vista sperimentale, in quanto richiede non solo una elevata risoluzione spaziale della tecnica di misura (dell'ordine di 10 μm), ma anche una elevata accuratezza di posizionamento della sonda (dell'ordine dei 10 μm).

A tal fine, è stato possibile 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 a seguito della realizzazione di immagini SEM ad alta risoluzione.

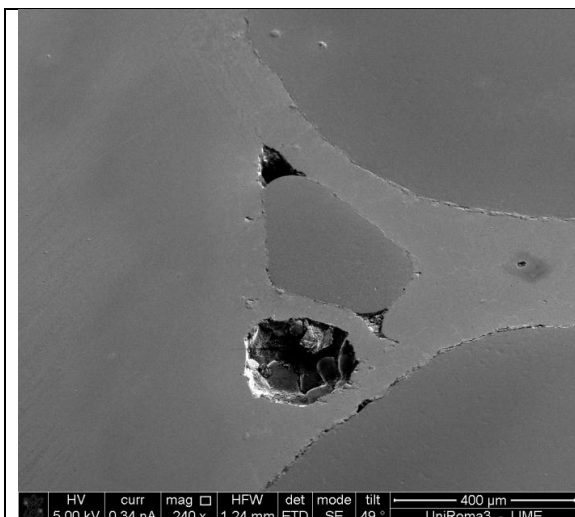
Gli stress residui (sia il valor medio che il profilo nello spessore scavato) sono infine calcolati a partire dalle deformazioni di rilassamento misurate tramite modelli costitutivi analitici o tecniche di simulazione agli elementi finiti.

La tecnica garantisce una risoluzione dell'ordine del micron, e quindi ha permesso in questo caso di effettuare singole misure di stress sulle due fasi costituenti la schiuma.

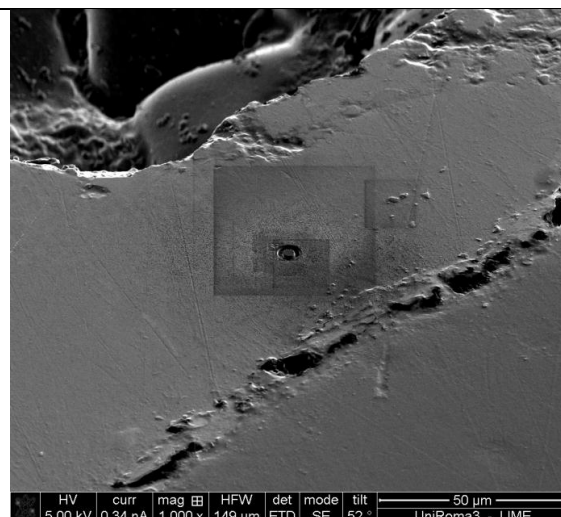
Uno schema del metodo è riportato nella seguente figura (in cui i dati riportati sono esemplificativi):



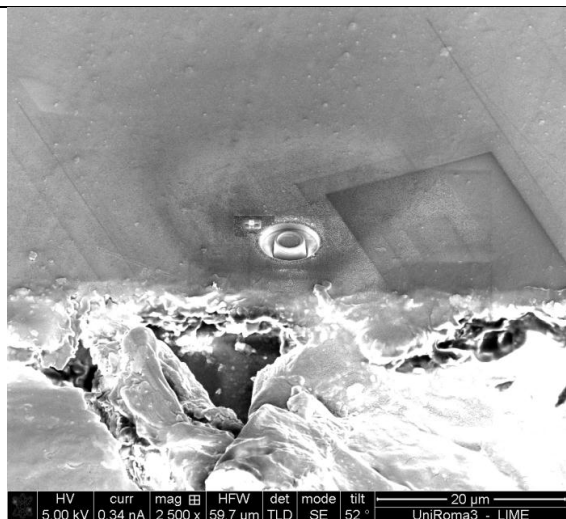
Di seguito sono riportate alcune micrografie relative alle analisi, nonché i dati di deformazione di rilassamento misurate sulle due fasi costituenti la schiuma:



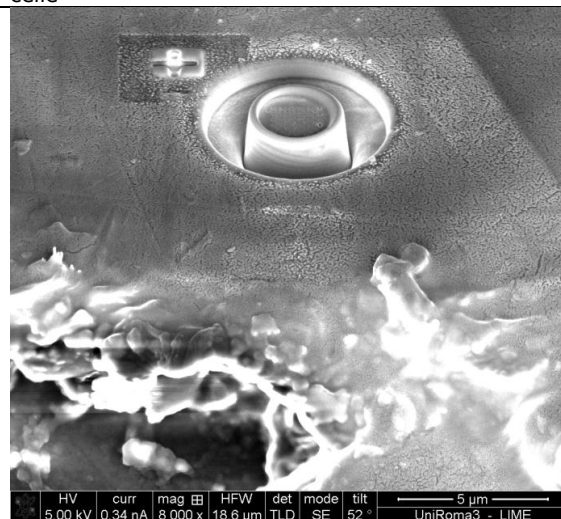
01 – micrografia ad elevati ingrandimenti della zona di interfaccia pelle/schiuma



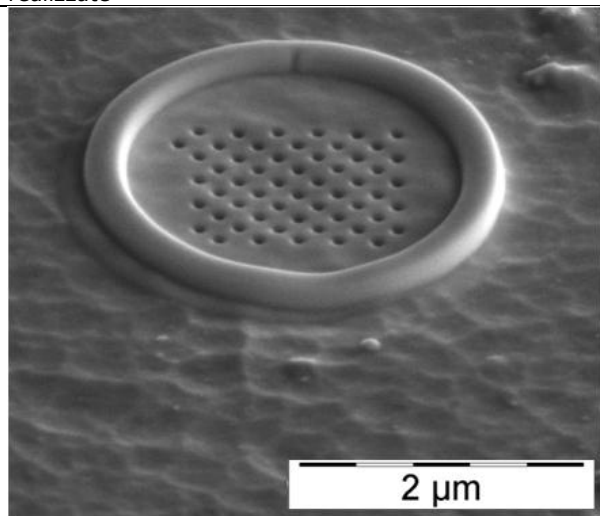
02 – micrografia ad alti ingrandimenti di una delle misure di stress residuo realizzate sulle pareti delle celle



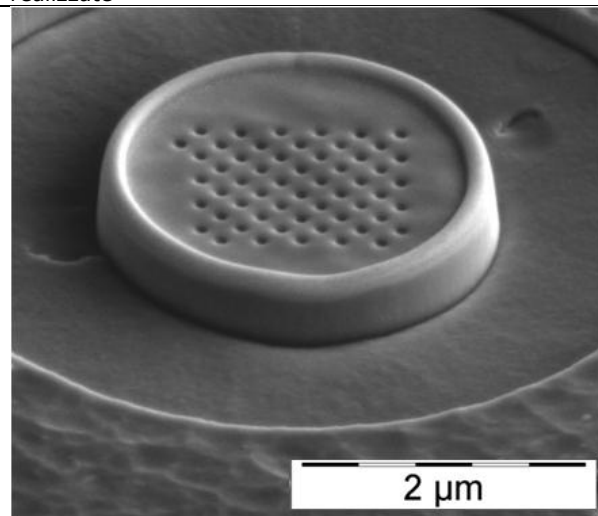
03 – immagine di dettaglio di una delle prove realizzate



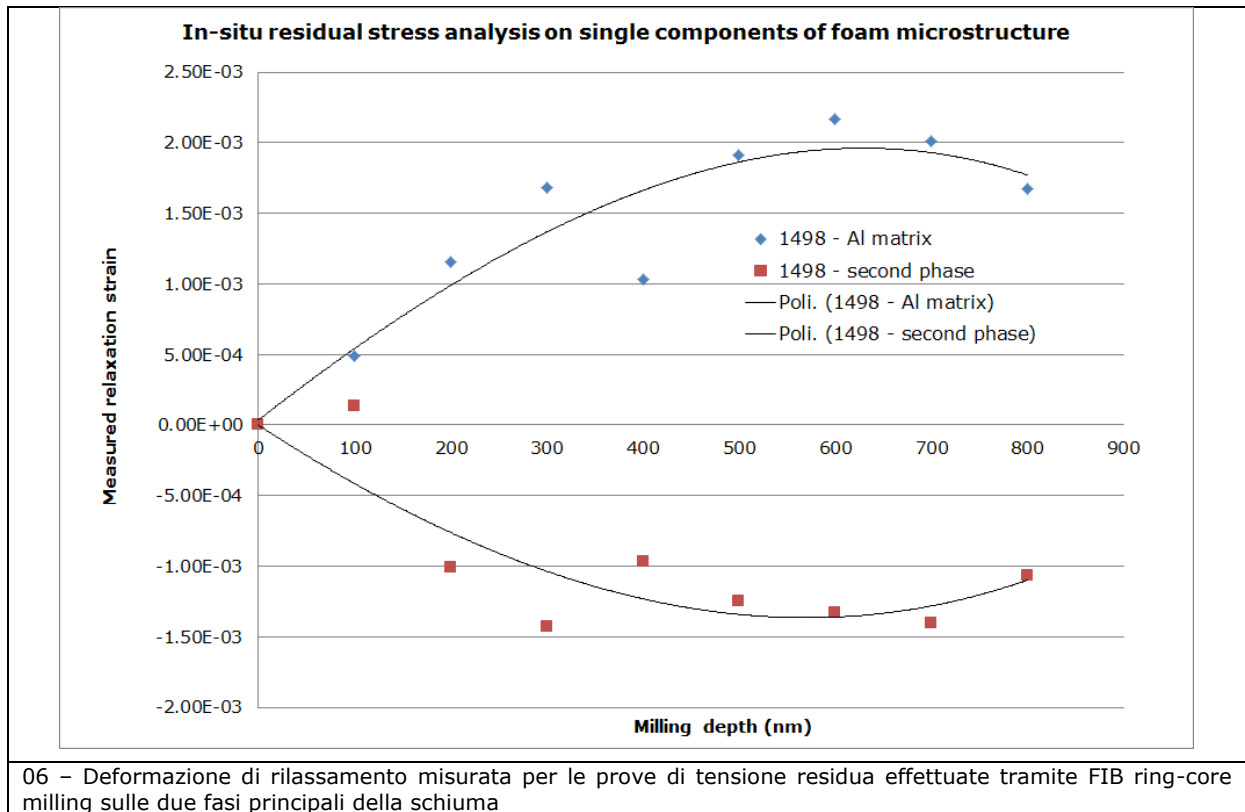
04 – immagine di dettaglio di una delle prove realizzate



04 – immagine esemplificativa della micrografia acquisita prima dello scasso (Materials Science and Engineering A 528 (2011) 7901– 7908)



05 – immagine esemplificativa delle micrografie acquisite in modo incrementale nel corso dello scasso (Materials Science and Engineering A 528 (2011) 7901– 7908)



I risultati in termini di deformazione di rilassamento indicano che:

- 1- La matrice a base alluminio si trova in uno stato di tensioni residue di compressione (deformazioni di rilassamento positive);
- 2- La seconda fase (eutettico) si trova in uno stato di tensione residua di trazione (deformazioni di rilassamento negative)
- 3- In entrambi i casi lo stress residuo presente si può stimare nell'ordine dei 150 MPa

Queste misure mostrano quindi che le due fasi costituenti la schiuma si trovano in uno stato di tensione residua opposto a seguito del processo di espansione. Tale informazione, inserita all'interno dei modelli di calcolo e simulazione del comportamento meccanico, può essere rilevante per la corretta comprensione dei meccanismi di cedimento su scala macroscopica.

È comunque da notare che questi risultati, seppur estremamente interessanti, sono ancora del tutto preliminari.

Sono attualmente in corso degli studi mirati alla verifica della influenza del processo di preparativa sullo stress residuo nella matrice di alluminio (è infatti possibile che uno stress ulteriore di compressione venga indotto sulla matrice dal processo di lappatura).

CAPITOLO2
Analisi microstrutturale dei giunti saldati

2.1 Materiali analizzati

Sono stati consegnati 3 campioni così identificati:

	Codice	Descrizione:
1	A2	Saldatura dei pannelli AFS al Fascio Elettronico, senza inserto tra le pelli
2	A8	Saldatura dei pannelli AFS al Fascio elettronico, con inserto ad I in lega AA 5383 H116 (ALMg4,5Mn)
3	IQ	Saldatura dei pannelli AFS al Fascio elettronico, con inserto quadro in lega AA 6060 T6 (AlMgSi0.5)

2.2 Obiettivi

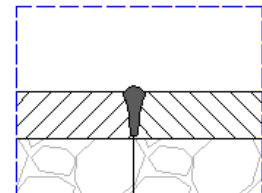
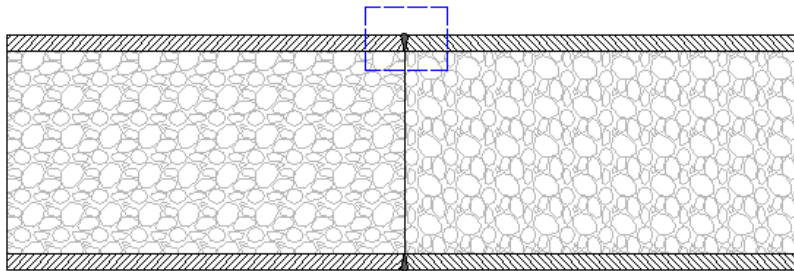
	Analisi micro strutturale e microanalitica di giunzioni saldate
A4	Analisi micro strutturale ottica e di nano/micro durezza della MZ e valutazione della dimensione della HAZ delle saldature di AFS.
A5	Analisi SEM/EDS con microanalisi della MZ e HAZ e valutazione della composizione locale del giunto saldato.
A6	Confronto fra caratteristiche microstrutturali del MB e del giunto saldato

2.3 Preparativa dei campioni:

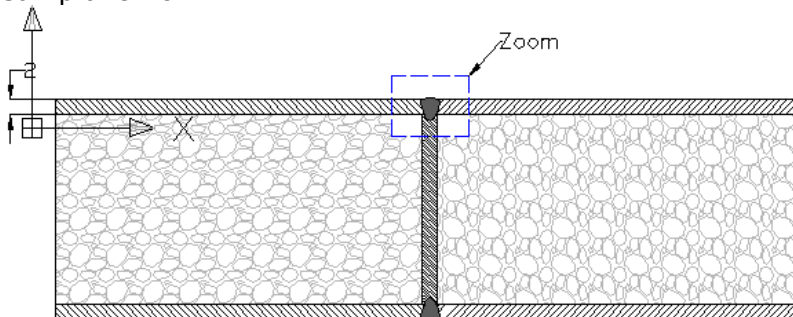
I campioni di saldatura (A2; A8; IQ) sono stati sezionati trasversalmente al cordone di saldatura ed una porzione significativa, secondo lo schema di seguito riportato, è stata inglobata e lucidata.

Campione A2:

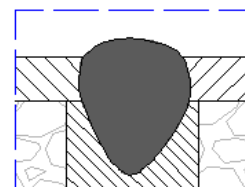
PORZIONE SIGNIFICATIVA (A2)



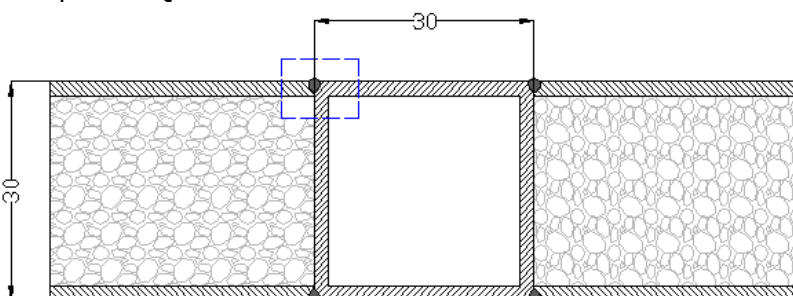
Campione A8:



PORZIONE SIGNIFICATIVA (A8)



Campione IQ:



PORZIONE SIGNIFICATIVA (IQ)

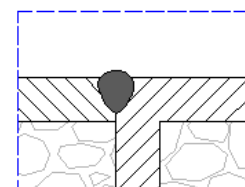


Figura 8: schema di prelievo dei campioni per microanalisi e durezza

La preparativa di leghe metalliche di alluminio è particolarmente complessa, a causa della bassa durezza infatti, un'errata dei parametri di lucidatura comporta la creazione di un elevato numero di artefatti (graffi, inclusioni dell'abrasivo).

La tecnica utilizzata è stata simile a quanto riportato nel capitolo 1 per la preparazione dei materiali base.

Per ogni campione saldato è stato costruito un profilo di micro durezza. Ogni profilo, è stato realizzato, facendo una serie d'impronte sulla sezione trasversale del cordone di saldatura, come mostrano le figure qui di seguito, inizialmente partendo dall'esterno un'impronta ogni 500 μm , poi si prosegue ogni 100 μm fino ad attraversare completamente

la saldatura ed in fine ogni 500 μm per circa 2 mm, come se si trattasse di una linea che taglia il cordone di saldatura.

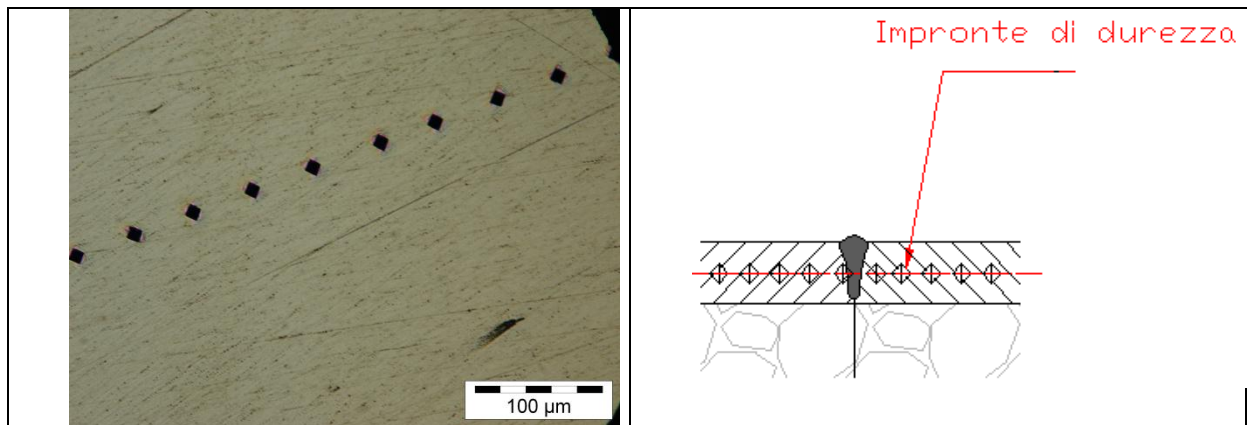
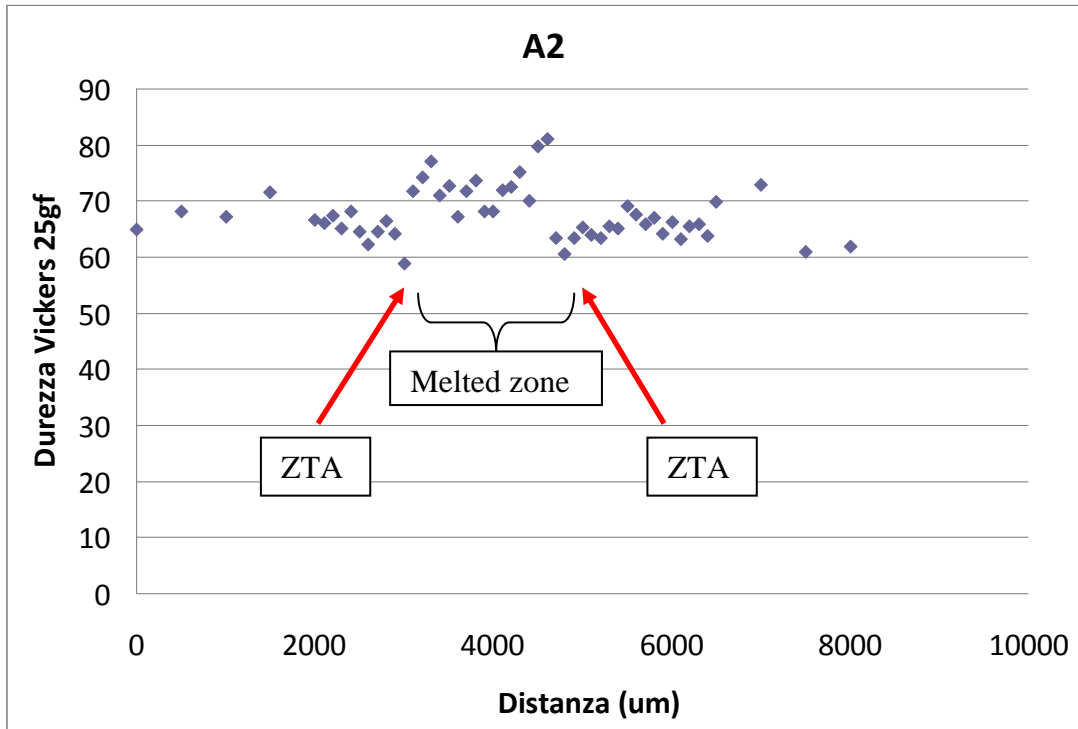


Figura 9: schema dei rilievi di micro durezza sui campioni saldati

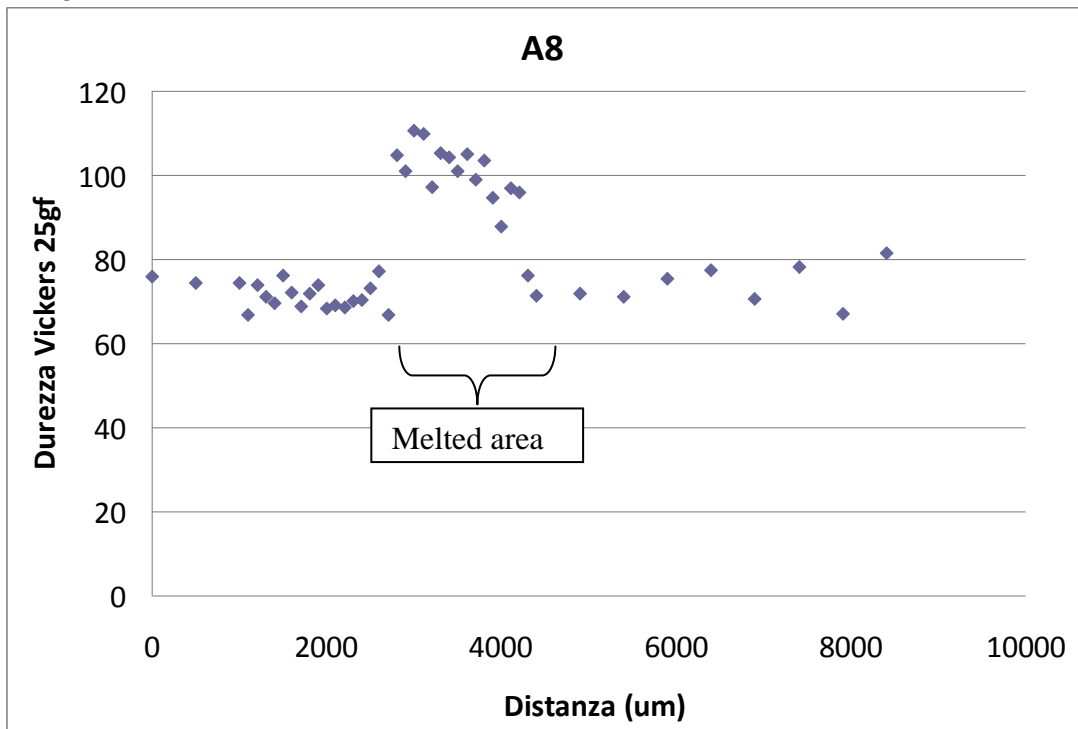
2.4 Risultati

2.4.1 Analisi micro strutturale ottica e di nano/micro durezza della MZ e valutazione della dimensione della HAZ delle saldature di AFS.

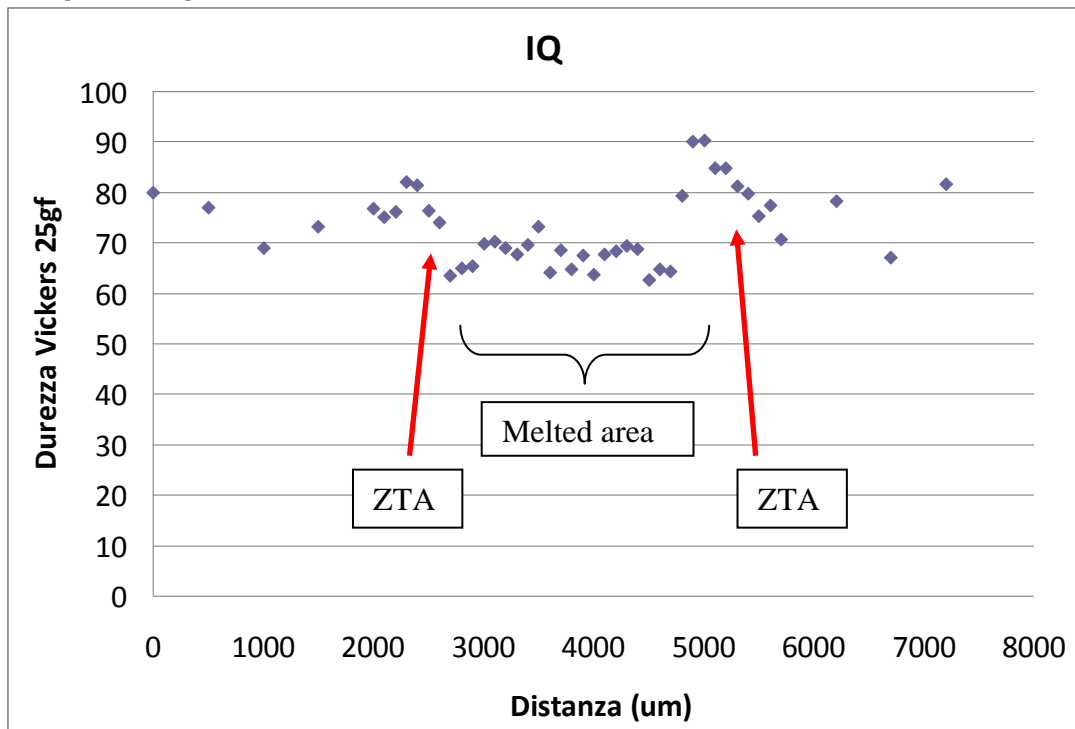
Campione A2:



Campione A8:



Campione IQ:



Commenti:

I profili di micro-durezza realizzati hanno permesso la discriminazione tra le proprietà meccaniche della ZTA e della zona fusa, che sono risultate significativamente differenti rispetto a quelle del metallo base.

Risulta innanzitutto chiaro come per tutti i campioni si osservi un incremento di durezza in corrispondenza della ZTA, a conseguenza della formazione di una microstruttura a grana fine e/o della precipitazione di una seconda fase finemente dispersa, mentre risultati diversi sono ottenuti per quel che riguarda la zona centrale di fusione in funzione del diverso materiale dell'inserto.

In particolare, per i campioni A2 e IQ è stato osservato un picco di durezza in corrispondenza dei due lati costituenti la ZTA, ad indicare la formazione di una microstruttura a grana fine con una dispersione omogenea di precipitati.

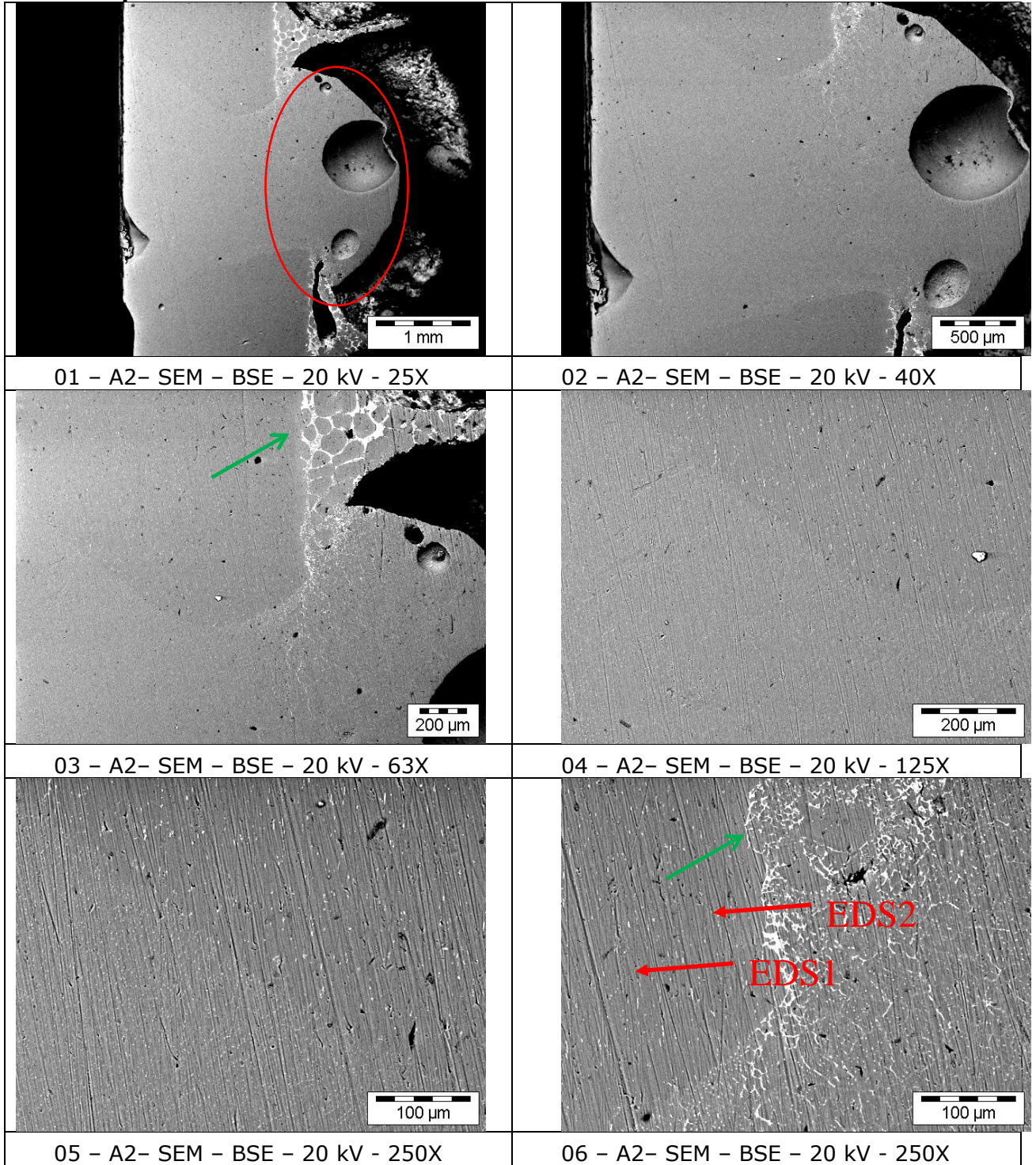
Nel caso del campione A8, si osserva un significativo aumento delle proprietà meccaniche nella zona di saldatura che non permette di evidenziare il picco di durezza caratteristico della ZTA, probabilmente a seguito della formazione di una microstruttura a grana fine a seguito della elevata velocità di solidificazione e della particolare microstruttura resa possibile grazie al differente materiale dell'inserto (AA 5383). Tale fenomeno è giustificabile in quanto le leghe della serie 6082 sono saldate in generale con materiali d'apporto della serie 5xxx quando si desiderano caratteristiche meccaniche superiori.

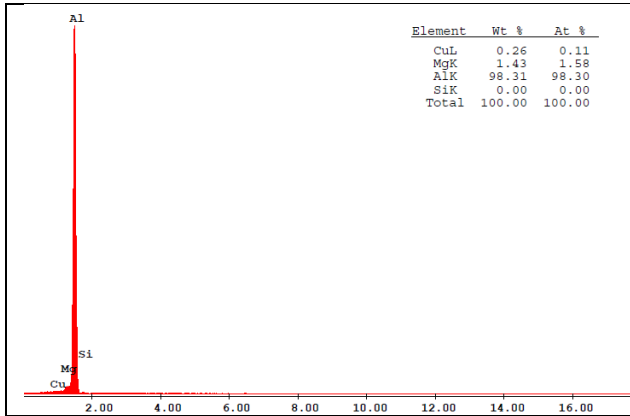
Un comportamento diverso si osserva per i campioni A2 e IQ: nel primo caso (A2) si nota che sia la ZTA che la zona fusa sono caratterizzate da durezza superiore rispetto al materiale base, mentre nel secondo caso (IQ) si nota come la zona fusa ha una durezza inferiore rispetto al materiale base. In questo caso la minore durezza e quindi resistenza della ZF è probabilmente legata ad una cattiva influenza da parte del materiale dell'inserto (AA 6060 T6) diluito dal processo di saldatura. La ZTA ha invece sempre una durezza superiore grazie all'affinamento del grano che il processo di saldatura EBW è in grado di indurre. Ciò conferma come le proprietà della zona fusa siano fortemente influenzate dalla velocità locale di solidificazione, che può essere difficilmente controllata e resa uniforme lungo tutta l'estensione della saldatura e dal tipo di inserto/materiale d'apporto.

Tale osservazione suggerisce l'idea di uno studio sistematico (preferibilmente tramite DOE, Design of Experiments) della influenza dei parametri di saldatura sulla microdurezza del fuso, l'estensione della ZTA e la microdurezza della ZTA, supportata da analisi SEM della microstruttura. Tali analisi esulano dagli obiettivi di questo contratto e verranno eventualmente pianificate in seguito. I risultati permetterebbero di ottenere informazioni sostanziali per l'ottimizzazione del processo, utilizzando una tecnica relativamente semplice e poco costosa.

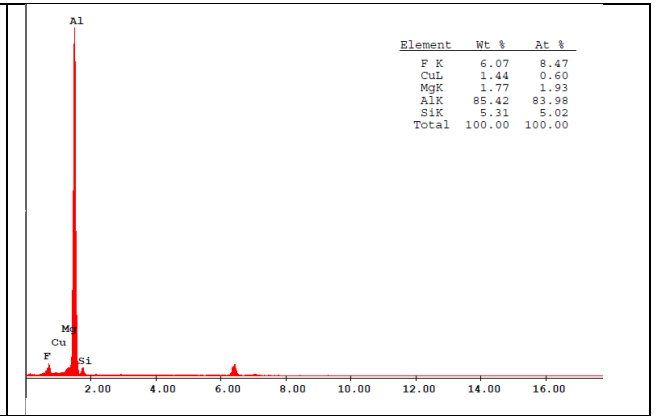
2.5 Analisi SEM/EDS con microanalisi della ZF e ZTA e valutazione della composizione locale del giunto saldato.

Campione A2:

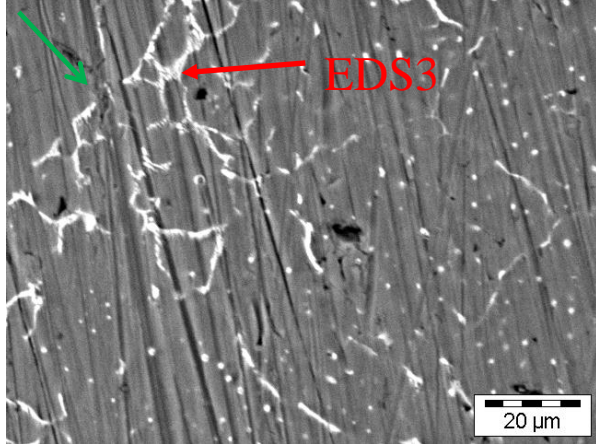




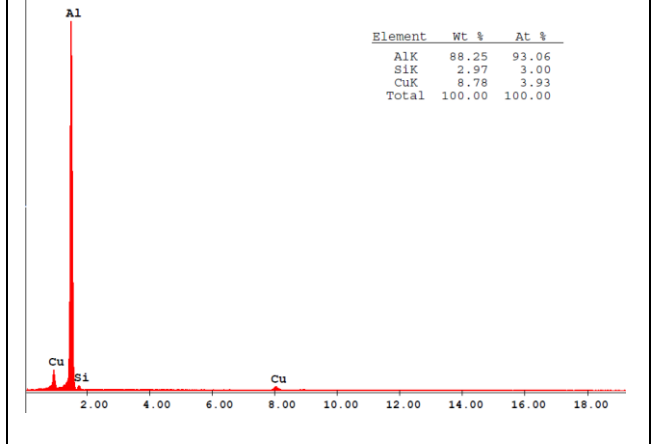
07 - A2 - SEM - 20 kV - EDS1 - 1800 count



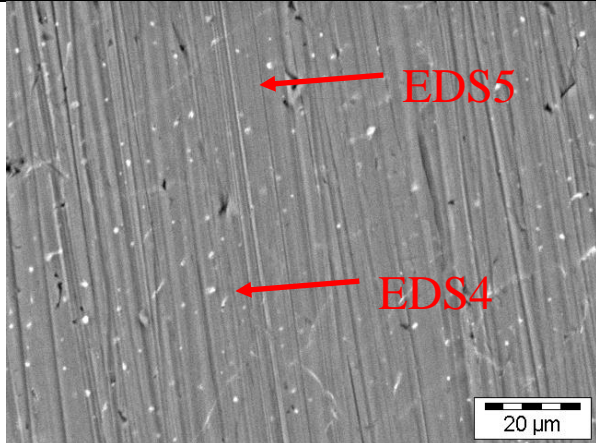
08 - A2 - SEM - 20 kV - EDS2 - 1800 count



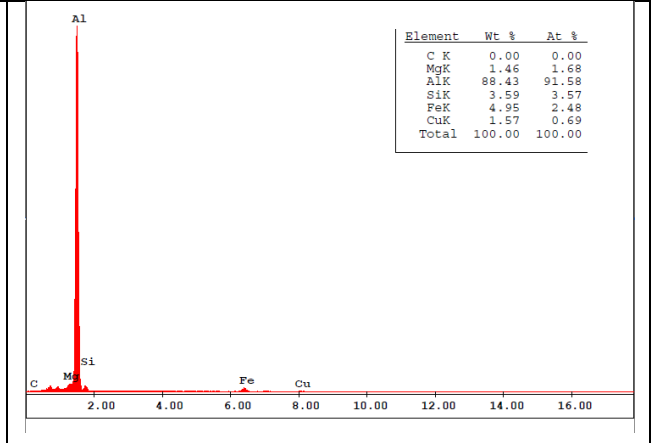
09 - A2 - SEM - BSE - 20 kV - 1000X



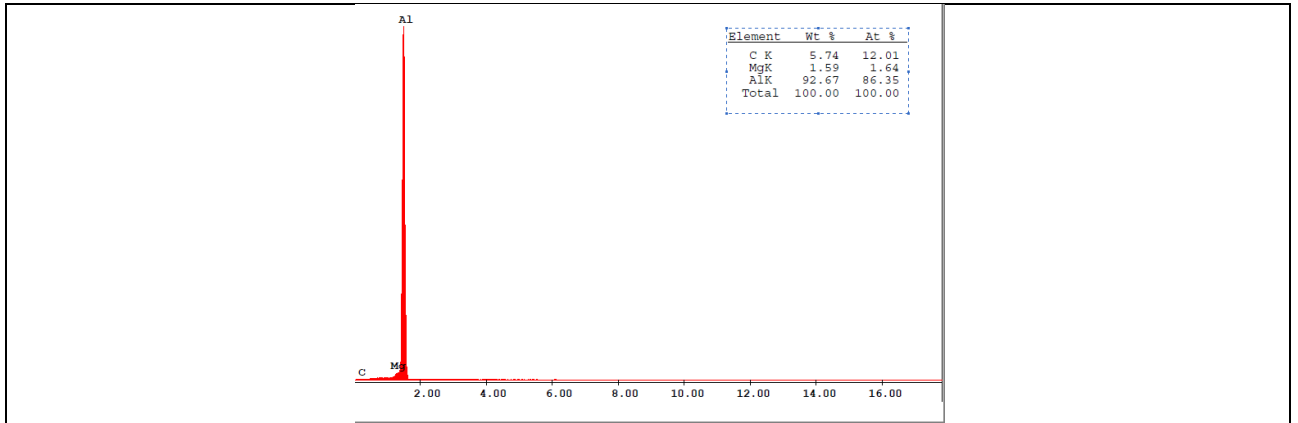
10 - A2 - SEM - 20 kV - EDS3 - 1800 count



11 - A2 - SEM - BSE - 20 kV - 1000X

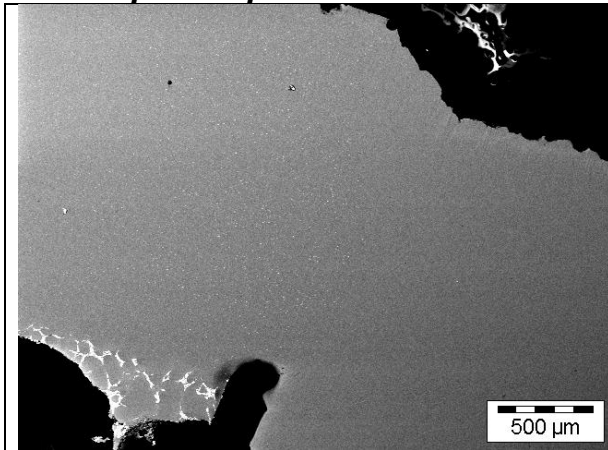


11 - A2 - SEM - 20 kV - EDS4 - 1800 count

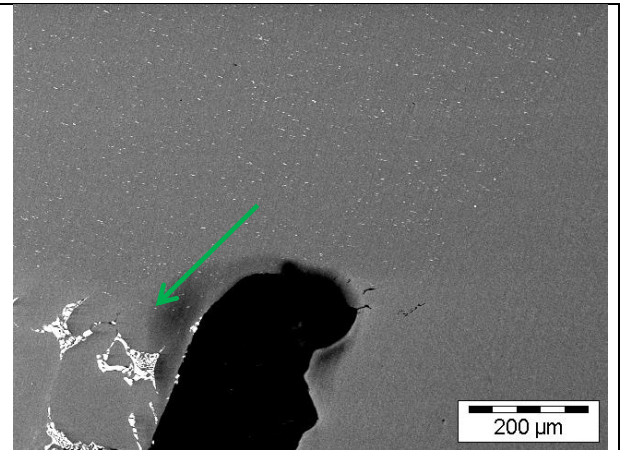


12- A2 - SEM - 20 kV - EDS5 - 1800 count

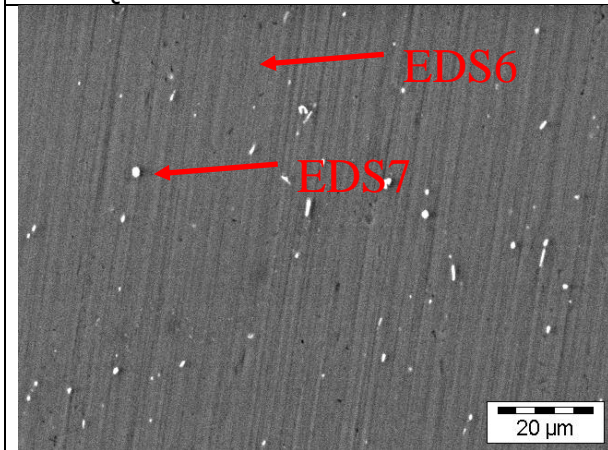
Campione Iq:



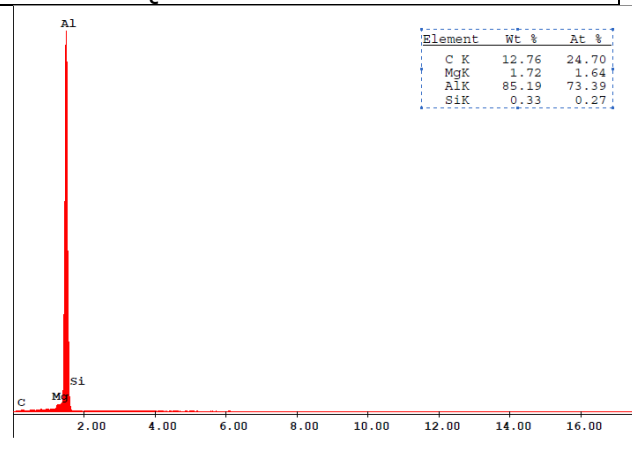
13 - IQ- SEM - BSE - 20 kV -40X



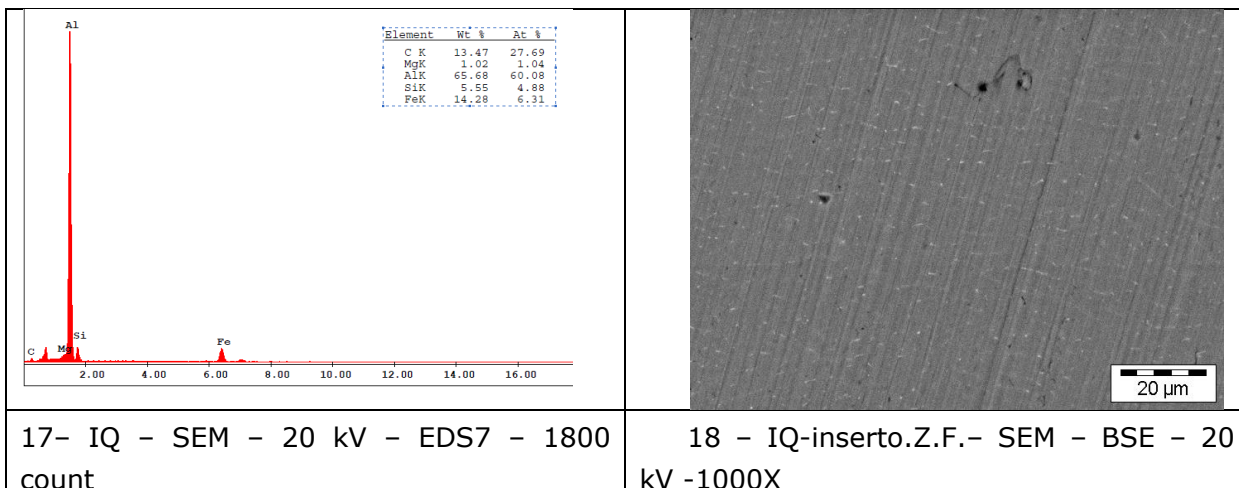
14 - IQ- SEM - BSE - 20 kV -125X



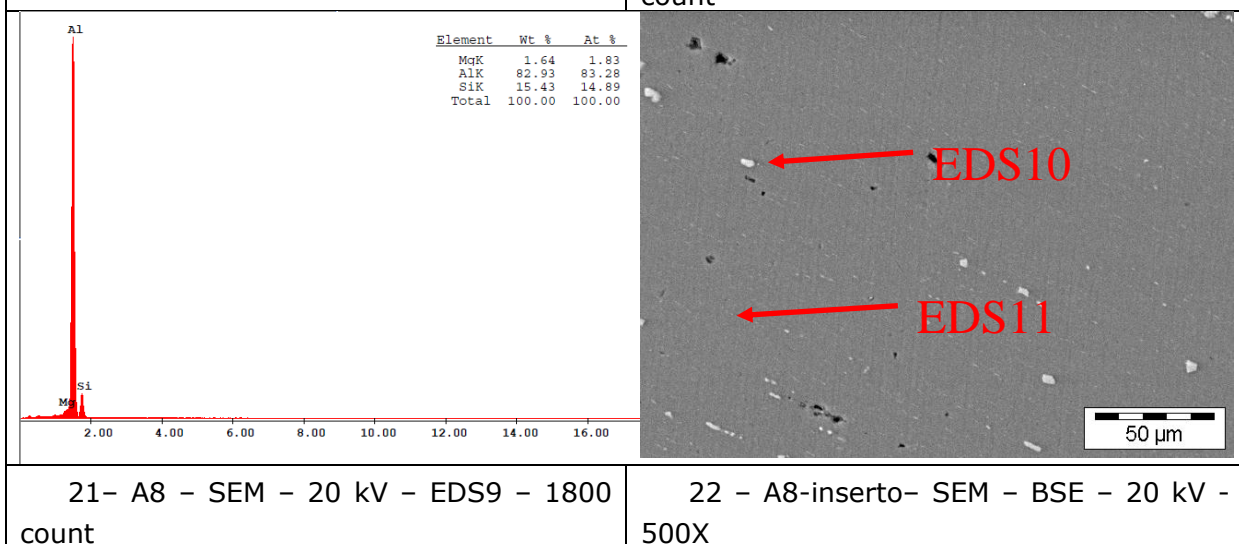
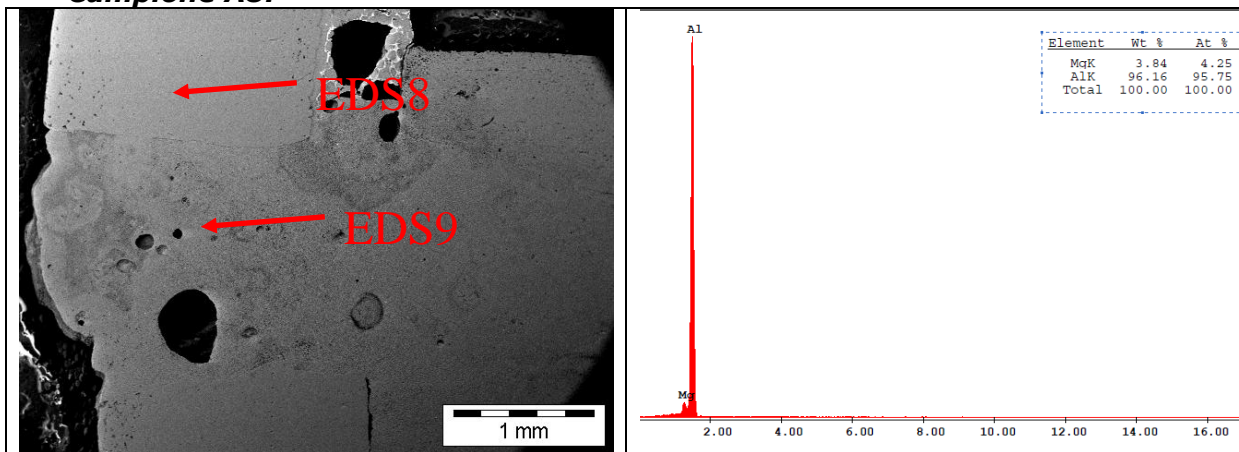
15 - IQ-inserto.Z.T.Q.- SEM - BSE - 20 kV -1000X

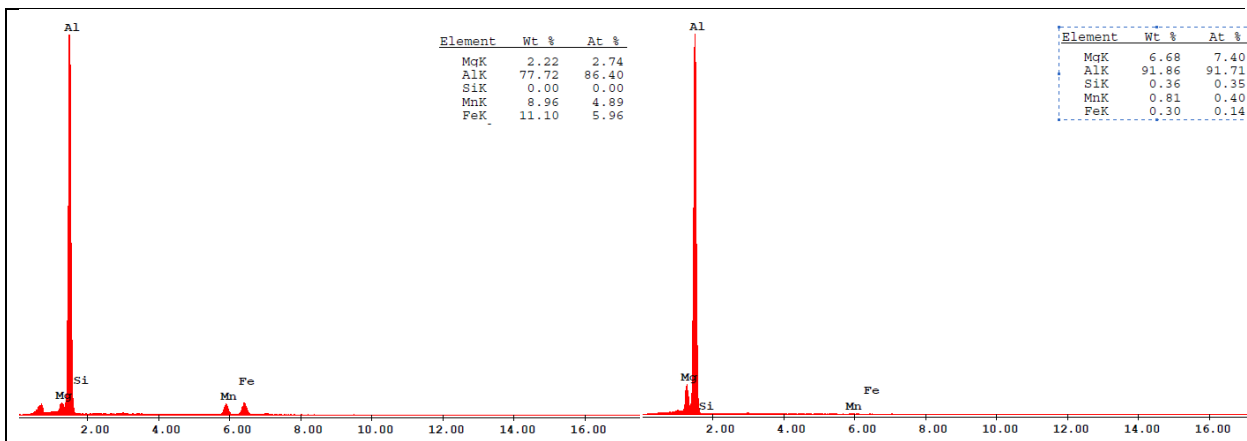


16- IQ - SEM - 20 kV - EDS6 - 1800 count



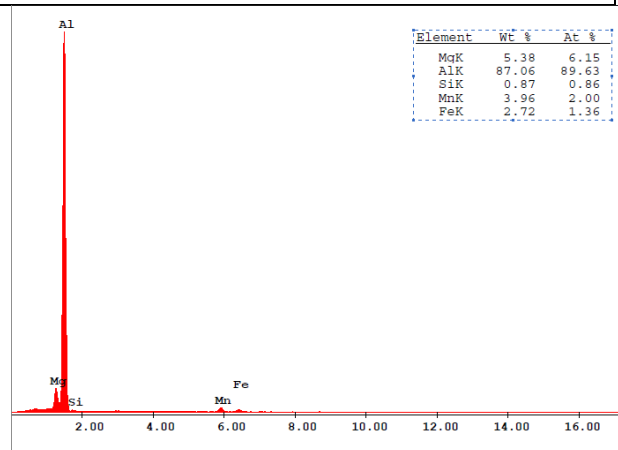
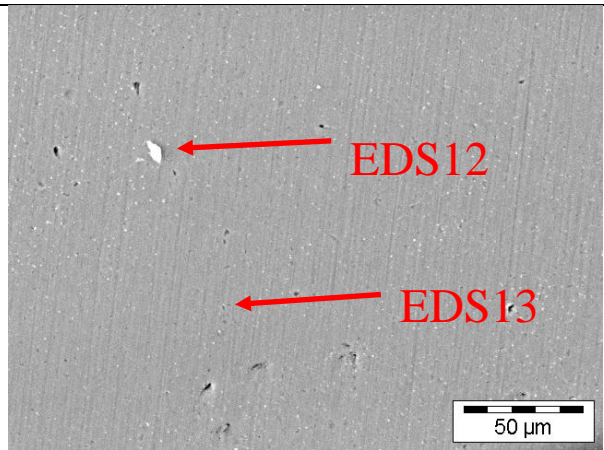
Campione A8:





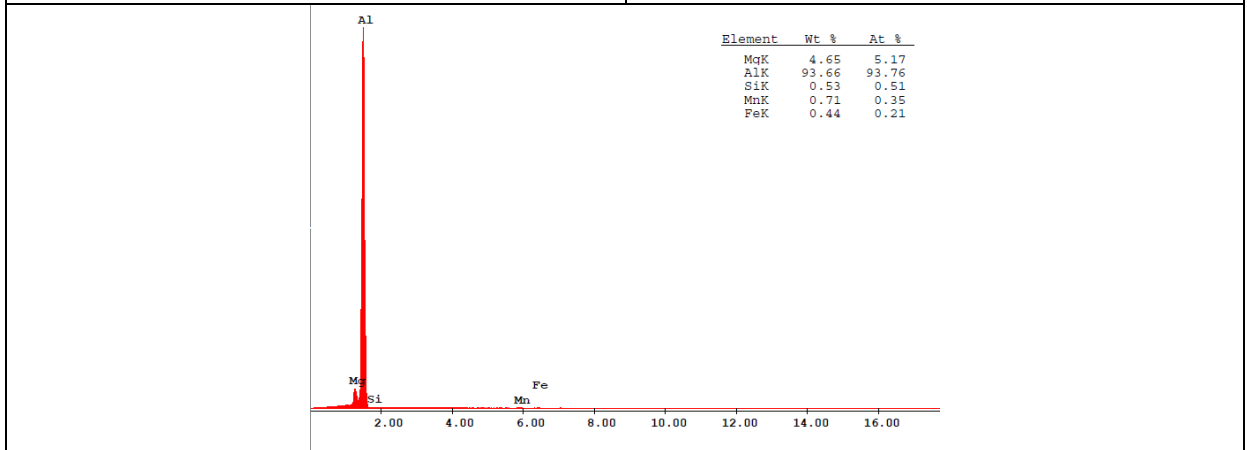
23- A8 - SEM - 20 kV - EDS10 - 1800 count

24- A8 - SEM - 20 kV - EDS11 - 1800 count



25 - A8-inserto.Z.F.- SEM - BSE - 20 kV - 500X

26- A8 - SEM - 20 kV - EDS12 - 1800 count



27- A8 - SEM - 20 kV - EDS13 - 1800 count

2.6 Confronto fra caratteristiche microstrutturali del MB e del giunto saldato

Le analisi SEM-EDS portano informazioni rilevanti, sia per quanto riguarda il riarrangiamento microstrutturale a seguito del processo di saldatura che possibili influenze di tali modifiche sul comportamento meccanico della struttura.

Per quanto riguarda la microstruttura del metallo base (MB) e nella zona fusa (ZF) si osserva, sostanzialmente in tutti i giunti, che i precipitati della "ZF" (particelle chiare nella matrice grigia nelle immagini BSE) sono di dimensione molto ridotta e hanno una distribuzione più omogenea rispetto a quelli presenti nel "MB". Questo fenomeno si può spiegare all'elevata velocità di solidificazione, caratteristica tipica di questo tipo di saldatura, e può avere una influenza positiva sul comportamento meccanico del giunto.

Per quanto riguarda l'analisi compositiva EDS, i risultati mostrano una maggiore presenza di Magnesio all'interno del campione A8, a indicare una diversa natura della lega di partenza dell'inserito.

Questa osservazione diventa interessante se correlata con il profili di microdurezza riportati nelle pagine precedenti: si era infatti notato come, per il campione A8, non ci fossero i picchi di durezza caratteristici della ZTA, e ci fosse invece un significativo aumento di durezza all'interno di tutta la zona fusa.

L'osservazione a bassi ingrandimenti riportata in figura 01 mostra come il materiale fuso abbia subito una rapida espansione all'interno delle cavità della schiuma (evidenziata in rosso) che ha comportato la formazione di porosità macroscopiche.

Le immagini successive a ingrandimenti maggiori non mostrano la presenza significativa di porosità a livello microscopico all'interno della zona fusa. Questa osservazione può suggerire come per il materiale utilizzato per l'inserito nel caso del campione A8 (lega AlMg4,5Mn) ci possano essere delle risposte diverse in termini di tenacità della saldatura e/o modi di cedimento meccanico.

L'elemento più interessante si osserva in corrispondenza della interfaccia tra la zona fusa e la lega costituente la schiuma (zone evidenziate con delle frecce verdi nelle figure soprastanti): si nota infatti un ingrossamento del grano della fase eutettico proprio in corrispondenza di tale interfaccia. Tale ingrossamento non era stato identificato nel corso della analisi dei pannelli non saldati (per lo meno, non in maniera così evidente) e quindi può essere imputato al riscaldamento localizzato nel corso del processo di saldatura che provoca una crescita della grana cristallina. Questa osservazione implica la presenza di una zona termicamente alterata anche all'interno della schiuma, e suggerisce di realizzare ulteriori studi sulle proprietà meccaniche di tale zona.

La crescita del grano eutettico in corrispondenza della saldatura può essere vista come un fenomeno positivo ai fini della tenacizzazione della interfaccia pelle/schiuma/zona fusa. Tale osservazione è tuttavia solo di carattere generale; sarebbe di sicuro interesse osservare come si modificano i modi di cedimento, ed in particolare i fenomeni localizzati di cedimento per taglio, dei pannelli nel corso di prove di flessione a tre/quattro punti, in confronto con i pannelli non saldati.

La figura 18 mostra inoltre come la microstruttura della ZF: sia profondamente diversa da quella del MB, non solo per quanto riguarda la dimensione, ma anche la distribuzione e forma dei grani, che si mostrano di forma aciculare e caratterizzati da una decisa orientazione preferenziale, probabilmente associabile alla direzione di solidificazione. La differenza tra le due zone è chiara se si osservano le figure 15 e 18.