



Ricerca di Sistema elettrico

## Sistemi di produzione di componenti compositi metallo schiume e di precursori per pannelli AFS

*R. Montanari, M.E. Tata, B. Iacovone, P. Plini*



*Università degli Studi di  
Roma Tor Vergata*

## SISTEMI DI PRODUZIONE DI COMPONENTI COMPOSITI METALLO SCHIUME E DI PRECURSORI PER PANNELLI AFS

R. Montanari, M.E. Tata, B. Iacovone, P. Plini (Dipartimento di Ingegneria Industriale – Università di Roma - Tor Vergata)

Settembre 2013

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA  
Piano Annuale di Realizzazione 2012

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

Progetto: Prodotti e processi per il miglioramento dell'efficienza energetica nell'elettromobilità

Obiettivo: Sviluppo dei processi di produzione e caratterizzazione di componenti strutturali innovativi per la riduzione del peso dei veicoli a trazione elettrica

Responsabile del Progetto: Antonino Genovese, ENEA

Il presente documento descrive le attività di ricerca svolte all'interno dell'Accordo di collaborazione *“Sistemi di produzione di compositi di precursori per pannelli AFS mediante pressatura e laminazione”*

Responsabile scientifico ENEA: Giuseppe Barbieri

Responsabile scientifico: Roberto Montanari

## Indice

|   |    |
|---|----|
| SOMMARIO.....   | 4  |
| 1 INTRODUZIONE.....                                       | 5  |
| 2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI.....      | 6  |
| 2.1 MATERIALI E PROCEDURE SPERIMENTALI .....              | 6  |
| 2.2 RISULTATI DELL'ATTIVITÀ SPERIMENTALE .....            | 7  |
| 2.2.1 <i>Obiettivo 1</i> .....                            | 7  |
| 2.2.2 <i>Obiettivo 2</i> .....                            | 9  |
| 2.3 PRODUZIONE DI AFS DI DIMENSIONI RAPPRESENTATIVE ..... | 21 |
| 3. CONCLUSIONI.....                                       | 32 |
| 4 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI .....                         | 34 |
| 3 ABBREVIAZIONI ED ACRONIMI.....                          | 34 |

## Sommario

La ricerca si è focalizzata su due aspetti:

- l'ottimizzazione del bonding metallurgico fra acciai al carbonio o inossidabili austenitici e precursori commerciali di lega di alluminio;
- lo sviluppo di possibili processi di produzione tramite pressatura e/o laminazione di precursori compositi piani specifici per i pannelli AFS.

Per quanto riguarda il primo obiettivo, alcuni esperimenti sono stati condotti inserendo pastiglie di precursore di lega Al-Si10 con 0.8% di  $TiH_2$  all'interno di tubi di acciaio che venivano poi chiusi ad una estremità. Il bonding in questo caso avviene solo ed esclusivamente nella fase di schiumatura ad alta temperatura. Altri esperimenti sono stati invece eseguiti utilizzando precursori compositi piani di piccole dimensioni (20 mm x 20 mm) formati da due lamine di acciaio con al centro il precursore schiumabile di Al-Si10. In questo caso un legame debole tra acciaio e precursore si instaura già prima della schiumatura e consiste nell'adesione promossa dall'attivazione delle superfici e dalla presenza del disossidante.

Per tutti questi esperimenti, sia in un caso che nell'altro, è cruciale una buona pulitura meccanica con buona finitura delle superfici e il decapaggio con apposite soluzioni disossidanti. I risultati ottenuti sono stati particolarmente soddisfacenti perché sono state realizzate giunzioni con una buona interdifferenza di Fe e Al per uno strato largo 30-40  $\mu m$  a testimonianza dell'eccellente qualità del bonding metallurgico.

Le metodologie sviluppate sono state poi utilizzate per realizzare compositi precursori di maggiore dimensione (100 mm x 100 mm) e da questi poi i pannelli AFS. La preparazione del pacchetto pelli-precursore è stata eseguita mediante co-laminazione e pressatura, sia a caldo che a freddo.

La co-laminazione non ha dato risultati positivi poiché la grande differenza tra le caratteristiche meccaniche degli acciai e quelle del precursore in lega di Al induceva una deformazione plastica così diversa tra le tre parti che formavano il pacchetto da indurre chiari fenomeni di scollamento. Questo difetto è stato riscontrato sia utilizzando un laminatoio da laboratorio che un laminatoio industriale.

Si è considerata allora la pressatura, sia a caldo che a freddo, inducendo sempre piccole deformazioni plastiche. Le prove di pressatura a caldo sono state condotte a varie temperature (inferiori a 400 °C, temperatura di dissociazione dell'agente schiumante  $TiH_2$ ). Entrambe queste tipologie di prova hanno dato in generale dei buoni risultati anche se a caldo il processo è più difficilmente controllabile a causa dei fenomeni di ossidazione, che non si può completamente eliminare. Nella preparazione del precursore composito con pressatura a caldo in alcuni casi si sono osservati dei difetti macroscopici e, più raramente, anche il distacco delle parti.

Per la maggior semplicità del metodo, e soprattutto per i risultati migliori e più riproducibili, la pressatura a freddo è apparsa essere il processo più affidabile per la preparazione del precursore composito.

Con questo approccio sono stati preparati compositi precursori 100 mm x 100 mm che sono stati fatti poi schiumare. I pannelli AFS così realizzati presentano un corretto bonding metallurgico fra schiuma e lamine di acciaio e la distribuzione dei pori è sufficientemente omogenea.

Un limite riguarda la minore espansione raggiunta rispetto al precursore libero di espandere a causa del peso della lamina di acciaio. Per superare questo limite si pensa di sviluppare in futuro una tecnica in cui la schiuma possa espandere verso il basso piuttosto che verso l'alto. Questo metodo permetterebbe anche di realizzare pannelli di spessore controllato ponendo alla distanza voluta un piano di contrasto.

## 1 Introduzione

La schiume di Al sono usate oggi per produrre pannelli o altre parti meccaniche di forma complessa [1]. La pelle è costituita da lamiere di leghe di alluminio o di altri metalli. Strutture sandwich con un *core* di schiuma di Al o di leghe di Al sono spesso realizzate per *ex-situ bonding*, cioè si usano adesivi per unire la schiuma e le lamine metalliche esterne. Questo metodo è facile da applicare tuttavia implica una riduzione di delle proprietà meccaniche, seri problemi di riciclo e costi abbastanza elevati. Una via alternativa consiste nell'espandere la schiuma tra due lamine tenute alla distanza finale desiderata (*in-situ bonding*). In questo caso la giunzione ha luogo come conseguenza del processo di schiumatura stesso.

Un altro approccio con *in-situ bonding* prevede la giunzione preliminare della pelle al precursore a formare un composito che viene poi fatto schiumare con un trattamento termico [2]. Ovviamente, i metalli che costituiscono la pelle debbono avere punto di fusione più alto di quello di Al o della lega di Al.

I temi sviluppati nell'ambito dell'accordo di collaborazione tra ENEA e il Dipartimento di Ingegneria Industriale, gruppo Metallurgia, dell'Università Roma Tor Vergata riguardano lo studio dei processi e la realizzazione di compositi pelle-precursore-pelle mediante compattazione per pressatura e/o laminazione. E' stata approfondita la metodologia produttiva e la caratterizzazione di componenti in cui il bonding metallurgico è stato realizzato solo ed esclusivamente durante la fase di schiumatura a proseguimento dell'attività condotta nel corso del precedente PAR.

Queste attività sono di fatto il proseguimento di quanto fatto nei due anni precedenti dall'Università di Roma Tor Vergata con lo scopo di realizzare dei precursori compositi specifici per i pannelli AFS (Aluminium Foam Sandwich), i principali materiali utilizzabili nella realizzazione di strutture leggere per i mezzi di trasporto collegati alla rete elettrica quali tram, metro, metro e filobus.

Le attività di ricerca hanno riguardato due aspetti: da un lato la prosecuzione della caratterizzazione del bonding metallurgico ottenuto durante la schiumatura di precursori in forme metalliche; dall'altra allo sviluppo di apposite metodologie di giunzione per pressatura o laminazione (sviluppo di procedure di preparazione delle superfici dei contenitori e/o delle pelli, delle dimensioni e spessori dei contenitori, studio dei meccanismi di formazione del *bonding* metallurgico pelle-precursore).

Per quanto riguarda il primo aspetto si sono utilizzati principalmente involucri in acciaio ferritico e di acciaio austenitico inox per applicazioni strutturali a parete sottile con differenti trattamenti e differenti tipologie di precursori (Al, AlSi, AlSiMg). In funzione del tipo di precursore sono stati ottimizzati i tempi e le temperature di schiumatura al fine di determinare il miglior compromesso fra omogeneità della schiuma e resistenza del bonding metallurgico.

E' stata poi studiata su campioni piani di varie dimensioni la possibilità di realizzare tramite laminazione e/o pressatura i precursori compositi specifici per i pannelli AFS.

Le giunzioni dei campioni prodotti sono state studiate mediante microscopia ottica ed elettronica (SEM), microanalisi EDS per verificarne la qualità, in particolare l'assenza di vuoti, la buona interdifferusione degli elementi e, nel caso dell'acciaio inossidabile, l'assenza di carburi di cromo.

Infine dopo la schiumatura le mattonelle sono state sottoposte a prove di compressione per verificare la resistenza e l'energia assorbita.

## 2 Descrizione delle attività svolte e risultati

### 2.1 Materiali e Procedure Sperimentali

Il primo passo del lavoro svolto è stato quello di scegliere i materiali da utilizzare per la pelle e il precursore schiumante.

Preliminarmente sono stati considerati diversi tipi di acciai al carbonio e acciai inossidabili austenitici come materiali da utilizzare come pelle del composito precursore. Sulla base di dati di letteratura e di test specifici eseguiti nei nostri laboratori la scelta è caduta sull'acciaio al carbonio AISI 1040 e sull'acciaio inossidabile austenitico AISI 316 L.

Per l'interesse applicativo si è deciso di utilizzare per la campagna sperimentale un precursore contenente polveri della lega di alluminio Al-Si10 con lo 0,8 % di  $TiH_2$  prodotto da Alulight. Il precursore era in forma di barrette ottenute per estrusione.

Per ottimizzare il bonding metallurgico (Obiettivo 1) sono stati realizzati numerosi test utilizzando in un primo tempo tubi di acciaio e poi lamiere come pelle. L'utilizzo dei tubi è dovuto alla maggior semplicità dell'esperimento in quanto è più facile evitare la fuoriuscita del gas tra l'inizio della decomposizione del precursore schiumante ( $TiH_2$ ) e la fusione della lega. Per la stessa ragione sono state studiate anche differenti leghe di alluminio (Al, AlSi, AlSiMg) aventi diverse temperature di fusione.

Gli esperimenti sono stati condotti inserendo pastiglie di precursore all'interno di tubi di acciaio, che venivano poi chiusi ad una estremità. Durante il processo di schiumatura avviene la saldatura tra la parete interna del tubo e la schiuma in lega di alluminio.

Nel caso di compositi precursori piani il processo di schiumatura è stato condotto all'interno di contenitori di rame o titanio a forma di parallelepipedo con una base di dimensione leggermente maggiore di quella del precursore per evitare la crescita laterale della schiuma. Anche in questo caso il contenitore veniva chiuso nella parte inferiore lasciando lo spazio necessario alla schiuma per espandersi verso l'alto.

La superficie dell'acciaio è stata preventivamente pulita meccanicamente con carte abrasive per rimuovere la strato naturale di ossido, poi è trattata con un disossidante per evitare che la formazione di ossido durante l'esposizione in temperatura ostacolasse la corretta giunzione. Inizialmente sono state fatte anche prove senza disossidante ma questa strada è stata subito abbandonata in quanto i risultati erano chiaramente insoddisfacenti.

In funzione del tipo di precursore sono stati ottimizzati i tempi e le temperature di schiumatura al fine di determinare il miglior compromesso fra l'omogeneità della schiuma e la resistenza del bonding metallurgico.

E' stata poi studiata su campioni piani di varie dimensioni la possibilità di realizzare tramite pressatura e/o laminazione i precursori compositi specifici per i pannelli AFS (Obiettivo 2).

Anche in questa configurazione, il legame metallurgico forte si crea al momento della formazione della schiuma quando le lamine d'acciaio vengono in contatto con la lega di Al liquida, tuttavia anche nel composito è necessario, al fine del suo utilizzo, che si stabilisca un legame tra lamine e precursore. Questo è il principale problema per la realizzazione del composito.

Per risolvere questo problema sono stati realizzati test di laboratorio basati sulla preparazione del pacchetto pelli-precursore mediante:

- a) Pressatura. Le prove di pressatura sono state di due tipi:
  1. pressatura a freddo;
  2. pressatura a caldo a varie temperature (inferiori a 400 °C, temperatura di dissociazione dell'agente schiumante  $TiH_2$ ), con o senza disossidante, con o senza involucro metallico esterno di protezione. Per l'involucro si sono utilizzati fogli sottili di Cu e Ti perché sono metalli molto reattivi con O e aiutano ad evitare l'ossidazione. Si intendeva creare un legame basato sulla diffusione allo stato solido aiutato dall'azione della pressatura meccanica. Tale legame dovrebbe rendere possibile la successiva laminazione e/o estrusione senza che si determinino rotture e distacco delle parti.
- b) Laminazione.

Una parte di queste prove, quelle su campioni di grandi dimensioni, sono state realizzate presso lo stabilimento della società Italcimici a Lumezzane, che ha messo a disposizione le sue attrezzature (forni, presse e laminatoi).

Sulla base dei risultati delle prove su scala di laboratorio ed industriale sono stati realizzati i compositi precursori piani per la produzione dei pannelli AFS. Questi elementi compositi, formati da due lamine di acciaio come pelle e il precursore schiumante nella parte interna, avevano la forma di mattonelle di dimensioni via via crescenti fino a 100 mm x 100 mm.

Nei compositi il legame tra pelli e precursore schiumante non è necessario che sia forte perché deve garantire solo la maneggiabilità pei pezzi senza che si determinino dei distacchi prima della fase di schiumatura. Il legame metallurgico forte si determinerà poi al momento della formazione della schiuma quando il composito viene riscaldato. Uno schema del processo è mostrato in Figura 1.



**Figura 1.- Schematizzazione della processo di produzione dei pannelli AFS.**

## 2.2 Risultati dell'attività sperimentale

### 2.2.1 Obiettivo 1

L'attività sperimentale del secondo anno del progetto aveva già permesso di realizzare un'interfaccia metallurgica tra pelli di acciaio e schiume di Al o leghe di Al. Il rapporto finale del secondo anno riporta osservazioni SEM ed analisi EDS che mostrano la buona qualità dei risultati raggiunti.

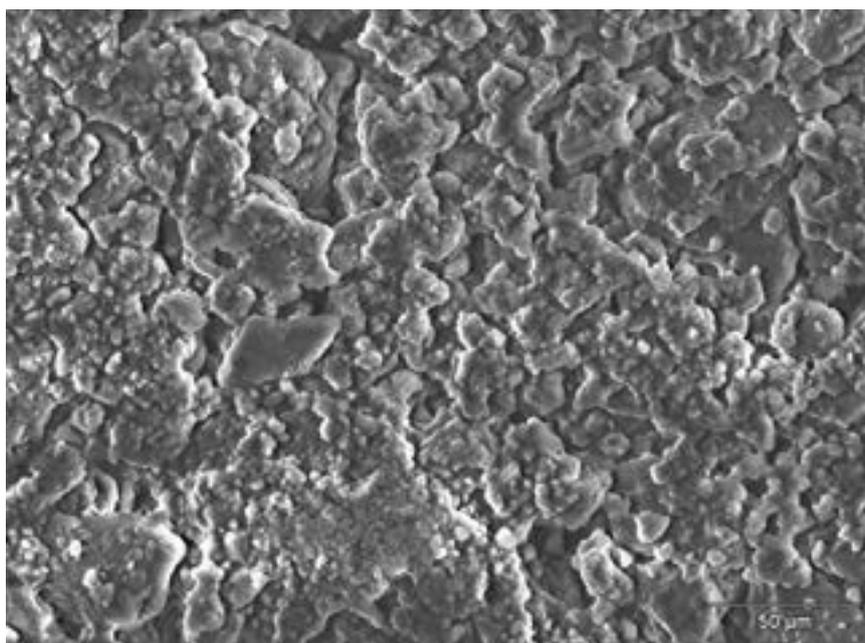
Con l'Obiettivo 1 del terzo anno il processo è stato ottimizzato fino ad ottenere con buona ripetibilità giunzioni continue senza cricche ed altri difetti. Queste giunzioni presentano una buona interdifferusione di Fe e Al; la zona di interdifferusione è larga 30-40  $\mu\text{m}$  a testimoniare l'eccellente qualità del bonding metallurgico.

Gli aspetti fondamentali del processo sono:

1. Una buona finitura delle superfici di acciaio: deve essere rimosso lo strato di ossido originale e non ci debbono essere significative asperità, che possono portare a zone adiacenti di cattiva aderenza.
2. Il disossidante deve essere distribuito in modo omogeneo all'interfaccia.

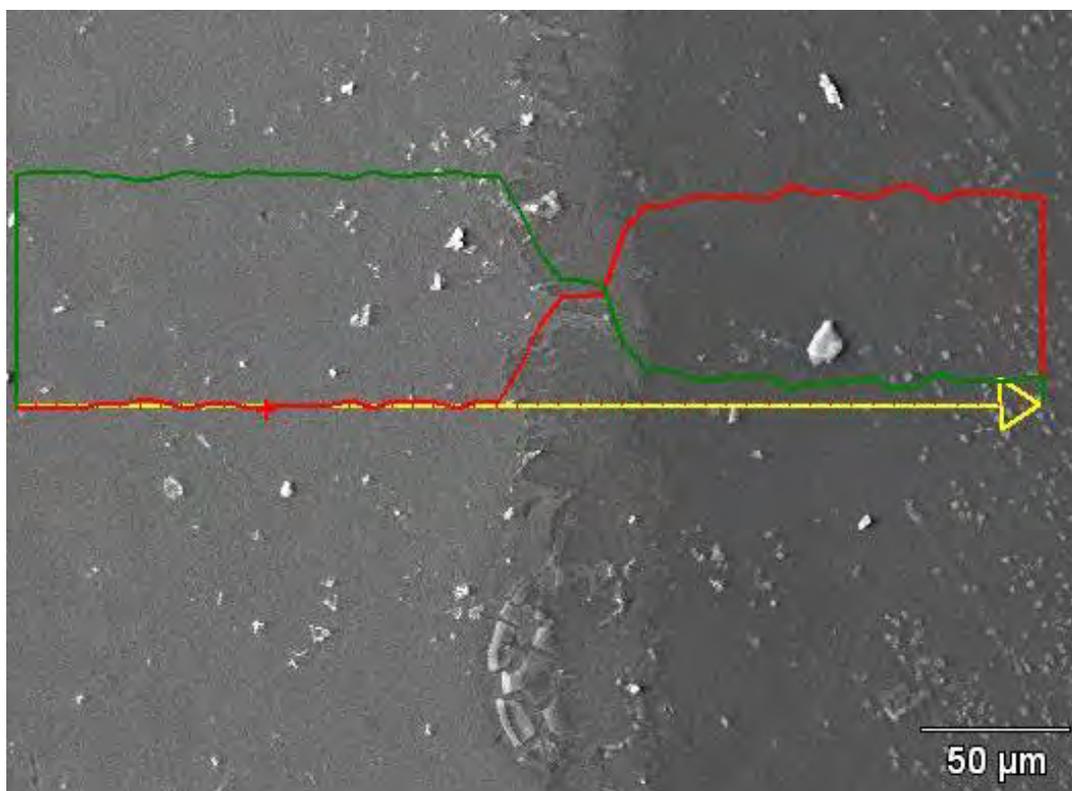
In particolare le superfici devono essere attivate mediante grinding omogeneo con carte abrasive (da grit 220 fino a grit 1200) e sgrassatura mediante acetone.

Il disossidante utilizzato è un prodotto commerciale per la brasatura dell'alluminio e delle sue leghe (FLUX 201) ed è costituito da particelle di dimensione media intorno a 30 micron con forma irregolare, che tendono facilmente ad aggregarsi (Figura 2). Per tale ragione per poterlo distribuire omogeneamente è stato sciolto in acqua distillata e spalmato sulle superfici di acciaio con un piccolo pennello. Un esempio pratico verrà mostrato più avanti.



**Figura 2.-** La micrografia SEM mostra le particelle di disossidante usato nella sperimentazione.

L'ottimizzazione con il precursore AlSi10 ha permesso di individuare come temperatura di processo ottimale 680° C e tempi di permanenza di fra i 10 e i 12 minuti di campioni il cui peso complessivo di 45 g circa costituita da tubicini in acciaio inox con diametro 20mm spessore 2 mm e precursore in barre circolari di diametro 10 mm e altezza 20mm. I risultati ottenuti in linea con i migliori dello scorso anno sono per comodità riportati nella figura seguente.



**Fig. 3-** Andamento della percentuale in peso dell'Al (linea rossa) e del Fe (linea verde) nella zona di giunzione tra la schiuma di Al e la pelle in acciaio.

### 2.2.2 Obiettivo 2

L'Obiettivo 2 si proponeva di applicare su campioni piani, anche di grandi dimensioni fino a 100 mm x 100 mm, le metodologie ottimizzate con l'Obiettivo 1. Lo scopo era quello di realizzare prima i precursori compositi e poi i pannelli AFS.

In questo caso, affinché la schiuma costituisca un buon legame metallurgico con la pelle deve essere di buona qualità già la giunzione tra il precursore e la pelle. La presenza qui di zone di distacco, cricche ecc. impedirebbe infatti una buona adesione in fase di schiumatura in quanto le zone con difetti di adesione sarebbero sede di formazione di macro-bolle, anomale rispetto al resto della schiuma.

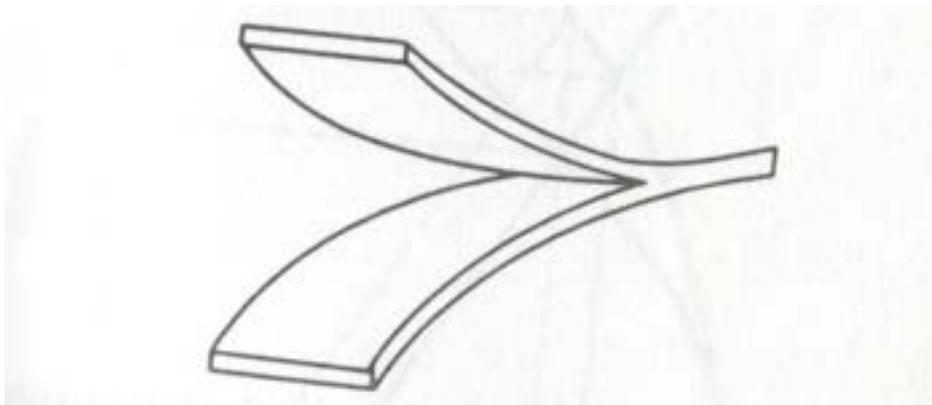
Va inoltre sottolineato che i difetti di adesione pelle-precursore favoriscono la fuoriuscita dell'idrogeno durante il riscaldamento e causano di conseguenza successivamente una minore crescita della schiuma metallica. Infine, il legame metallurgico verrebbe ad esser compromesso da fenomeni di ossidazione.

Per promuovere la formazione del legame pelle-precursore sono state testate sia processi di pressatura sia processi di co-laminazione.

In quest'ultimo caso si preparava un pacchetto così formato: pelle d'acciaio-precursore schiumabile con lega Al-Si10 - pelle d'acciaio. Il pacchetto veniva poi laminato al fine di ottenere una preliminare giunzione tra le tre parti. Purtroppo questa strada non ha dato i risultati sperati poiché la grande differenza tra le caratteristiche meccaniche degli acciai e quelle del precursore in lega di Al induceva una deformazione plastica così diversa tra le tre parti che formavano il pacchetto da indurre chiari fenomeni di scollamento.

La Figura 4 mostra in modo molto schematico come le due lamine di acciaio tendessero ad aprirsi. Questo difetto è stato riscontrato sia utilizzando un laminatoio da laboratorio che un laminatoio industriale.

Sono stati variati anche i parametri di processo, per esempio la riduzione in ogni passata, ma il risultato illustrato in Figura 4 non è sostanzialmente cambiato.



**Figura 4- Rappresentazione schematica del difetto riscontrato nel processo di co-laminazione dei pacchetti pelle d'acciaio - precursore schiumabile con lega Al-Si10 - pelle d'acciaio.**

Si è considerata allora la pressatura, sia a caldo che a freddo, inducendo sempre piccole deformazioni plastiche. Le prove di pressatura a caldo sono state condotte a varie temperature (inferiori a 400 °C, temperatura di dissociazione dell'agente schiumante  $TiH_2$ ), con o senza disossidante, con o senza involucro metallico esterno di protezione. Per l'involucro si sono utilizzati fogli sottili di Cu e Ti perché sono metalli molto reattivi con O e aiutano ad evitare l'ossidazione. Si intendeva creare un legame basato sulla diffusione allo stato solido aiutato dall'azione meccanica.

Tutti i campioni erano di dimensioni 20 mm x 20 mm. La pressione è stata variata in test diversi da 1100 MPa a 380 MPa.

Per le prove a caldo i pacchetti lamina di acciaio-precursore schiumabile-lamina di acciaio sono stati scaldati a temperature nell'intervallo 320-335 °C per 1 ora. Poi venivano trasferiti rapidamente dal forno sul piatto della pressa e si applicava la pressione.

Entrambe queste tipologie di prova (caldo e freddo) hanno dato in generale dei buoni risultati per le pressioni più basse applicate, fino a circa 450 MPa. Maggiore pressione corrisponde a maggiore deformazione plastica quindi, avendo gli acciai e il precursore di lega Al-Si10 caratteristiche meccaniche molto diverse, con  $P > 450$  MPa si originano fenomeni di distacco simili a quelli osservati nel caso della colaminazione.

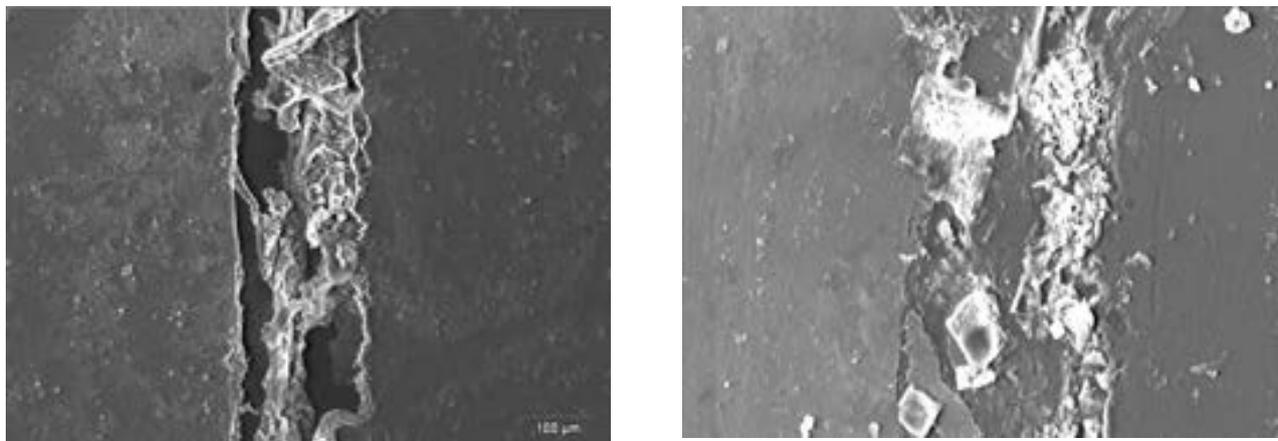
A caldo, anche con  $P < 450$  MPa, il processo è più difficilmente controllabile a causa dei fenomeni di ossidazione, che non si può completamente eliminare. Nella preparazione del precursore composito con pressatura a caldo in alcuni casi si sono osservati dei difetti macroscopici e, più raramente, anche il distacco delle parti.

Per la maggior semplicità del metodo e soprattutto per i risultati migliori e meglio riproducibili si ritiene che la pressatura a freddo sia il processo più affidabile per la preparazione del precursore composito.

Infatti, è stato osservato che con l'adozione di opportune paste, anche con pressioni molto basse (30-50 MPa) tali da non indurre deformazione plastica, si può ottenere un attacco delle lamine soddisfacente e questo costituisce un grande vantaggio in quanto permette di operare con presse di laboratorio anche nella produzione di mattonelle di dimensioni maggiori.

Un aspetto importante è risultato essere comunque la finitura delle superfici che vengono a contatto. Come già discusso in precedenza.

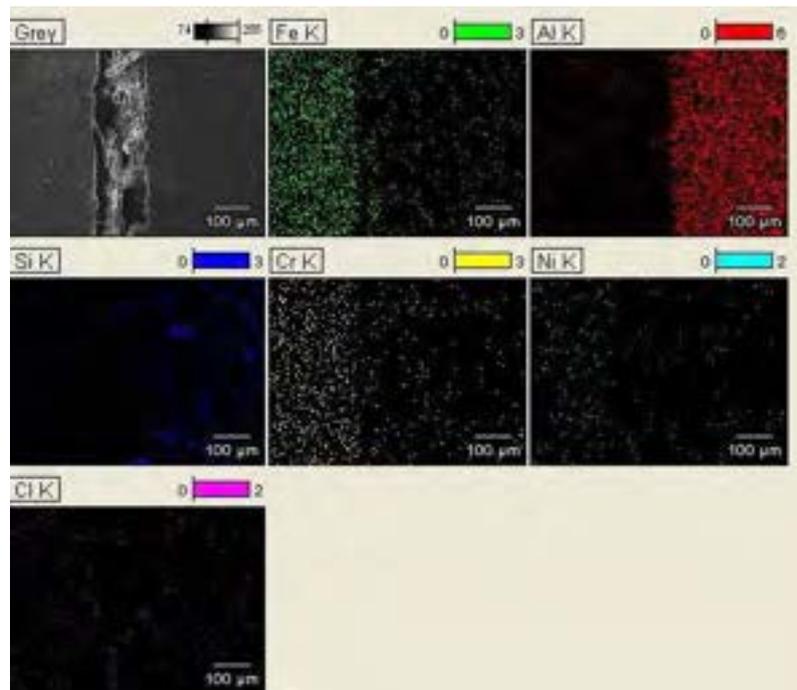
La Figura 5 (a-b) mostra due esempi di interfaccia AISI 316L - precursore di lega Al-Si10 di cattiva qualità dovuta ad una non buona finitura delle superfici. In Figura 6 si mostra la mappa microanalitica EDS dell'area in Figura 5 a).



a)

b)

**Figura 5 (a-b). Interfaccia pelle d'acciaio AISI 316L - precursore di lega Al-Si10 realizzata senza una buona finitura delle superfici.**



**Figura 6. Mappa microanalitica EDS dell'interfaccia pelle d'acciaio AISI 316L - precursore di lega Al-Si10 (area in Figura 3 a) realizzata senza una buona finitura delle superfici.**

Figura 7 mostra invece l'interfaccia pelle d'acciaio-precursore di lega Al-Si10 realizzata con una buona finitura delle superfici. In Figura 8 è mostrato lo spettro EDS, in Figura 9 la mappa microanalitica EDS della stessa area e in Figura 10 i profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio AISI 316L e nel precursore schiumabile.

Come si può chiaramente osservare non sono più presenti i difetti riscontrati nelle micrografie di Figura 5 (a-b). Le superfici a contatto sono coese, non ci sono vuoti, tuttavia non si tratta ancora di un vero e proprio legame metallurgico forte in quanto non c'è l'interdiffusione degli elementi chimici presenti nell'acciaio e nel precursore schiumabile, come dimostrato dalla variazione brusca dei profili atomici EDS all'interfaccia.

Come è possibile osservare, è netta la separazione fra lega di alluminio e acciaio (vedi mappe microanalitiche in rosso (Al) ed in verde (Fe) e i profili delle figure successive). Questo indica che praticamente non vi è ancora nessuna interdiffusione fra gli elementi delle pelli e del precursore quindi il legame instaurato non è altro che un'adesione promossa dall'attivazione delle superfici e dalla presenza del disossidante. Tale adesione per quanto debole è indispensabile alla realizzazione del composito pre-schiumatura e di quello finale con alluminio in fase semi liquida. La perfetta adesione è infatti indispensabile ad evitare fenomeni di ossidazione che altrimenti avrebbero luogo nella fase di schiumatura compromettendo la formazione del legame metallurgico vero e proprio, che dipende dalla diffusione ad alta temperatura.

Esperimenti di schiumatura di precursori compositi come quello mostrato in Figura 7 hanno dimostrato l'instaurarsi di un buon legame metallurgico tra pelle e schiuma, con un'interfaccia di circa 40 micron ove ha avuto luogo l'interdiffusione degli elementi chimici.

Pertanto la messa a punto del processo di preparazione del composito precursore prima e del bonding pelle-schiuma poi su campioni di piccola dimensione è stato pienamente conseguito.

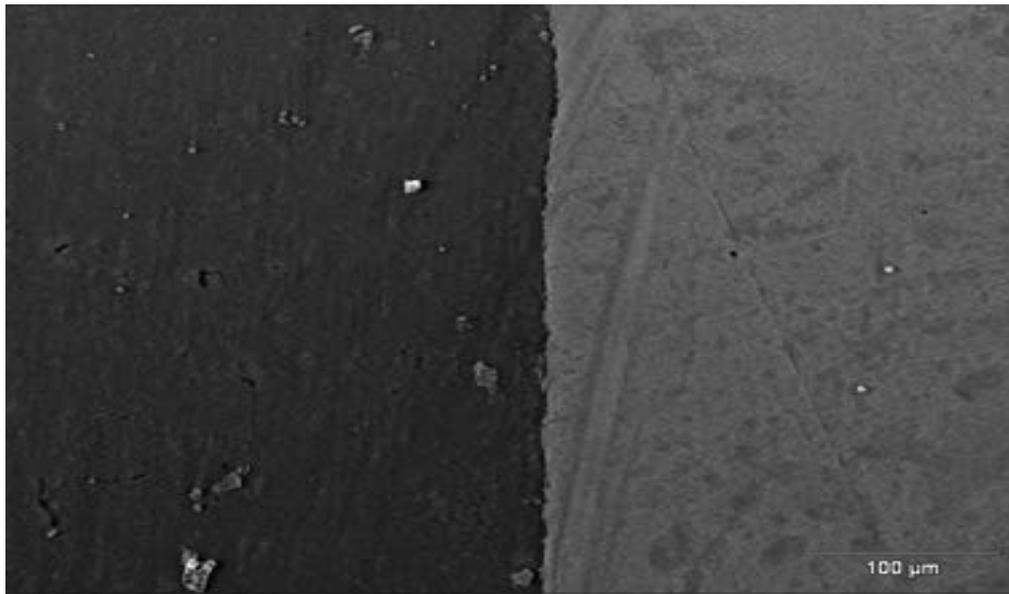


Figura 7. Interfaccia pelle d'acciaio-precursore di lega Al-Si10 realizzata con una buona finitura delle superfici.

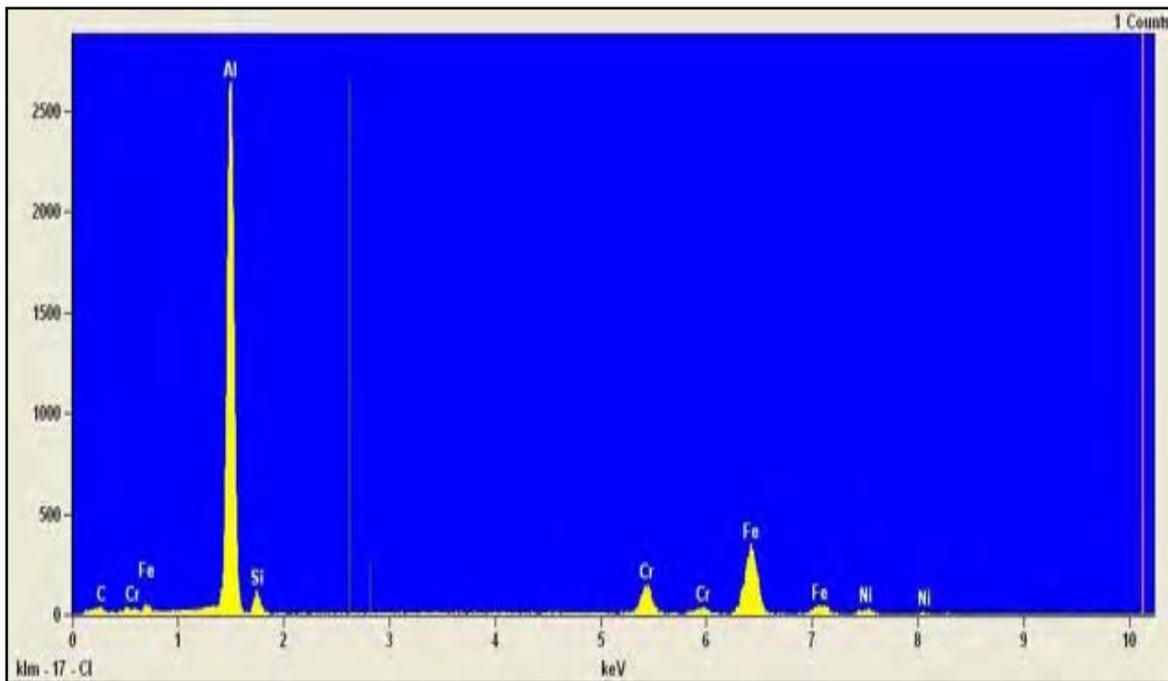


Figura 8. Spettro EDS registrato sull'area di Figura 6.

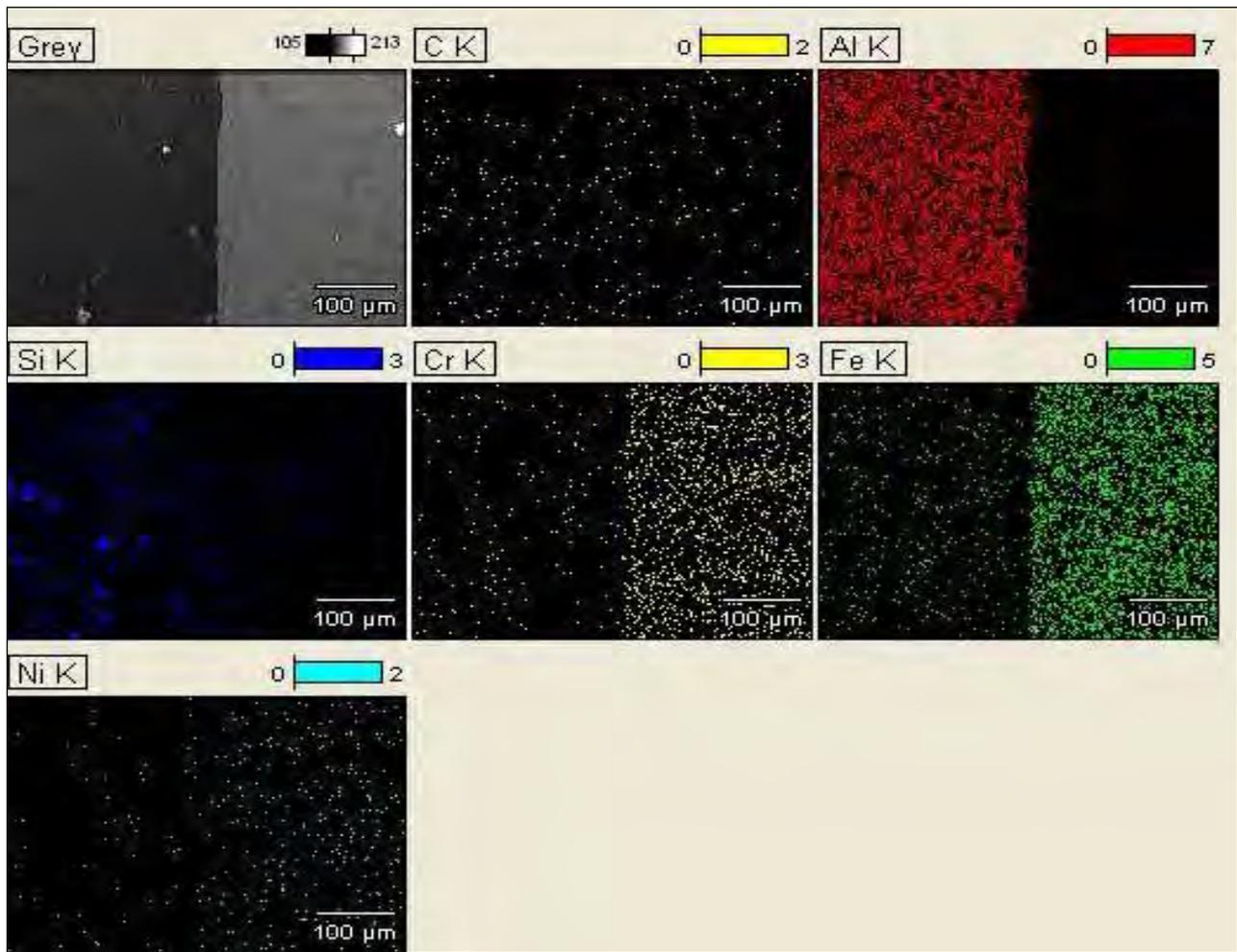
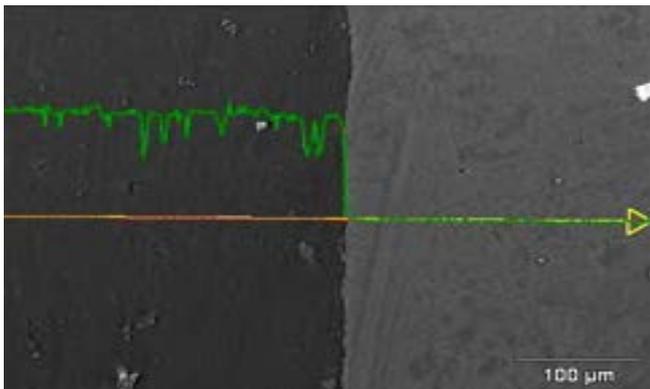
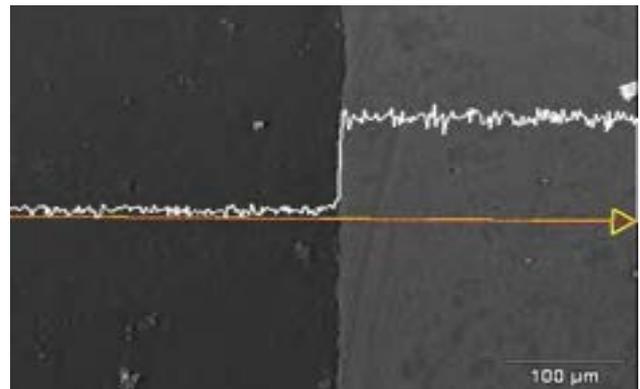


Figura 9. Mappa microanalitica EDS registrata sull'area di Figura 6.

### Profilo Al

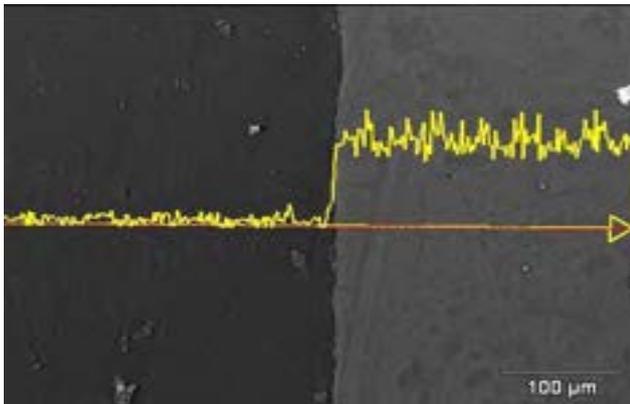


### Profilo Fe

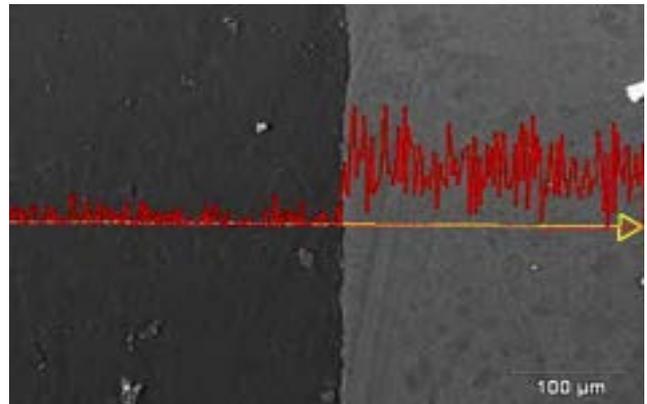


SEGUE>>>

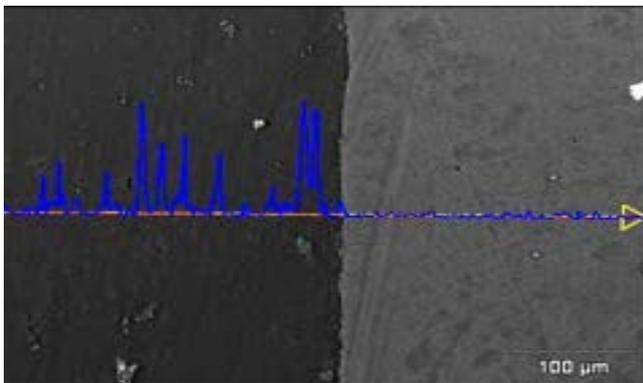
**Profilo Cr**



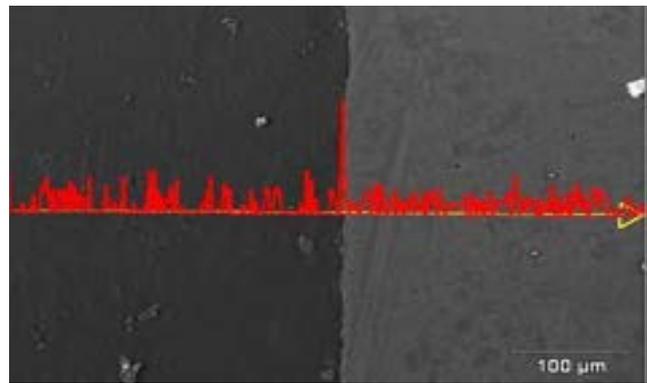
**Profilo Ni**



**Profilo Si**



**Profilo C**



**Figura 10. Profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio AISI 316L e nel precursore schiumabile di lega Al-Si10 registrati lungo la linea indicata che attraversa l'interfaccia.**

I campioni compositi preparati per pressatura a freddo con 380 MPa di pressione applicata su pacchetti lamina di acciaio-precursore di lega Al-Si10-lamina d'acciaio dopo un'adeguata preparazione delle superfici (pulizia meccanica + decapaggio) sono stati fatti schiumare in forno alla temperatura di 630 °C.

La Figura 11 mostra l'interfaccia tra acciaio AISI 316 L e schiuma realizzata con campioni di precursore composito (20 mm x 20 mm) preparato con una buona finitura preliminare delle superfici. In Figura 12 è mostrata la mappa microanalitica EDS della stessa area e in Figura 13 i profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio AISI 316L e nella schiuma di lega Al-Si10.

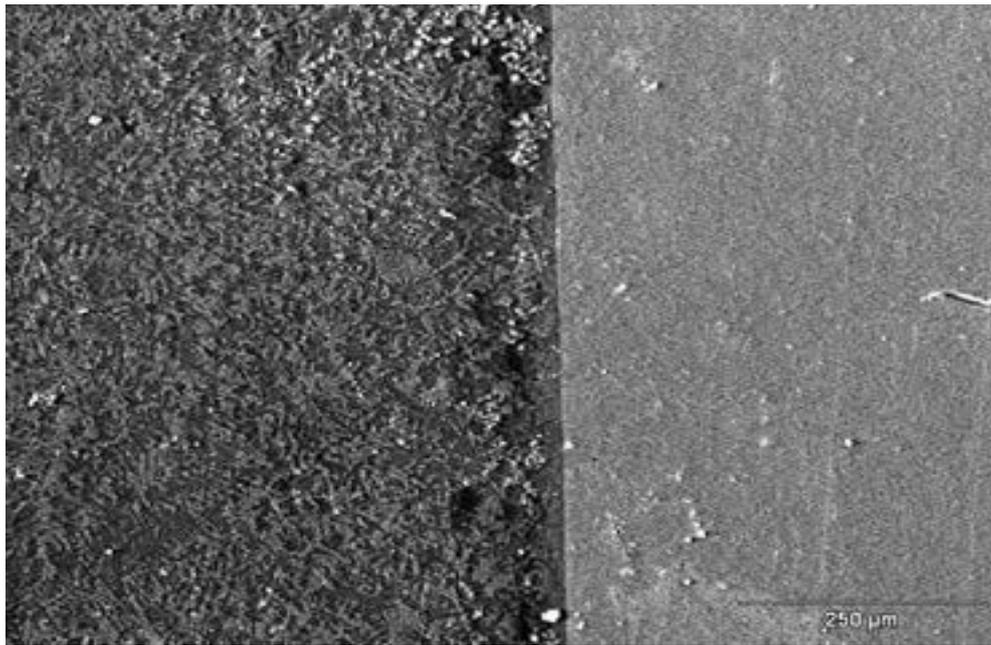


Figura 11. Interfaccia pelle d'acciaio-schioma di lega Al-Si10 realizzata dopo una buona finitura delle superfici.

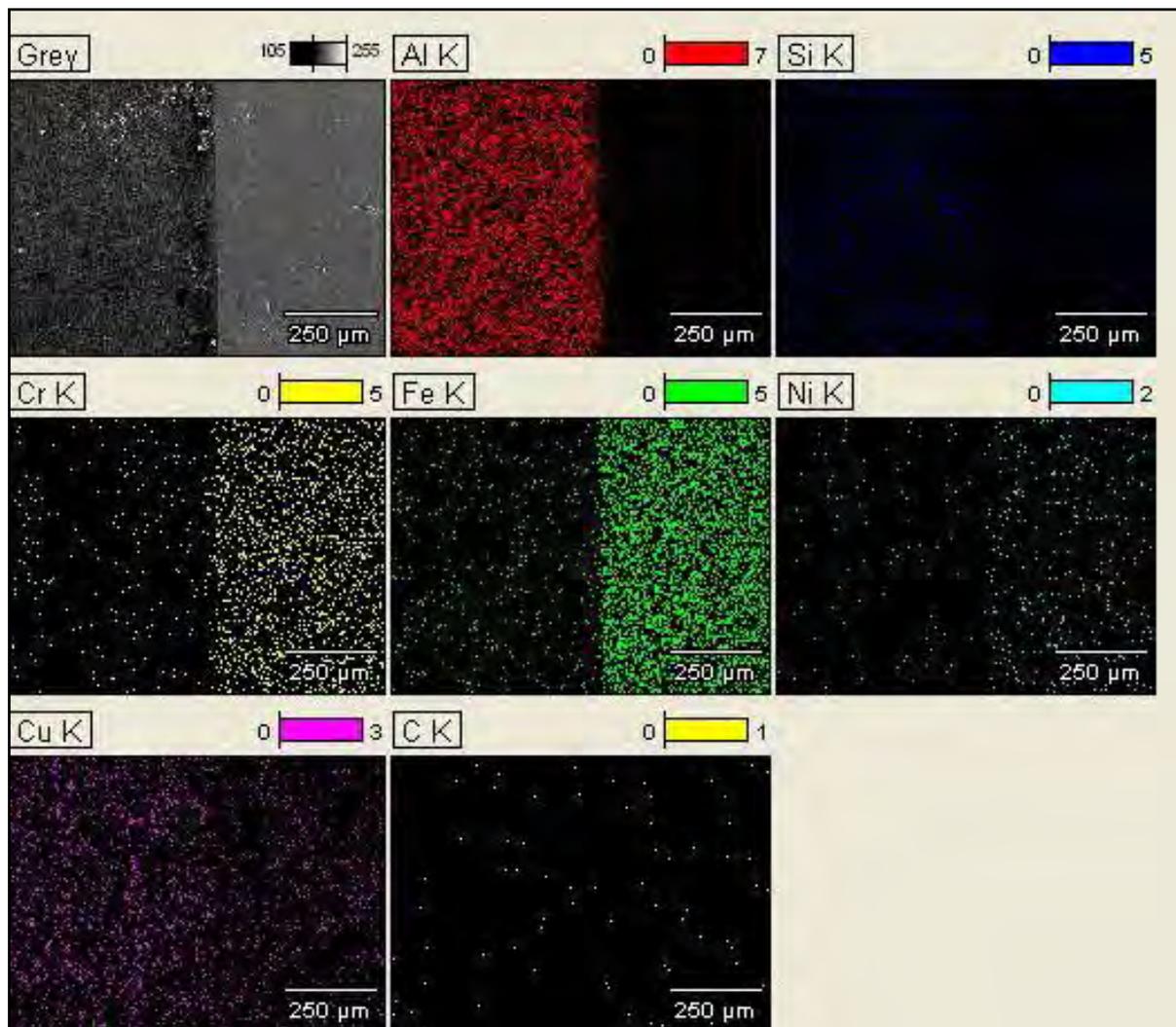
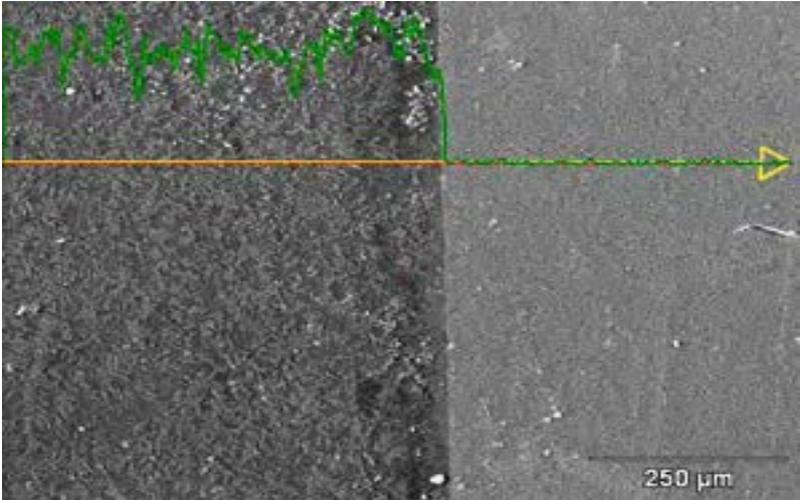
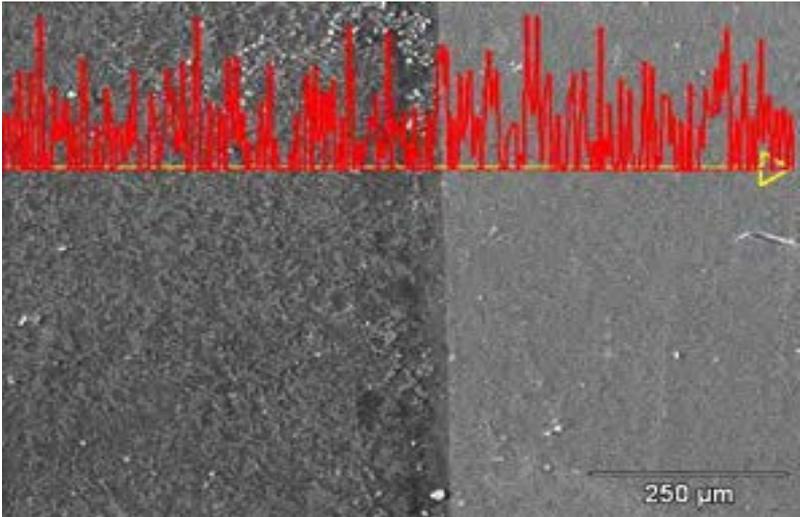


Figura 12. Mappa microanalitica EDS registrata sull'area di Figura 10.

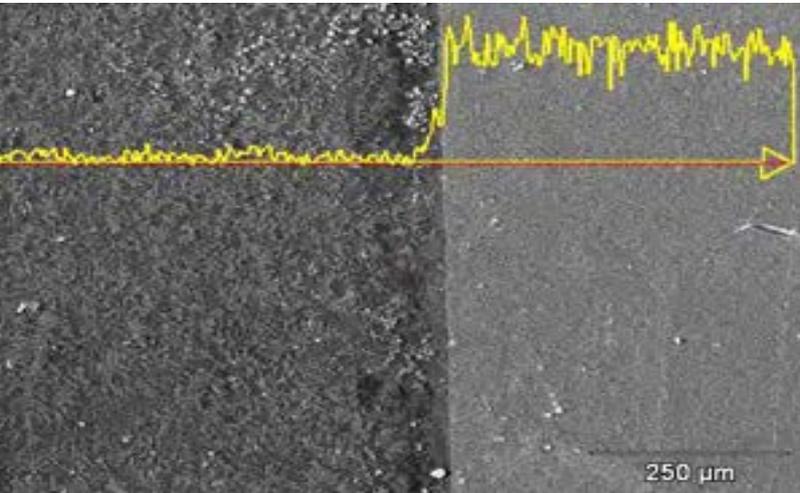
**Profilo Al**



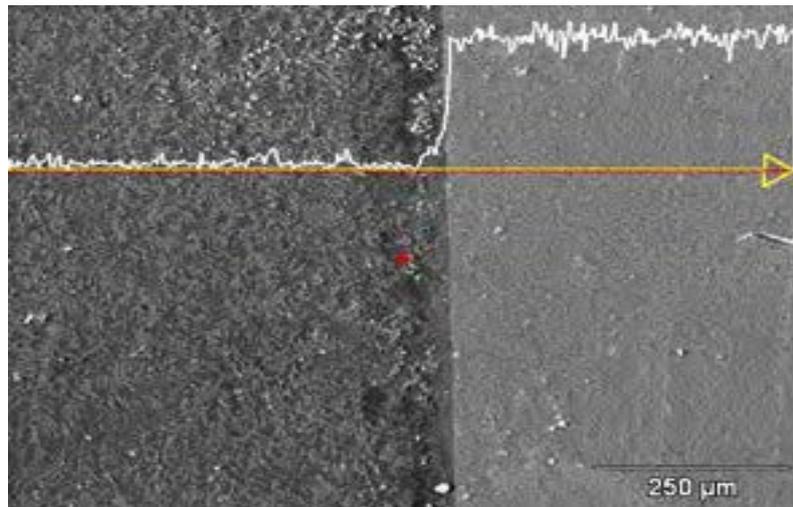
**Profilo C**



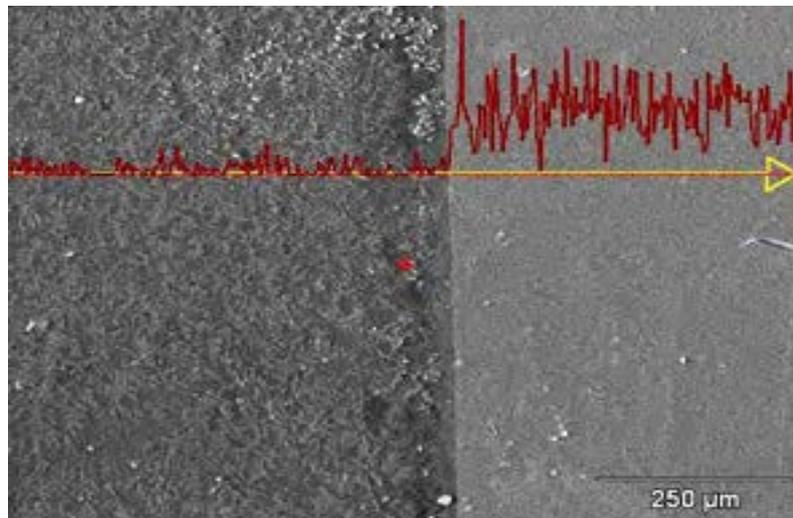
**Profilo Cr**



### Profilo Fe



### Profilo Ni



### Profilo Si

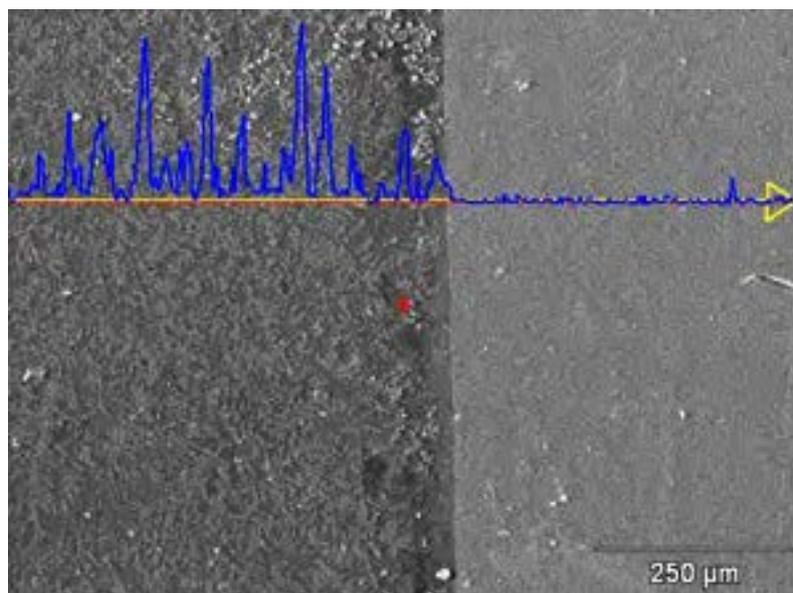


Figura 13. Profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio AISI 316L e nella schiuma di lega Al-Si10 registrati lungo la linea indicata che attraversa l'interfaccia.

La Figura 14 mostra un'altra zona dell'interfaccia tra acciaio AISI 316 L e schiuma a maggiore ingrandimento dove è possibile meglio osservare l'interdiffusione degli elementi dei lega. Il campione è lo stesso mostrato in Figura 11. In Figura 15 è mostrata la mappa microanalitica EDS della stessa area e in Figura 15 i profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio AISI 316L e nella schiuma di lega Al-Si10.

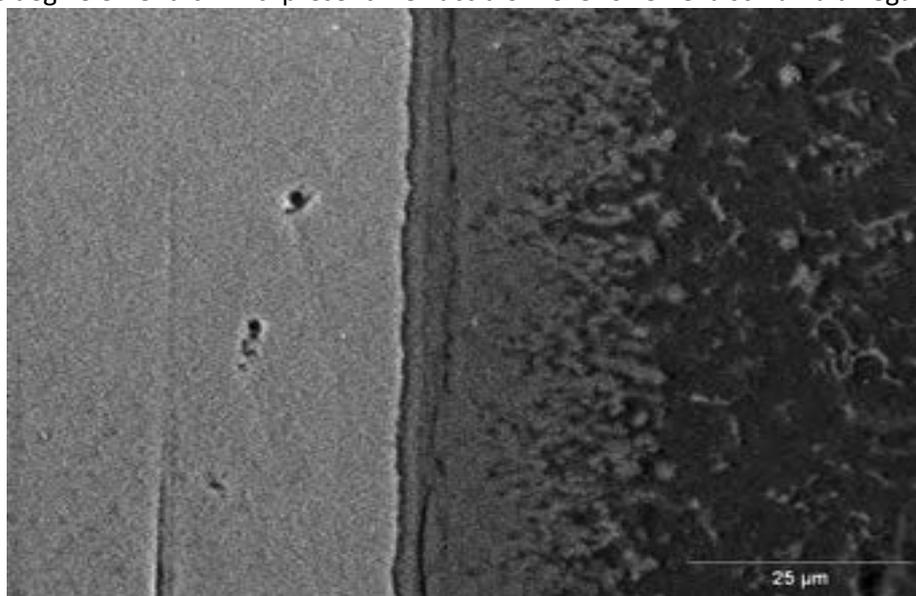


Figura 14. Interfaccia pelle d'acciaio-schiuma di lega Al-Si10 realizzata dopo una buona finitura delle superfici

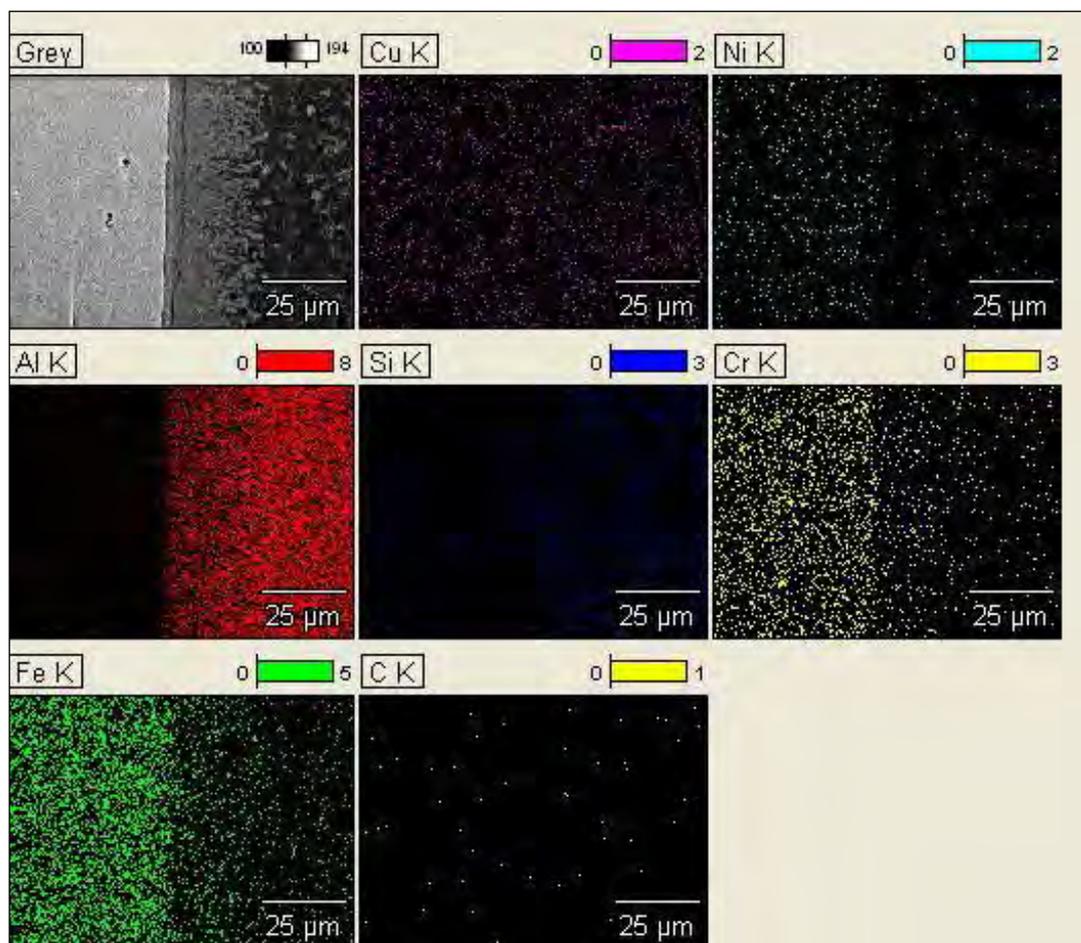
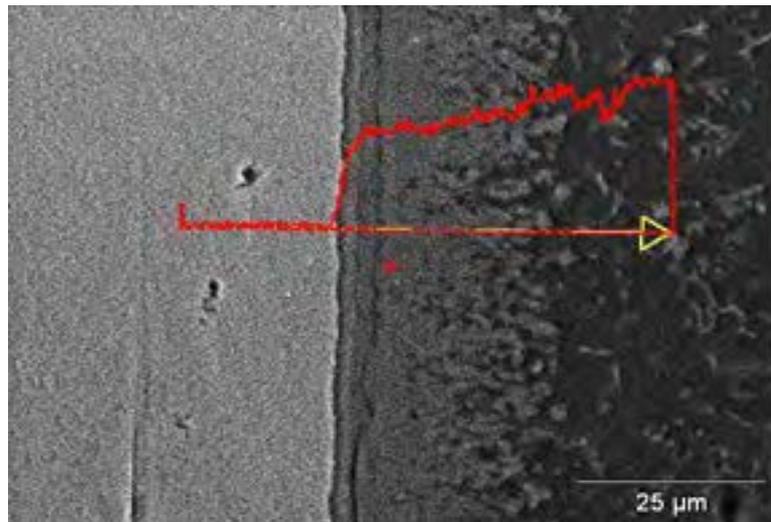
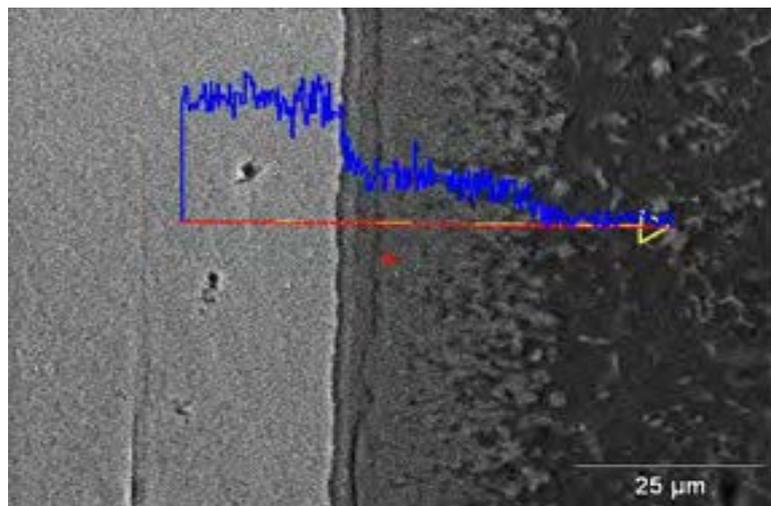


Figura 15. Mappa microanalitica EDS registrata sull'area di Figura 14.

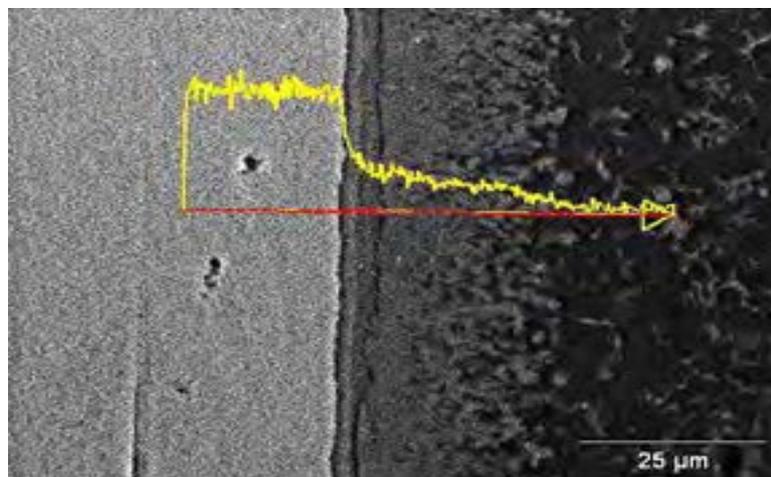
### Profilo Al



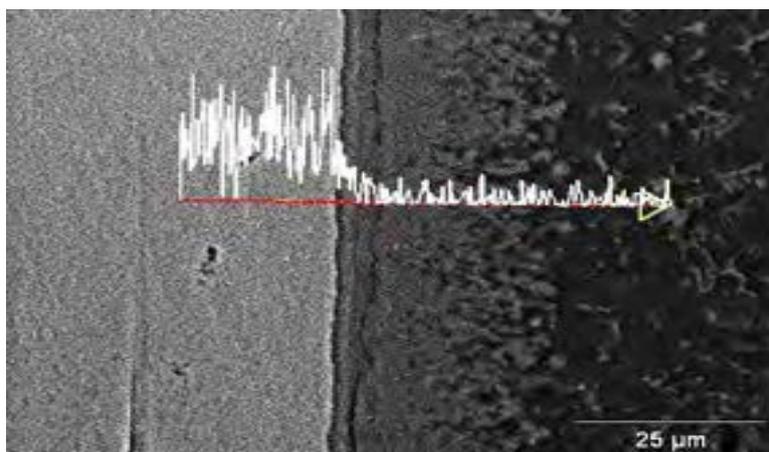
### Profilo Cr



### Profilo Fe



### Profilo Ni



### Profilo Si

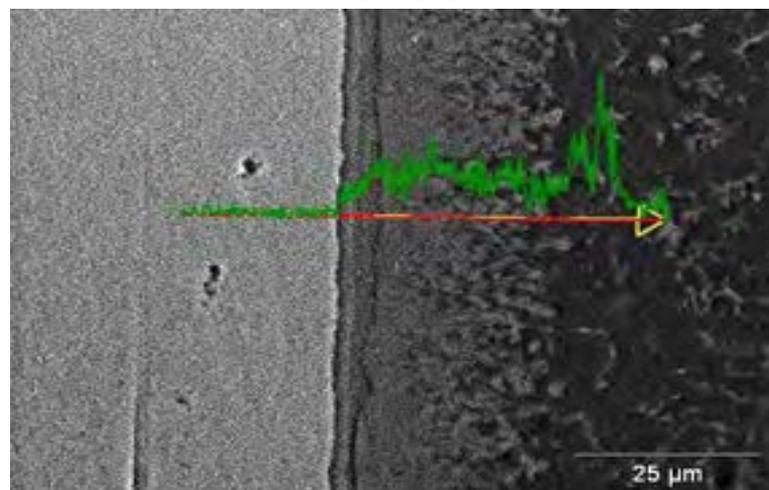


Figura 16. Profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio AISI 316L e nella schiuma di lega Al-Si10 registrati lungo la linea indicata che attraversa l'interfaccia.

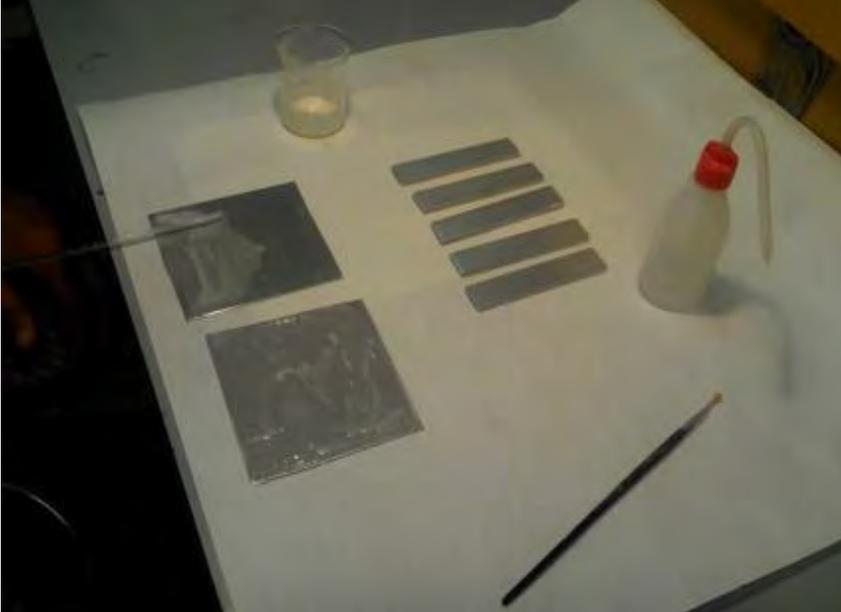
### 2.3 Produzione di AFS di dimensioni rappresentative

Dopo lo studio effettuato su campioni di dimensioni 20 mm x 20 mm l'obiettivo è stato verificare la possibilità di applicare la tecnica a componenti di maggiore dimensione fissando come target la realizzazione una mattonella di precursore composito AISI 316L - AISi10 di dimensioni 100 mm x 100 mm. Questo comporta la criticità che i precursori commerciali esistono essenzialmente sotto forma di barrette cilindriche di diametro 10 mm e di barrette rettangolari di dimensioni 20 mm x 5 mm per cui si introduce l'ulteriore difficoltà di verificare se il posizionamento parallelo di più precursori sia applicabile e con quali risultati

La figura 17 mostra i passaggi della preparazione del precursore composito e il prodotto schiumato.

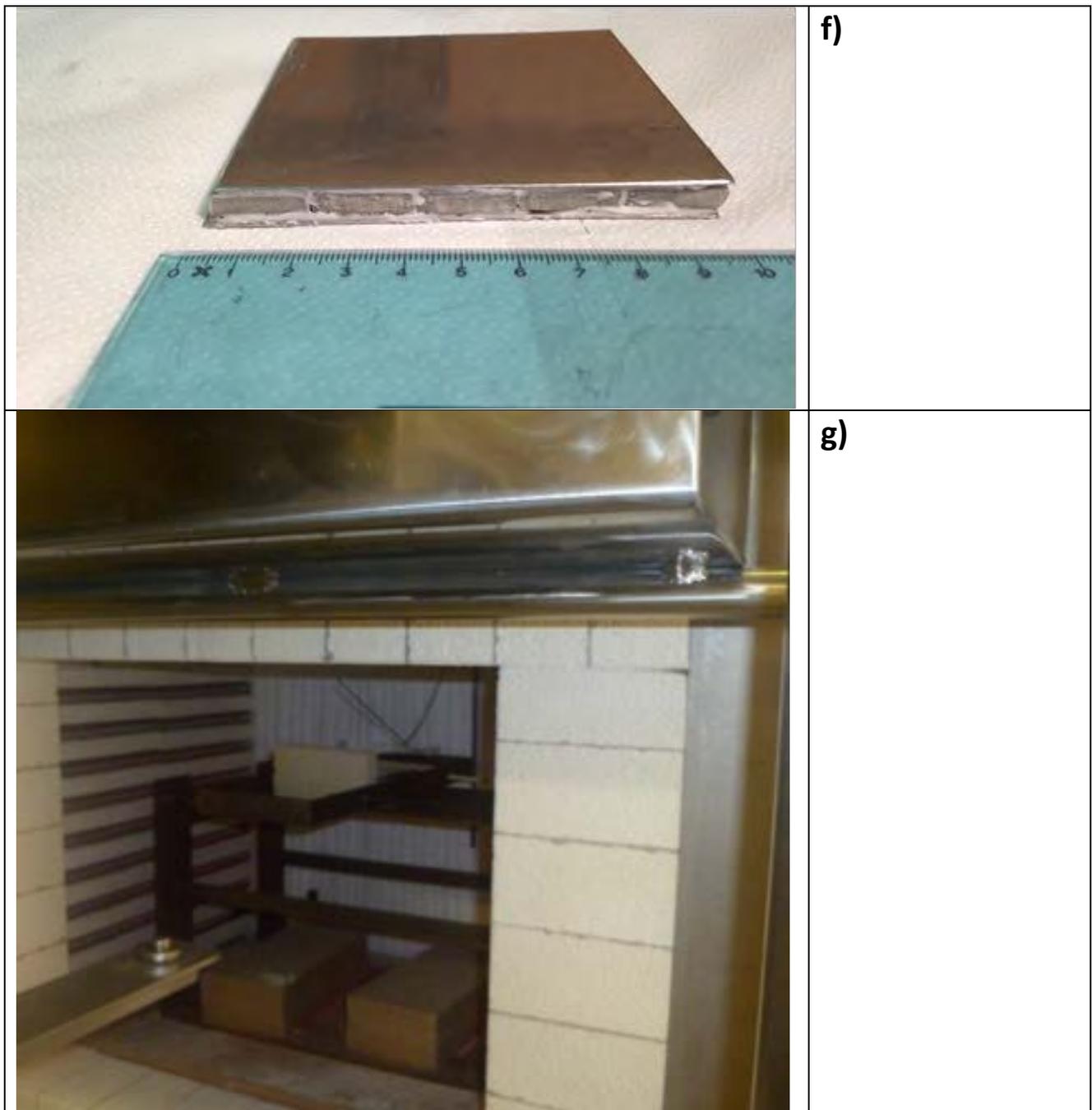
- a) si possono vedere le due lamine d'acciaio AISI 316L e cinque spezzoni di precursore schiumabile che verranno poi affiancati.
- b) Le lamine vengono carteggiate e sgrassate con acetone prima dell'applicazione del disossidante
- c) il disossidante sciolto in acqua viene spalmato sulle lamine in modo omogeneo
- d) il disossidante viene spalmato anche tra le giunture delle barre del precursore schiumabile disposte affiancate sulla prima lamina
- e) dopo la sovrapposizione della seconda lastra di acciaio il pacchetto viene sottoposto ad una leggera pressatura (30 MPa) in modo da favorire un primo accoppiamento composito precursore
- f) precursore composito
- g) schiumatura in forno



|   |                  |
|---|------------------|
|   | <p><b>b)</b></p> |
|  | <p><b>c)</b></p> |

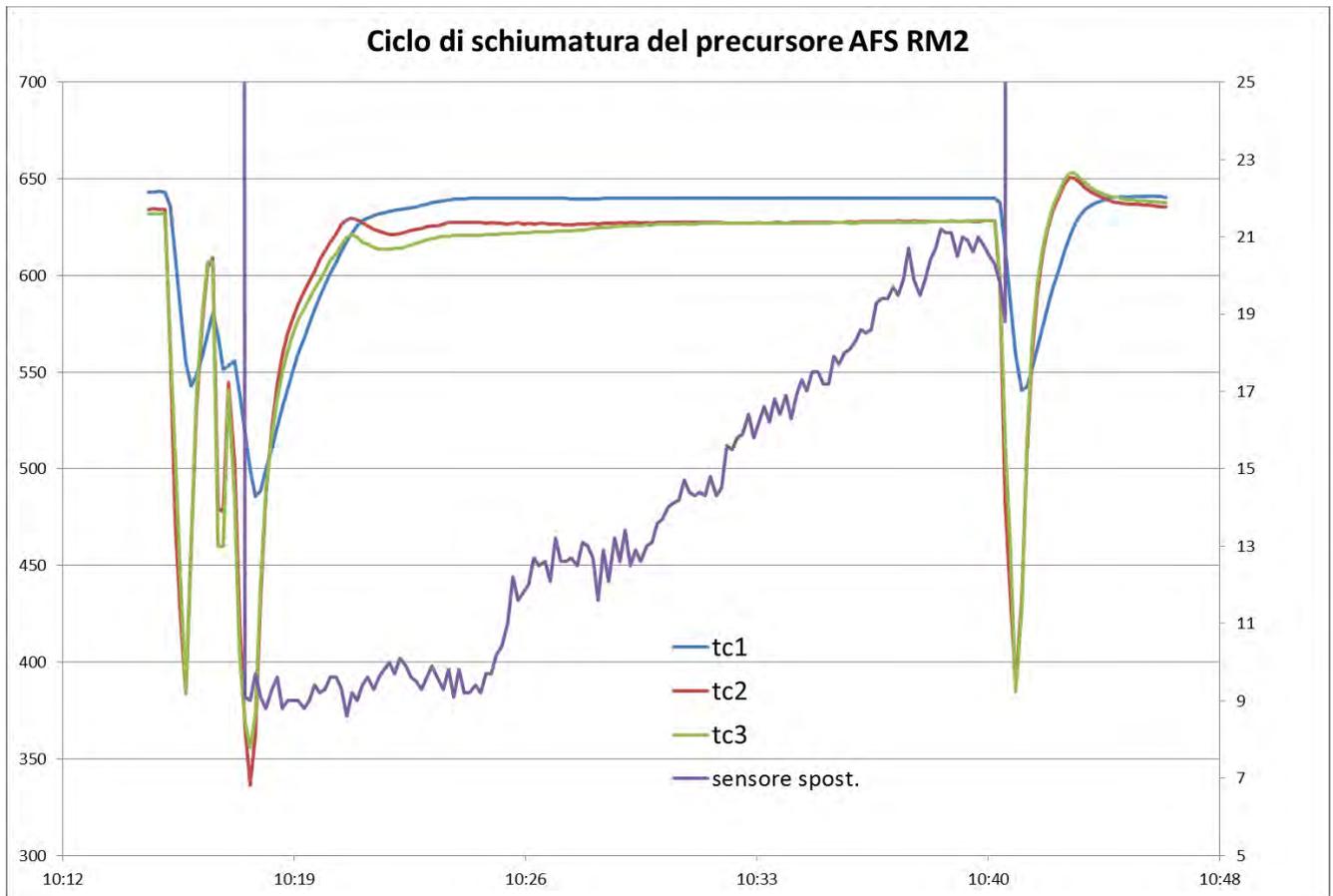


|  |                  |
|--|------------------|
|   | <p><b>d)</b></p> |
|  | <p><b>e)</b></p> |



**Figura 17. Passaggi della preparazione del precursore composito e prodotto schiumato.**

Durante il processo di schiumatura l'andamento della temperatura nel forno era controllato e monitorato in posizioni diverse come mostrato dai grafici in Figura 18.

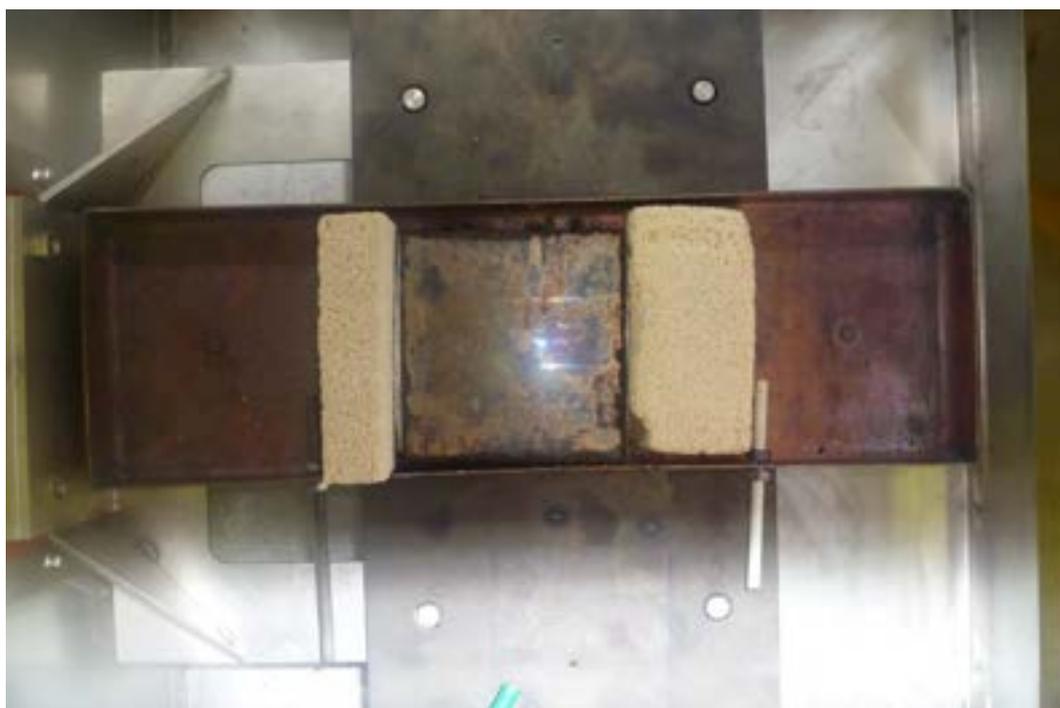


**Figura 18: Andamento della temperatura durante il processo di schiumatura. tc1: termocoppia controllo forno; tc2: termocoppia forno posteriore; tc3: termocoppia forno superiore.**

Figura 19 mostra il precursore AFS acciaio-lega di alluminio sviluppato dall'Università di Roma Tor Vergata nella vaschetta di carico del forno ENEA vincolato lateralmente con refrattari. (a) prima della schiumatura, (b) dopo schiumatura.



a)



b)

**Figura 19. Precursore AFS acciaio alluminio sviluppato dall'Università di Roma Tor Vergata nella vaschetta di carico del forno ENEA vincolato lateralmente con refrattari. (a) prima della schiumatura, (b) dopo schiumatura.**

Il pannello AFS (100 mm x 100 mm) così ottenuto è stato poi esaminato con microscopia elettronica SEM e microanalisi EDS per valutare la qualità del bonding tra pelle e schiuma. La figura 20 mostra un punto di giuntura e i profili dei vari elementi chimici lungo una linea evidenziata. Le successive figure mostrano i profili di concentrazione degli elementi chimici all'interfaccia (figura 21)

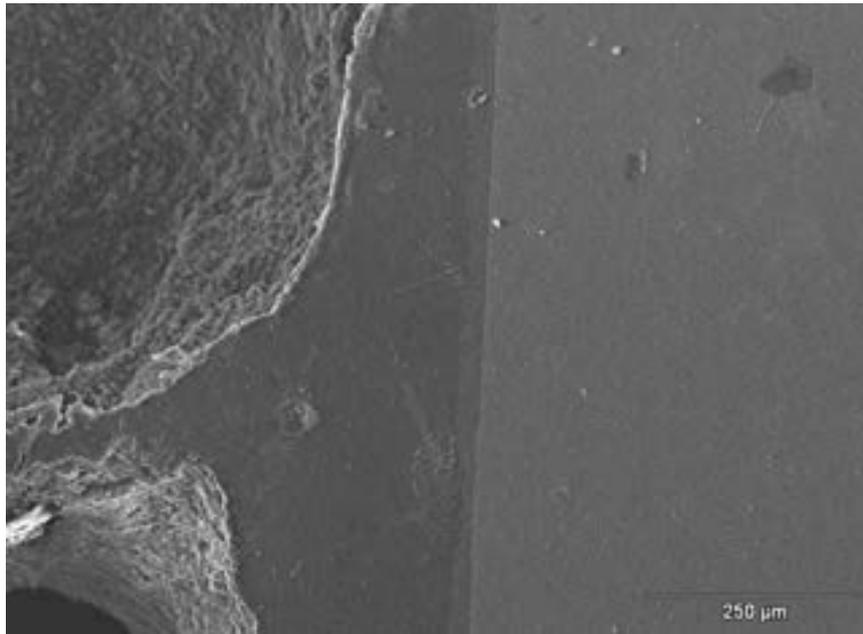
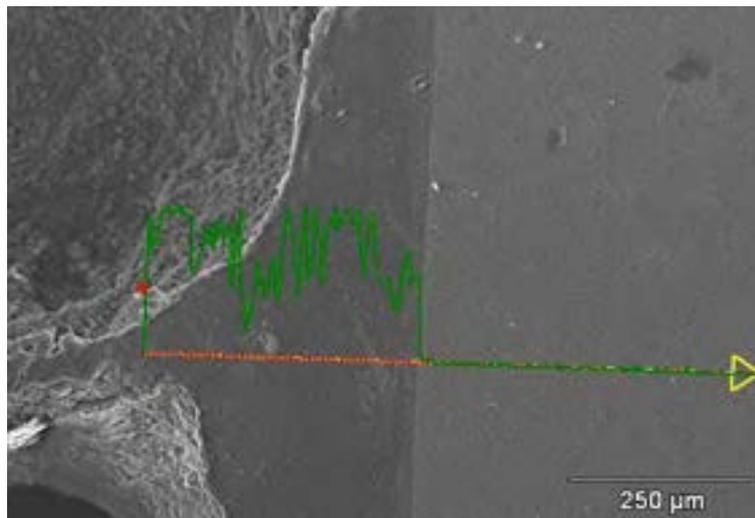
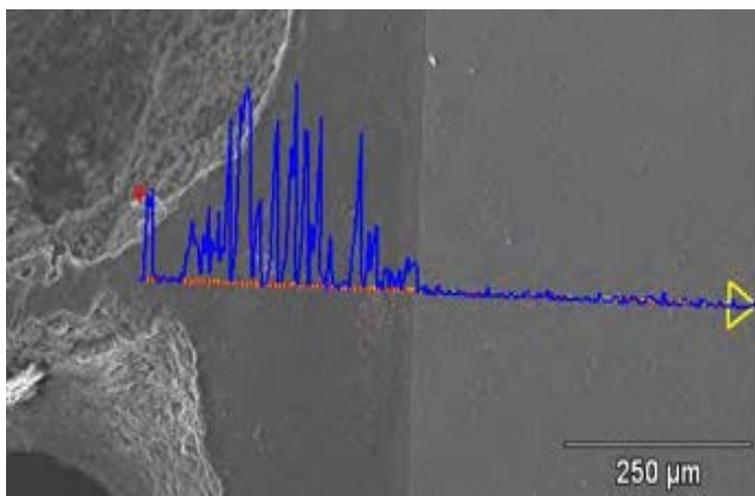


Figura 20. Interfaccia fra schiuma di alluminio e pelle di acciaio inox AISI 316 L su mattonelle 100 x 100

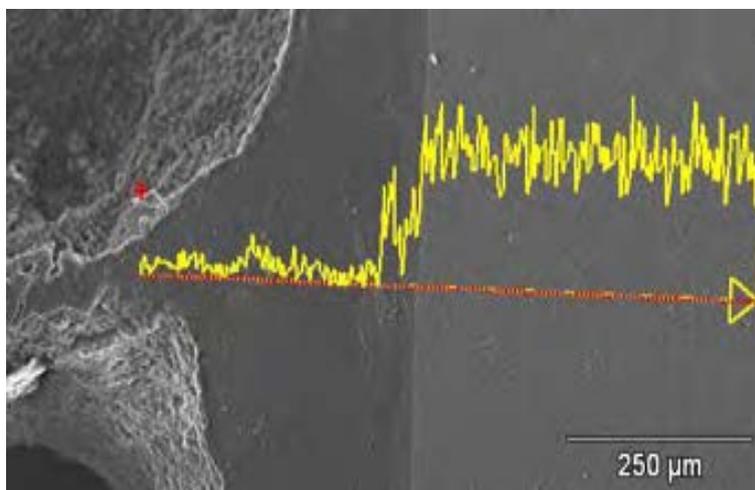
### Profilo Al



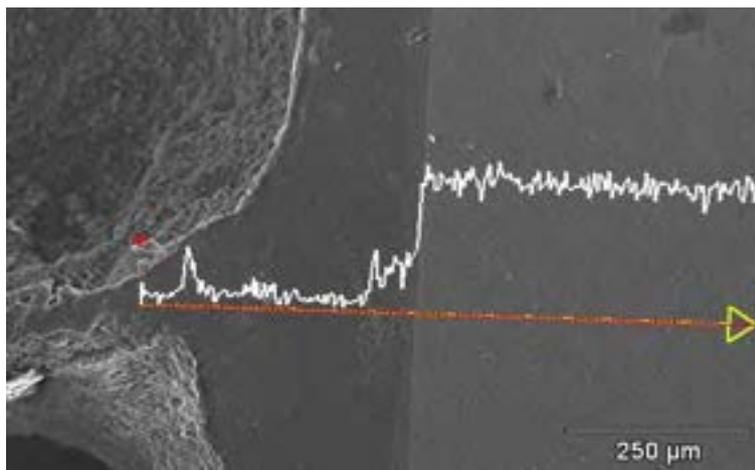
### Profilo Si



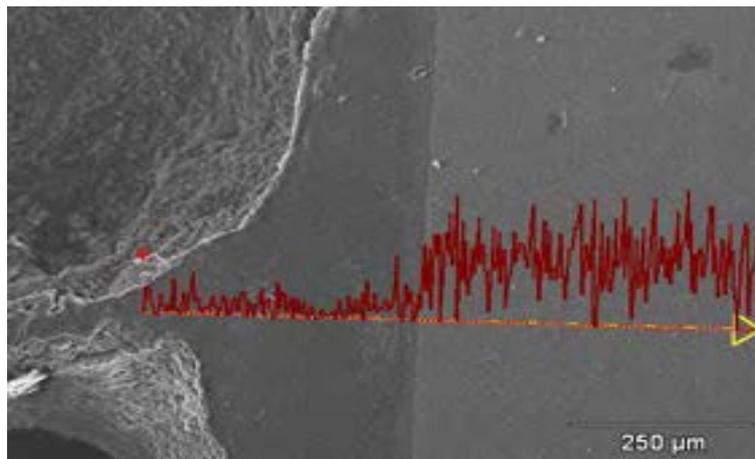
**Profilo Cr**



**Profilo Fe**



**Profilo Ni**



**Figura 21. Profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio AISI 316L e nella schiuma di lega Al-Si10 registrati lungo la linea indicata che attraversa l'interfaccia.**

I profili degli elementi chimici attraverso la zona di giunzione mostrano sempre una transizione graduale lungo una distanza di circa 40 micron ad indicare che si è verificata interdiffusione e che si è realizzato un buon bonding metallurgico.

Le analisi effettuate mostrano inoltre come in assenza di involucri esterni per il mantenimento della schiuma in quando è ancora ad alta temperatura si tende ad avere un certo distacco sulla periferia delle mattonelle (vedi Figura 22).



**Figura 22. Distacco della lamina dalla schiuma sulla periferia delle mattonelle.**

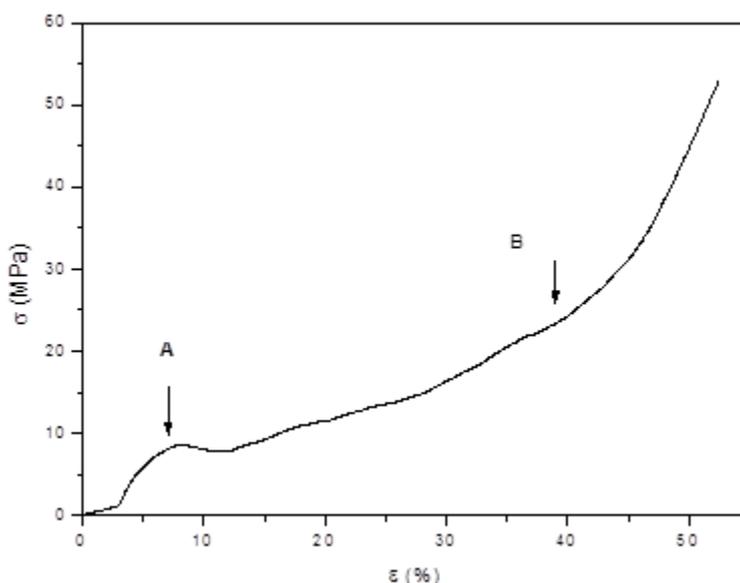
In ogni caso, anche realizzando le condizioni ottimali di schiumatura questo fenomeno difficilmente potrà essere eliminato completamente in quanto dipende dalla tensione superficiale della lega liquida. Pertanto si ritiene che in un processo industriale di produzione dei pannelli AFS si debba comunque procedere a

tagliare le parti esterne. Si dovranno quindi preparare delle lamine d'acciaio di dimensioni maggiori di quelle finali per poi procedere a rifilarle dopo schiumatura.

La schiumatura è stata effettuata nel forno sviluppato da ENEA per le attività della ricerca di sistema nelle varie condizioni di temperatura e tempo di processo costantemente monitorate mediante il sistema di controllo di espansione laser. In prima analisi anche in questo caso il legame metallurgico fra schiuma e lamina di acciaio si realizza in modo corretto e, pur potendo distinguere delle zone di interfaccia fra i precursori contigui utilizzati, la distribuzione dei pori è sufficientemente omogenea.

Alcuni limiti riguardano la minore espansione raggiunta rispetto al precursore libero di espandere a causa del peso della lamina di acciaio.

Figura 23 mostra l'andamento di una curva di compressione realizzata su uno dei pannelli. Si può osservare che tra l'origine e il punto A l'andamento è irregolare per effetto del non perfetto parallelismo delle due lamine d'acciaio dopo schiumatura del precursore. Inoltre il tratto A-B della curva è in leggera pendenza mentre in una schiuma, che si è espande liberamente in modo ottimale, il tratto A-B dovrebbe essere praticamente parallelo all'asse delle ascisse (plateau).



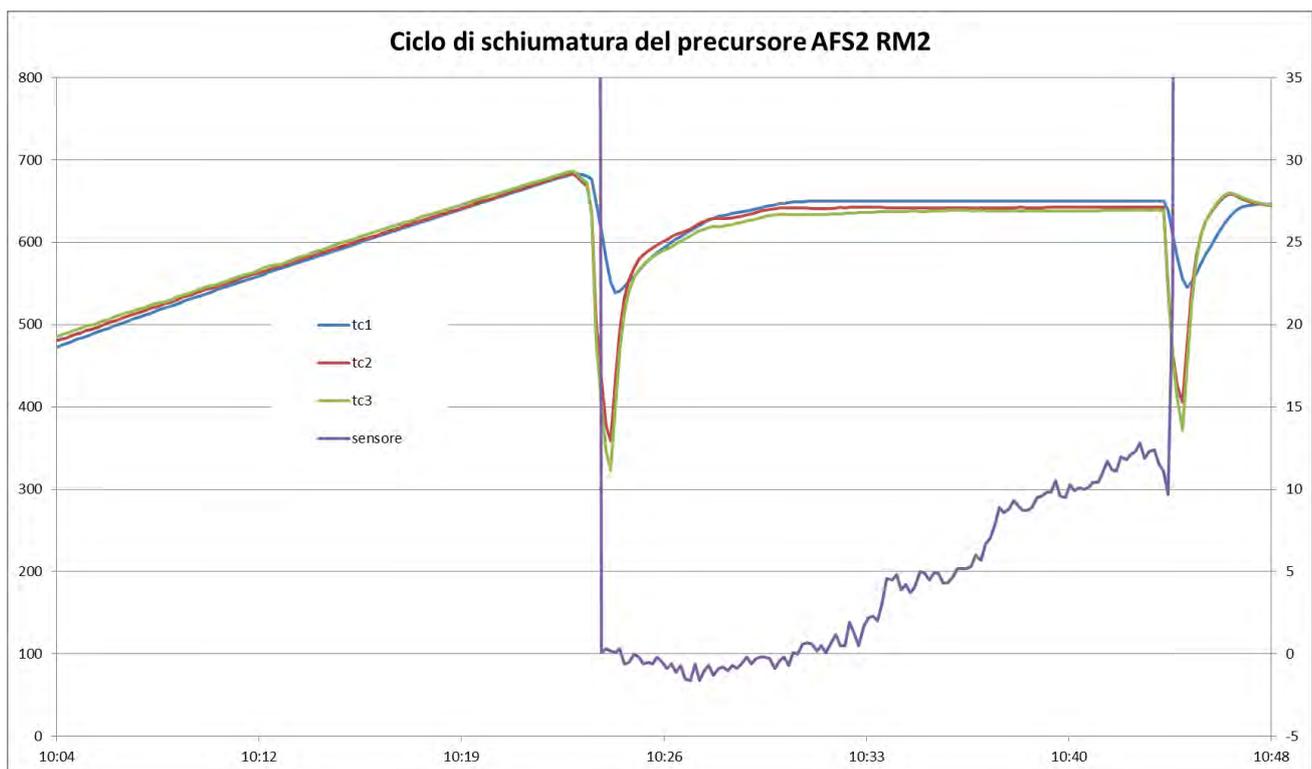
**Figura 23. Curva ottenuta in una prova di compressione eseguita su un pannello AFS.**

La limitata espansione della schiuma può essere contrastata con l'ausilio di un migliore contenimento laterale della schiuma e della fuoriuscita dell'idrogeno in fase di decomposizione. A tal fine alcune prove sono state eseguite utilizzando un contenitore di rame come quello mostrato in Figura 24.



**Figura 24.** Contenitore di rame usato in alcuni test per schiumare i compositi precursori.

Figura 26 mostra il ciclo a 650°C del precursore AFS schiumato nel contenitore di rame. Il sensore laser è stato azzerato ad inizio prova e la prova è stata interrotta quando il sensore ha segnalato una caduta da 12 a 10 mm dell'espansione.



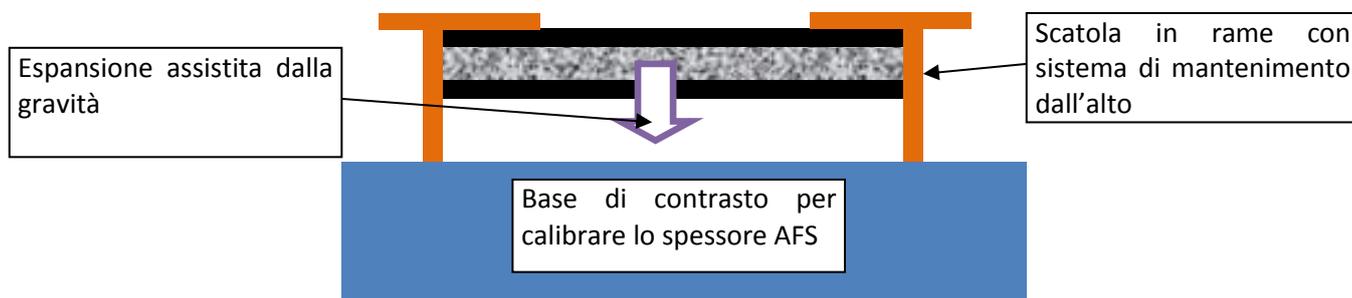
**Figura 26.** Andamento della temperatura durante il processo di schiumatura del precursore composito nel contenitore di rame. tc1: termocoppia controllo forno; tc2: termocoppia forno posteriore; tc3: termocoppia forno superiore.

Figura 27 mostra come l'utilizzo di un contenitore di rame comporti un deciso miglioramento della qualità del pannello anche se si osserva sempre una ridotta espansione rispetto a quella del precursore senza la lamina d'acciaio.



**Figura 27. Particolare del pannello ottenuto con schiumatura del precursore composito nel contenitore di rame.**

Una volta ottimizzati i parametri di schiumatura, considerato il fattore massa che come già evidenziato da ENEA lo scorso anno ha un fattore diretto sui tempi di schiumatura, al fine di migliorare l'espansione fra le pelli potrà essere testato in futuro il mantenimento del composito dall'alto con base di contrasto per la calibrazione della dimensione del campione (Figura 28).



**Figura 28. Possibile schema per migliorare le caratteristiche e le tolleranze dei pannelli AFS.**

### 3. Conclusioni

Esperimenti condotti sia inserendo pastiglie di precursore di lega Al-Si10 con 0.8% di TiH<sub>2</sub> all'interno di tubi di acciaio chiusi ad una estremità che utilizzando precursori compositi piani di piccole dimensioni (20 mm x 20 mm) hanno permesso di ottimizzare il processo che porta al bonding metallurgico tra schiuma e pelle. Di particolare importanza è la pulitura meccanica con buona finitura delle superfici e il decapaggio con apposite soluzioni disossidanti. I risultati ottenuti sono stati pienamente soddisfacenti perché le giunzioni presentano una buona interdifferenza di Fe e Al per uno strato largo 30-40 μm.

Le metodologie sviluppate sono state poi utilizzate per realizzare compositi precursori di maggiore dimensione (100 mm x 100 mm) e da questi poi i pannelli AFS.

Per la preparazione del pacchetto pelli-precursore sono state eseguite prove di co-laminazione e di pressatura, sia a caldo che a freddo. La co-laminazione non ha dato risultati positivi poiché le caratteristiche meccaniche degli acciai e del precursore in lega di Al sono molto diverse e la deformazione plastica molto



diversa induceva la separazione delle parti che si volevano unire. Il difetto è stato riscontrato sia utilizzando un laminatoio da laboratorio che un laminatoio industriale.

La pressatura, sia a caldo che a freddo, con piccole deformazioni plastiche ha dato in generale dei buoni risultati anche se a caldo il processo è più difficilmente controllabile a causa dei fenomeni di ossidazione, che non si può completamente eliminare. Nella preparazione del precursore composito con pressatura a caldo in alcuni casi si sono osservati dei difetti macroscopici e, più raramente, anche il distacco delle parti. Per la maggior semplicità del metodo e la riproducibilità dei risultati la pressatura a freddo con basse pressioni applicate è apparso essere il processo più affidabile per la preparazione del precursore composito. Con questo approccio sono stati preparati compositi precursori 100 mm x 100 mm che sono stati fatti poi schiumare. I pannelli AFS così realizzati presentano un corretto bonding metallurgico fra schiuma e lamine di acciaio e la distribuzione dei pori è sufficientemente omogenea.

Si è osservata una minore espansione della schiuma rispetto al precursore libero a causa del peso della lamina di acciaio. Per superare questo limite si pensa di sviluppare in futuro una tecnica assistita da gravità in cui la schiuma possa svilupparsi verso il basso invece che verso l'alto. Questo metodo permetterebbe anche di realizzare pannelli di spessore controllato ponendo, entro i limiti del processo, alla distanza voluta un piano di contrasto.

## 4 Riferimenti bibliografici

- 1] J. BANHART, H.-W. SEELINGER, Adv. Eng. Mat. 10(9) (2008) 793.
- 2] J. BAUMEISTER, J. BANHART, M. WEBBER, (1994) Process for Manufacturing a Metallic Composite. German Patent 44 26 627 C2.

## 3 Abbreviazioni ed acronimi

Se nel rapporto si fa uso di molte abbreviazioni e acronimi si suggerisce di inserire un elenco alla fine del documento, i termini devono comunque essere definiti anche all'interno del testo la prima volta che vengono utilizzati.

AFS Aluminium Foam Sandwich  
SEM Scanning Electron Microscopy  
EDS Energy Dispersion Spectroscopy

## CURRICULUM DEL GRUPPO DI LAVORO:

### **Curriculum di Roberto Montanari**

Roberto Montanari, nato a Bologna il 31.12.1953 e laureato in Fisica all'Università di Bologna nel 1981, attualmente è Professore Ordinario di Metallurgia presso l'Università di Roma-Tor Vergata.

L'attività di ricerca svolta è fondamentalmente di tipo sperimentale mediante tecniche di diffrazione dei raggi X, misure di dissipazione interna e modulo elastico dinamico, microscopia ottica ed elettronica in scansione e trasmissione, microscopia ad effetto tunnel e prove meccaniche.

I principali temi di cui si è occupato sono:

1. deformazione con esplosivo dei metalli,
2. fusione e solidificazione di leghe metalliche in microgravità,
3. ricristallizzazione e crescita di grano nei metalli,
4. trasformazione martensitica in acciai martensitici al cromo,
5. materiali per applicazioni strutturali nei futuri reattori a fusione nucleare,
6. fatica nei compositi a matrice metallica,
7. test meccanici su scala miniaturizzata,
8. struttura dei metalli liquidi ed effetti precursori di fusione e solidificazione,
9. difetti nella produzione di monete e medaglie di metalli preziosi,
10. studio di manufatti metallici di interesse artistico ed archeologico,
11. produzione e caratterizzazione di schiume metalliche,
12. caratterizzazione microstrutturale e meccanica di compositi in lega di titanio rinforzati con fibre lunghe di SiC,
13. realizzazione e caratterizzazione di rivestimenti superficiali spessi di tungsteno su leghe di rame per applicazioni nei futuri reattori a fusione nucleare,
14. studio di rivestimenti multistrato CrN/Cr/CrN depositati mediante PVD su acciaio.

Ha coordinato numerosi progetti di ricerca di base e industriale con finanziamenti sia pubblici che privati.

E' autore di circa 250 pubblicazioni scientifiche su riviste nazionali ed internazionali.

E' autore dei seguenti brevetti:

- 1- apparato portatile di indentatore cilindrico a testa piana FIMEC;
- 2- procedimento per la produzione di monete con un elevato standard di sicurezza mediante l'impiego di materiali a permeabilità magnetica predefinita.

E' coordinatore del Dottorato di Ricerca in Ingegneria Industriale dell'Università di Roma-Tor Vergata.

E' stato presidente dal 2004 al 2008 del Centro di Studio "Metallurgia Fisica e Scienza dei Materiali" dell'Associazione Italiana di Metallurgia.

E' referee di riviste scientifiche internazionali.

E' membro della redazione scientifica de "La Metallurgia Italiana".

E' coordinatore della conferenza internazionale THERMEC.

E' stato membro del comitato organizzatore della conferenza internazionale ICIFMS-15 (15th International Conference on Internal Friction and Mechanical Spectroscopy), Perugia 2008.

E' valutatore di progetti di ricerca scientifica di base ed industriale.

### **Curriculum di Maria Elisa Tata**

Maria Elisa Tata, laureata in Ingegneria meccanica presso l'Università di Roma-Tor Vergata nel 1992, dottorato in Ingegneria della Metallurgia Meccanica, è Ricercatore Confermato del settore ING-IND 21 (Metallurgia) presso l'Università di Roma-Tor Vergata dove insegna Materiali per Applicazioni Speciali. Svolge attività di ricerca di tipo sperimentale mediante microscopia ottica, SEM, TEM e STM, prove meccaniche, diffrazione dei raggi X, misure di frizione interna. I suoi principali temi di ricerca vertono sulle seguenti tematiche:

- 1) Acciai inossidabili ferritici-martensitici candidati come materiali per applicazioni strutturali nei futuri reattori a fusione nucleare: caratterizzazione microstrutturale e meccanica; studio della precipitazione di

carburi di Cr; studio delle proprietà meccaniche dei giunti saldati (TIG e laser); analisi dell'influenza del Cr sull'infragilimento da idrogeno;

2) Produzione e caratterizzazione microstrutturale e meccanica di schiume metalliche di diversi materiali (Al, Fe, Pb);

3) Effetto di esplosioni di piccole cariche su metalli cfc;

4) Deformazione plastica ad alta temperatura di leghe di titanio (Ti6Al4V) e caratterizzazione meccanica e microstrutturale di compositi di Ti rinforzati con fibre di SiC;

5) Studio di leghe a memoria di forma per applicazioni in attuatori/sensori.

E' autore di circa 100 articoli scientifici pubblicati su riviste internazionali e nazionali e presentati a congressi. Come ricercatrice ha preso parte a molte ricerche di base e applicate, sostenute da fondi pubblici e privati.

E' membro del collegio di dottorato; tiene delle lezioni sui Materiali Porosi per gli studenti del Dottorato di Ricerca in Ingegneria dei Materiali.

### **Curriculum di Benedetto Iacovone**

Benedetto Iacovone è dal 1990 collaboratore tecnico – livello C4 - presso il Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università di Roma – Tor Vergata. Fa parte del gruppo di Metallurgia e ha particolare esperienza nelle lavorazioni meccaniche e nei trattamenti chimici.

Il contributo all'attività sperimentale del gruppo consiste nella realizzazione e preparazione dei provini, nel loro esame con tecniche microscopiche e nella conduzione delle prove meccaniche.

Ha collaborato alla progettazione, sviluppo ed allestimento di innovativi apparati sperimentali. Tra questi di particolare rilievo è l'apparato Fimec che utilizza un indentatore cilindrico a testa piana. La versione portatile del Fimec è stata oggetto di brevetto.

E' coautore di alcune pubblicazioni su questa tematica.

Dal 2000 ha collaborato alle ricerche sulle schiume metalliche preparando gli stampi e il miscelatore delle polveri.

### **Curriculum di Piero Plini**

Piero Plini è dal 1985 collaboratore tecnico – livello C7- presso il Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università di Roma – Tor Vergata. Fa parte del gruppo di Metallurgia e ha particolare esperienza nelle lavorazioni meccaniche e nei trattamenti termici.

Il contributo all'attività sperimentale del gruppo consiste nella preparazione dei provini, nel loro esame con tecniche di microscopia ottica ed elettronica e nella conduzione delle prove meccaniche e termiche.

Ha collaborato allo sviluppo e all'allestimento di innovativi apparati sperimentali. Tra questi di particolare rilievo è l'apparato di indentazione strumentata Fimec che utilizza un indentatore cilindrico a testa piana. La versione portatile di questo apparato è stata oggetto di brevetto.

E' coautore di alcune pubblicazioni su questa tematica.

Dal 2000 ha collaborato alle ricerche sulle schiume metalliche di alluminio allestendo forni idonei alla produzione di campioni di dimensioni ridotte. Ha inoltre partecipato alle analisi morfologiche della porosità.