



Ricerca di Sistema elettrico

## Ottimizzazione dei parametri di compattazione ed estrusione di precursori originali per schiume di alluminio

*G. Barbieri, F. Cognini, M. Moncada, F. Padella,  
D. Mirabile Gattia, U. De Angelis, G. De Santis*

## OTTIMIZZAZIONE DEI PARAMETRI DI COMPATTAZIONE ED ESTRUSIONE DI PRECURSORI ORIGINALI PER SCHIUME DI ALLUMINIO

G.Barbieri, F. Cognini, M. Moncada, F. Padella, D. Mirabile Gattia, U. De Angelis, G. De Santis (ENEA)

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

## Indice

SOMMARIO.....	4
1 INTRODUZIONE.....	5
2 SCELTA DELLA COMPOSIZIONE DELLA LEGA DI ALLUMINIO EUTETTICA PER LA PRODUZIONE DI SCHIUME METALLICHE.....	6
3 MISCELAZIONE DELLE POLVERI.....	8
3.1 POLVERI UTILIZZATE PER LA REALIZZAZIONE DELLE MISCELE.....	10
3.2 SEQUENZA DI MISCELAZIONE.....	10
3.3 ANALISI DELLE MISCELE DELLE POLVERI.....	10
3.3.1 <i>Analisi SEM-EDS delle polveri</i> .....	11
CAMPIONE 1: $AlMg_4Si_8Cu_4 - 1\% TiH_2 - 2\% SiC$ .....	11
CAMPIONE 2: $AlMg_4Si_8 - 1\% TiH_2 - 2\% SiC$ .....	13
3.3.2 <i>Analisi DSC</i> .....	14
4 COMPATTAZIONE DELLE POLVERI.....	17
4.1 UPGRADING DEL SISTEMA DI COMPATTAZIONE PER PRESSATURA UNIASSIALE E PRESSATURA UNIASSIALE + ESTRUSIONE.....	18
4.2 PROCEDURE DI COMPATTAZIONE.....	20
4.2.1 <i>Analisi del piano fattoriale in funzione della densità per miscela <math>AlMg_4Si_8</math></i> .....	22
4.2.2 <i>Analisi del piano fattoriale in funzione della densità per miscela <math>AlMg_4Si_8Cu_4</math></i> .....	25
4.3 ANALISI DEI PRECURSORI IN DIFFERENTI CONDIZIONI DI COMPATTAZIONE.....	27
4.3.1 <i>Analisi SEM-EDS dei precursori</i> .....	28
4.3.2 <i>Analisi DSC dei precursori</i> .....	39
4.3.3 <i>Diffrazione RX</i> .....	42
5 SCHIUMATURA DEI PRECURSORI SVILUPPATI ED ANALISI DEI RISULTATI.....	46
6 REALIZZAZIONE DI PRECURSORI DI AFS.....	50
6.1 ANALISI SEM/EDS DEI PRODOTTI FUORI ESTRUSI INDESIDERATI.....	56
7 ESTRUSI DI ALLUMINIO RINFORZATI CON SCHIUME DI ALLUMINIO.....	58
8 CONCLUSIONI.....	62
9 BIBLIOGRAFIA.....	63
10 ABBREVIAZIONI ED ACRONIMI.....	63

## Sommario

Questo lavoro descrive le fasi di sviluppo di leghe di alluminio ternarie e quaternarie, a partire da polveri, per lo sviluppo di precursori di schiume che possano essere utilizzati nella realizzazione di compositi pelle-precursore- pelle, interamente in leghe di alluminio opportunamente accoppiate.

L'obiettivo è sviluppare precursori a base di Al-Mg-Si ed Al-Mg-Si-Cu che permettano di ridurre l'intervallo di temperatura liquido-solido in modo da poter essere accoppiate ad un numero maggiore di leghe di alluminio, per la produzione di estrusi rinforzati in lega di alluminio e/o di AFS.

In funzione di dati di letteratura, sono state scelte le combinazioni delle leghe e sono state definite e testate le condizioni di miscelazione e compattazione mediante le apparecchiature sviluppate nel corso dei precedenti PAR.

Considerate le problematiche riscontrate nella miscelazione di polveri morbide (Al) e nella compattazione di polveri dure (AlSi12), sono state apportate delle migliorie agli impianti di compattazione introducendo dei sistemi di riscaldamento e passando dalla pressatura uniaassiale a freddo alla pressatura uniaassiale/estrusione a caldo fino a 400°C.

Le miscele ed i precursori sono stati analizzati mediante SEM/EDS, DSC e diffrazione RX.

La valutazione del processo di compattazione, in termini di densità relativa apparente, è stata effettuata con analisi DOE. In fine, i precursori ottenuti sono stati schiumati in forno prendendo come riferimento le condizioni di schiumatura ottimali di un precursore eutettico commerciale.

I risultati, in termini di miscelazione e compattazione, sono stati molto buoni, raggiungendo un buon livello di omogeneizzazione dei campioni e un livello di densità maggiore del 92%. Meno buoni i risultati di schiumatura sui primi campioni, in termini di densità e per la formazione in superficie di un composto scuro amorfo indesiderato.

La realizzazione di precursori di AFS con pelli di alluminio, a partire da polveri e lamine, ha avuto successo e la schiumatura di questi ultimi, grazie all'incremento di temperatura di compattazione, ha mostrato un miglioramento delle proprietà delle schiume realizzate. Il problema principale risulta la formazione del composto superficiale scuro ed amorfo che probabilmente è dovuto a fenomeni reattivi dell'idrogeno proveniente dal  $TiH_2$  con il SiC ed i metalli costituenti le polveri. L'eliminazione di questo problema e il miglioramento della schiumatura è molto probabilmente legato alla necessità di utilizzare  $TiH_2$  trattato, in modo che la dissociazione avvenga più lentamente e a maggiori temperature.

In parallelo, sono continuate le attività relative alla produzione di estrusi rinforzati di maggiore dimensione: grazie all'impiego del sistema di carico e scarico automatico e del monitoraggio mediante laser, con le apparecchiature appositamente realizzate per lo sviluppo di tale attività nel corso dei precedenti PAR, è stato possibile realizzare estrusi a sezione rettangolare rinforzati con schiume di alluminio, di lunghezza fino a 350 mm, con un livello di riempimento omogeneo.

## 1 Introduzione

La riduzione del consumo di energia elettrica nel settore dei trasporti, direttamente collegati alla rete elettrica, è possibile solo ed esclusivamente riducendo gli attriti ed il peso dei vettori per il trasporto (Treni, Tram, Metro, Filobus). Infatti, tralasciando la riduzione degli attriti, la riduzione del peso è certamente il metodo più diretto per ridurre il consumo di energia e incrementare l'autonomia dei mezzi elettrici, con conseguenti riduzioni delle emissioni dei mezzi di trasporto. Si stima che una riduzione del 10% di peso porti ad una riduzione di carburante di circa il 7% e questo comporta che per ogni kg di peso risparmiato si riduca di circa 20 kg l'emissione annua di CO<sub>2</sub> nei mezzi di trasporto con motore a combustione. Questo legame, ben noto ai costruttori di automobili, ha portato in questi anni alla sostituzione, dove possibile in termini tecnici ed economici, dei componenti in acciaio con componenti in alluminio, magnesio, compositi e schiume. Questi materiali sono stati impiegati in modo molto più limitato per l'alleggerimento strutturale nei vettori collettivi di tipo ferroviario, tramviario ed affini, in quanto questo settore è meno dinamico rispetto al settore automotive dove la maggiore concorrenza e le stringenti normative antinquinamento hanno già portato all'introduzione di nuovi materiali e tecnologie, anche grazie all'aiuto dei grandi numeri ed alla maggiore automazione di processo possibile in tale settore.

Il collegamento diretto alla rete elettrica induce infatti, nella visione collettiva, a considerare meno prioritario l'alleggerimento dei grandi vettori per il trasporto su rotaia in quanto apparentemente puliti (non inquinanti), tuttavia la riduzione di peso, in particolare nei vettori ad alta velocità (vedi Nuovo TGV due livelli francese e molte linee metropolitane delle capitali mondiali) si traduce immediatamente in una riduzione di energia dalla rete, con conseguenti positive ricadute economiche e sociali.

In questo documento sono riportate le attività condotte da ENEA nello sviluppo di nuovi materiali metallici leggeri in lega di alluminio, atti ad essere utilizzati per la produzione di componenti ad elevato rapporto resistenza-peso, applicabili al settore dei grandi vettori per il trasporto collegati alla rete elettrica e più in generale ai vettori di trasporto a trazione elettrica; tali materiali possono essere utilizzati per la riduzione del peso e l'incremento allo stesso tempo della sicurezza e del confort dei veicoli.

Lo studio, a continuazione di quanto svolto nei precedenti PAR con l'impiego di precursori di schiume commerciali, riguarda lo sviluppo di precursori eutettici originali in lega di alluminio, che possano essere utilizzati per la produzione di estrusi di alluminio rinforzati con schiume. Tali attività sono inquadrare nell'obiettivo C: "Sviluppo dei processi di produzione e caratterizzazione di componenti strutturali innovativi per la riduzione del peso dei veicoli a trazione elettrica" del progetto "Prodotti e processi per il miglioramento dell'efficienza energetica nell'elettromobilità".

## 2 Scelta della composizione della lega di alluminio eutettica per la produzione di schiume metalliche.

La realizzazione di compositi in schiuma di alluminio con estrusi o pelli in lega di alluminio, impone un'opportuna scelta e lo sviluppo della lega utilizzabile per il core schiumabile.

La realizzazione di questi particolari materiali/compositi infatti avviene con la formazione di un legame metallurgico che si realizza usualmente già prima della schiumatura e si rafforza durante questa ultima fase. Questo processo permette di realizzare componenti compositi senza l'impiego di collanti che garantisce intrinsecamente la resistenza al fuoco e la possibilità di realizzare anche forme 3D mediante preformatura di compositi tri-strato. E' questo il caso di precursori di AFS schiumati dopo preformatura e calibrazione delle dimensioni in dima a caldo per la realizzazione di forme con geometria desiderata [1]. Il principale svantaggio riguarda la necessità di dover utilizzare un set di combinazioni fra leghe del core e delle pelli limitato dal fatto che la temperatura di fusione della lega del core schiumabile deve essere sufficientemente più bassa della temperatura di fusione delle pelli. Ciò implica molto spesso l'impiego di polveri metalliche costose ed un ciclo di fabbricazione complesso e lungo.

Fino a pochi anni fa, per la realizzazione degli AFS, le combinazioni possibili fra lega del core e lega delle pelli erano esclusivamente quelle riportate nella tabella seguente:

AFS designation	foam alloy*	sheet alloy EN numerical	sheet alloy ISO chemical
IFAM 1	AlSi12	1050A	Al99.5
IFAM 2 = alm-A	AlSi7	3103	AlMn1
alm-F	AlSi7	5005	AlMg1(B)
alm-D	AlSi6Cu <sub>x</sub>	3103	AlMn1
alm-B	AlSi6Cu <sub>x</sub>	6016	-
alm-C	AlSi6Cu <sub>x</sub>	6060	AlMgSi
alm-E	AlSi6Cu <sub>x</sub>	6082	AlMgSi1MgMn
experimental	AlSi6Cu <sub>x</sub>	5754	AlMg3
experimental		5083	AlMg4.5Mn0.7

\* x= 3 to 7 wt.%

**Tabella 1: Principali combinazioni fra lega del core schiumabile e lega delle pelli combinabile per la realizzazione di AFS e compositi schiuma – metallo per leghe di alluminio [2]**

Le leghe schiumabili maggiormente utilizzate per il core sono le AlSi6Cu4 or AlSi6Cu6, grazie al fatto che hanno una temperatura di fusione di soli 524°C e che si accoppiano bene con la maggior parte delle della serie 1xxx, 3xxx, 5xxx e 6xxx di interesse commerciale. Tuttavia, l'aggiunta di rame (Cu) che è il promotore della riduzione di temperatura di fusione induce tre effetti negativi:

- Costo
- Peso
- Corrosione

Negli ultimi anni, l'attenzione si è spostata sulle leghe della famiglia AlMgSi ed una delle più promettenti leghe, in riferimento alla buona espansione, e alla formazione di pori piccoli e regolari è la AlSi8Mg4 [3].

Tuttavia, per migliorare la qualità delle schiume metalliche oltre ad agire sulla composizione chimica delle leghe utilizzate è necessario ottimizzare le condizioni di produzione, con particolare riguardo al controllo dell'umidità e della contaminazione delle polveri utilizzate. Tali fattori infatti agiscono negativamente sull'uniformità della distribuzione dei pori.

Le leghe inizialmente utilizzate come precursore eutettico erano della famiglia AlSi, con un contenuto in Si compreso fra il 7 ed il 12% (eutettico AlSi). Non è un caso che i precursori sviluppati e commercializzati per

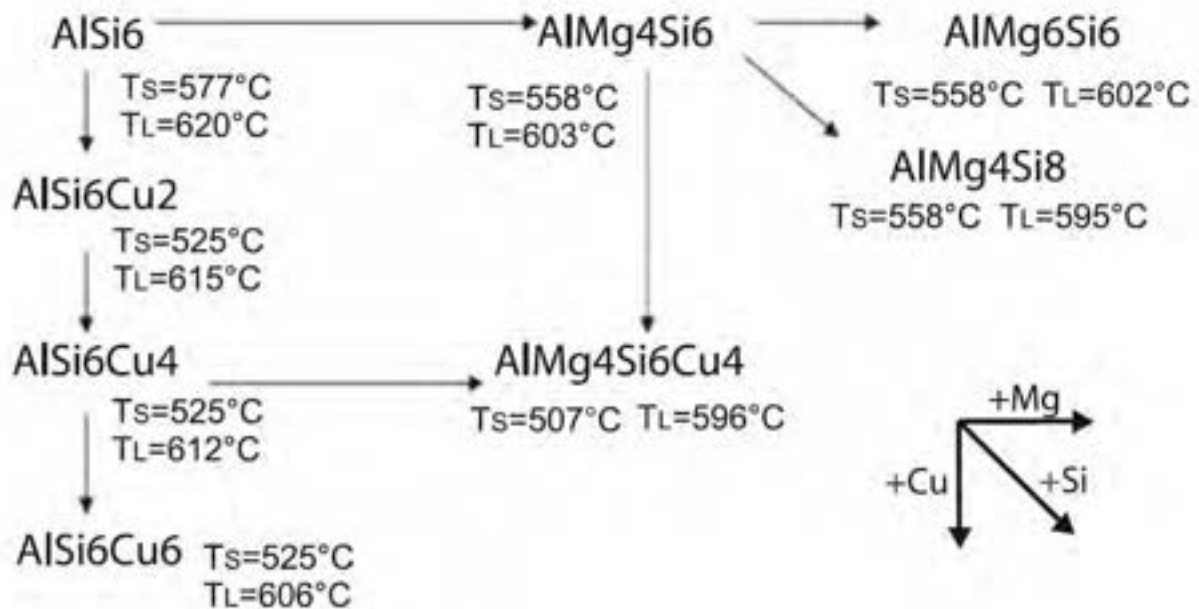
primi erano AlSi11 e che gli stessi siano fra i principali commercializzati tutt'oggi nella versione AlSi10 con TiH2 0,8 % ed utilizzati anche da ENEA per lo sviluppo di estrusi rinforzati con schiuma nel corso del precedente anno.

I test effettuati questo anno per la realizzazione di componenti di maggiore dimensione, fino a 400 mm di lunghezza hanno mostrato tuttavia come la temperatura di fornace necessaria con tale precursore sia molto prossima a quella di fusione degli estrusi in lega AA6060 (RdS/2012/098).

Test di schiumatura sistematici sulle leghe binarie AlSi hanno mostrato come il valore ottimale di contenuto di silicio è intorno al 6 - 7% per garantire l'ottimo in termini di regolarità nella distribuzione e dimensione delle bolle. A tale composizione tuttavia corrisponde una temperatura di inizio fusione di circa 577° C che è troppo alta per consentire la realizzazione di compositi schiuma – metallo in alluminio.

La necessità di ridurre questo punto di fusione impone il passaggio a leghe ternarie o quaternarie con l'aggiunta di magnesio (Mg) e rame (Cu), queste ultime come già detto sono state utilizzate per oltre un decennio per la produzione di pannelli AFS.

Lo schema riportato in basso mostra le principali leghe considerate con le temperature di fusione relative.



**Figura 1: Schema di possibili leghe di alluminio ternarie e quaternarie con andamento dell'intervallo di temperatura di fusione TS (Solidus) TL (Liquidus) [3].**

Lo studio riportato in questo rapporto riguarda la comparazione fra due differenti leghe una ternaria AlMg4Si8 e l'altra quaternaria AlMg4Si8Cu4. Queste due composizioni sono state prese in considerazione in quanto le leghe ternarie a base di Al-Mg-Si non sono state ancora studiate in modo sistematico come possibili candidate alla realizzazione di schiume metalliche, ma sono state indirettamente utilizzate nella realizzazione di schiume metalliche a partire da trucioli di lavorazione delle leghe della serie 6xxx [4] [5].

La principale caratteristica delle leghe di alluminio ternarie Al-Mg-Si ricche in magnesio è l'ammontare di metallo liquido alla temperatura eutettica di 558°C che va dal 18% per la lega AlMg6Si6 al 48% della lega AlMg4Si8 scelta per il nostro studio.

La seconda lega scelta è una variante della stessa contenente il 4 % di rame che dovrebbe avere una frazione di liquido alla stessa temperatura superiore con una TL inferiore.

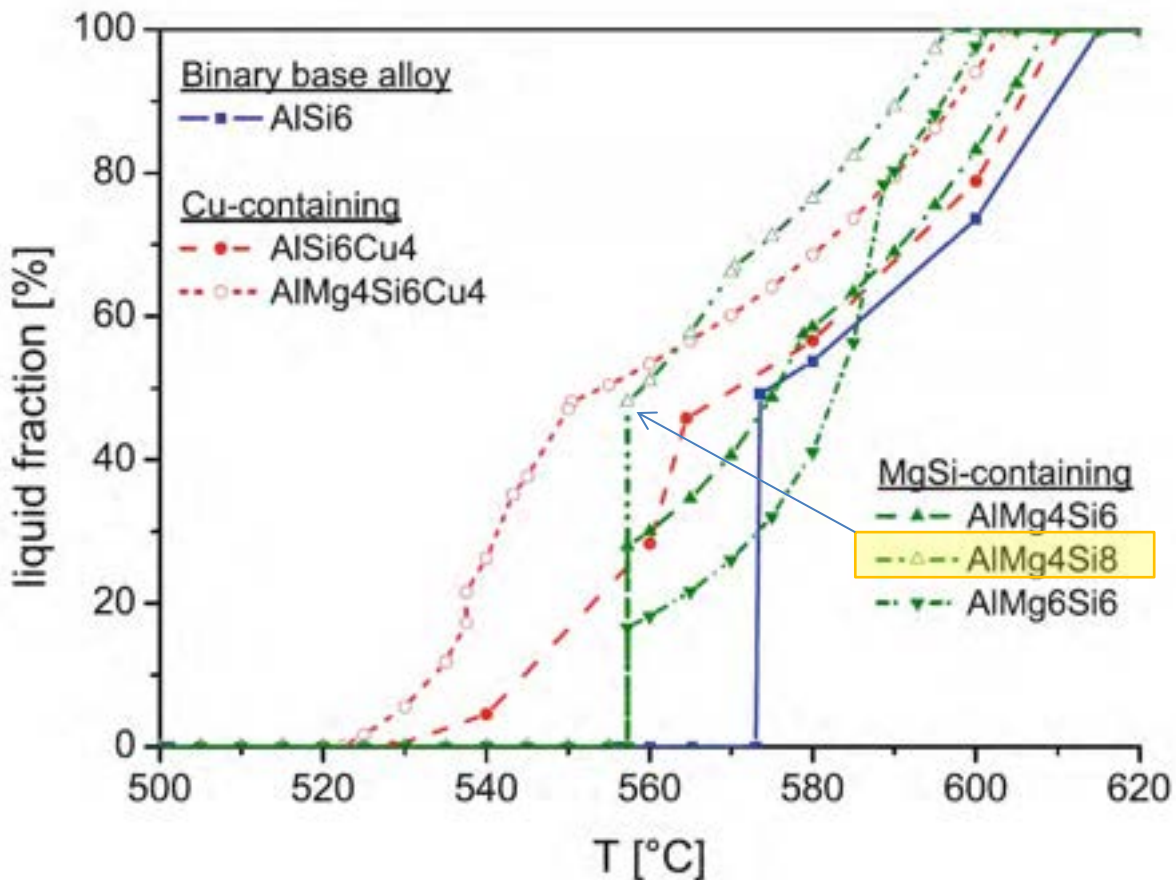


Figura 2: Frazione liquida della lega in funzione della temperatura [3].

### 3 Miscelazione delle polveri.

La miscelazione delle polveri è avvenuta mediante un ZOZ Simoloyer CM01, questo apparato, la cui schematizzazione e foto sono mostrate in Figura 3, è un sistema per “ball milling” con asse di rotazione orizzontale dotato di 5 pale che agiscono sulle sfere in acciaio all’interno di un contenitore cilindrico in acciaio INOX che può essere raffreddato e flussato con gas.

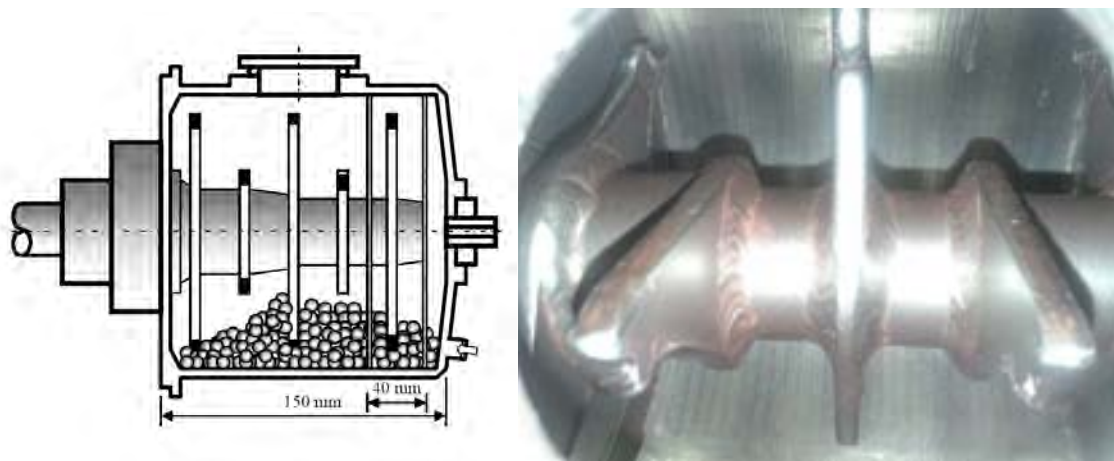


Figura 3: Schematizzazione e foto interna del sistema ball milling ZOZ Simoloyer CM01.



Figura 4: Apparato ball milling ZOZ Simoloyer CM01.

L'apparato utilizzato, disponibile presso il laboratorio UTTMAT-CHI del CR ENEA di Casaccia, è stato pienamente caratterizzato mediante un lavoro di analisi delle immagini riportato in modo completo nel lavoro di A. Boschetto ed altri [6]. La Figura 5 mostra  $E_b$  (energia cinetica delle sfere) in funzione di  $N_v$  (fattore di riempimento = Volume delle sfere/volume camera) e la velocità di rotazione delle pale.

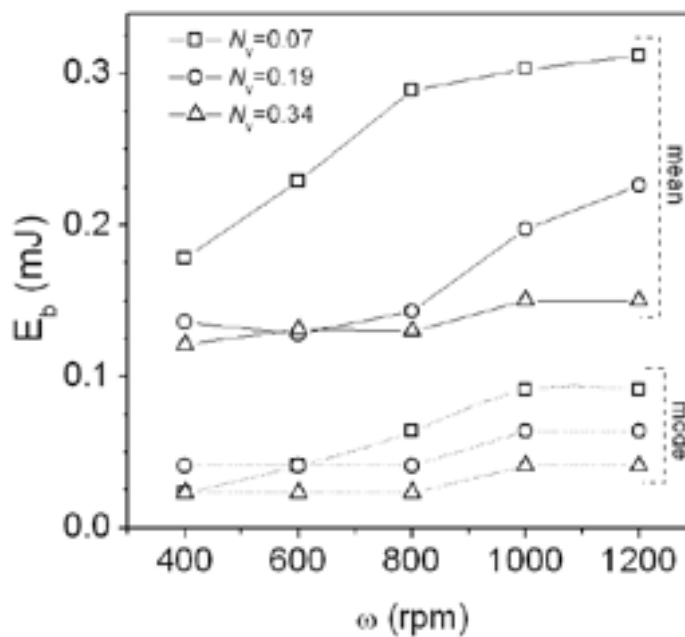


Figura 5: Curve rappresentative dell'energia trasferita dalle sfere in funzione della velocità di rotazione delle pale e del coefficiente di riempimento [6].

Il valore scelto per le operazioni di miscelazione delle polveri per la realizzazione dei precursori è stato di:

- $N_v = 0,1$  ovvero un volume di 250 ml di biglie di acciaio di diametro 5mm;
- Velocità di rotazione di 800 rpm come, buon compromesso fra energia trasferita dalle sfere e riscaldamento;

### 3.1 Polveri utilizzate per la realizzazione delle miscele

Le polveri di partenza per la realizzazione delle leghe sono state delle polveri dell'eutettico AlSi12, a cui sono state aggiunte polveri di Alluminio, di magnesio e di rame commercialmente pure prodotte dalla Alfa AESAR. A queste sono state aggiunte le polveri stabilizzanti di carburo di silicio (SiC) e di agente schiumante idruro di titanio (TiH<sub>2</sub>) rispettivamente nella percentuale in peso del 2 e del 1%.

La tabella sottostante riporta le quantità utilizzate per la preparazione di 150 g di polveri per le due leghe prese in esame per lo sviluppo di precursori a basso punto di fusione AlMg<sub>4</sub>Si<sub>8</sub> ed AlMg<sub>4</sub>Si<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>.

Tipo di polvere	Quantità in grammi	
	AlMg <sub>4</sub> Si <sub>8</sub>	AlMg <sub>4</sub> Si <sub>8</sub> Cu <sub>4</sub>
Aluminium Silicon Powder, -325 mesh 99% Al:Si; 88:12 Wt%	100	100
Aluminium Powder -40+325 mesh 99,8%	44	38
Magnesium powder, -20+100 mesh 99,8%	6	6
Copper powder -150 mesh 99%	0	6
Agenti additivi nucleante e schiumante		
Silicon Carbide fine 320 grit	6	6
TiH <sub>2</sub> -325 mesh	3	3

**Tabella 2: Composizione delle miscele di polveri per la produzione di precursori**

Le polveri di magnesio hanno dimensione comprese fra 814 a 149 micron, le polveri di rame hanno tutte dimensioni inferiori a 100 micron e le polveri di alluminio utilizzate da 44 a 400 micron, mentre le polveri di AlSi hanno tutte dimensioni inferiori a 44 micron come anche le polveri di SiC ed idruro di titanio.

### 3.2 Sequenza di Miscelazione

La scelta di partire da polveri di AlSi per la preparazione delle miscele di polveri riguarda l'aspetto relativo alla tendenza delle polveri di alluminio puro, molto più duttili rispetto a quelle AlSi12, di "impastarsi" con l'azione dovuta agli urti delle sfere. Questo fenomeno non permette un'omogenea dispersione delle particelle nucleanti e schiumanti nella miscela di polveri introducendo già alla base problematiche successive nell'omogeneità dei pori delle schiume ottenute. Le polveri AlSi12 sono invece molto più dure e permettono di evitare il problema dell'agglomerazione. Per permettere una migliore distribuzione del SiC e del TiH<sub>2</sub> nella miscela la sequenza di miscelazione è stata la seguente:

- 1° step: inserimento delle polveri di AlSi12, SiC, e TiH<sub>2</sub> seguito da miscelazione per 2 minuti;
- 2° step: aggiunta del 50 % delle polveri tenere ( Al, Mg, Cu) seguita da miscelazione per 2 minuti;
- 3° step: aggiunta del residuo 50% di polveri tenere e effettuazione del *ball milling* per 45 minuti.

La velocità di miscelazione del ZOZ Simoloyer CM01 è sempre stata mantenuta ad 800 giri minuto.

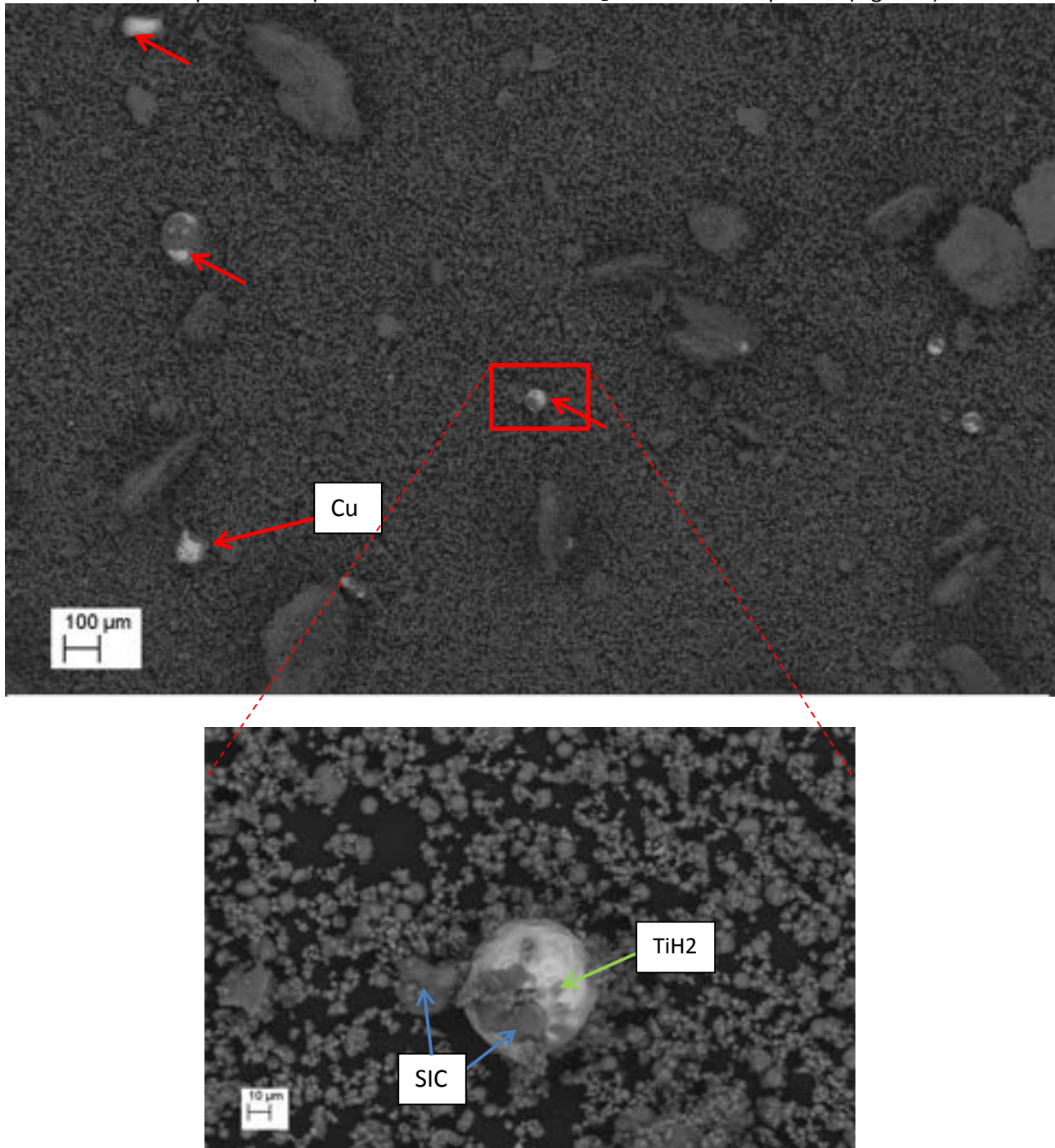
### 3.3 Analisi delle miscele delle polveri

Le miscele di polveri ottenute sono state sottoposte ad analisi calorimetriche, a diffrazione RX ed analisi SEM EDS. L'analisi SEM EDS mostra la dispersione e la dimensione dei differenti componenti della miscela. L'analisi calorimetrica mediante DSC e le analisi diffrattometriche RX permettono di valutare gli effetti del ball milling sulla formazione della miscela di leghe a stato solido.

### 3.3.1 Analisi SEM-EDS delle polveri

#### **Campione 1: $AlMg_4Si_8$ Cu4 - 1% $TiH_2$ - 2% SiC**

Il campione delle polveri è caratterizzato da polvere di  $AlSi_{12}$  e alcuni grossi agglomerati di Al con tracce di Si. Nella miscela sono ben distinguibili particelle di rame (Cu) con forma sferica e dimensione che varia da 30 a 10 micron che presentano particelle di  $AlSi_{12}$  e SiC e  $TiH_2$  "incollate" in superficie (Figura 6).



**Figura 6: Immagine SEM della miscela di polveri  $AlMg_4Si_8$  Cu4 - 1%  $TiH_2$  - 2% SiC con particolare su una particella di rame**

Le immagini di Figura 7 mostrano le analisi sulle polveri elementari delle polveri di SiC, che hanno forma poliedrica con spigoli acuminati con dimensioni variabili da circa 10 a 100 micron, mentre la polvere di

AlSi12 presenta particelle con forma sferoidale ben riconoscibili anche nella miscela con diametro da pochi micron fino a circa 15 micron.

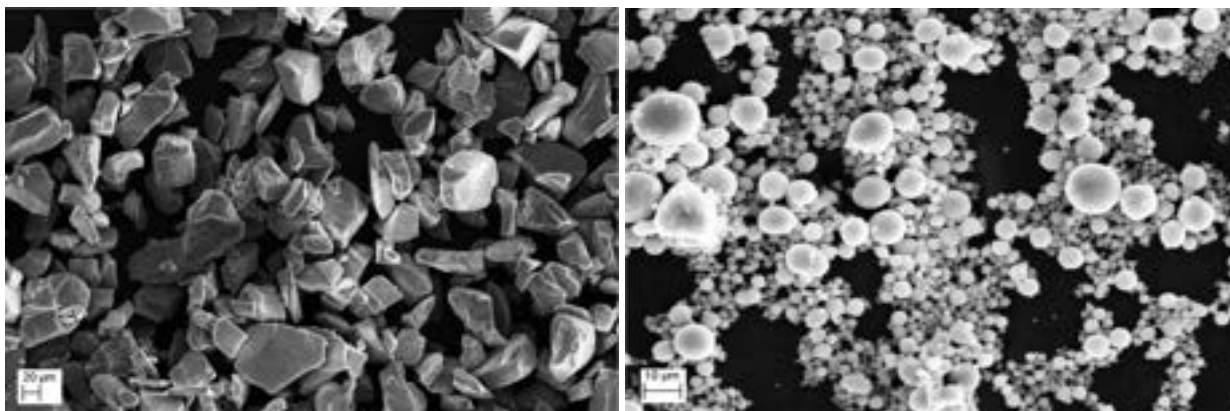


Figura 7: Immagini SEM delle particelle di SiC 8 (SX) e AlSi12 (DX) utilizzate per la realizzazione delle miscele.

Le immagini a maggior ingrandimento delle polveri non agglomerate mettono in luce come le particelle di AlSi12 hanno prevalentemente dimensione fra 500nm e i 10 µm

La presenza del magnesio, che come vedremo nelle immagine dei precursori compattati, hanno una forma ellissoidale di dimensioni notevole e si ritrovano principalmente in agglomerati.

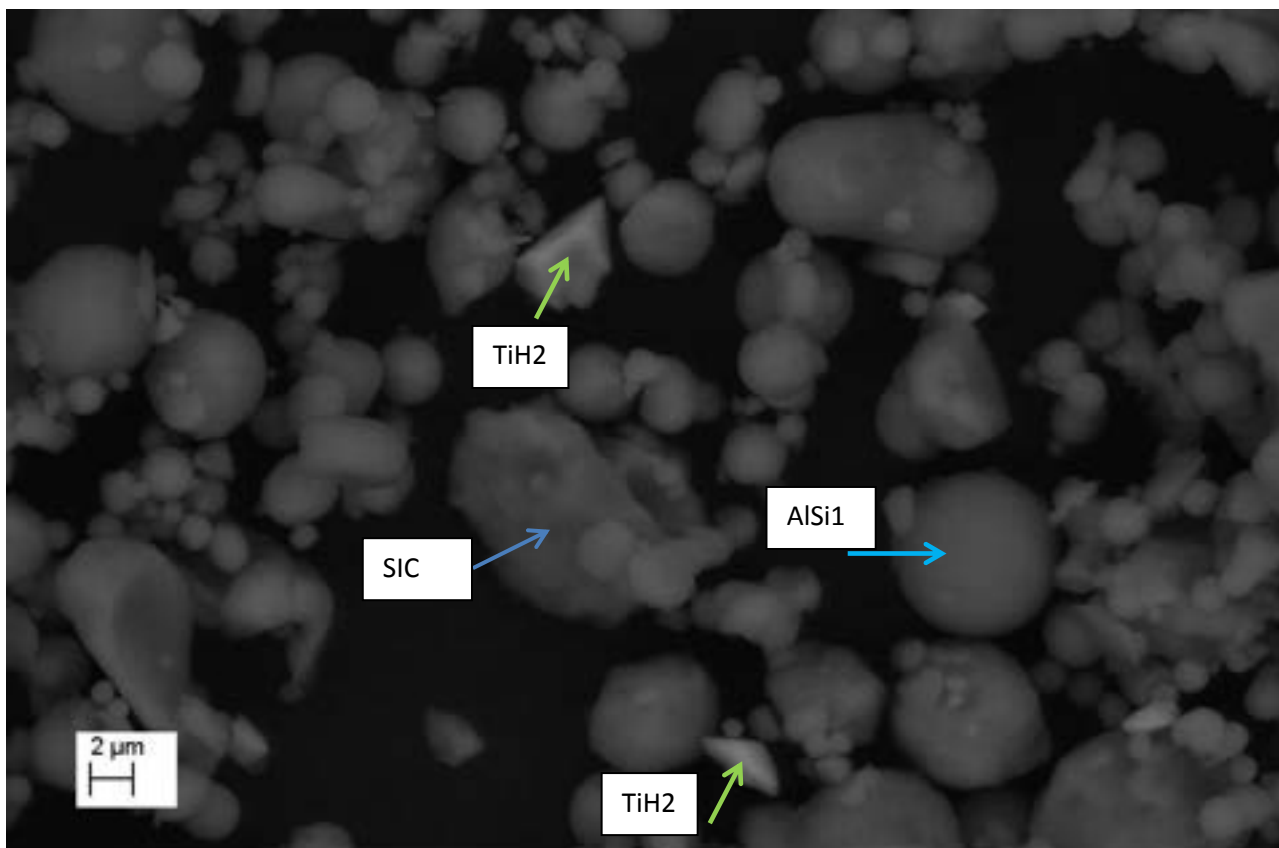
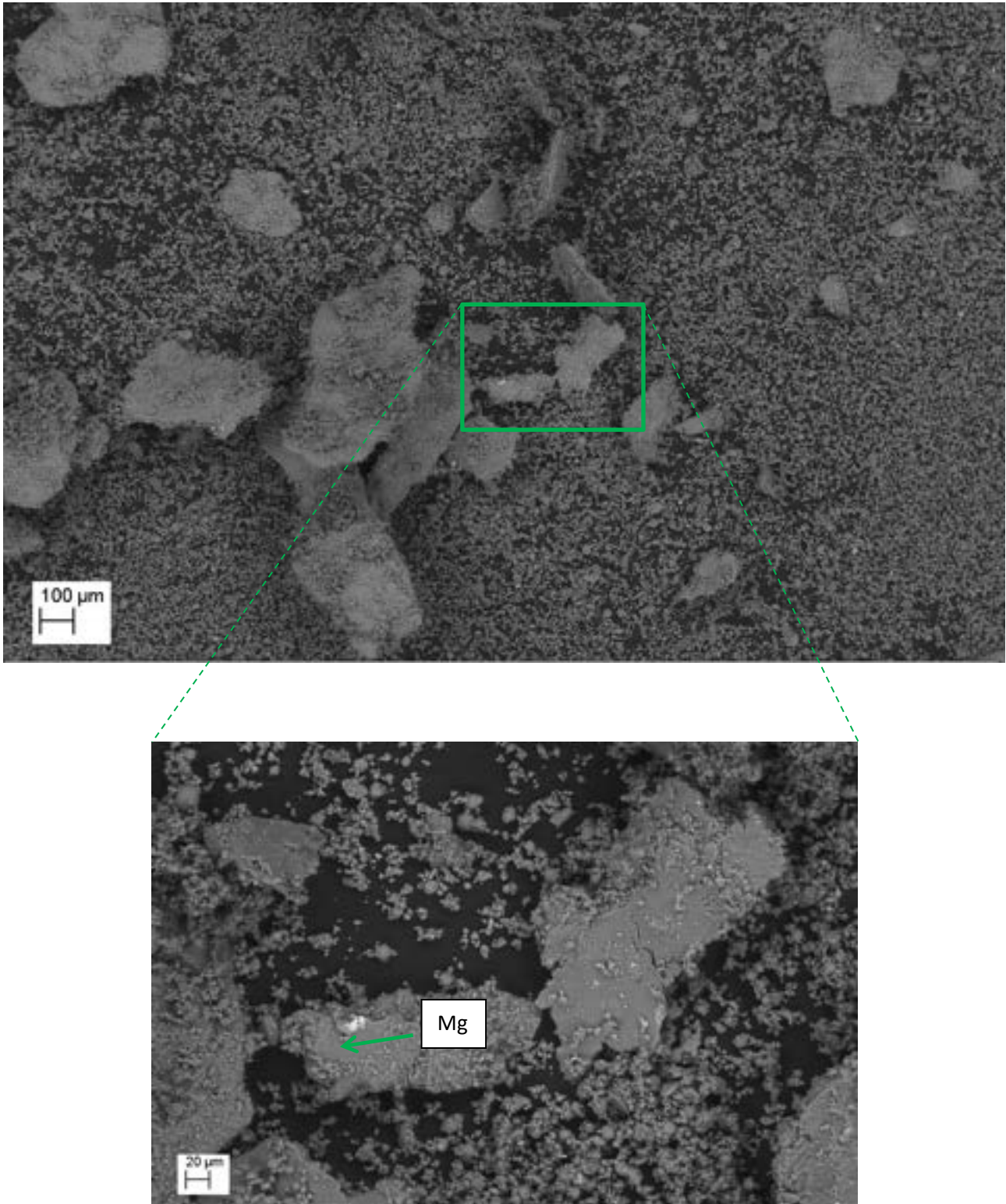


Figura 8: Immagine SEM della miscela di polveri AlMg4Si8 Cu4 - 1% TiH2 - 2% SiC a maggiore ingrandimento

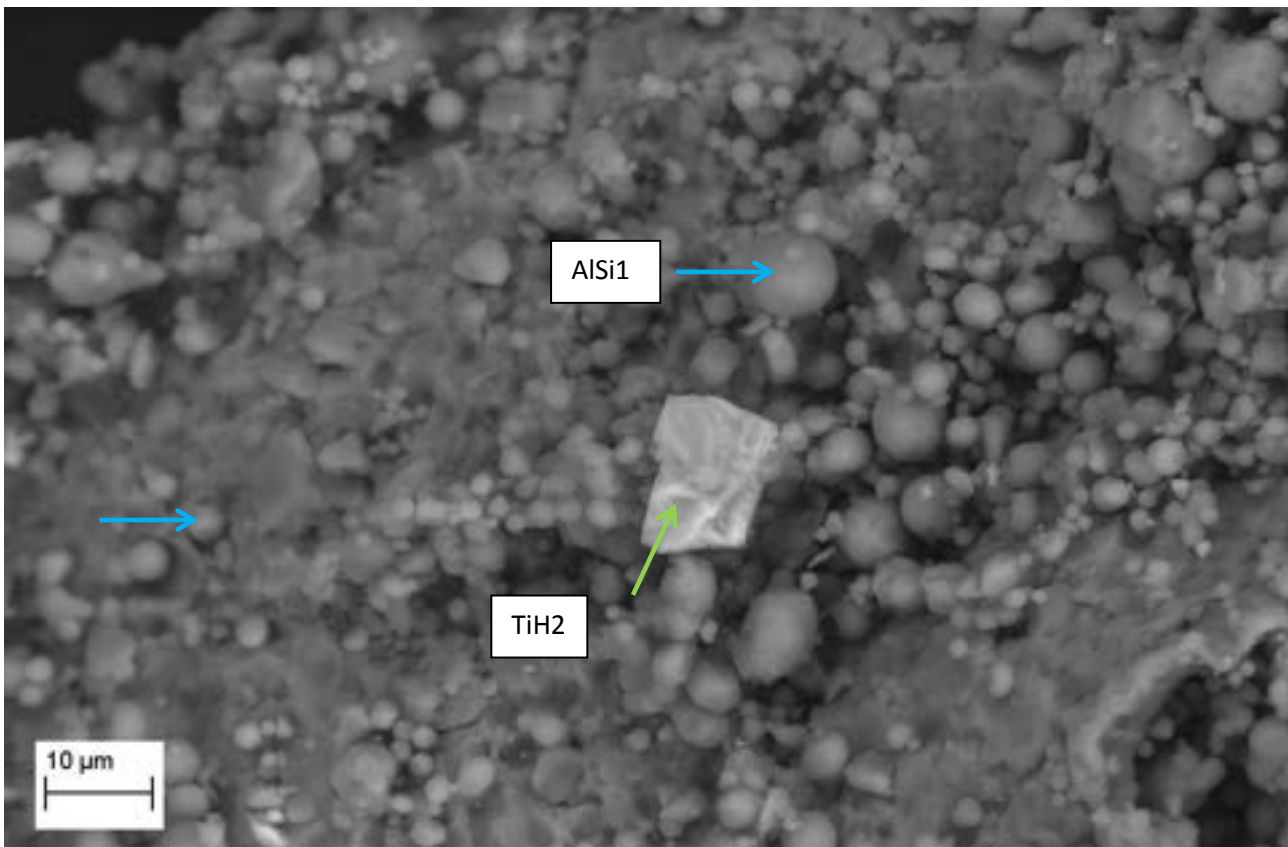
**Campione 2: AlMg4Si8 - 1% TiH2 - 2% SiC**

Questo campione è caratterizzato da ammassi agglomerati di Al e AlSi12 più frequenti (Figura 9). Il particolare di Figura 9 mostra una particella di magnesio che ha dimensioni minori rispetto alla dimensione certificate delle polveri grazie all'azione di macinatura del *ball milling*.



**Figura 9: Immagine SEM della miscela di polveri AlMg4Si8 - 1% TiH2 - 2% SiC con particolare su una particella di rame**

Anche in questo caso le immagini a maggior ingrandimento su di un agglomerato mostrano una superficie ricoperta di particelle sferoidali di AlSi12 e particelle poliedriche di SiC e TiH<sub>2</sub>



**Figura 10: Immagine SEM della superficie di un agglomerato della miscela di polveri AlMg4Si8 - 1% TiH<sub>2</sub> - 2% SiC a maggiore ingrandimento**

### 3.3.2 Analisi DSC

Le analisi DSC sulle polveri sono state effettuate per verificare quali sono le possibili reazioni dovute all'intima vicinanza delle polveri realizzata dal ball milling e per discriminare le reazioni reversibili, quali fusione e risolidificazione, da quelle irreversibili. Le prove sono state condotte con una velocità di salita in temperatura di 20 °C/min e in sequenza con: riscaldamento da 350 a 680 ° C, 5 minuti di tempo di permanenza, raffreddamento da 680° C a 350° C e nuovo riscaldamento. Questo fa sì che nel secondo riscaldamento le polveri, teoricamente ad eccezione del rame (elemento per il quale non si è raggiunta la temperatura di fusione  $T_F = 1083^\circ\text{C}$ ), sono sotto forma di lega per cui è possibile valutare l'intervallo di fusione della lega realizzata. In realtà, anche il rame si ritrova probabilmente parzialmente sotto forma di lega considerato che il quantitativo utilizzato (4%) risulta già tutto solubilizzato a circa 550°C ed al di sotto dei 660° la lega Al-Cu è tutta allo stato liquido.

Purtroppo non è semplice l'interpretazione delle reazioni mostrate dalle curve DSC in quanto non esistono diagrammi ternari o quaternari. Per cui non è dato sapere esattamente quali composti si determinino a partire dai diagrammi binari dell'alluminio con gli elementi di lega che singolarmente sono riportati nella Figura 11.

Ciò che è evidente dai diagrammi DSC, vedi Figura 12, sulle miscele delle polveri è che il secondo riscaldamento mostra che le trasformazioni endotermiche che avvengono, corrispondenti principalmente a fusioni, avvengono sullo stesso campione in intervalli di temperatura nettamente inferiori rispetto alla prima salita ad indicare la formazione di leghe a minor punto di fusione rispetto alle singole polveri di partenza. Nella prima salita in entrambi i casi si osserva una prima variazione di pendenza della curva a

partire da 500°C. Tale variazione è molto probabilmente dovuta all'evidenza di trasformazioni secondarie quali la decomposizione dell'idruro di titanio.

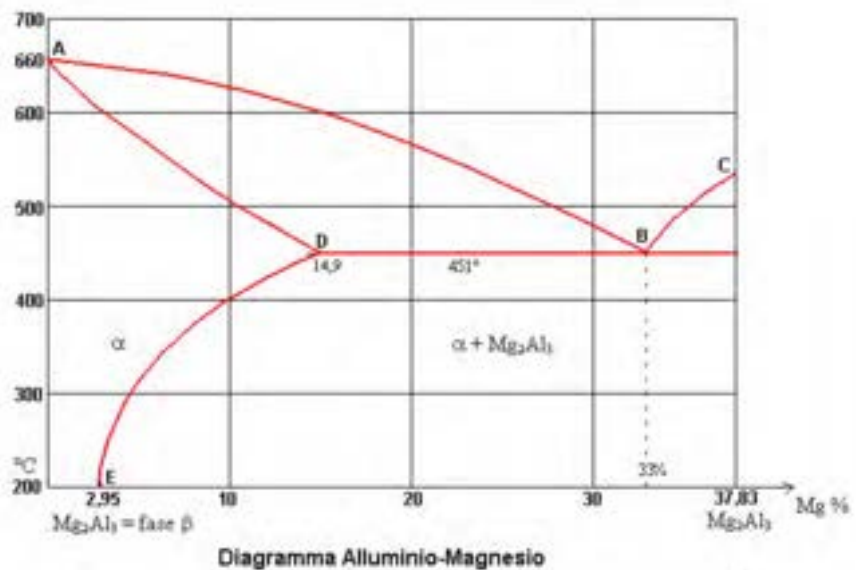
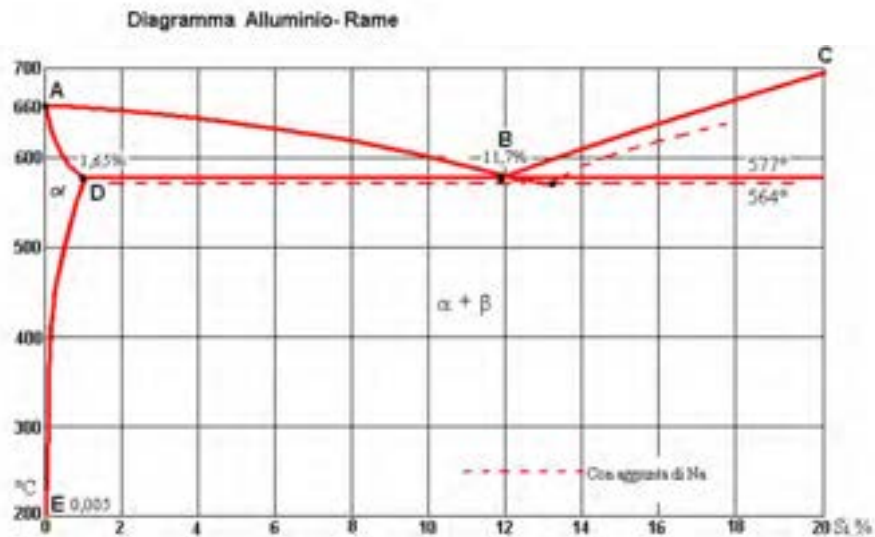
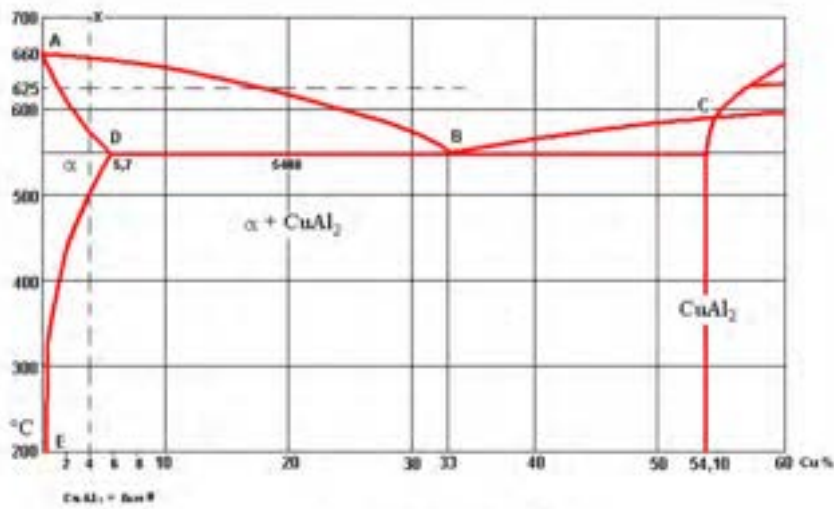


Figura 11: Diagrammi di stato binari dei principali componenti delle leghe sviluppate

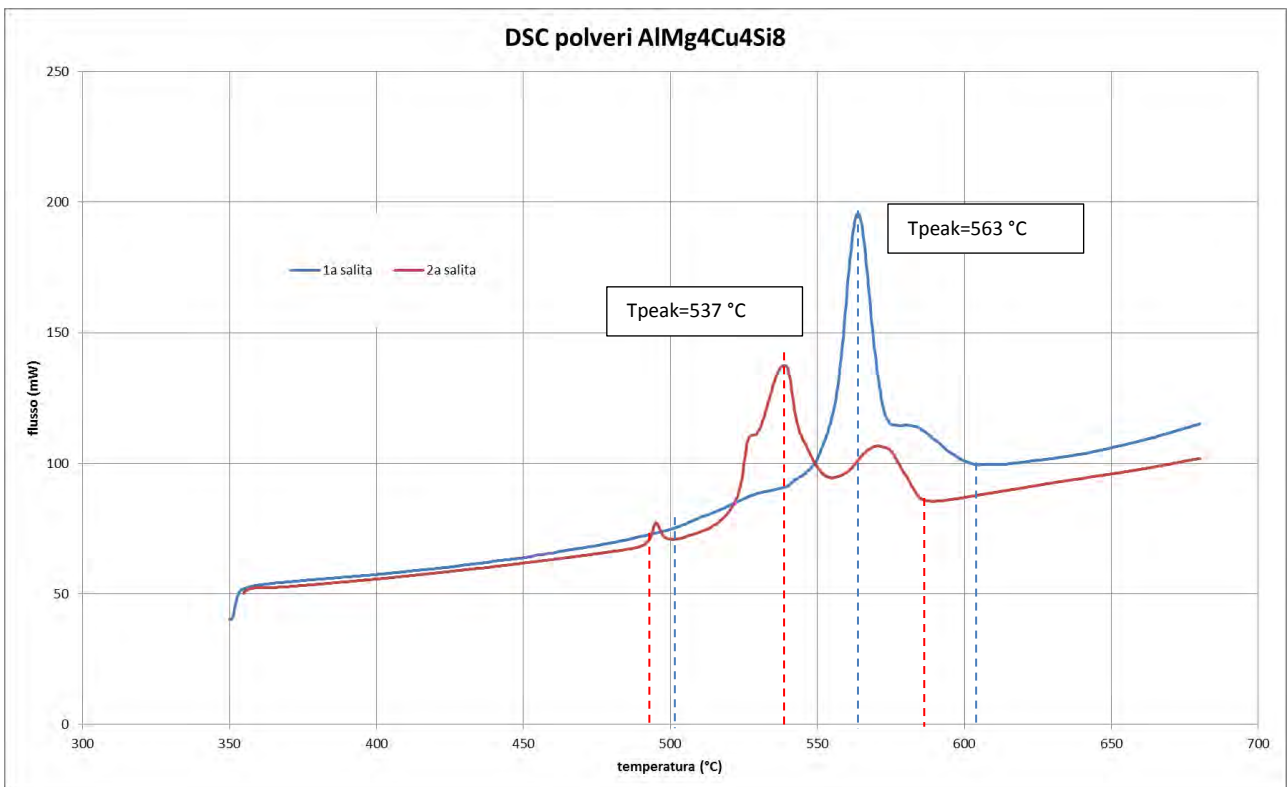
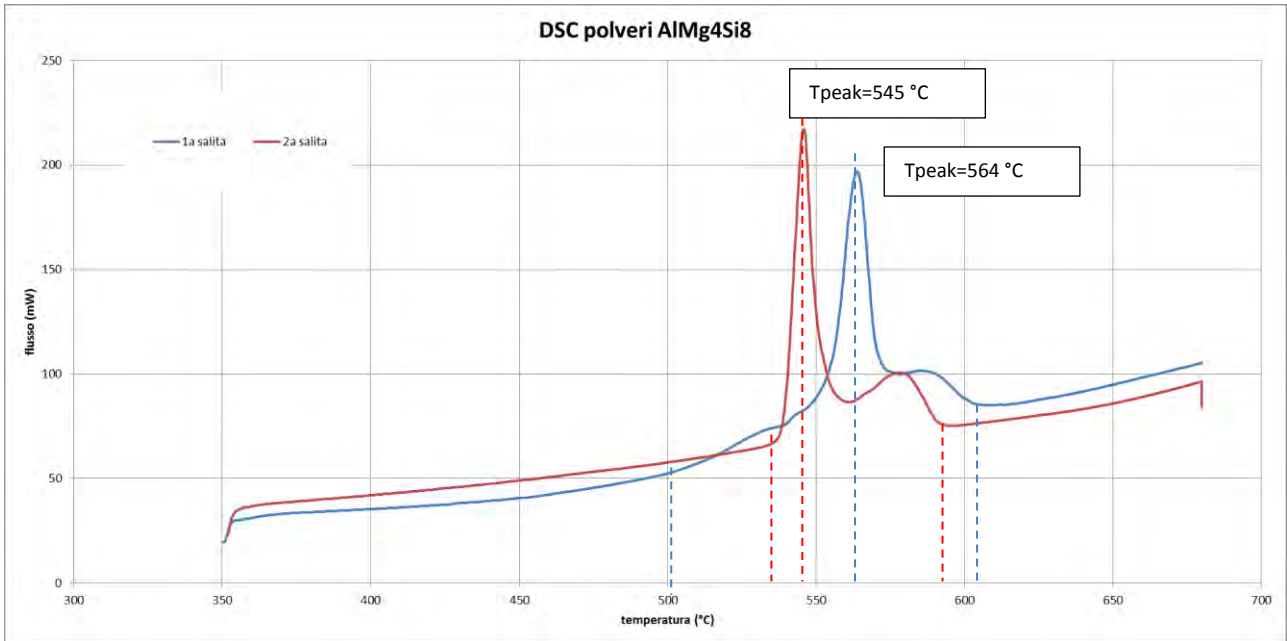


Figura 12: Curve DSC dei due campioni di miscele di polveri per leghe di alluminio eutettiche.

Il confronto fra le due leghe mostra come la lega quaternaria con rame ha un intervallo di fusione con temperature lievemente inferiori rispetto alla lega AIMg4Si8.

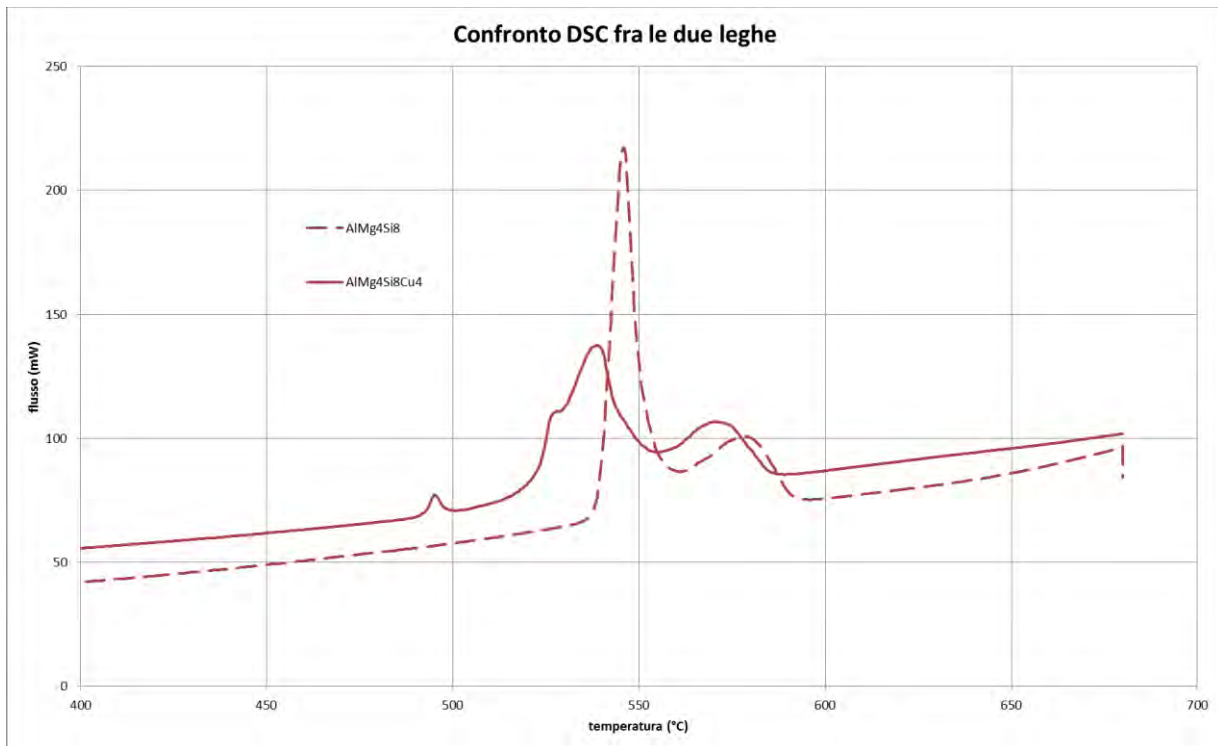


Figura 13: Confronto fra le curve DSC dei due campioni di miscele di polveri nel secondo riscaldamento.

## 4 Compattazione delle polveri

La compactazione delle polveri è stata effettuata con la nuova apparecchiatura progettata nel corso dello scorso PAR (vedi Report RdS/2012/99) utilizzando sempre la pressatura uniassiale ma ulteriormente sviluppata nel corso di questo PAR introducendo al possibilità di riscaldare la matrice. Si è passati quindi dalla pressatura uniassiale con pressa da laboratorio da 20 ton con matrice di pressatura di diametro 5 mm alla pressa da 100 ton e matrici di pressatura/estrusione di diametro fino a 50 mm con sistema di riscaldamento fino a 350°C e sistema di monitoraggio della temperatura e della pressione che verranno descritti più avanti.

L'obbiettivo è ottenere un precursore con densità maggiore o uguale al 90% della densità teorica delle leghe considerate per la fase di miscelazione.

Al Mg4 Si8	Al Mg4 Si8 Cu4
2.635 g/cc	2.885 g/cc

Tabella 3: Densità teorica leghe sviluppate per precursori a basso punto di fusione

La pressatura a freddo delle miscele di polveri eutettiche a base di AlSi12 aveva mostrato infatti limiti nel raggiungimento di una densità superiore al 90% necessaria per ottenere precursori schiumabili. Le prove effettuate avevano mostrato infatti che pur utilizzando pressioni ai limiti della capacità della macchina la densità raggiunta dal precursore era inferiore al 90%. (Figura 14).

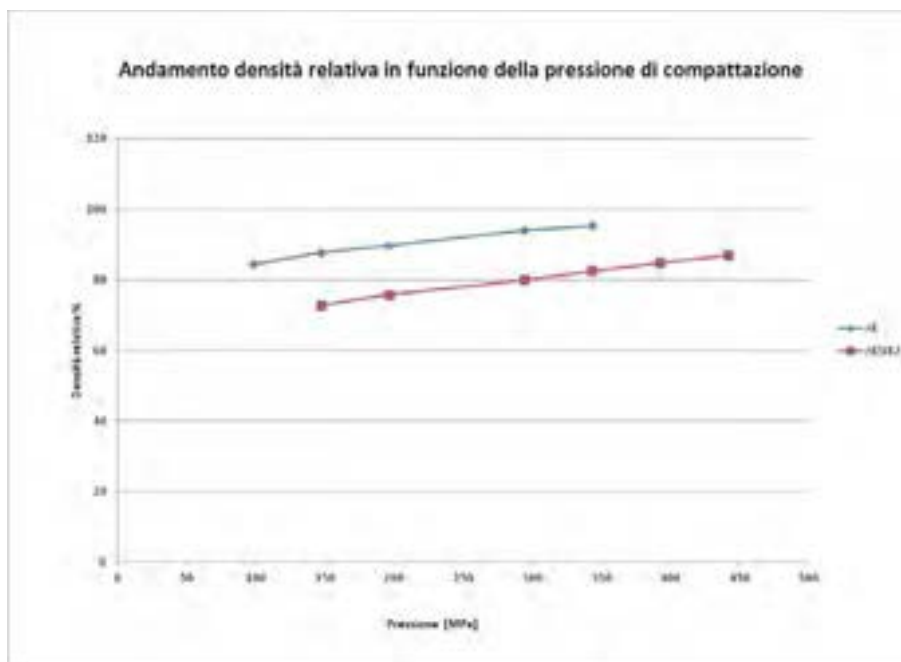


Figura 14: Limiti di compattazione evidenziati dalla compattazione di polveri AlSi12 con pressatura uniassiale a freddo (RdS/2012/99)

#### 4.1 Upgrading del sistema di compattazione per pressatura uniassiale e pressatura uniassiale + estrusione.

Come evidenziato nel report RdS/2012/98 la compattazione di polveri dure di leghe di alluminio, in particolare di quelle a base AlSi comporta la necessità di introdurre un riscaldamento delle matrici in quanto pur utilizzando pressioni elevate (450 MPa) la densità raggiunta dai precursori era inferiore al 90%. Questo ha imposto nel corso di questo PAR l'introduzione di adeguati sistemi di riscaldamento e la modifica delle matrici di compattazione ed estrusione ed allo sviluppo di adeguati sistemi di monitoraggio sia della temperatura sia della pressione esercitata.

La Figura 15 mostra l'implementazione del sistema di riscaldamento sul mantello della matrice di pressatura. Il sistema è costituito essenzialmente da una resistenza che scalda radialmente il mantello. Il riscaldatore è stato posizionato sulla parte più lontana della cella di carico e l'area di lavoro è posizionata a circa 40 mm dalla sommità della matrice.

La temperatura di lavoro è misurata in corrispondenza del mantello interno in acciaio da utensili mentre il monitoraggio avviene sull'apposita porta termocoppia della resistenza scaldante.

Sia il sistema di controllo della temperatura, sia il sistema di monitoraggio della forza e della temperatura sono stati realizzati internamente dai tecnici ENEA. La temperatura raggiungibile con il sistema di riscaldamento è di 400°C. La Figura 16 mostra i registratori di segnale PICOLOG specifici per temperatura e segnali in tensione.

Per la matrice di compattazione ed estrusione di diametro 50 mm, considerati gli spessori in gioco del mantello di pressatura, il sistema di riscaldamento ideato è stato di tipo differente con l'introduzione dei riscaldatori in modo radiale internamente al mantello che ha previsto la modifica del componente.

La Figura 17 mostra il sistema con 6 riscaldatori a cartuccia di 800W ciascuno per una potenza scaldante complessiva di 4800W che permetteranno di raggiungere e superare la temperatura di 400°C.

Per garantire il corretto funzionamento del trasduttore di carico, la zona di lavoro grazie all'adozione di appositi distanziali è stata traslata verso la sommità della matrice, inoltre in caso di funzionamento prolungato a temperature comprese fra 350°C e 400°C è stato verificato che è sufficiente un flussaggio con area compressa che nei casi più critici può essere sostituita con acqua.

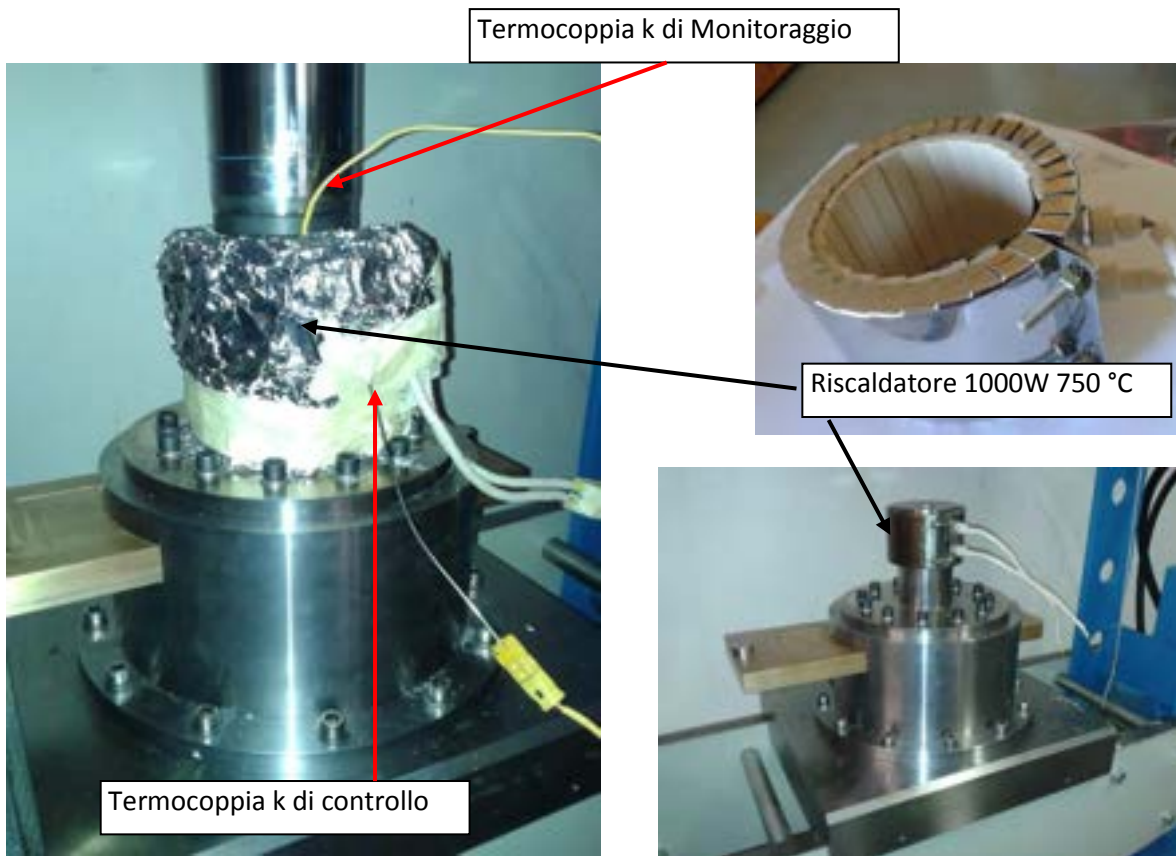


Figura 15: Upgrading della matrice di pressatura uniaassiale di diametro 30 mm



Figura 16: A sinistra i sistemi di acquisizione PICOLOG specifici per Termocoppie e tensioni.

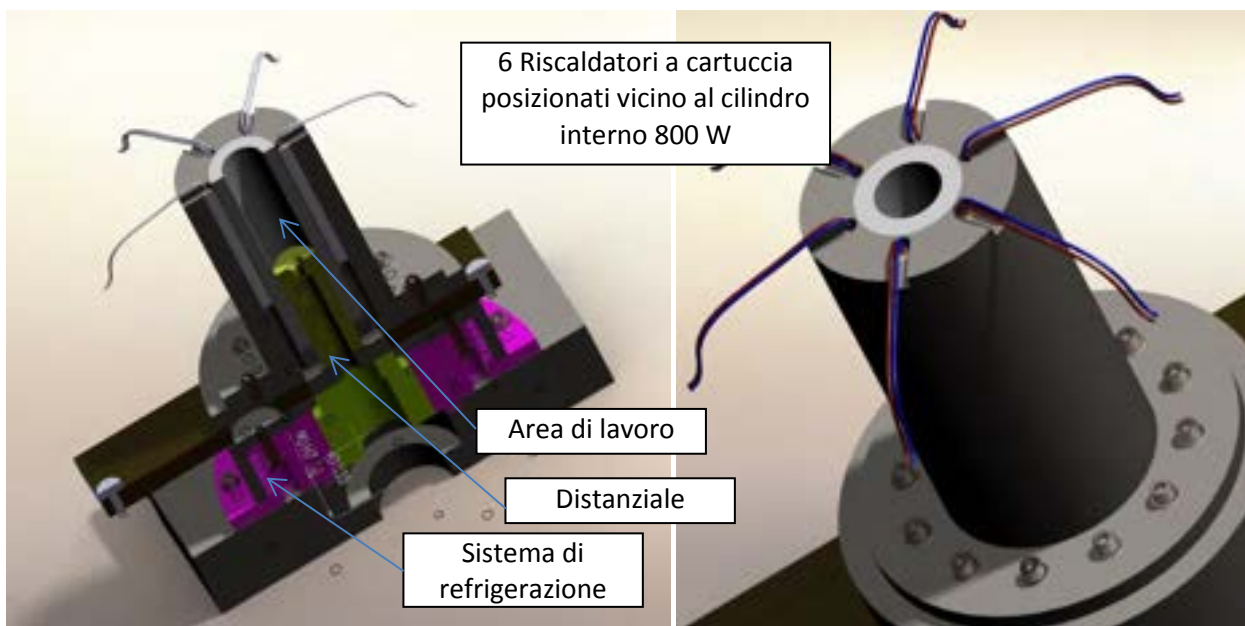


Figura 17: Upgrading della matrice di pressatura/estruzione uniaassiale di diametro 50 mm

#### 4.2 Procedure di compattazione

Lo studio dei parametri di compattazione è avvenuto mediante anali DOE con piani fattoriali completi che hanno tenuto conto di 3 fattori:

- Temperatura di Compattazione;
- Pressione di Compattazione;
- Ciclo di compattazione;

La tabella seguente sintetizza i valori dei livelli dei parametri considerati e mostra il piano fattoriale completo.

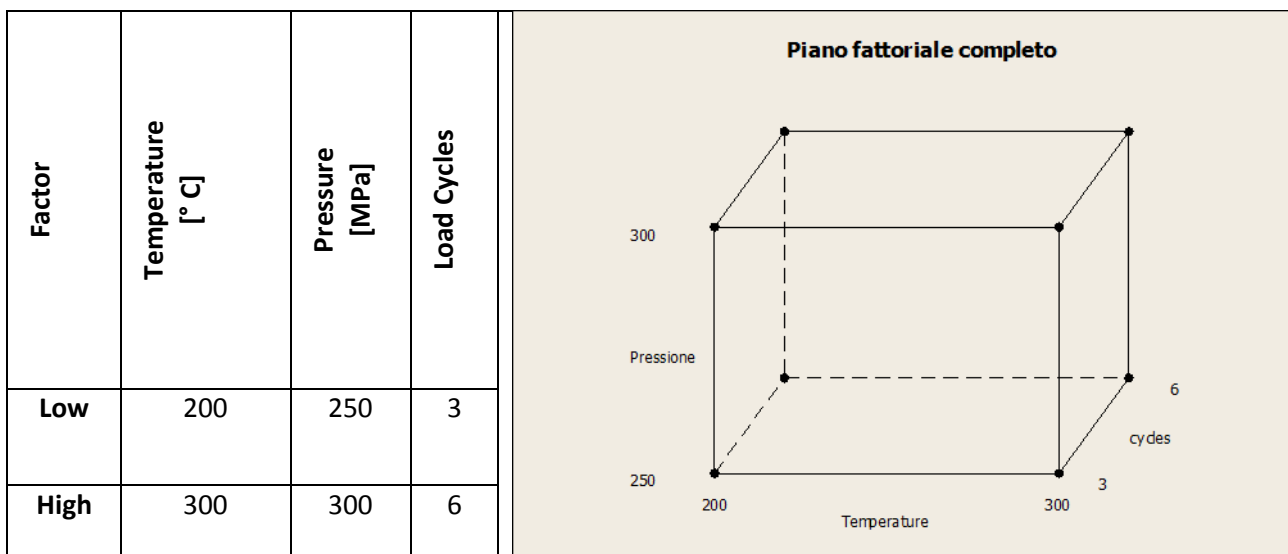


Tabella 4: Piano sperimentale completo 3 parametri 2 livelli

Il piano fattoriale è stato ripetuto per le due miscele di polveri considerate. Infatti, il raggiungimento della densità apparente desiderata, a parità di parametri di compattazione: temperatura, pressione e velocità

(intesa come durata della compattazione e numeri di cicli di pressatura) dipende anche dalla miscela dei polveri utilizzata in termini di granulometria e di fenomeni reologici che si sviluppano fra i differenti tipi di polveri utilizzate.

Tuttavia, se da un lato le due miscele considerate come A e B possiamo ritenerle come ulteriori due parametri di ingresso di un piano fattoriale con 4 fattori e due livelli, dall'altra è di maggior interesse studiare le due miscele separatamente in quanto l'obiettivo è comunque ottimizzare per entrambe le due miscele i parametri di compattazione.

Per ogni esperimento sono state monitorate la temperatura e la pressione dei vari cicli. Il ciclo di pressione è avvenuto sempre in due step: una pressione iniziale pari al 50 % delle pressione di prova ripetuta per 2 cicli di 5 minuti ciascuno; una successiva fase con l'applicazione della pressione massima di prova con 3 o 6 cicli di carico ripetuti ad intervalli di 5 minuti. L'ultimo ciclo di carico viene fatto permanere per 15 minuti prima dello scarico definitivo del compattato.

La Figura 18 mostra due delle 16 sequenze di compattazione con 3 e 6 cicli di pressatura. In particolare il primo grafico si riferisce alla partenza con pressa a freddo per cui il ciclo reale inizia solo dopo circa 35 minuti al raggiungimento della temperatura di prova di 300°C.

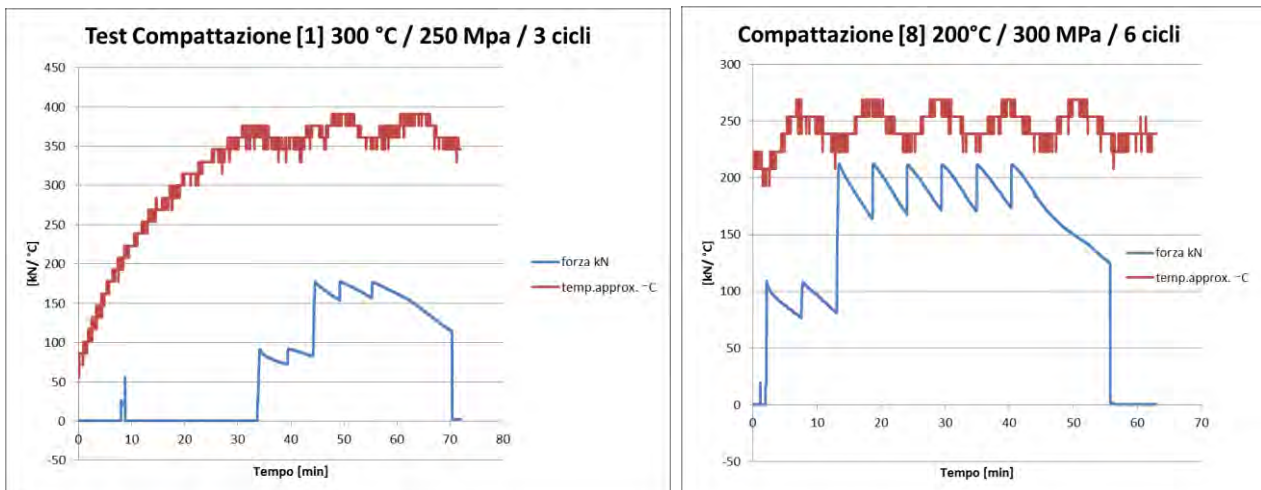
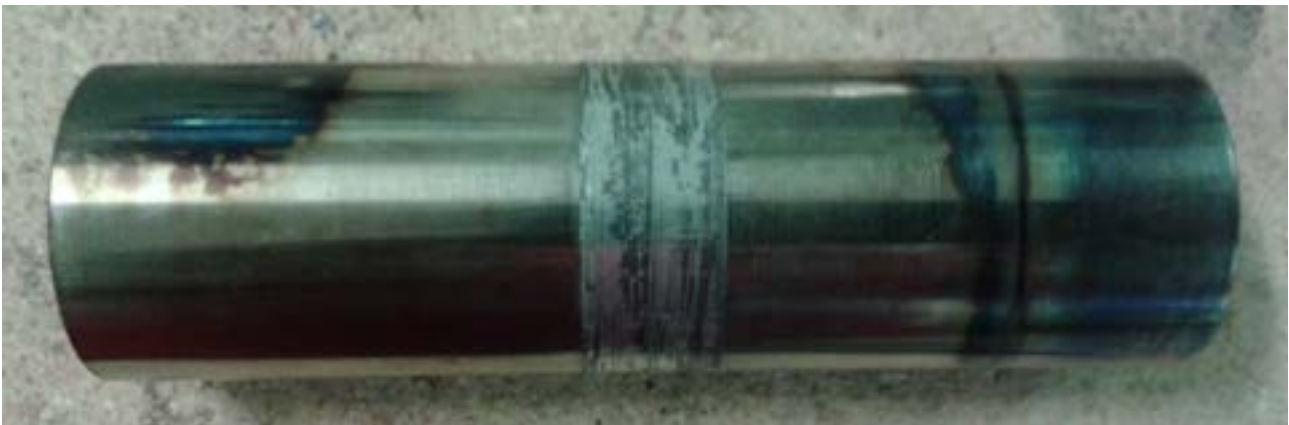


Figura 18: Esempi di cicli di carico

La procedura di compattazione ha previsto l'applicazione di un carico pari a 177 kN per la pressione di 250 MPa e di 212 kN per la pressione di 300 MPa. Considerato che le polveri di AlSi12 sono particolarmente dure e che in test preliminari la loro compressione diretta aveva evidenziato tendenze al grippaggio delle incudini cilindriche nella matrice del sistema di compattazione, per queste prove le polveri sono state inserite in contenitori di alluminio realizzati con fogli sottili in modo da evitare che le polveri entrassero direttamente in contatto con l'apparecchiatura. Inoltre, questo accorgimento permetteva di utilizzare grafite come lubrificante senza che questa venisse direttamente a contatto con le polveri.

Per i valori più elevati di pressione e temperatura si è osservato come il campione compattato tendesse a "incollarsi" alle incudini (vedi Figura 19). Le striature nere sul campione sono il residuo della grafite. Questo metodo permette di effettuare compattazione ad alta pressione e temperatura salvaguardando la durata dei componenti dell'apparecchiatura.



**Figura 19: Incollatura delle incudini in acciaio da utensile ai precursori compattati ad alta temperatura e pressione. Sull'esterno del precursore si può osservare il residuo della grafite utilizzata come lubrificante.**

#### 4.2.1 Analisi del piano fattoriale in funzione della densità per miscela AlMg4Si8.

Il parametro di risposta principale considerato è stata la densità del precursore. La densità è stata misurata con il metodo della doppia pesata in acqua distillata e sono state ripetute tre pesate per ogni campione per valutare la densità apparente di ogni singolo campione. L'impiego dell'acqua è giustificato dal fatto che comunque il materiale non risulta poroso, l'errore stimato nella misura è del +/-2%.

La Tabella 5 riporta i risultati del primo piano sperimentale che evidenziano come in tutti i casi, per la miscela di polveri AlMg4Si8, la densità del 90% è stata superata.

Temperature	Pressione	cycles	Relative Density [%]	ID
300	300	3	97,94	10
300	300	6	97,55	11
300	250	6	97,72	12
200	300	3	96,68	15
200	250	6	96,77	14
300	250	3	98,12	9
200	300	6	97,59	16
200	250	3	93,15	13

**Tabella 5: Tabella dei test di compattazione effettuati per la miscela di polveri AlMg4Si8**

L'analisi Pareto dei risultati mostra come i parametri che influenzano maggiormente la compattazione sono la temperatura seguita dalla combinazione di temperatura e numero di cicli di compattazione.

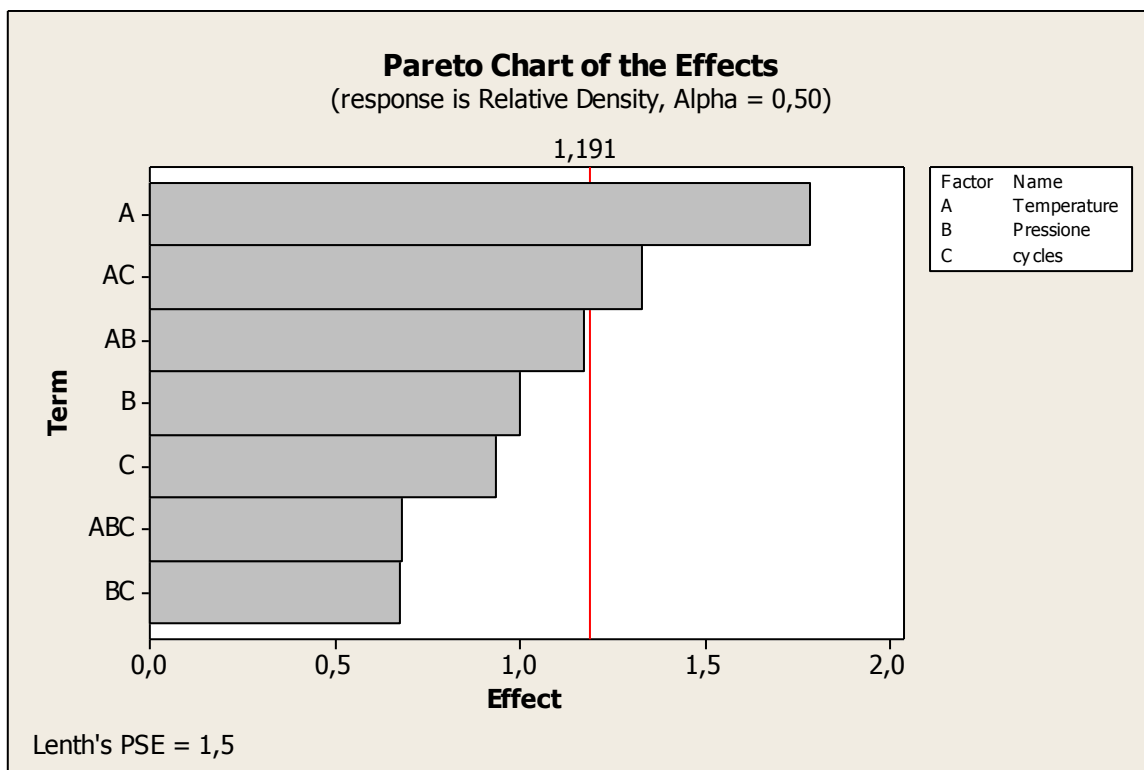


Figura 20: Esempi di cicli di carico

L'analisi degli effetti medi per i singoli fattori (Figura 22), in funzione delle pendenze, conferma che la temperatura di compattazione è il principale parametro seguito dalla pressione e dal numero di cicli.

L'analisi di interazione completa fra i parametri mostra i seguenti risultati:

- Alla temperatura di 200° C gli effetti della pressione e del numero di cicli sono entrambi sensibili permettendo un incremento di densità di circa 2 punti percentuali; a 300° C, dove il valore di densità supera sempre il 97%, viene mostrata inaspettatamente una leggera riduzione della densità all'aumentare sia della pressione sia del numero di cicli. Tale risultato tuttavia può essere attribuito all'errore di misura sulla densità.
- Più o meno in modo analogo, alla pressione di 250 MPa, gli effetti dell'aumento di temperatura e del numero di cicli sono maggiori con incrementi di densità rispettivamente di circa il 3% e di circa il 2%; alla pressione maggiore (300 MPa) gli effetti si riducono.
- Per quanto riguarda il numero di cicli, anche in questo caso si osserva come settando il valore sul minimo (3) gli effetti degli altri parametri sono maggiori, confermando che è sempre la temperatura a influenzare maggiormente il processo; con il numero maggiore di cicli (6) tali effetti si riducono.

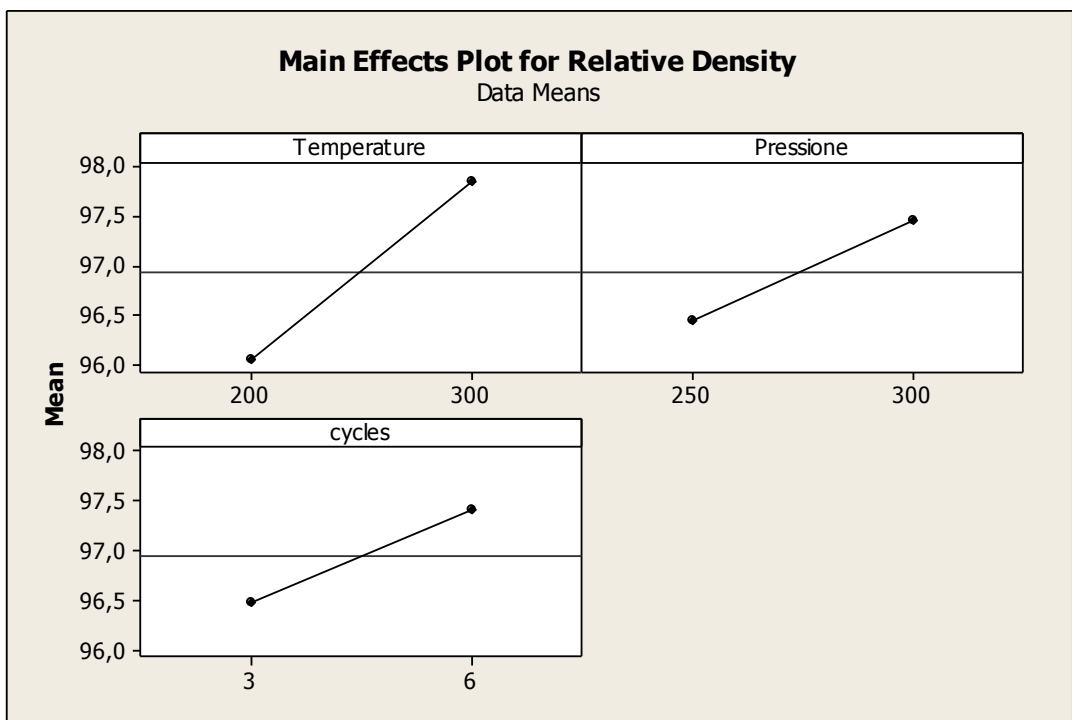


Figura 21: Effetti medi dei fattori sui parametri di risposta

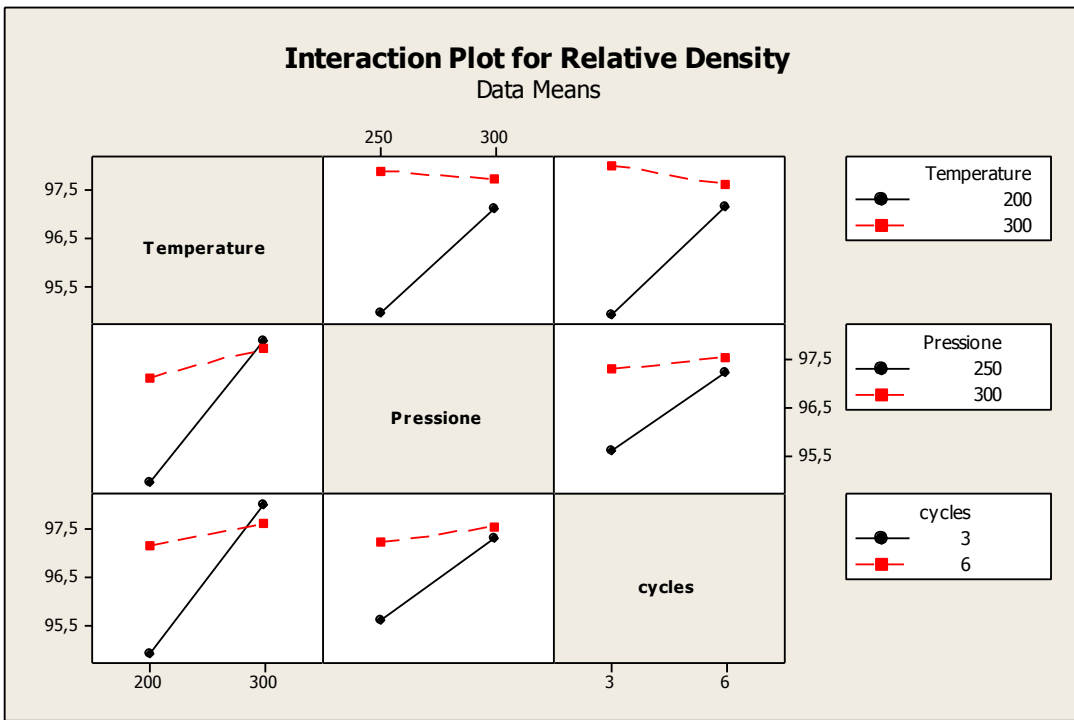
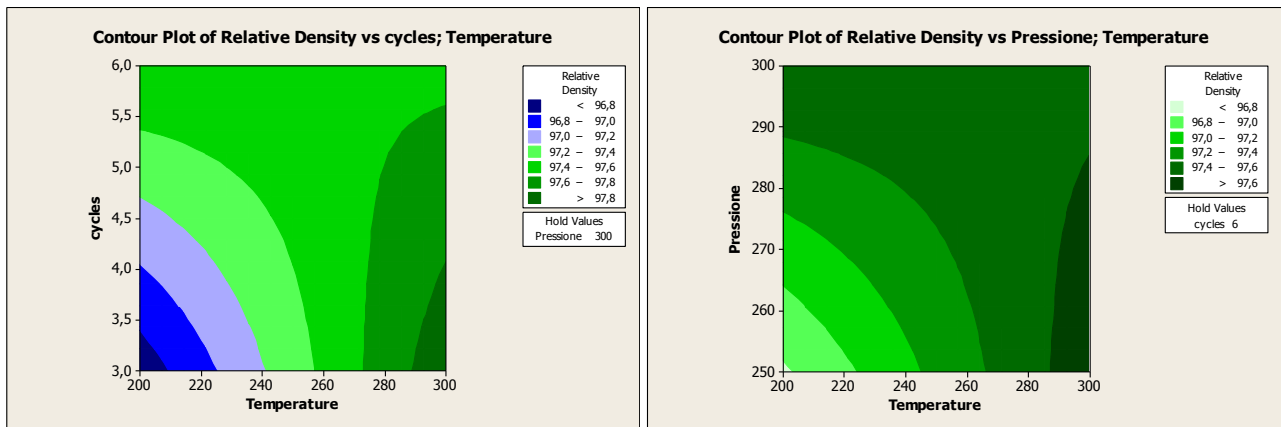


Figura 22: Matrice di interazione completa fra i parametri

Analizzando il grafico di interpolazione si osserva come per ottenere una densità superiore a 97,5% del precursore è sufficiente massimizzare pressione e temperatura mentre il numero di cicli e quindi il tempo di compattazione per questa miscela di polveri può essere ridotto.



**Figura 23: Andamento della densità relativa del precursore AlMg4Si8 in funzione dei parametri di compattazione**

#### 4.2.2 Analisi del piano fattoriale in funzione della densità per miscela AlMg4Si8Cu4.

La **Tabella 6** riporta le prove compressive effettuate nella compattazione per la miscela di polveri con l'aggiunta di rame.

Temperature	Pressione	cycles	Relative Density [%]	ID
300	300	3	92,87	2
300	300	6	91,96	3
300	250	6	92,21	7
200	300	3	89,19	4
200	250	6	92,13	6
300	250	3	92,5	1
200	300	6	90,65	8
200	250	3	87,54	5

**Tabella 6: Tabella dei test di compattazione effettuati per la miscela di polveri AlMg4Si8Cu4**

Il primo dato è che la densità ottenuta a parità di condizioni di compattazione è mediamente di 5 punti percentuali inferiore rispetto a quanto ottenuto con le polveri contenenti solo Al e Mg.

L'analisi degli effetti dei parametri mostra come i due parametri che mediamente influenzano maggiormente la densità del precursore AlMg4Si8Cu4 sono: temperatura e numero di cicli. Il livello di pressione risulta invece molto meno influente in questo caso.

L'analisi di interazione completa fra i parametri conferma l'analisi sulla media dei risultati. Gli unici commenti possono riguardare la riduzione della densità con l'aumento del numero di cicli alla temperatura maggiore, questa variazione è tuttavia estremamente limitata quindi si traduce in una sostanziale ininfluenza del numero dei cicli di pressatura a 300°C. Meno giustificabile è invece la riduzione di densità di circa 1% con l'aumento della pressione e del numero di cicli di carico.

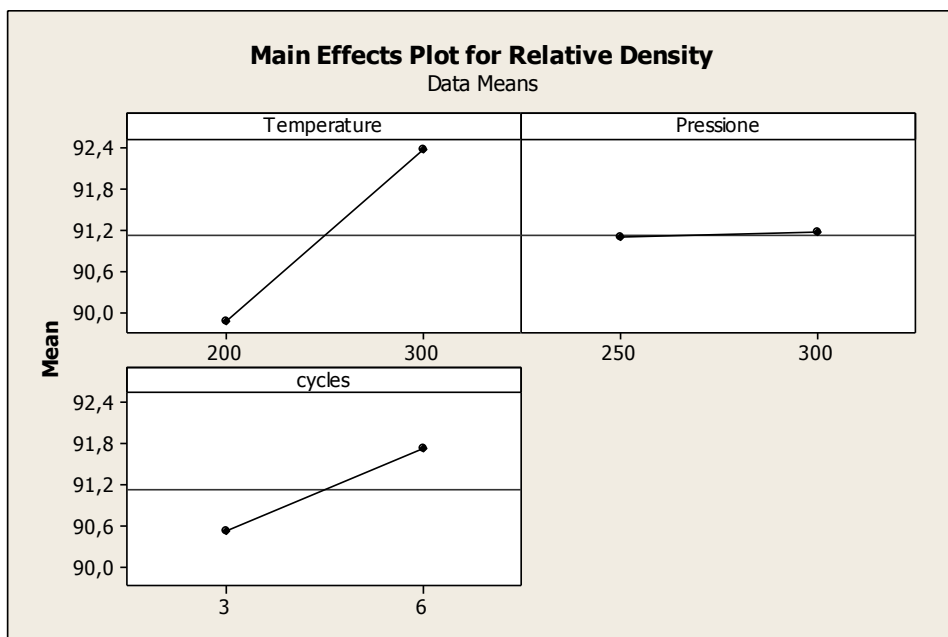


Figura 24: Influenza dei parametri di prova per la miscela AlMg4Si8Cu4

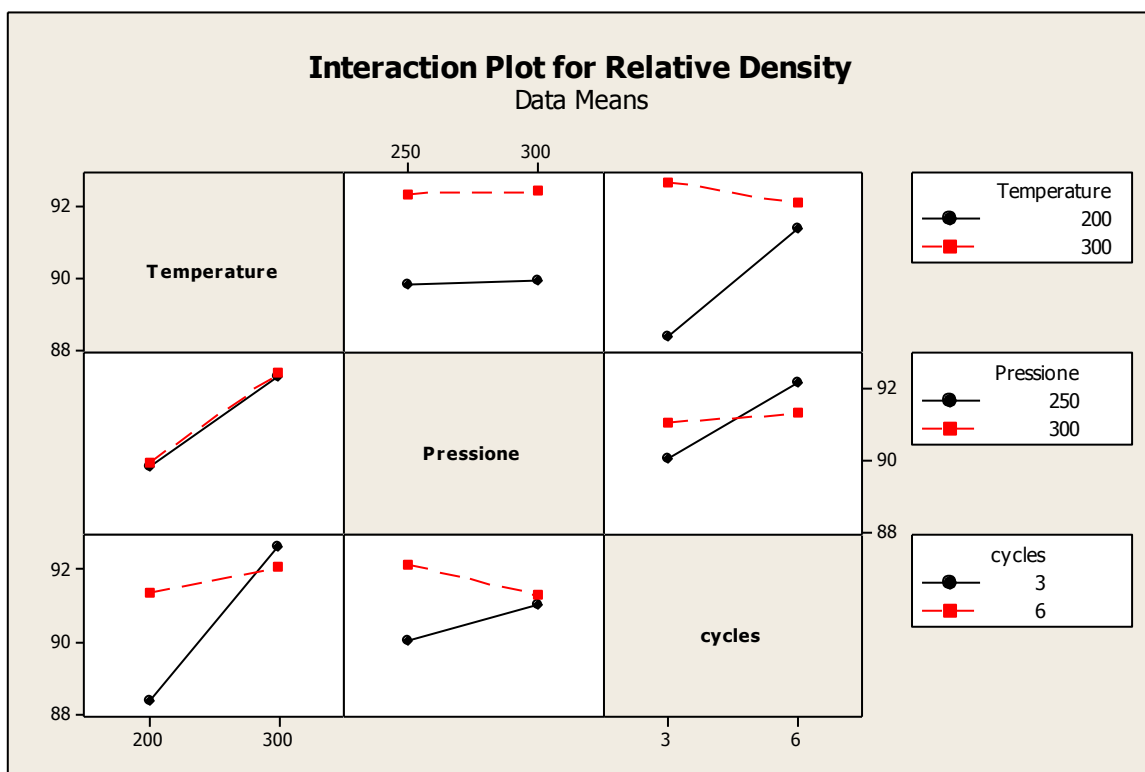


Figura 25: Matrice di interazione completa fra i parametri per la miscela AlMg4Si8Cu4

I grafici di interpolazione dei risultati mostrano comunque per il raggiungimento della massima densità relativa è necessario applicare le condizioni più severe di compattazione.

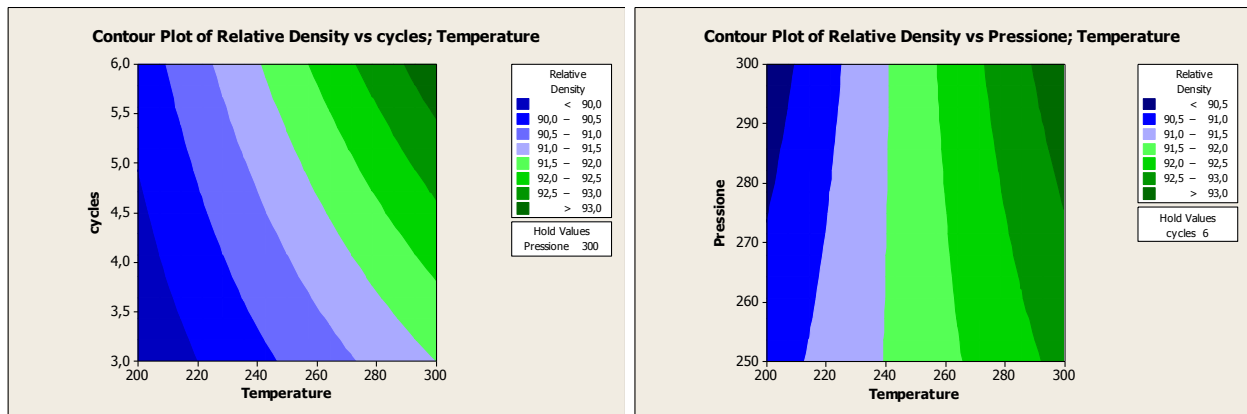


Figura 26: L'interpolazione dei dati di densità relativa in funzione dei parametri di compattazione per la miscela AlMg4Si8 Cu4

In conclusione, un risultato inaspettato è che i precursori della miscela AlMg4Si8 hanno raggiunto a parità di parametri di compattazione una densità relativa molto più elevata rispetto a quelli della miscela con l'aggiunta di rame. Il grafico di Figura 27 sintetizza molto bene questo fattore che può essere legato essenzialmente a maggiori attriti indotti dalla presenza delle polveri di rame nella miscela che ricuno l'effetto di compattazione.

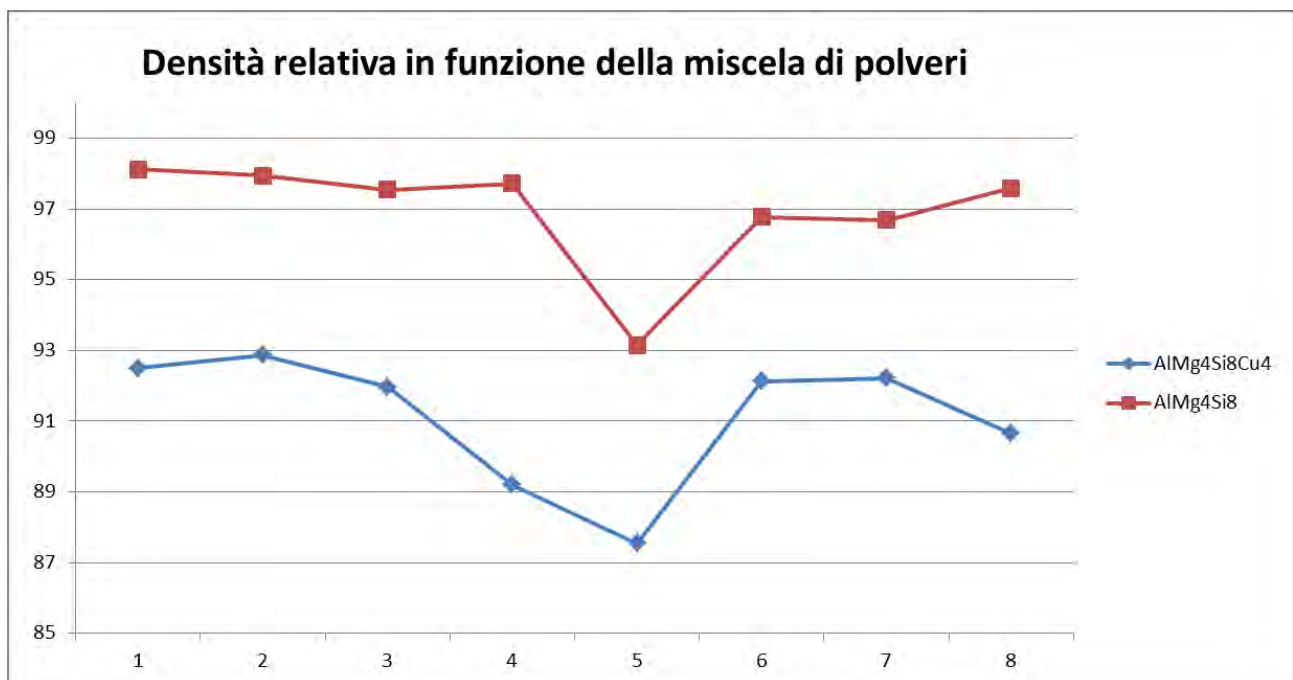


Figura 27: Comparazione fra densità relative dei due differenti campioni di polveri macinate

### 4.3 Analisi dei precursori in differenti condizioni di compattazione

Alcuni dei precursori, in particolare quelli ottenuti nelle condizioni minime, massime ed intermedie sono stati sottoposti ad analisi SEM/EDS e DSC per l'analisi microstrutturale del processo di compattazione. In particolare, tutti i precursori riportati nella tabella seguente sono stati sottoposti ad analisi SEM mentre per i campioni 11 ed 8 sono state realizzate delle lamine di circa 1 m di spessore per le prove DSC e diffrazione RX.

Temperatura	Pressione	Cicli	AlMg4Si8	ID
300	300	6	11	
300	300	3	10	
200	250	3	13	
Temperatura	Pressione	Cicli	AlMg4Si8Cu	ID
300	250	3	1	
200	300	6	6	
200	300	6	8	

Tabella 7: Precursori utilizzati per analisi DSC e SEM

I campioni per l'analisi sono stati sezionati con troncattrice a disco diamantato, inglobati in resina epossidica conduttiva per analisi SEM e lucidati con lappatrice automatica con appropriata sequenza. La Figura 28 mostra alcuni dei campioni preparati.



Figura 28: Preparazione dei campioni di precursore per analisi SEM e DSC

#### 4.3.1 Analisi SEM-EDS dei precursori

L'analisi SEM/EDS dei precursori compattati ha permesso di evidenziare la distribuzione delle differenti particelle utilizzate, l'effetto del ball milling e della compattazione.

La macinazione ha un effetto complessivamente limitato in quanto, ad eccezione di una parziale inclusione di particelle AlSi12 di piccola dimensione in quelle di rame, non appaiono evidenti altri fenomeni di alloying allo stato solido. Appare invece buono l'effetto di miscelazione che garantisce una distribuzione omogenea sia del SiC sia del TiH<sub>2</sub>.

In particolare, le figure seguenti mostrano l'analisi SEM a differenti ingrandimenti dove sono distinguibili le differenti particelle le differenti zone di compattazione per i precursori delle due miscele. Le immagini a maggiore ingrandimento mostrano come le zone grigio puntinate sono zone a minore densità locale dove si possono riconoscere ancora la forma sferica delle piccole particelle di polveri AlSi12 e i microvuoti (zona nera) al contorno. Tali zone sono sparse soprattutto per i precursori AlMg4Si8Cu4 che hanno una minore densità complessiva.

Grazie all'analisi EDS dei diversi spettri sulle particelle dei campioni 1 e 10 è possibile discriminare in funzione della colorazione e della dimensione e forma delle particelle gli elementi costituenti:

- Al: Grigio
- AlSi12: grigio leggermente più chiaro
- Mg: Grigio scuro di forma arrotondata e dimensione > 100 micron
- Cu: Quasi bianco di forma tondeggianti e dimensioni 20-100 micron
- TiH<sub>2</sub>: Quasi bianco di forma poliedrica e dimensioni 2-10 micron
- SiC: grigio scuro+ di forma poliedrica e dimensioni 10-300 micron

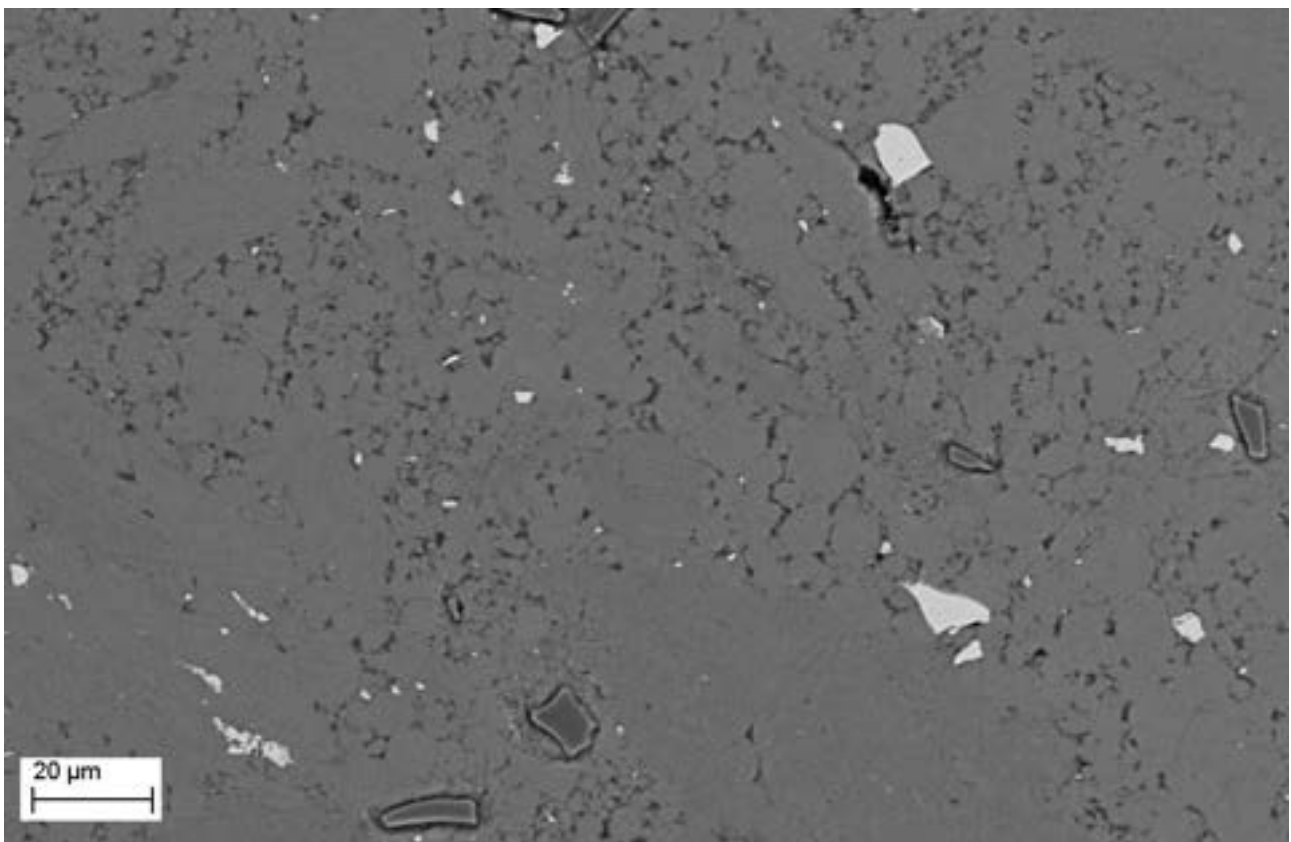
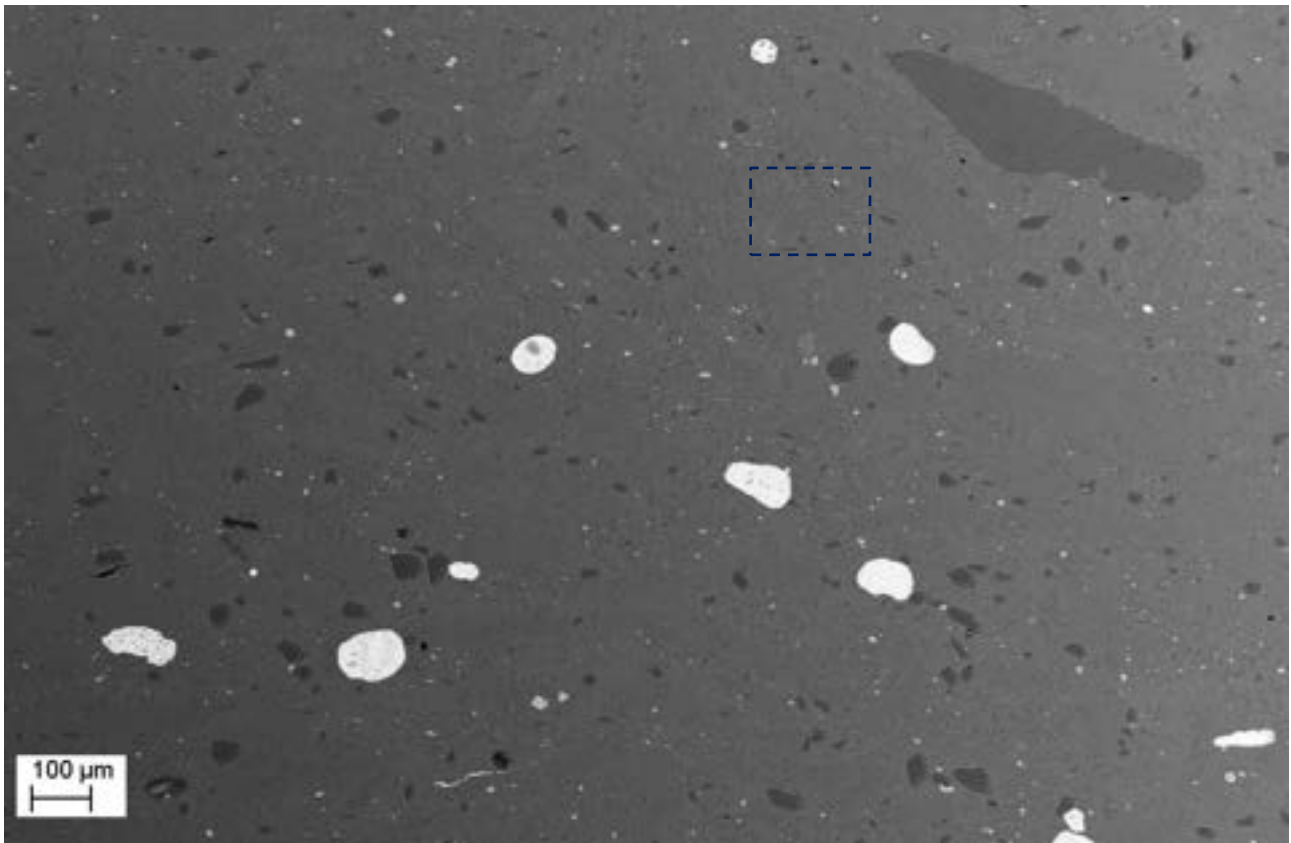


Figura 29: Analisi SEM del campione 6 AlMg4Si8Cu4 a differenti ingrandimenti

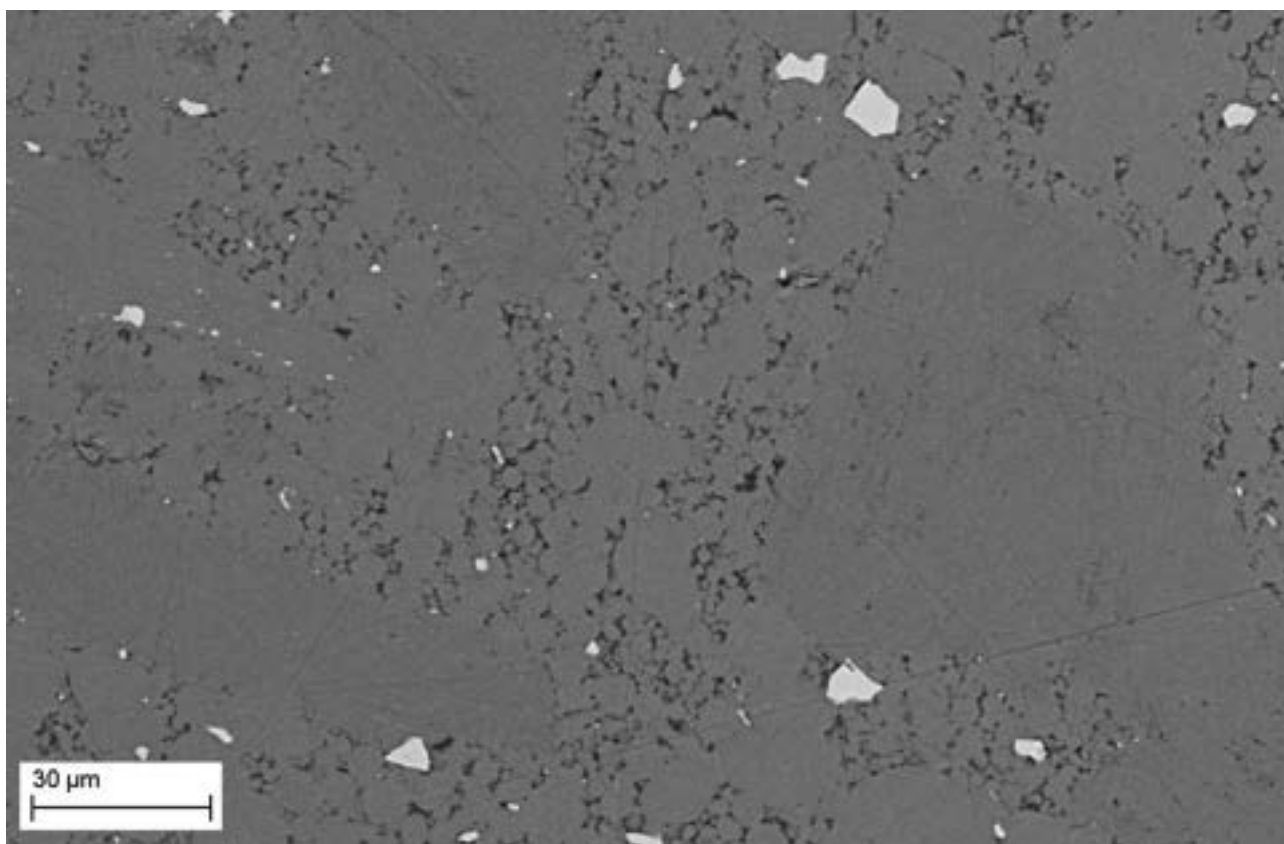
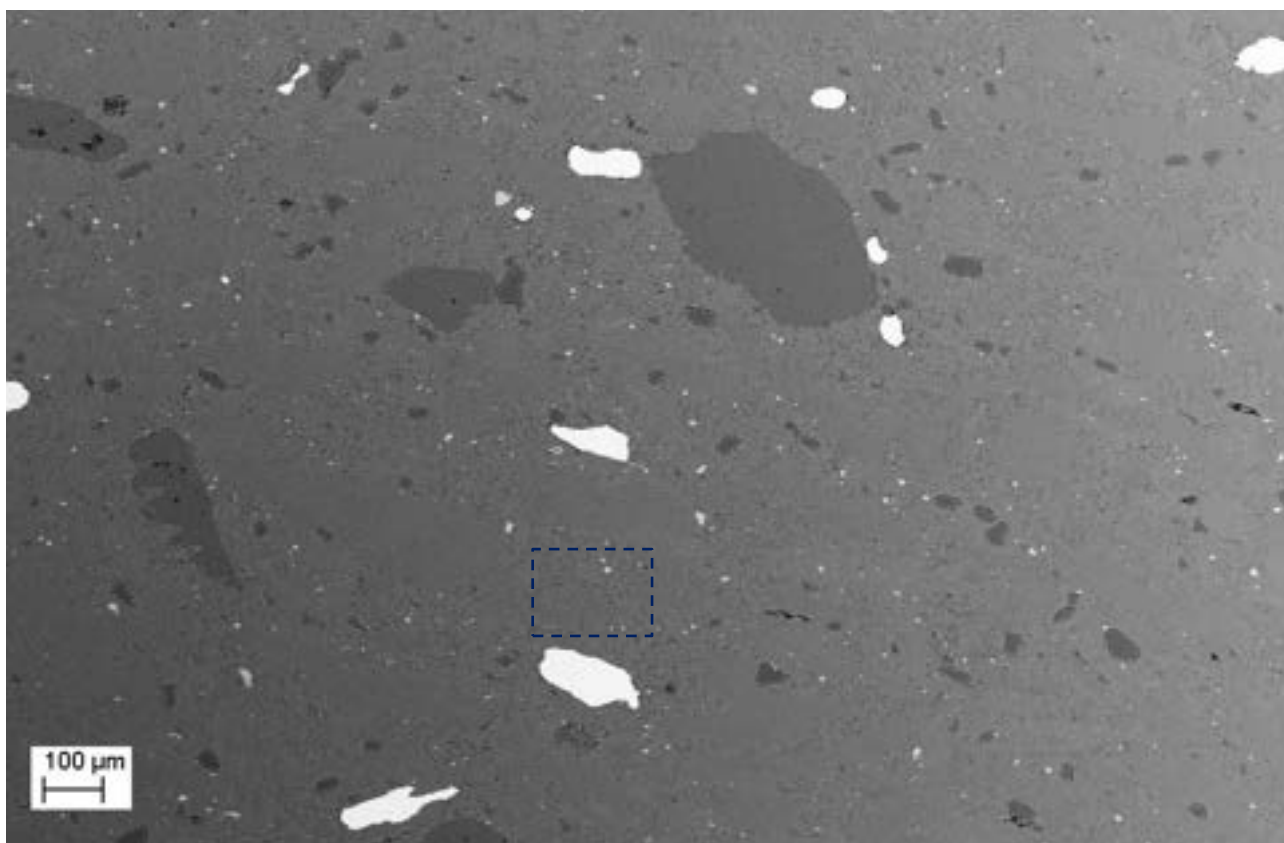
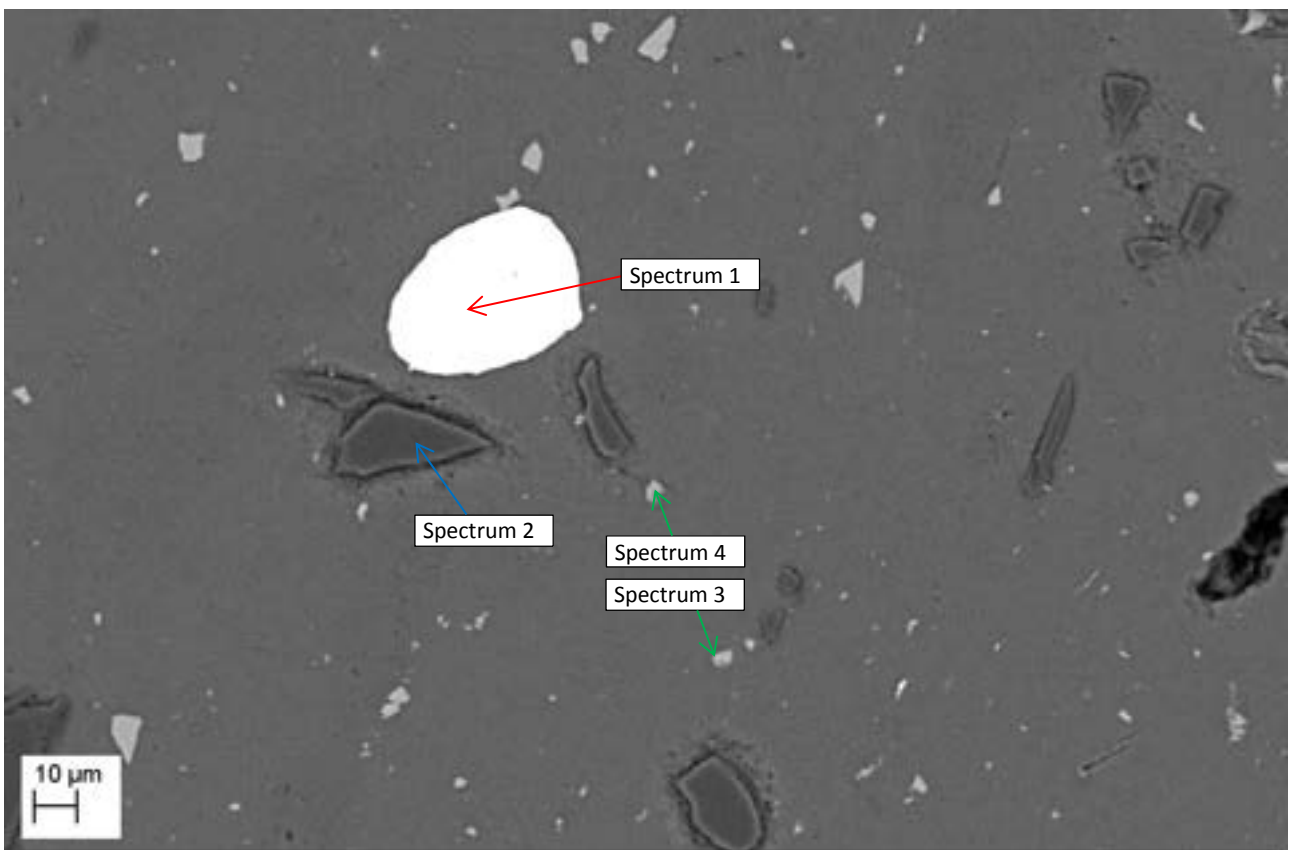
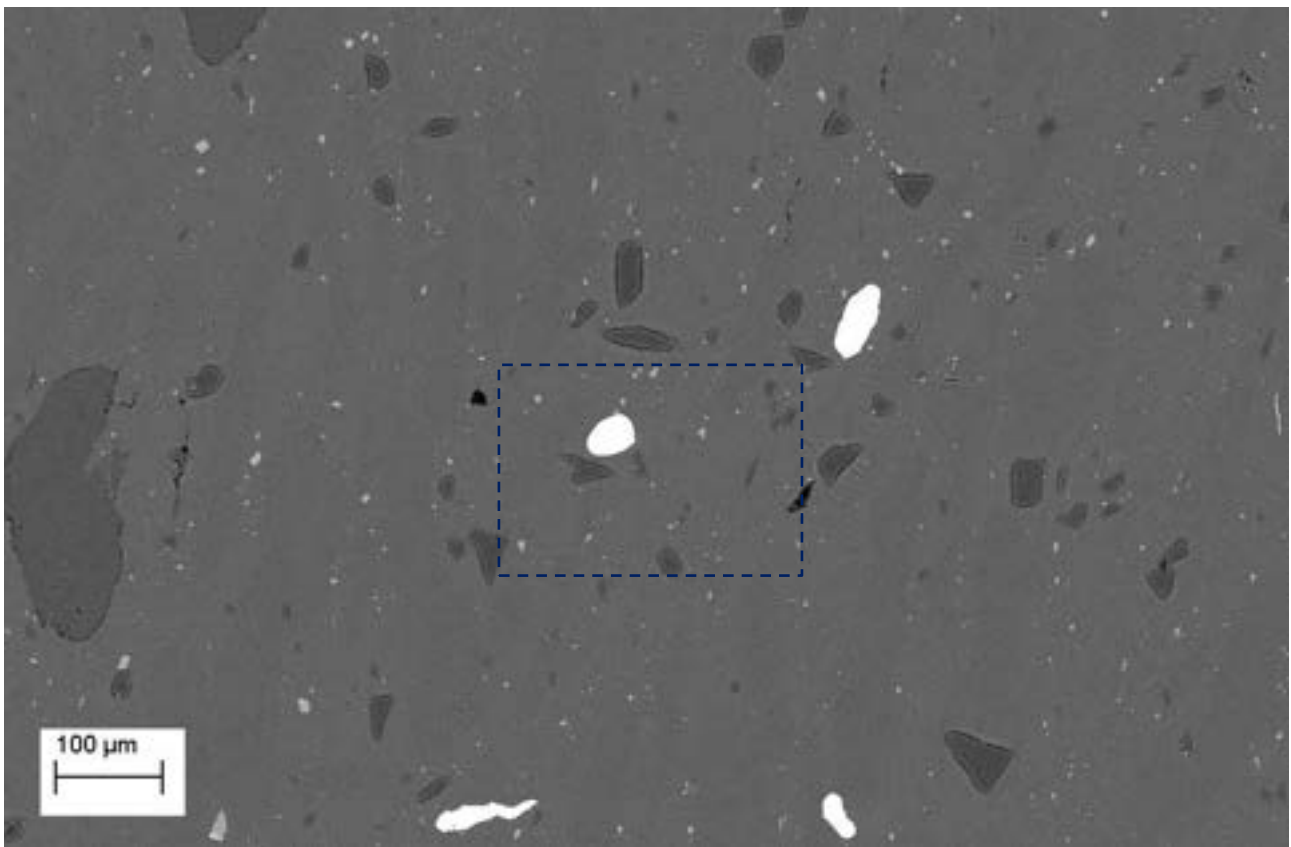


Figura 30: Analisi SEM del campione 6 AlMg4Si8Cu4 a differenti ingrandimenti



**Figura 31: Analisi SEM del campione 1 a base di AlMg4Si8Cu4 a differenti ingrandimenti con indicazione dei punti di analisi EDS**

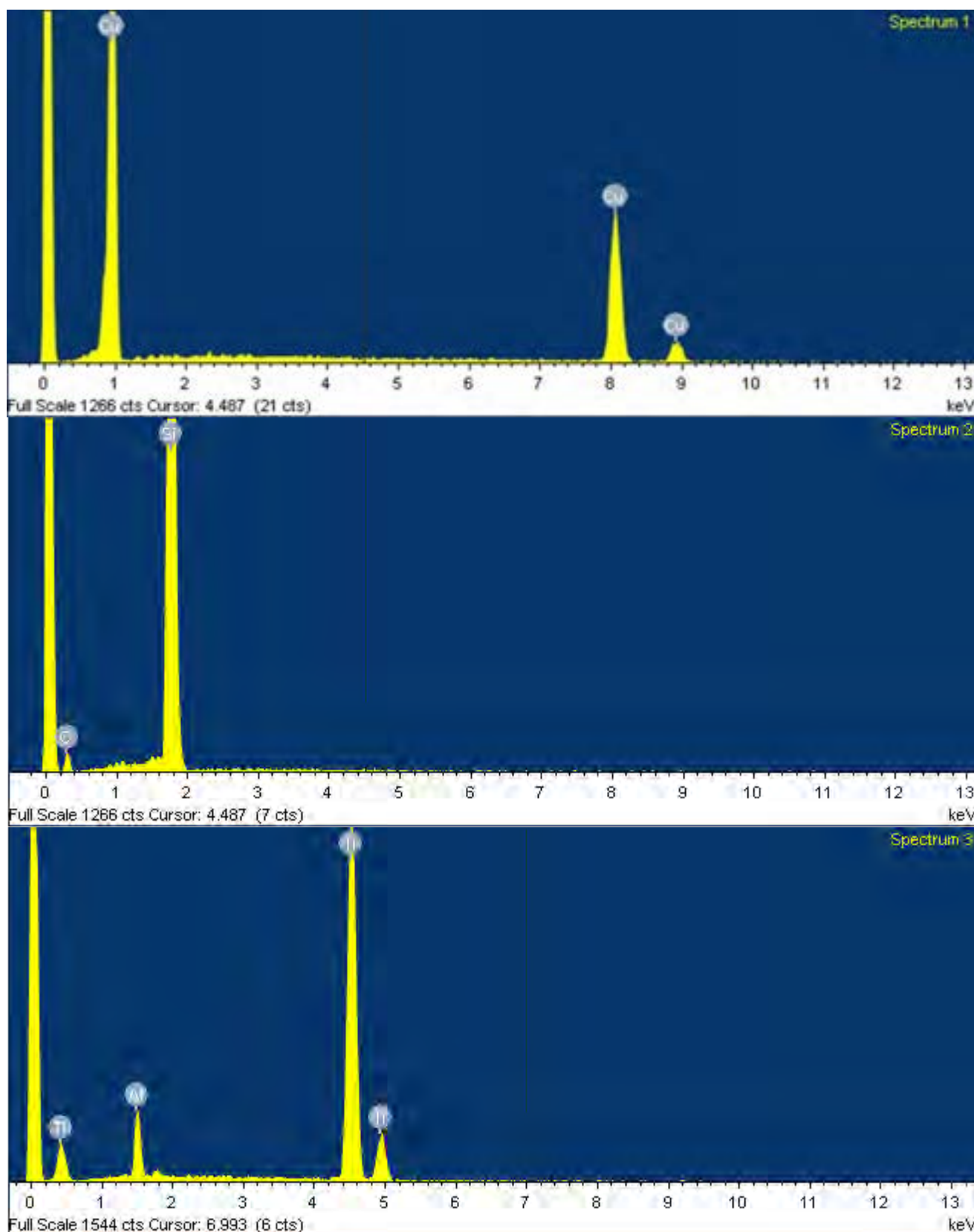


Figura 32: Analisi EDS sulle particelle evidenziate nel campione 1 AlMg4Si8Cu4

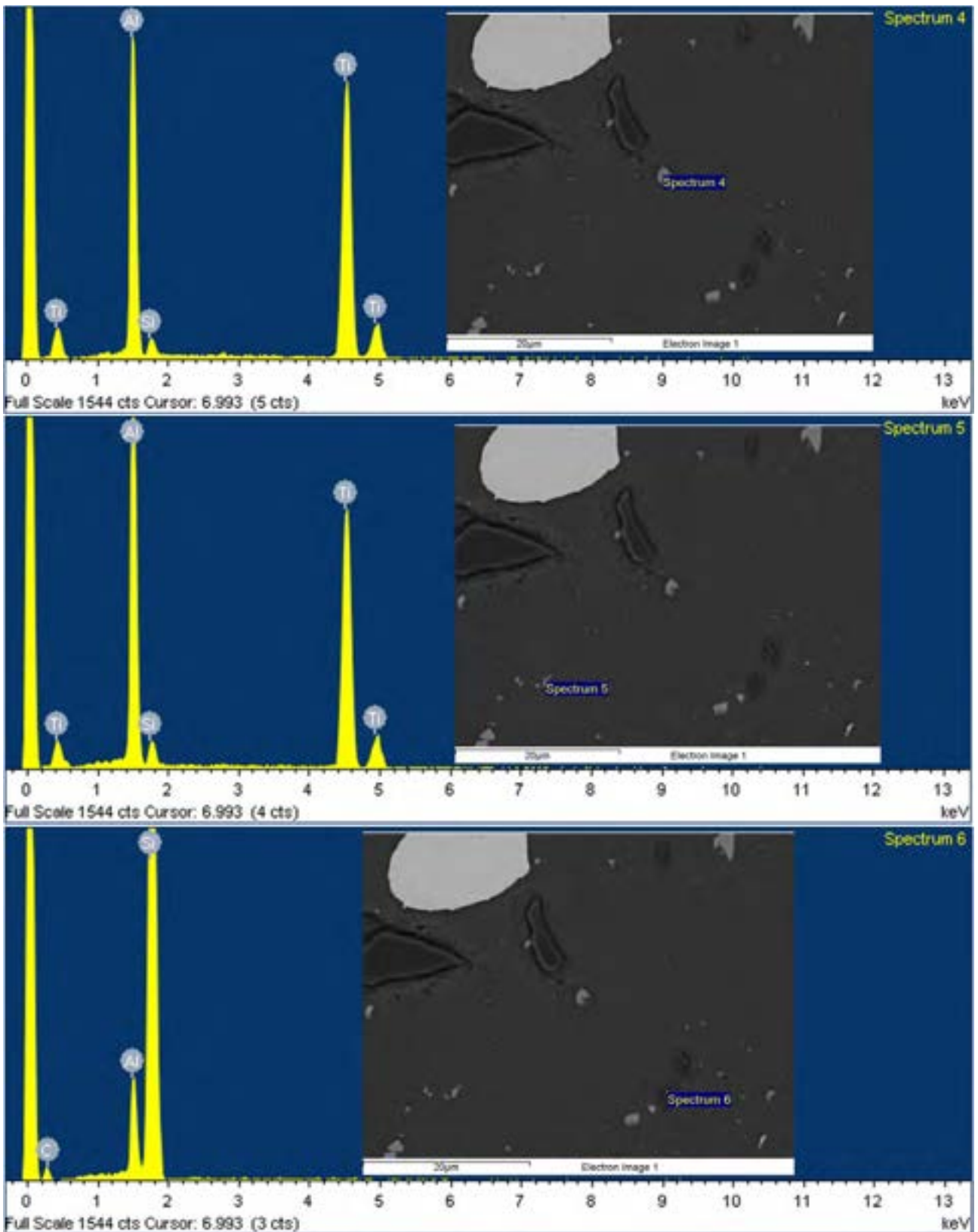


Figura 33: Analisi EDS sulle particelle evidenziate nel campione 1 AlMg4Si8Cu4

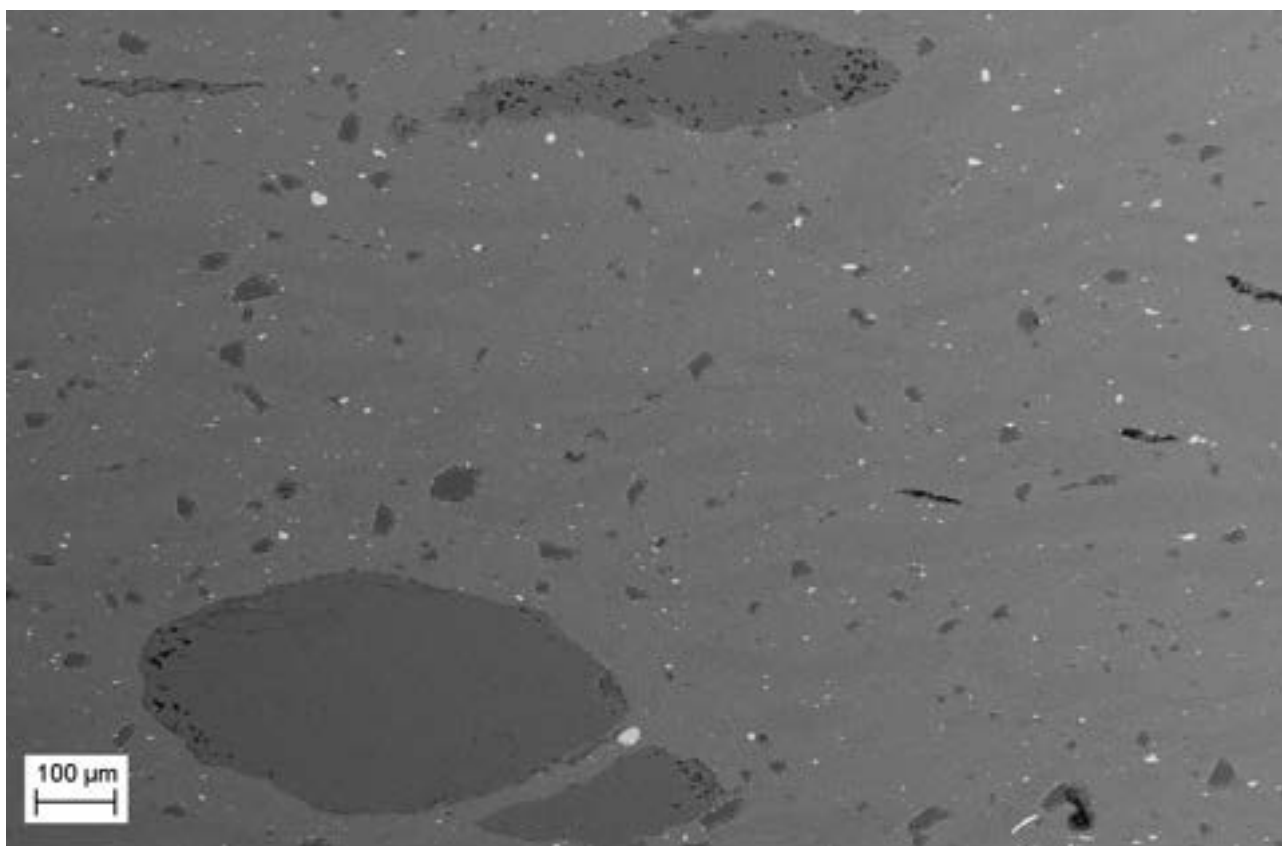


Figura 34: Analisi SEM del campione 11 AlMg4Si8

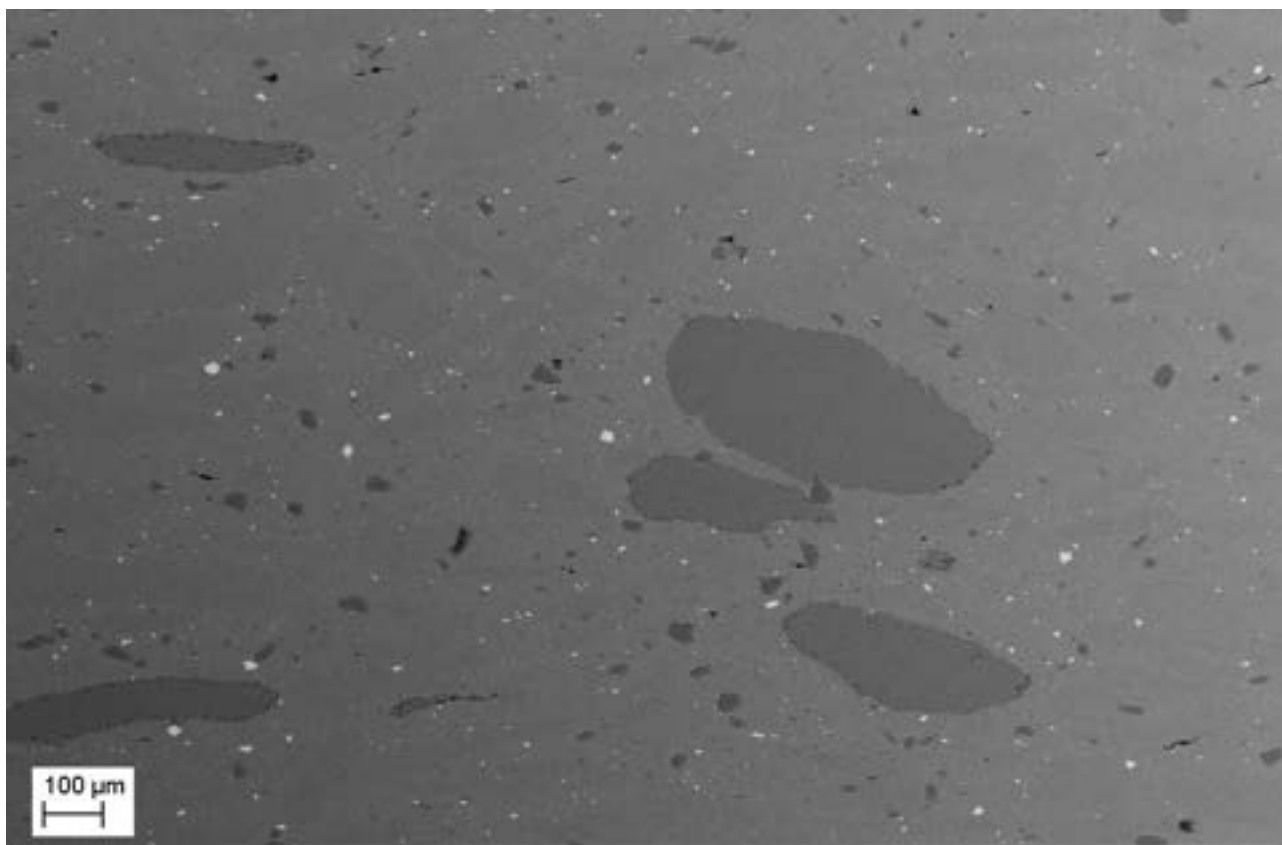


Figura 35: Analisi SEM del campione 13 AlMg4Si8

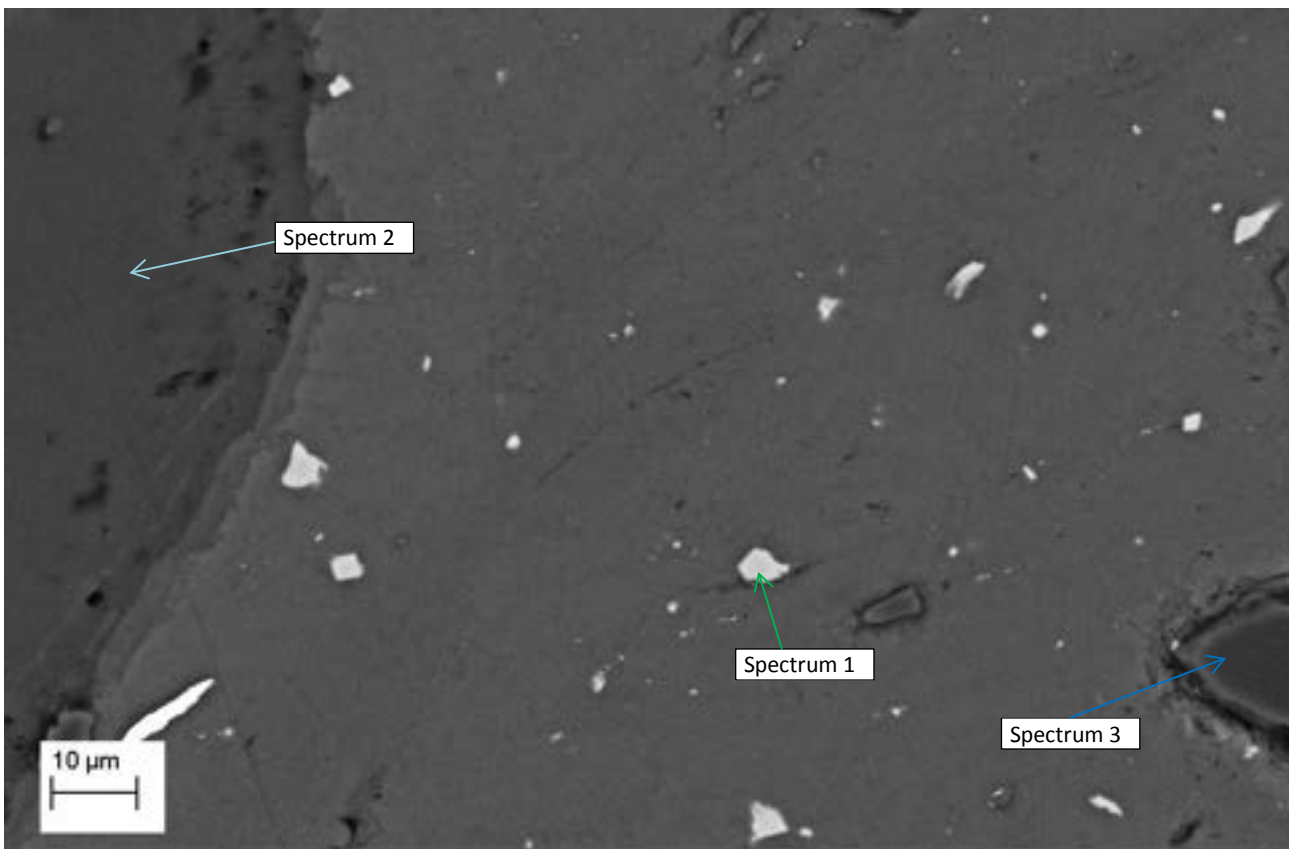
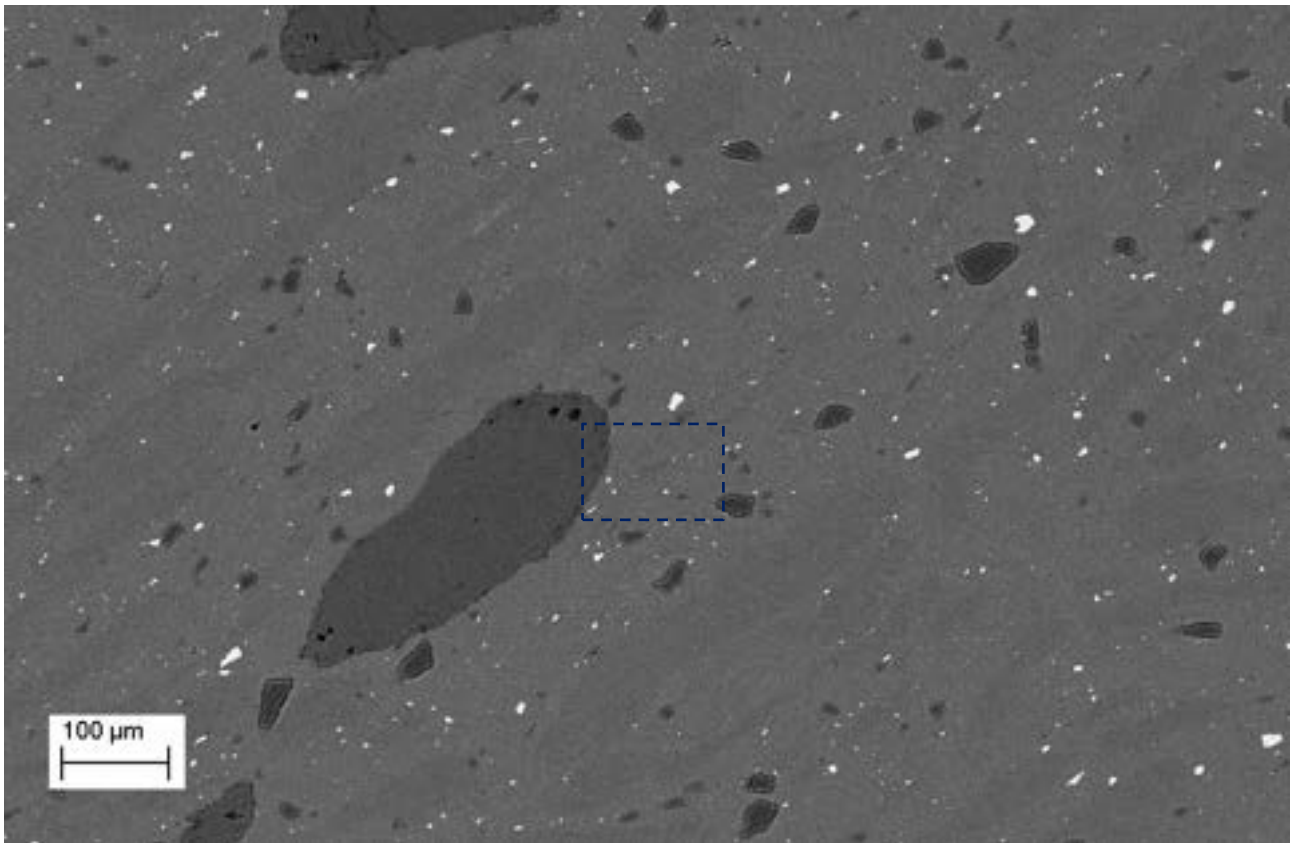


Figura 36: Analisi SEM del campione 10 AlMg4Si8

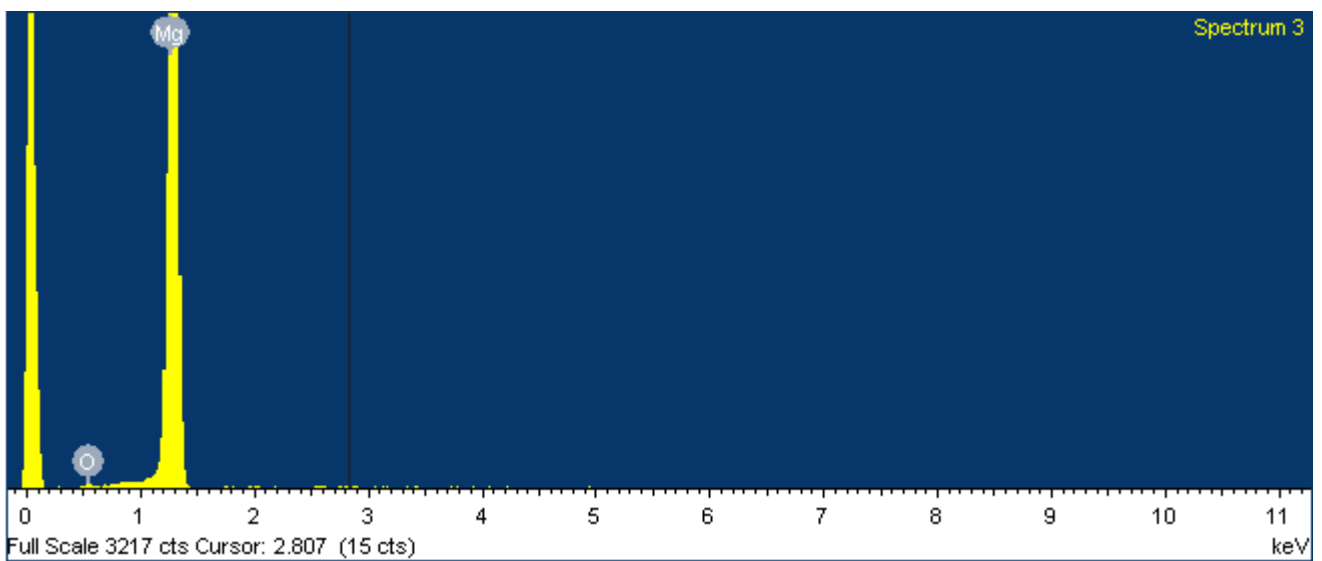
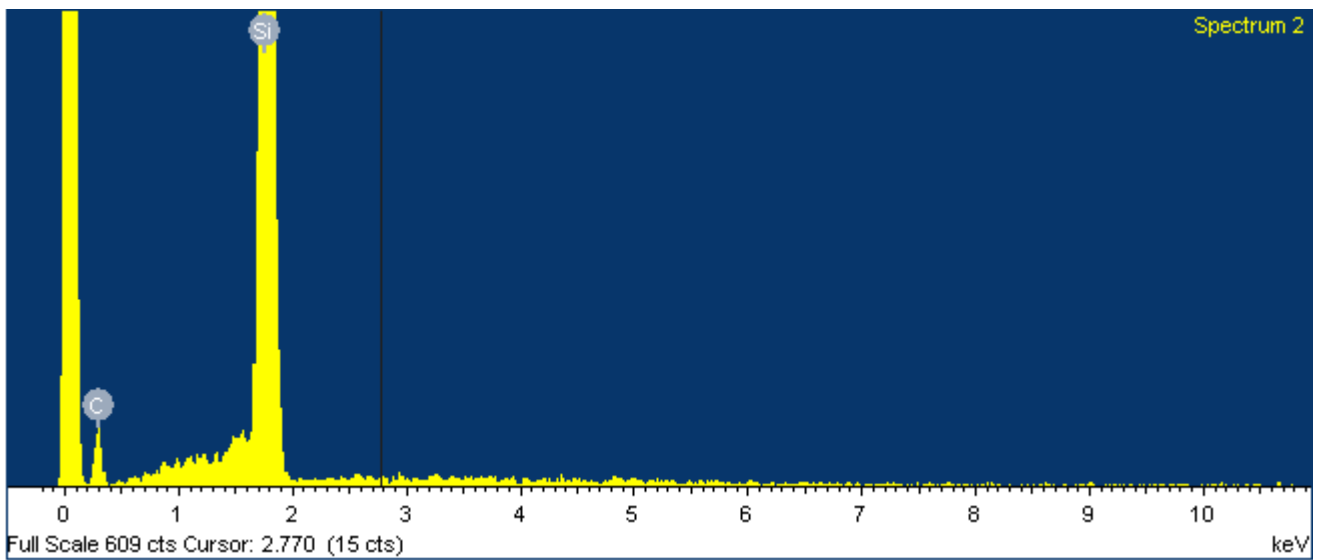
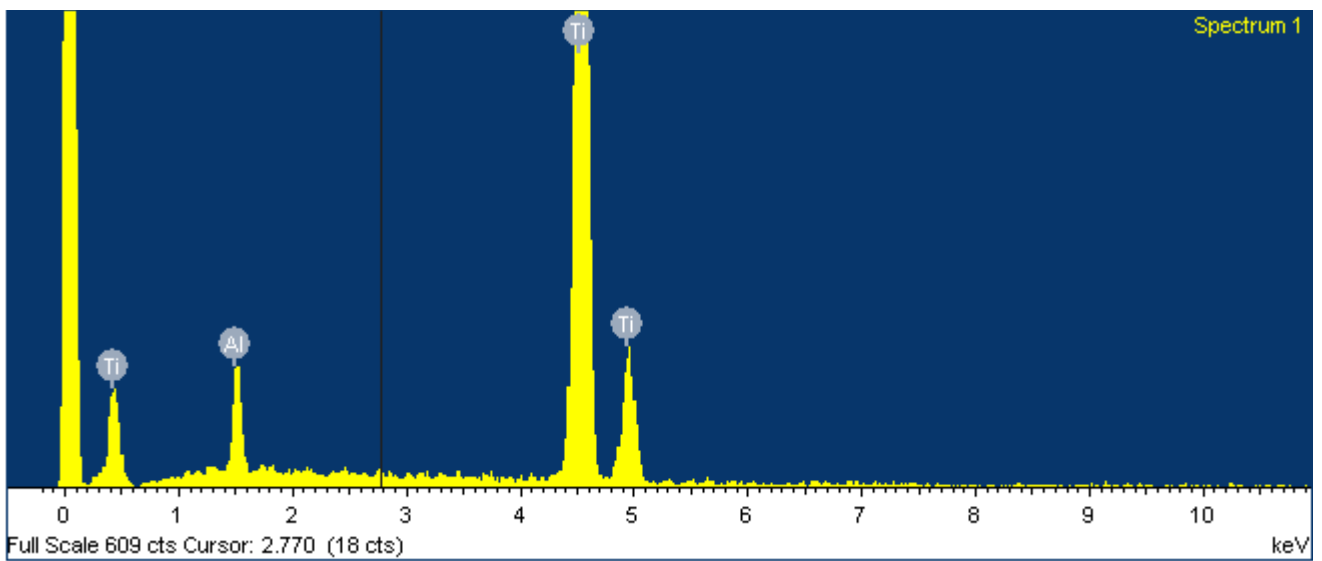
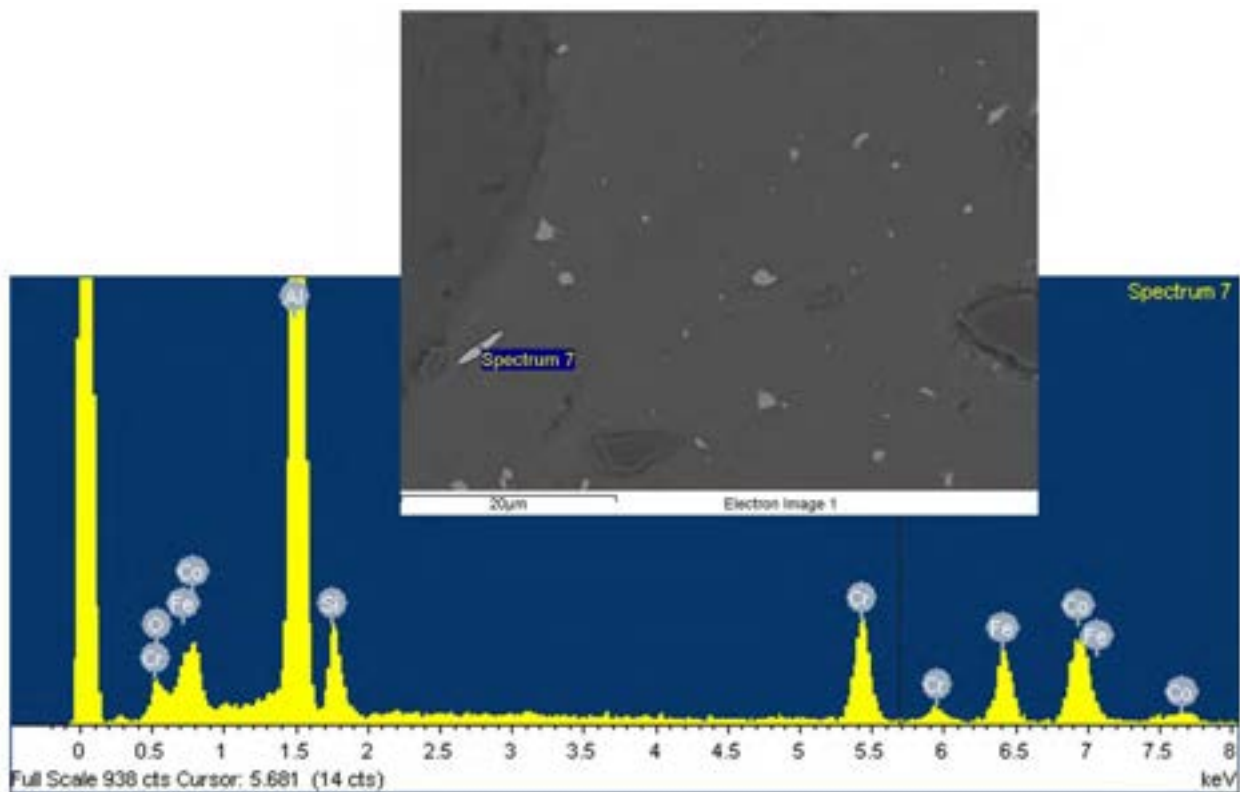
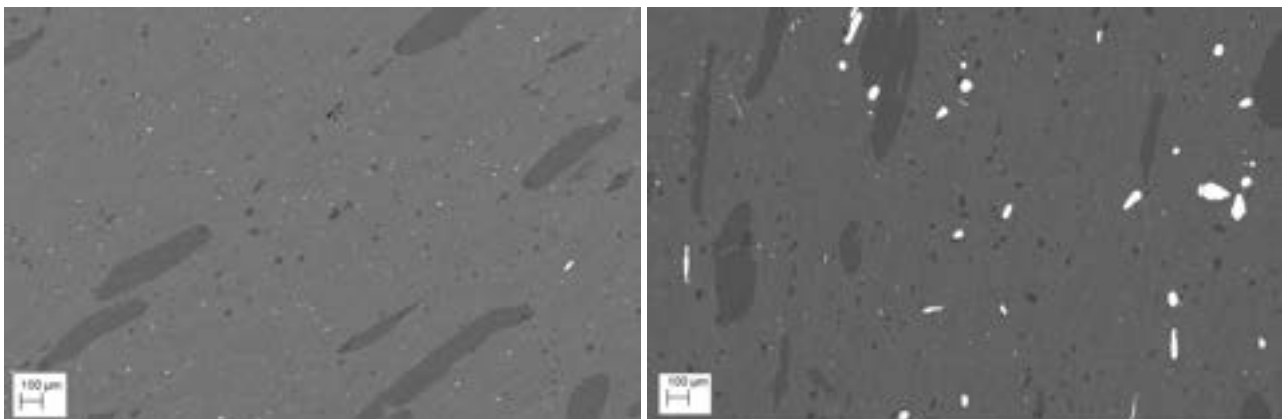


Figura 37: Analisi EDS sulle particelle evidenziate nel campione 10 AlMg4Si8Cu4



**Figura 38: Analisi EDS di una particella inquinante derivante dalle sferette o dalle pale del mulino ZOZ presente nel campione 10 AlMg4Si8Cu4**

La Figura 39 mostra il confronto fra le immagini SEM, allo stesso ingrandimento, dei precursori 10 (AlMg4Si8) ed 1 (AlMg4Si8 Cu4)



**Figura 39: Confronto fra campione 10 (sx) e precursore 1 (dx)**

In sintesi, le particelle più grandi in grigio scuro con contorni smussati sono di magnesio, mentre le particelle scure piccole a spigoli vivi sono SiC, che risulta in entrambi i casi ben distribuito allo stesso modo delle puntinatura chiare che sono prevalentemente TiH<sub>2</sub>.

Le particelle chiare più grandi e tondeggianti sono invece le particelle di rame e sono presenti solo sul campione 1. L'analisi EDS di altre particelle aciculari chiare, di cui una viene mostrata in Figura 38, ha mostrato che sono ricche di Fe e Cr per cui molto probabilmente sono dovute ad un inquinamento della miscela da parte dei materiali delle sfere e delle lame utilizzate per il ball milling. La presenza di tali inquinanti è risultata tuttavia estremamente limitata.

Le differenze in densità sono evidenziate anche dalle immagini SEM a maggiore ingrandimento. In particolare le zone a minore densità locale risultano sempre ben evidenti nei campioni AlMg4Si8Cu4 che come descritto in precedenza hanno densità apparente relativa sempre inferiore al 93%. Molto più difficile osservare tali zone per i campioni a base di polveri AlMg4Si8 per le quali la densità è stata sempre superiore al 93%. Un confronto diretto è possibile solo per i campioni 8 e 13 che tuttavia come riportato in tabella sono realizzati in condizioni molto diverse.

Temperatura	Pressione	Cicli	Densità relativa	ID	
200	250	3	93.1	13	AlMg4Si8
200	300	6	90.6	8	AlMg4Si8Cu4

Tabella 8: Precursori utilizzati per analisi DSC e SEM

Le immagini SEM a maggiore ingrandimento del campione 8 mostrano come la presenza di cavità residue fra i granuli di AlSi12 sia maggiore rispetto al campione 13 che, pur raggiungendo una densità relativa del 93,1 % contro il 90,6 % del campione 8, risulta il campione a base della lega ternaria ad avere il minor livello di compattazione.

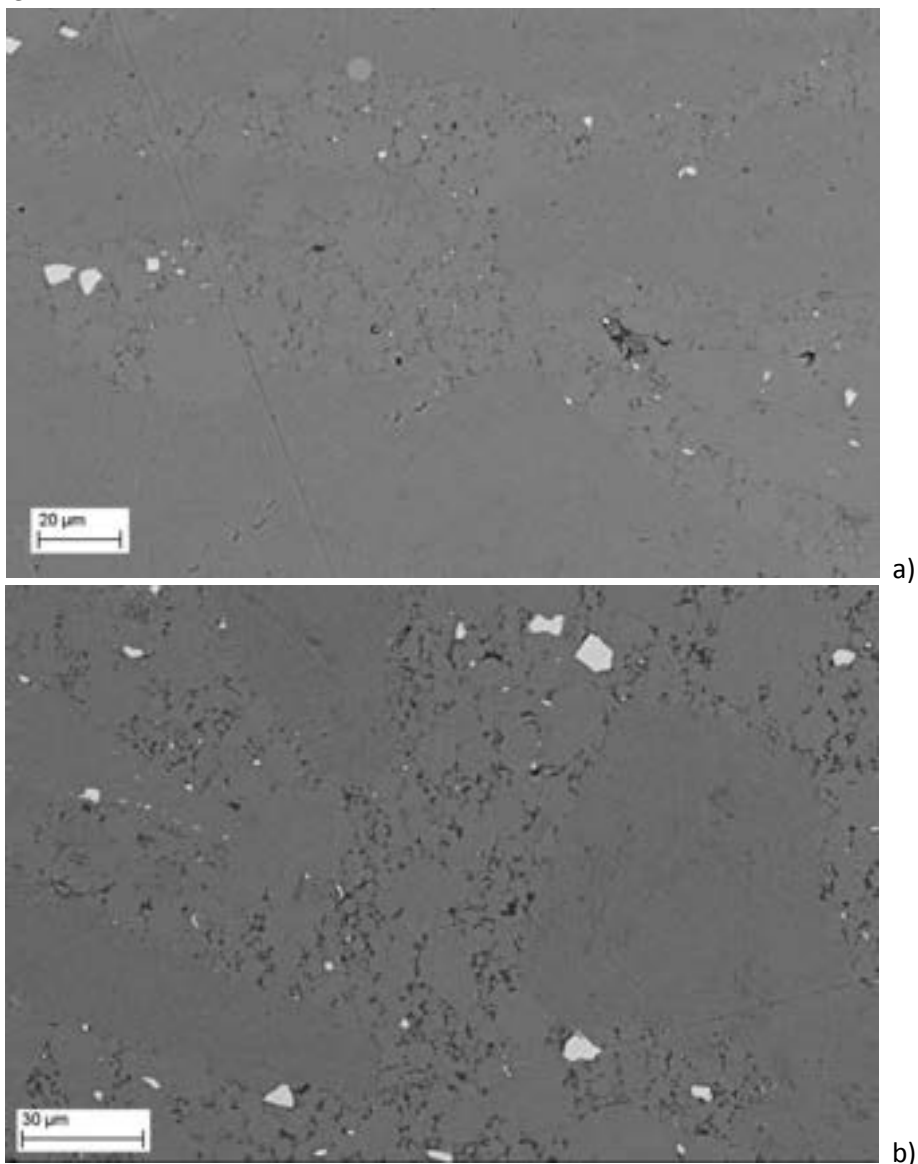


Figura 40: Confronto fra campione 13 (a) e precursore 8 (b)

#### 4.3.2 Analisi DSC dei precursori

Le prove DSC sono state condotte per verificare la reale formazione di leghe ed osservare le reazioni di decomposizione del  $TiH_2$ . Le figure seguenti mostrano le analisi DSC effettuate sui campioni 8 e 11 con due cicli successivi di riscaldamento da 350 a 680°.

I picchi di flusso rappresentano trasformazioni, siano esse decomposizioni o trasformazioni di fase, il valore maggiore di flusso indica una maggiore energia necessaria al fine di seguire l'incremento di temperatura imposto al campione di 20°/min e quindi delle reazioni endotermiche, viceversa un riduzione del flusso termico indica delle reazioni esotermiche.

La Figura 41 riporta le curve DSC per il campione 8. Il primo ciclo di riscaldamento mostra una prima trasformazione rappresentata da un piccolo picco con due cuspidi fra i 430 e 440 °C che è legata alla decomposizione del  $TiH_2$ .

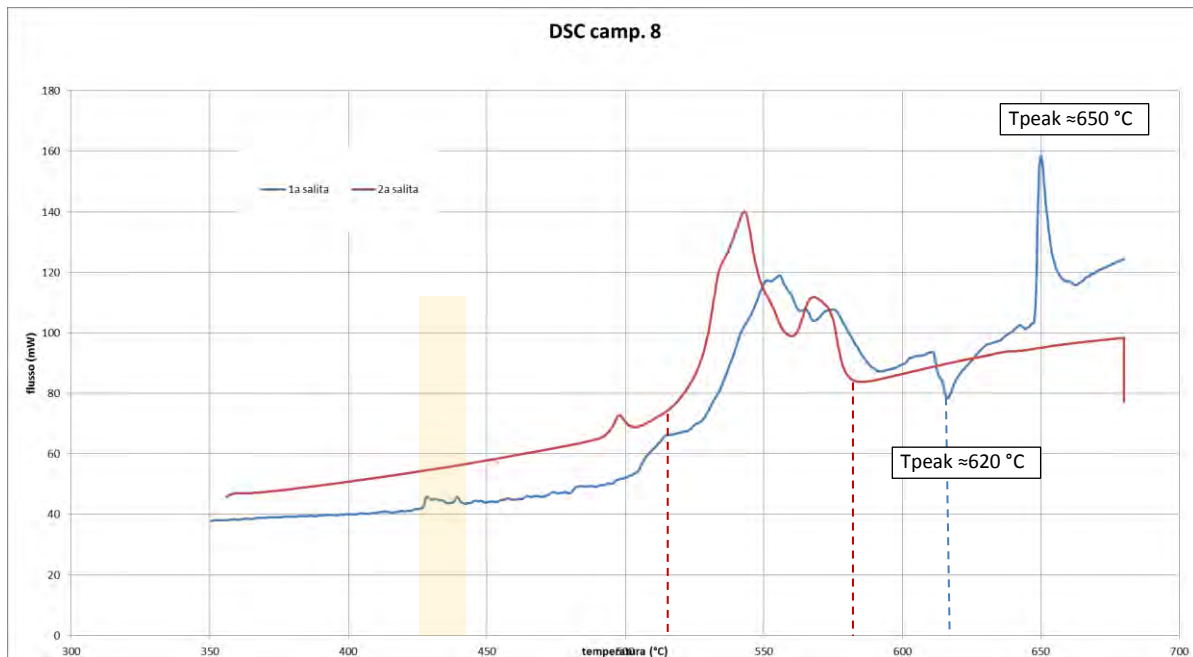


Figura 41: Analisi DSC sul campione 8 AlMg4Si8Cu4

Molto più complessa l'interpretazione delle altre trasformazioni che avvengono in questo primo ciclo di salita che possono essere di fusione locale o di interdiffusione al bordo delle particelle nella prima salita. Interessante il picco negativo a 620°C che indica una reazione esotermica. Il successivo picco a 650°C che corrisponde alla temperatura del magnesio puro.

Il secondo ciclo di riscaldamento non presenta più il picco relativo alla decomposizione del  $TiH_2$  mentre mostra un piccolo picco a 490°C ed un intervallo successivo di fusione che complessivamente va da 520°C a 580°C.

La Figura 42 riporta invece l'analisi DSC del precursore 11 ternario. La prima salita mostra come siano presenti due picchi ben marcati. Il primo inizia a circa 550°C temperatura di liquidus del composto  $Al_3Mg_2$ , con un picco a circa 572°C ed un brusco calo, che potrebbe indicare una reazione esotermica nella fase di liquazione. Tali reazioni si verificano solo in prima salita mentre il tempo di permanenza a 680°C per 5 minuti sembra omogenizzare la lega che in seconda passata, come la precedente perde il picco di decomposizione dell' $TiH_2$  e riduce sensibilmente l'intervallo di fusione rispetto al primo riscaldamento.

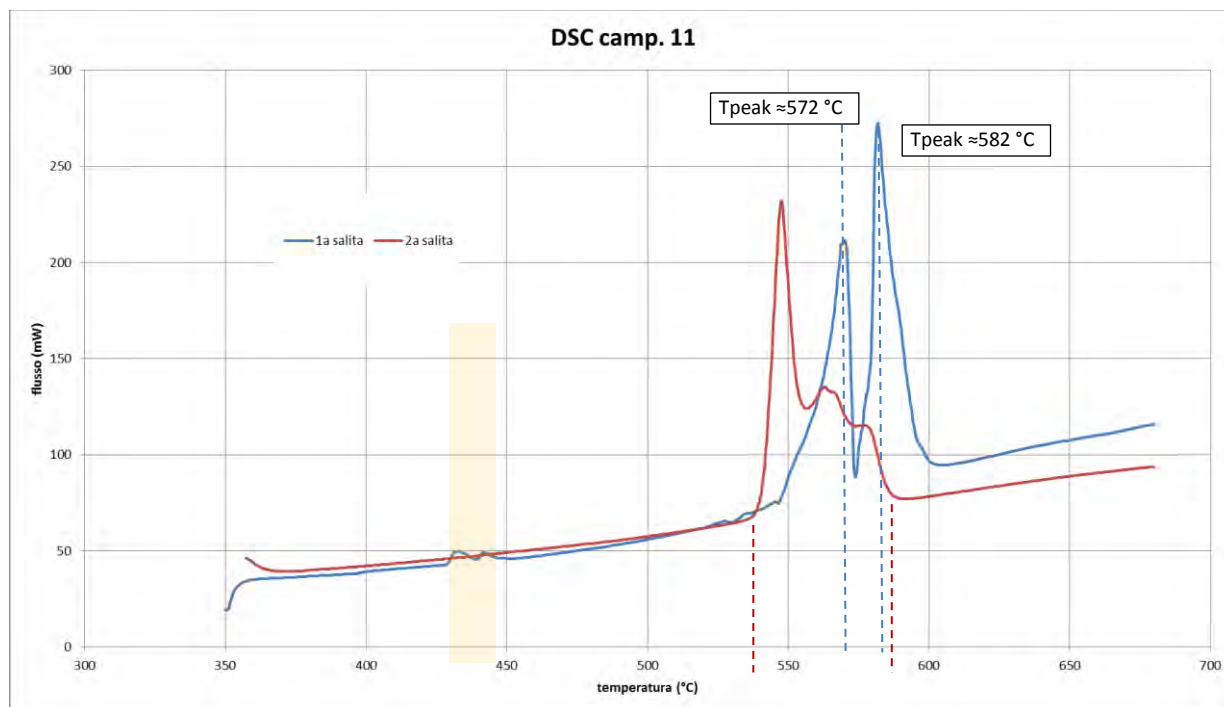


Figura 42: Analisi DSC sul campione 11 AlMg4Si8Cu4

Ciò che è evidente dopo il primo riscaldamento, con superamento della temperature di fusione di tutte le particelle che costituiscono i campioni, è la formazione di leghe ternarie e quaternarie. Infatti, l'unico elemento primario di lega che ha temperatura di fusione superiore a 680° C è teoricamente il rame (TF=1083 °C). Tuttavia, il rame ha un eutettico con l'alluminio a circa 550°C ed una solubilità nell'alluminio a 550°C di oltre il 4%. L'effetto da parte dell'alluminio di disciogliere il rame è stato verificato anche nelle fasi di schiumatura di precursori a 630° C in contenitori di rame, che se non nichelati o preventivamente ossidati, tendono a solubilizzare le pareti degli stessi portandoli rapidamente a distruzione

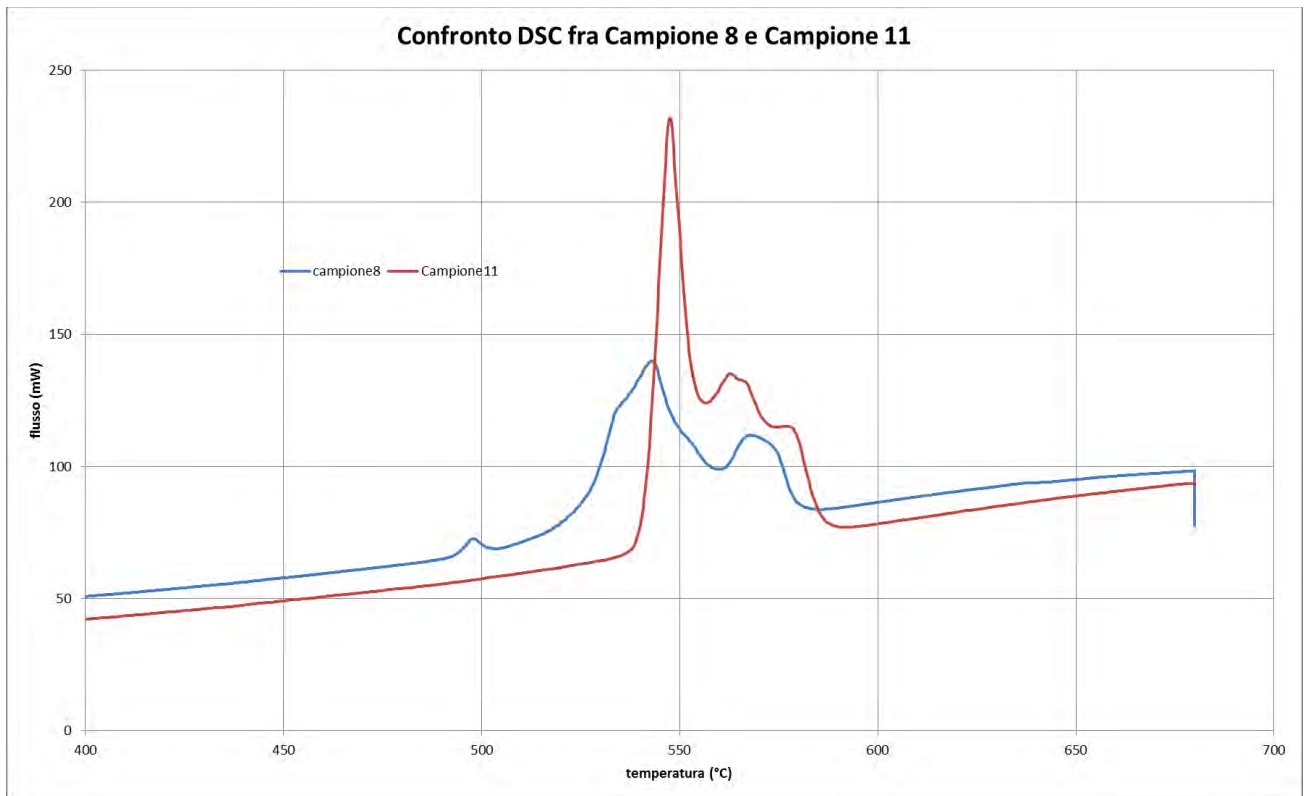
I picchi presenti sia per il campione quaternario 8 sia per il ternario 11 nel primo riscaldamento, la cui presenza è dovuta alla produzione di fenomeni localizzati di fusione e diffusione delle differenti particelle messe in evidenza dalle analisi SEM, non sono più presenti nella seconda analisi in quanto la permanenza a fusione a 680°C per 5 minuti, considerando la quantità ridotta del campione a pochi mg, permette di omogenizzare il tutto a leghe contenente i vari composti possibili (AlMg<sub>2</sub>, CuAl<sub>2</sub>, CuMgAl<sub>2</sub>; Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>).

Ipotizzando che nel secondo ciclo di riscaldamento le reazioni endotermiche osservate corrispondano a fusioni l'intervallo di fusione per il campione 8 è compreso fra 520 e 580°C mentre per il campione 11 fra 540 e 590°C. Il confronto dei grafici per il secondo ciclo di riscaldamento dei due campioni mostra come il campione con l'aggiunta di rame permette di avere un intervallo di fusione più spostato a sinistra (Figura 43).

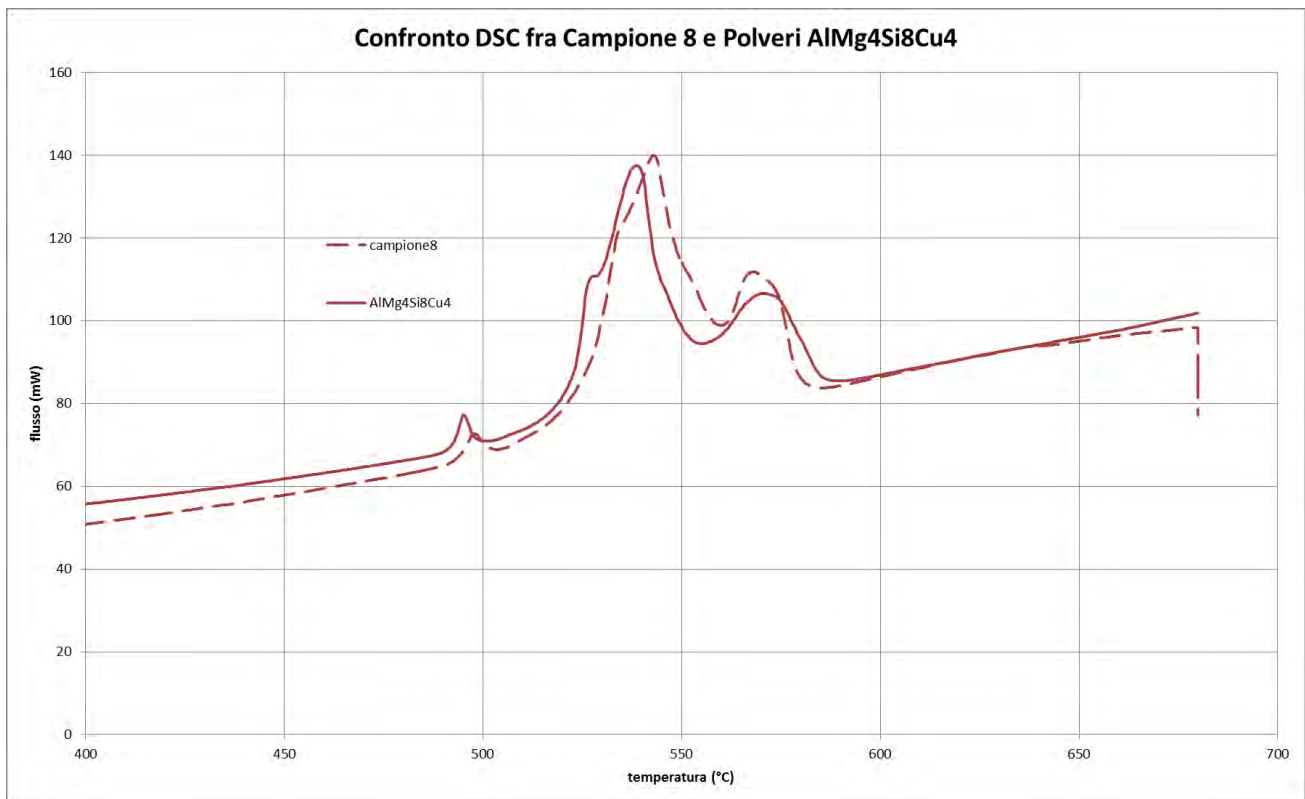
Tali risultati sono in linea con quanto atteso e promettono di garantire la produzione di campioni schiumabili eutettici.

Interessante è il confronto fra i DSC effettuati con il secondo ciclo di riscaldamento del campione fra polveri e precursori. Si osserva in entrambi i casi un andamento molto simile ad indicare che le reazioni di diffusione e lega con questi elementi di lega avvengono anche senza la necessità di avere un contatto intimo fra le particelle. In particolare, la Figura 44 mostra come i profili DSC fra campione compattato e polveri AlMg4Si8Cu4 siano praticamente equivalenti compreso il piccolo picco a circa 490° C che è legato certamente alla presenza di reazioni alluminio - rame visto che non è presente negli altri campioni.

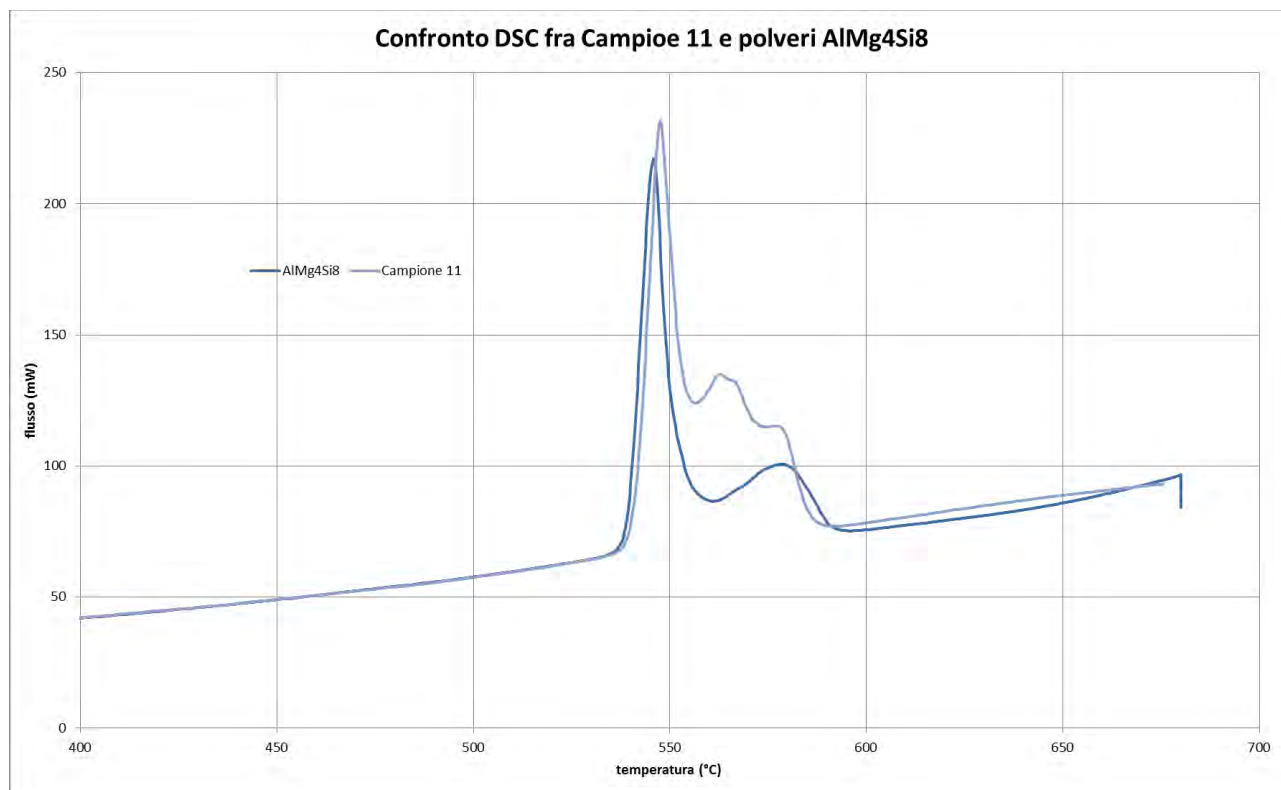
Per la miscela ternaria i profili sono leggermente differenti ma l'intervallo di fusione è praticamente identico.



**Figura 43: Confronto fra campione 8 (AlMg4Si8Cu4) e campione 11 (AlMg4Si8)**



**Figura 44: Confronto fra campione 8 e polveri non compattate di AlMg4Si8Cu4 – analisi DSC secondo riscaldamento 350°- 680° C**



**Figura 45: Confronto fra campione 11 e polveri non compattate di AlMg4Si8 – analisi DSC secondo riscaldamento 350°- 680° C**

### 4.3.3 Diffrazione RX

La diffrazione di raggi X (XRD) è stata eseguita utilizzando una apparecchiatura Italstructures DRX 3000, equipaggiata con un tubo di emissione FeK $\alpha$ 1 e rivelatore simultaneo Inel (120 gradi, 4097 canali). Le caratterizzazioni di fase sono state eseguite utilizzando il database JCPDS, nella versione edita nel 1999. Sono stati analizzati due campioni di lega Al-Mg-Si con e senza aggiunta di rame (denominati nel seguito campione 8 e campione 11 rispettivamente) Tali campioni sono stati analizzati in differenti stadi di lavorazione (polvere e compattati), come ottenuti e dopo aver subito il trattamento termico eseguito per calorimetria differenziale a scansione (DSC). Quest'ultimo, in particolare, ha permesso di operare su campioni relativamente omogenei, superando in tal modo le problematiche di campionamento conseguenti al processo di schiumatura in forma massiva.

In figura 1 e 2 sono riportati gli spettri relativi al campione 8 e al campione 11 rispettivamente, ottenuti dopo i diversi trattamenti sopra descritti. Dall'analisi degli spettri si può evidenziare come né le polveri appena miscelate né gli altri campioni che anno subito i diversi trattamenti hanno evidenze significative delle loro differenze in composizione. Questo può esser dovuto ad una solubilizzazione incipiente dei materiali duttili nella lega Al-Mg-Si anche se non si possono escludere ipotesi di mascheramento dovute alla caratteristiche della strumentazione utilizzata. Le similitudini nel comportamento a diffrazione delle differenti polveri si estendono anche a tutte le altre caratteristiche. Entrambi i campioni di partenza in polvere e non trattati (denominati dalla lettera a nella Figura 46 e Figura 47) mostrano i picchi caratteristici della lega AlSi (identificata con la scheda 41-1222, tenendo conto degli spostamenti del parametro reticolare dovuto alle differenti composizioni di lega). Non sono visibili evidenze apprezzabili di SiC. Tali campioni in polvere, dopo compattazione (spettri denominati dalla lettera c nelle figure), mostrano un abbattimento dell'intensità relativa dei picchi, dovute al processo di orientazione preferenziale della microstruttura cristallina conseguente alla pressatura del materiale. Sono inoltre visibili lievi evidenze di ossidazione, identificabili dalla presenza di picchi corrispondenti alla scheda 37-1483, che definisce un silicato di alluminio di stechiometria a basso contenuto di silicio.

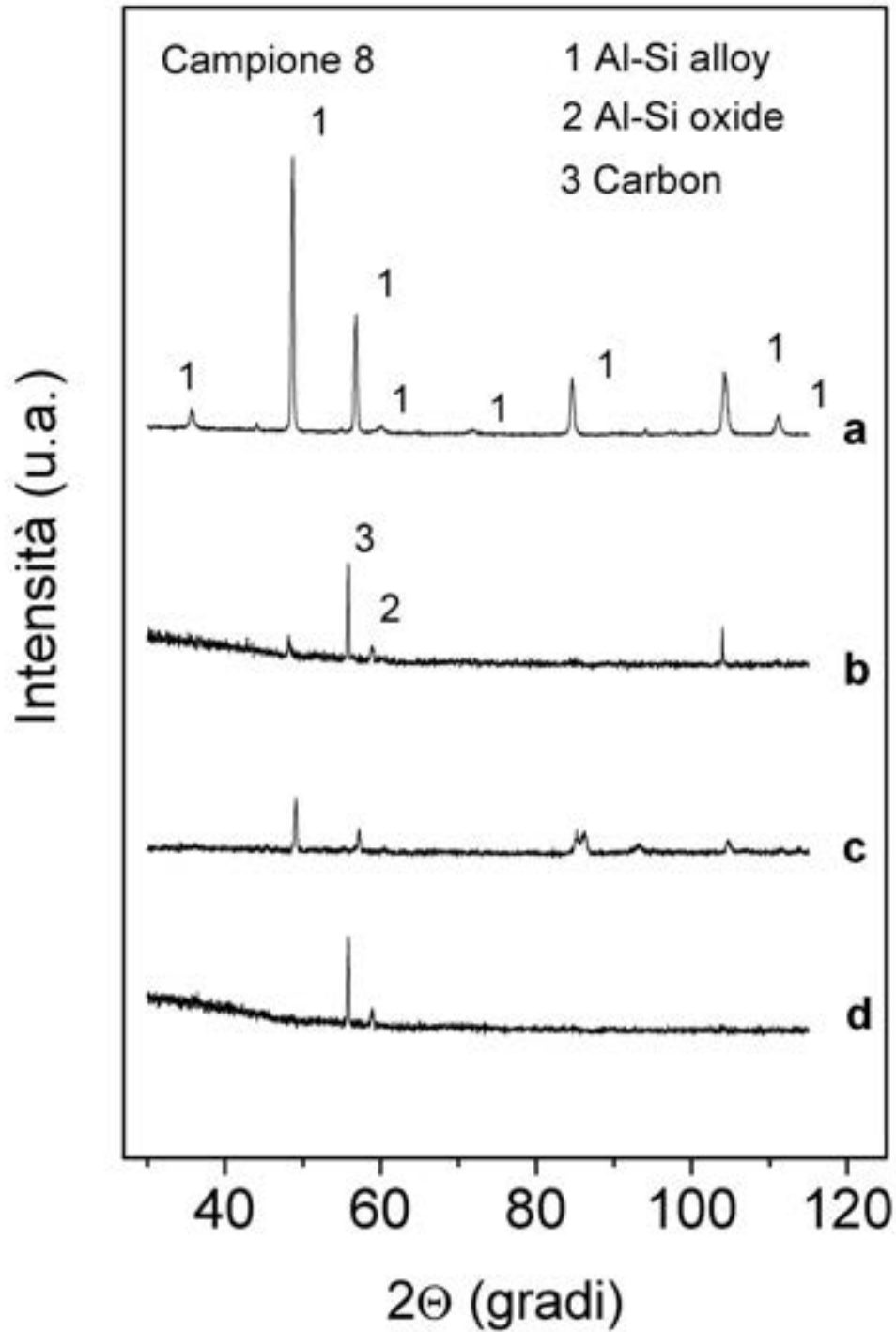


Figura 46: Spettri di diffrazione XRD di campioni di lega di composizione nominale AlMg<sub>4</sub>Si<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub> ottenuti da:  
a) polvere tal quale, dopo blending; b) polvere proveniente da trattamento termico in DSC; c) miscela compattata a freddo per pressatura uni assiale; d) miscela compattata e successivamente trattata in DSC.

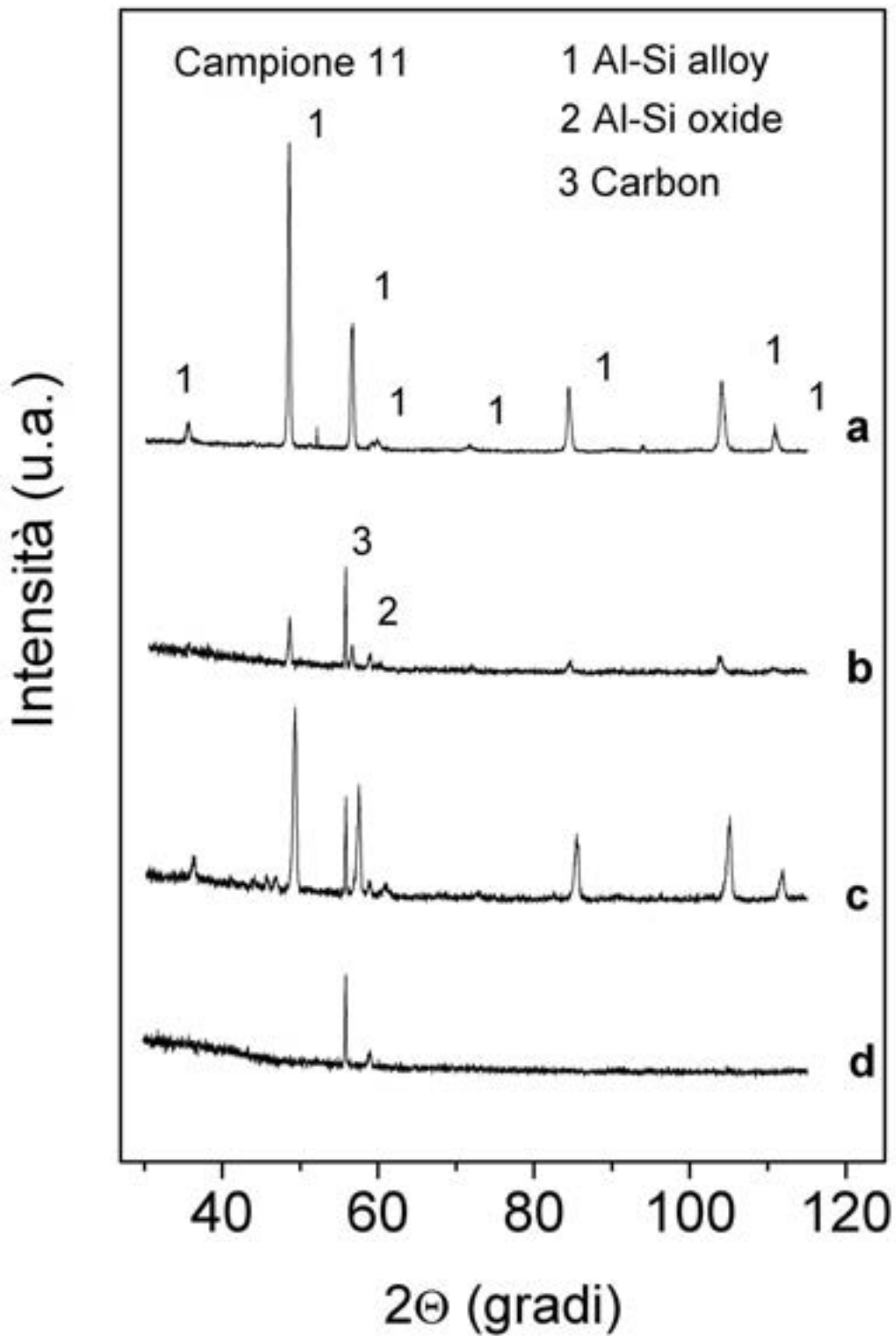


Figura 47: Spettri di diffrazione XRD di campioni di lega di composizione nominale AlMg4Si8 ottenuti da: a) polvere tal quale, dopo blending; b) polvere proveniente da trattamento termico in DSC; c) miscela compattata a freddo per pressatura uni assiale; d) miscela compattata e successivamente trattata in DSC.

Di maggiore interesse è l'analisi dei campioni dopo il trattamento termico, sia in forma di polvere (lettera b in figura) che in forma compattata (lettera d). In tali campioni oltre alla già riportata presenza di ossido si evidenziano picchi caratteristici di un materiale carbonioso, identificato dalla scheda JCPDS 6-675. Sebbene tale scheda non corrisponda a materiale grafítico, la presenza di materiale carbonioso è confermato dalla analisi del materiale fuori estruso dalle pellets compattate (di cui un esempio è riportato in Figura 52). Lo spettro di diffrazione di tale materiale è riportato in Figura 48, dove evidenze di materiale a base carbonio si evincono sia dai picchi caratteristici relativi alla scheda 2-1240 che da quelli evidenziati dalla scheda 26-1078. Pur non essendo la presente una analisi esaustiva, si può supporre che il processo di fuoriuscita dell'idrogeno dalle pellets sia accompagnato da fenomeni di degradazione del SiC, con formazione di materiale carbonioso in differenti forme allotropiche.

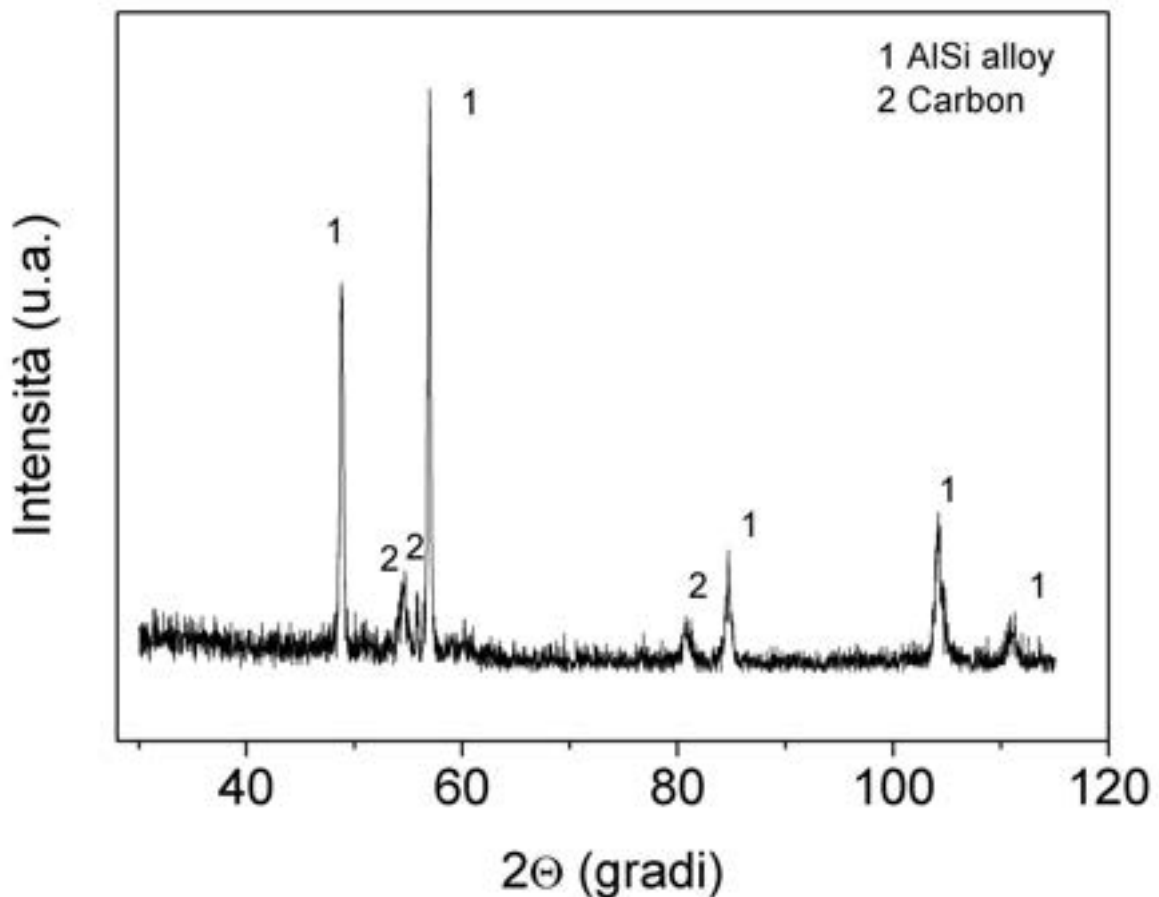


Figura 48: Spettro XRD della polvere ricavata dal composto fuori estruso dalla pellets compattata dopo schiumatura

## 5 Schiumatura dei precursori sviluppati ed analisi dei risultati.

I precursori realizzati sono stati tutti schiumati in forno nelle condizioni determinate nel corso del precedente PAR (vedi RdS/2012/98). La disponibilità del sistema di carico e scarico automatico ha permesso di ottimizzarle con un preriscaldamento del forno a temperatura superiore (645°C) ed un controllo ottimale dei tempi di permanenza con un ciclo ottimizzato a temperatura di 630° C e 18 minuti di permanenza.

La Figura 49 mostra un ciclo di schiumatura tipico utilizzato.

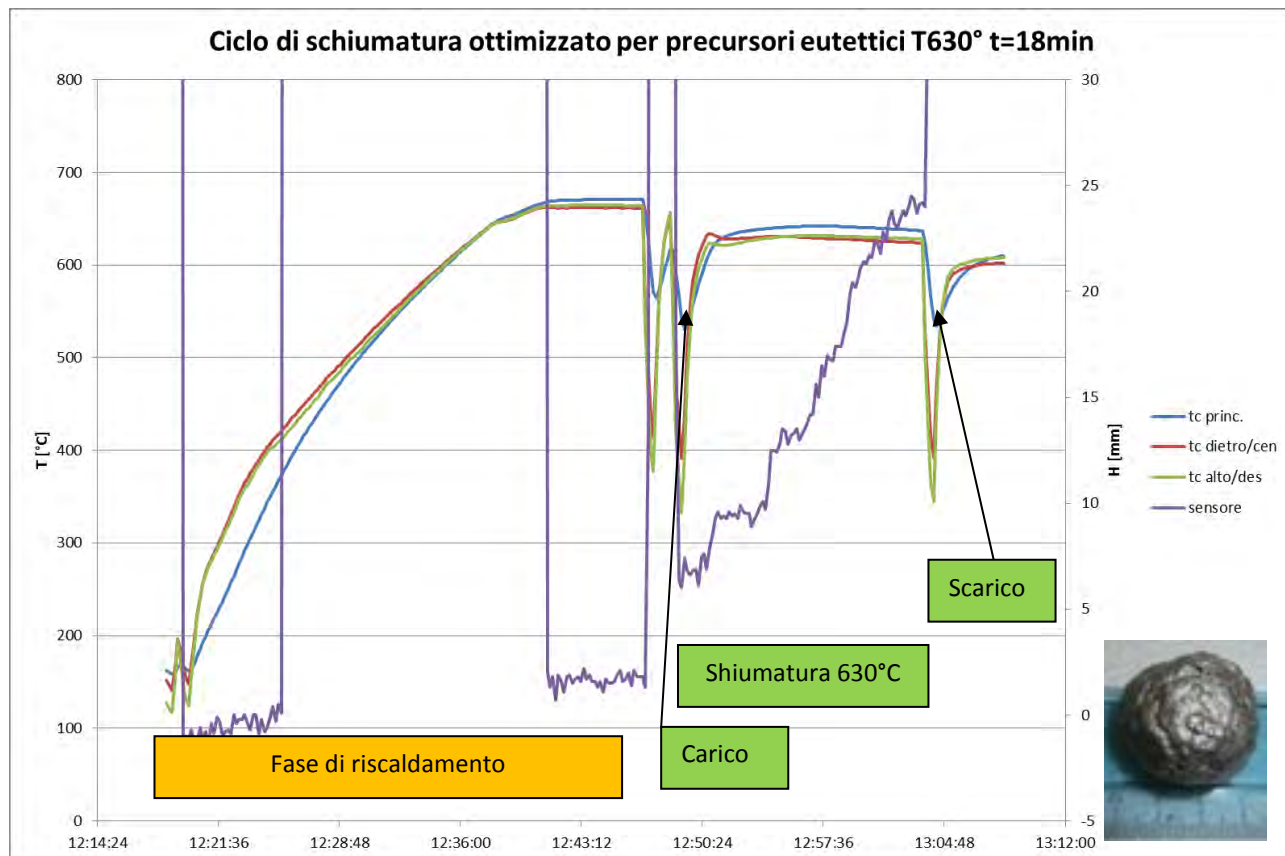


Figura 49: Ciclo automatico di schiumatura ottimizzato e foto di un campione tipo AlSi10

L’ottimizzazione è stata ottenuta utilizzando la misura di espansione con il sensore laser e stabilendo il tempo nel momento in cui la crescita del campione dallo spessore originale di 5 mm fino a circa 23 mm si arrestava. Il peso del campione utilizzato come riferimento è di circa 5 grammi.

I campioni cilindrici eutettici ENEA sono stati sezionati al centro in modo da portarli ad un peso di circa 5 grammi e sono stati introdotti negli stessi crogiuoli in rame nichelato.

La Figura 50 mostra il set up utilizzato per la schiumatura simultanea di 3 precursori. Il crogiuolo centrale è posizionato in corrispondenza del misuratore laser che tuttavia non è stato utilizzato per la schiumatura dei campioni in quanto la loro forma non ne permetteva l’utilizzo corretto.

I campioni hanno presentato dei rigonfiamenti, tuttavia la densità raggiunta è al di sotto delle attese con valori che sono raramente inferiori a 0,9 g/cmc contro i 0,55g/cmc dei campioni ottenuti con prodotti commerciali. La media delle densità per entrambe le miscele è di 1,6 g/cmc mentre il risultato migliore è stato realizzato per il campione 12 con una densità relativa del precursore fra le più alte (>97%).



Figura 50: Set Up per schiumatura dei precursori Eutettici ENEA



Figura 51: Risultati di schiumatura dei precursori eutettici sviluppati

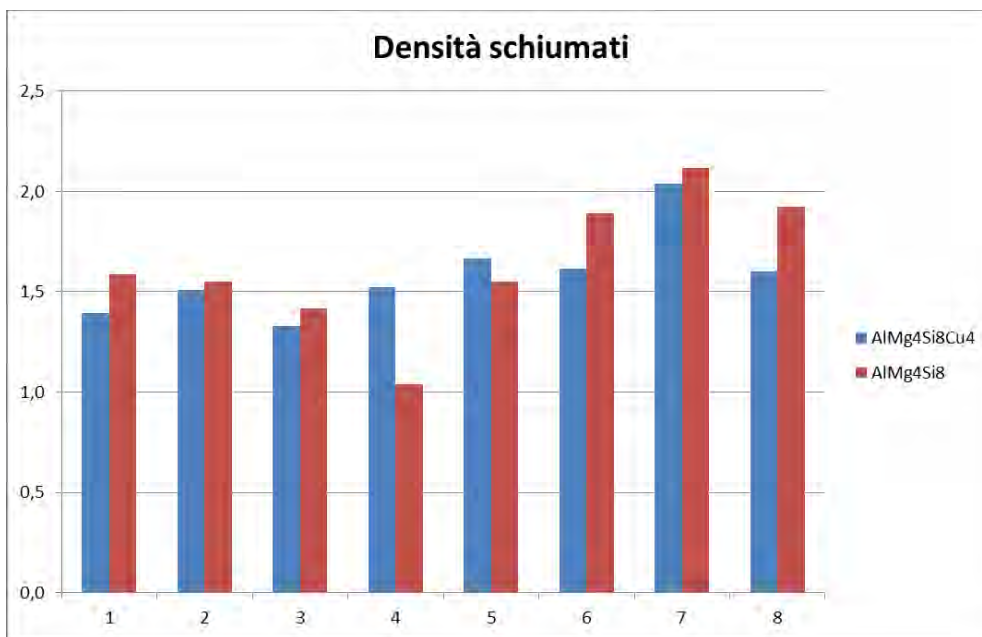


Figura 52: Andamento densità dei precursori eutettici sviluppati

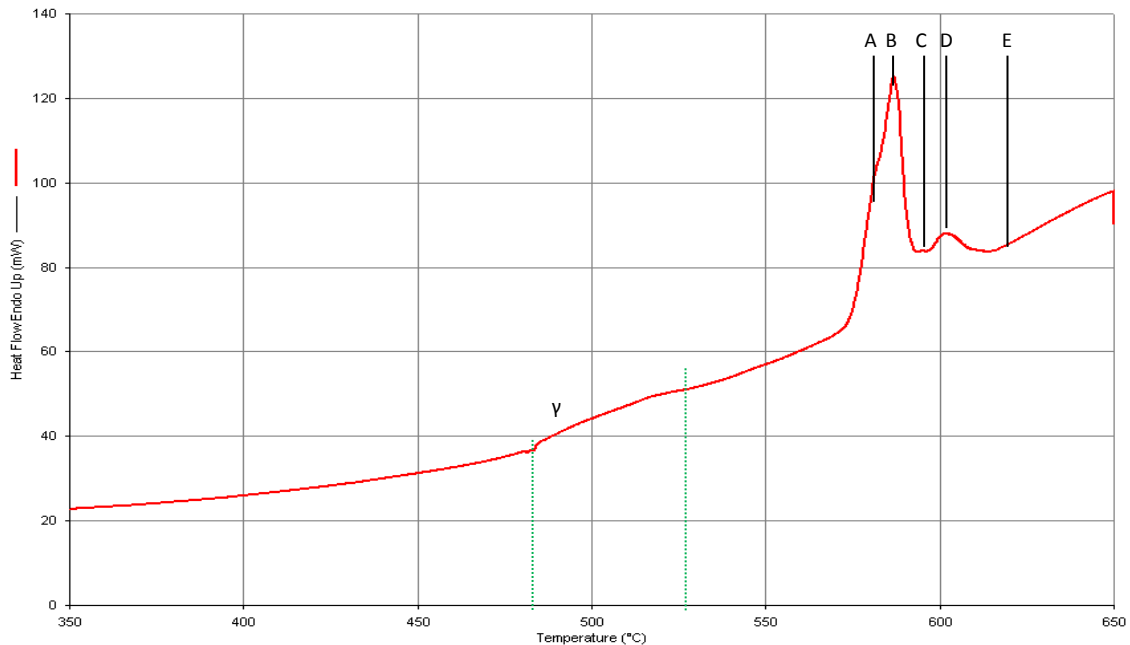
Inoltre, i campioni schiumati hanno evidenziato come, a differenza dei precursori commerciali che si presentano ben puliti in superficie, per entrambi i tipi di precursori sviluppati (AlMg4Si8 e AlMg4Si8Cu4) si osserva la formazione di agglomerati superficiali di colore scuro apparentemente amorfi anch'essi porosi. Inizialmente questi agglomerati sono stati attribuiti alla presenza della grafite come possibile inquinante, in cui alcuni residui sono presenti in superficie dei precursori realizzati. Parte dei campioni quindi prima della schiumatura sono stati sottoposti a lavaggio in acetone con lavatrice ultrasonica per 20 minuti. Il risultato tuttavia non è cambiato e la formazione di questi agglomerati scuri in superficie è stata verificata per tutti i campioni.

Da una prima analisi EDS tali composti sono risultati ricchi di silicio, magnesio ed ossigeno, mentre l'analisi di diffrazione RX evidenzia anche la presenza di carbonio.



Figura 53: Campione 13 schiumato con fuori estrusi scuri in superficie

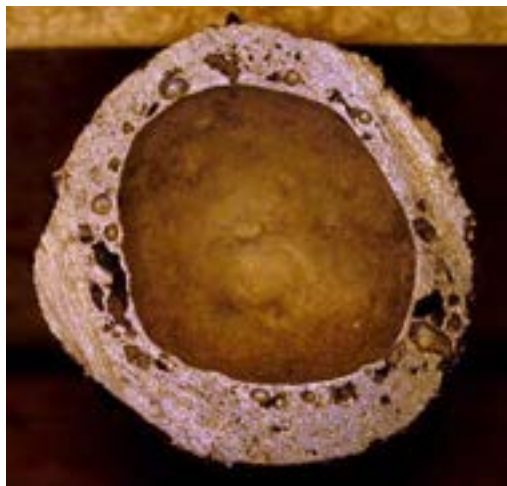
Il meccanismo di formazione di questi composti può essere legato all'impiego di  $TiH_2$  non trattato. Confrontando la curve DSC su precursore commerciale AlSi10 preso come riferimento, con le curve DSC dei precursori sviluppati è evidente che le temperature di rilascio dell'idrogeno che per i precursori sviluppati sono fra 430-445 °C (vedi Figura 41 e Figura 42) mentre il rilascio nel precursore commerciale è molto più lento ed a partire da 480°C fino a 525°C (vedi Figura 54).



**Figura 54: Spettro DSC effettuato su trucioli di precursore schiumabile di AlSi10. Riscaldamento da 300°C a 650°C a 20°C/min.  $\gamma$ : picco di decomposizione del  $TiH_2$ ; A: 580°C; B: 587°C; C: 594°C; D: 601°C; E: 620°C.**

Il meccanismo più probabile è quindi che l'idrogeno liberato ancora con la lega allo stato solido possa interagire con il SIC, trasportando il carbonio in superficie legato eventualmente agli elementi di lega in particolare Al e Magnesio sotto varie forme da silicati a carburi.

Questo spiegherebbe anche perché la schiuma ottenuta si riduce essenzialmente ad un'unica grande bolla con spessore di parete elevato. Ovvero, la schiumatura sull'esterno del precursore non avviene in quanto l'idrogeno creato a 430°C diffonde rapidamente verso l'esterno e l'interno del precursore. Quindi la zona esterna del precursore, arrivata alla temperatura di schiumatura (540-590° C) resta priva di idruro di titanio mentre l'idrogeno resta intrappolato al centro creando una coalescenza fra le bolle.



**Figura 55: Sezione campione 12**

## 6 Realizzazione di precursori di AFS

Questa fase è stata mirata alla realizzazione di precursori sandwich ed allo stesso tempo alla pressatura diretta delle polveri nella matrice per evitare inquinamenti da carbonio.

Sono stati utilizzati dei dischetti realizzati per tornitura e taglio da una barra di AA6060. Per promuovere l'attivazione delle superfici a contatto con le polveri queste sono state trattate con carta abrasiva SIC Grit 220 immediatamente prima del loro utilizzo per eliminare lo strato di allumina superficiale.



Figura 56: Dischetti diametro 30 mm e spessore 1, 5 +/-0,2mm utilizzati per la realizzazione di compositi AFS

In queste prove, l'involucro di alluminio, che nelle precedenti prove conteneva le polveri evitando che queste interagissero direttamente con la matrice di compattazione, è stato rimosso evitando l'impiego di qualsiasi agente lubrificante per evitare l'introduzione di agenti inquinanti. La Figura 57 mostra la sequenza di preparazione.

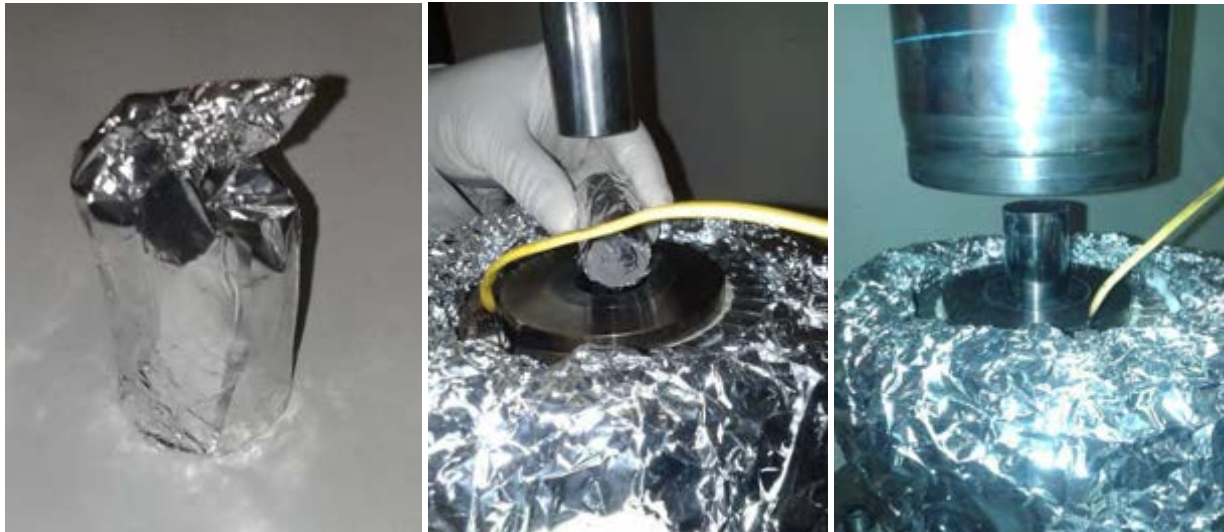


Figura 57: Sequenza di preparazione di precursori di AFS con pelli di alluminio.

Considerato che l'obiettivo della compattazione, oltre a realizzare il legame con le pelli di alluminio introdotte, è quello di incrementare la densità del compattato e ridurre i tempi di compattazione è stato deciso di incrementare la temperatura di compattazione e ridurre i tempi dei cicli di pressatura da 5 a 2 minuti. I test effettuati sono sinterizzati in Tabella 9. Il grafico del ciclo di compattazione che in questo caso ha una durata complessiva di 17 minuti è mostrato in Figura 58.

La compattazione con dischi di alluminio e polveri ha mostrato come sia a 300°C che a 350° C, pur riducendo il tempo del ciclo di pressatura, ha portato ad una buona adesione del metallo alle polveri compattate realizzando il precursore composito desiderato (vedi Figura 59).

Temperatura	Pressione	Cicli [n]/durata[min]	AlMg4Si8Cu
300	300	6/2	PAFS1
350	300	6/2	PAFS3

Temperatura	Pressione	Cicli [n]/durata[min]	AlMg4Si8
300	300	6/2	PAFS2
350	300	6/2	PAFS4

Tabella 9: Parametri per compattazione con pelli di alluminio

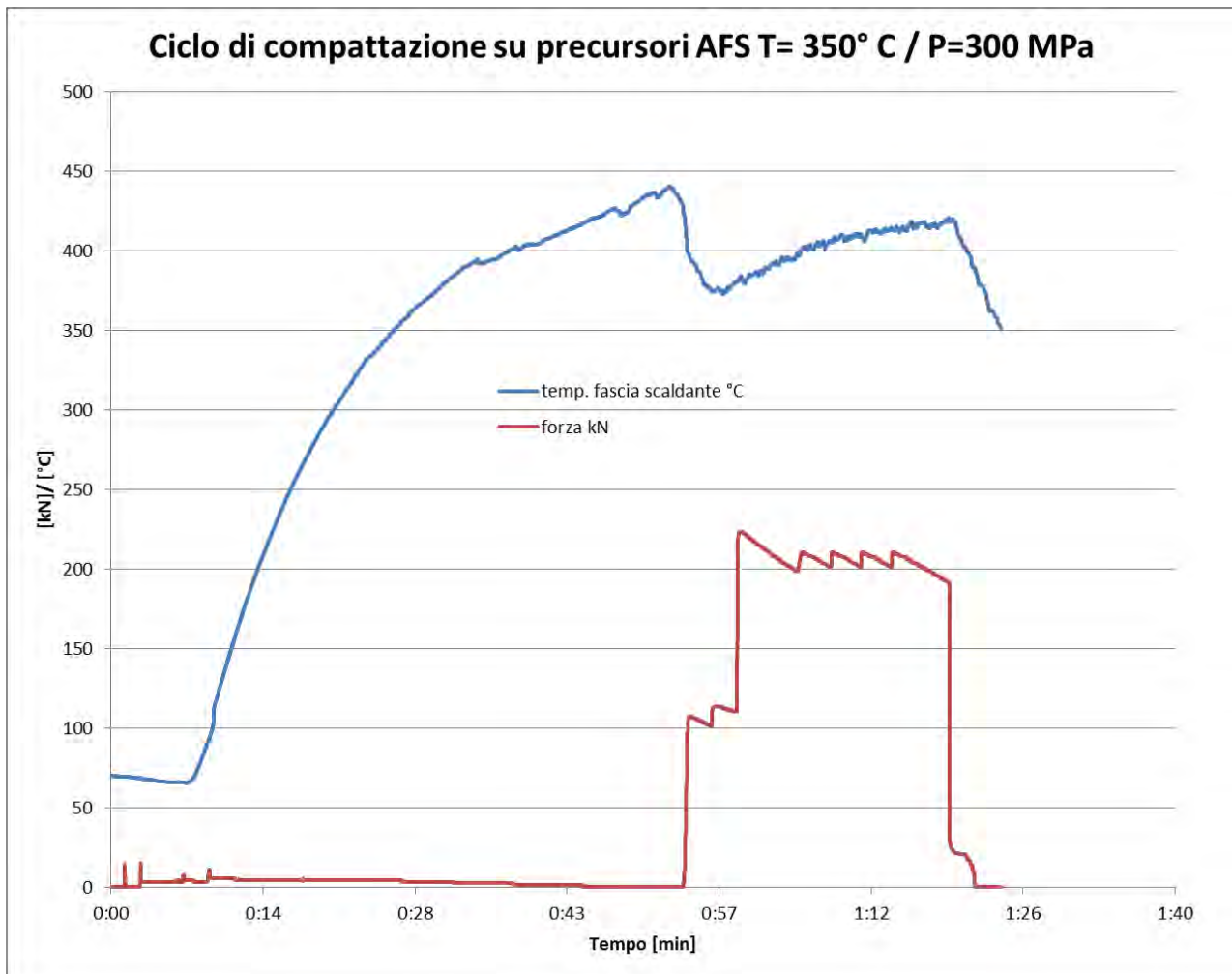
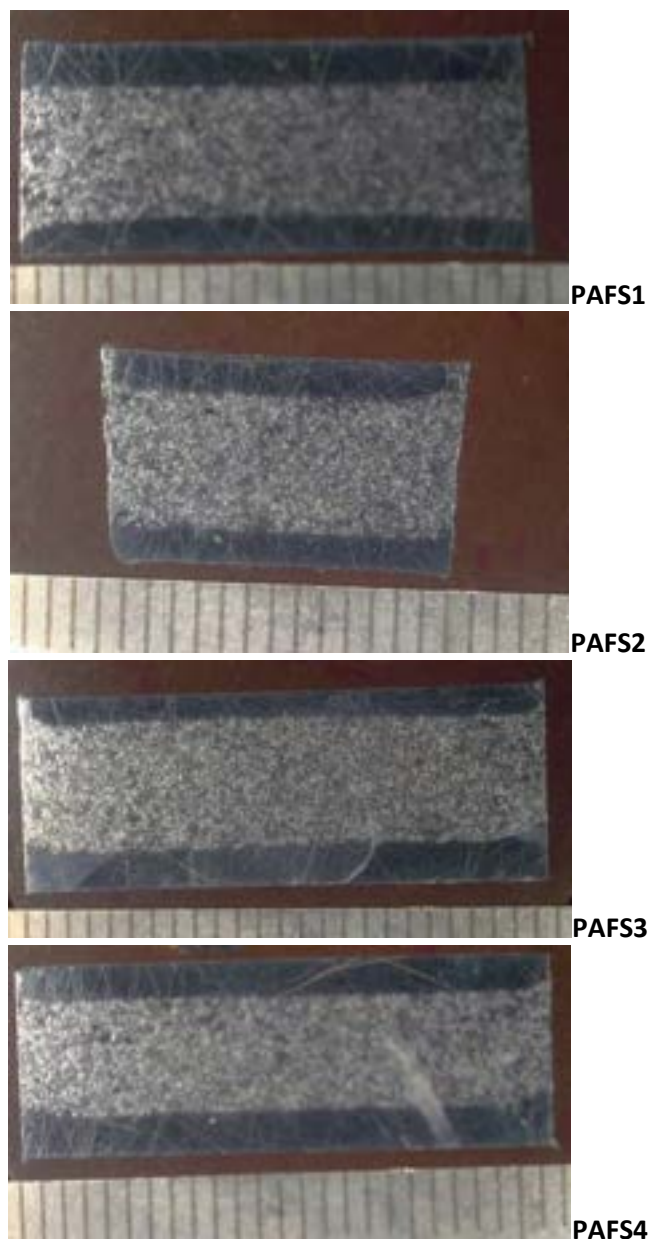


Figura 58: Ciclo di compattazione con tempo ridotto per precursori di AFS



**Figura 59: Macrografie dei precursori di AFS**

Il legame generato dalla pressatura a caldo avviene nel modo desiderato, tuttavia, l'assenza completa di sistemi lubrificanti provoca alcune problematiche operative legate all'incollaggio delle polveri di alluminio anche alle incudini che vanno ripulite ad ogni ciclo. Inoltre, si è osservata la formazione di composti aderenti al mantello della matrice di compattazione particolarmente abrasivi.

La Figura 60 mostra infatti come sul mantello del precursore e delle stesse incudini in acciaio da utensili tendano a formarsi delle striature.



**Figura 60: Aspetto del precursore AFS e striature da attrito**

I risultati della schiumatura sono mostrati nella Figura 61. Anche in questo caso, ed in particolare nella zona di taglio dei precursori, si osserva la formazione di un composto amorfo scuro e poroso.



**Figura 61: Campioni schiumati di precursori composti con pelli di alluminio di spessore 1,5 +/- 0,2 mm**

I cicli di schiumatura per i due campioni più rappresentativi sono mostrati in Figura 62 e Figura 63. I parametri di schiumatura sono stati impostati con temperatura di 630° C ma la prova è stata effettuata in modalità manuale interrompendola in funzione del profilo dell'espansione.

In particolare, il campione PAFS3 mostra l'inizio dell'espansione dopo circa 4 minuti che dopo una crescita per circa 3 minuti tende ad arrestarsi per ulteriori 4 minuti per poi ridursi, a questo punto il campione è stato scaricato dal forno.

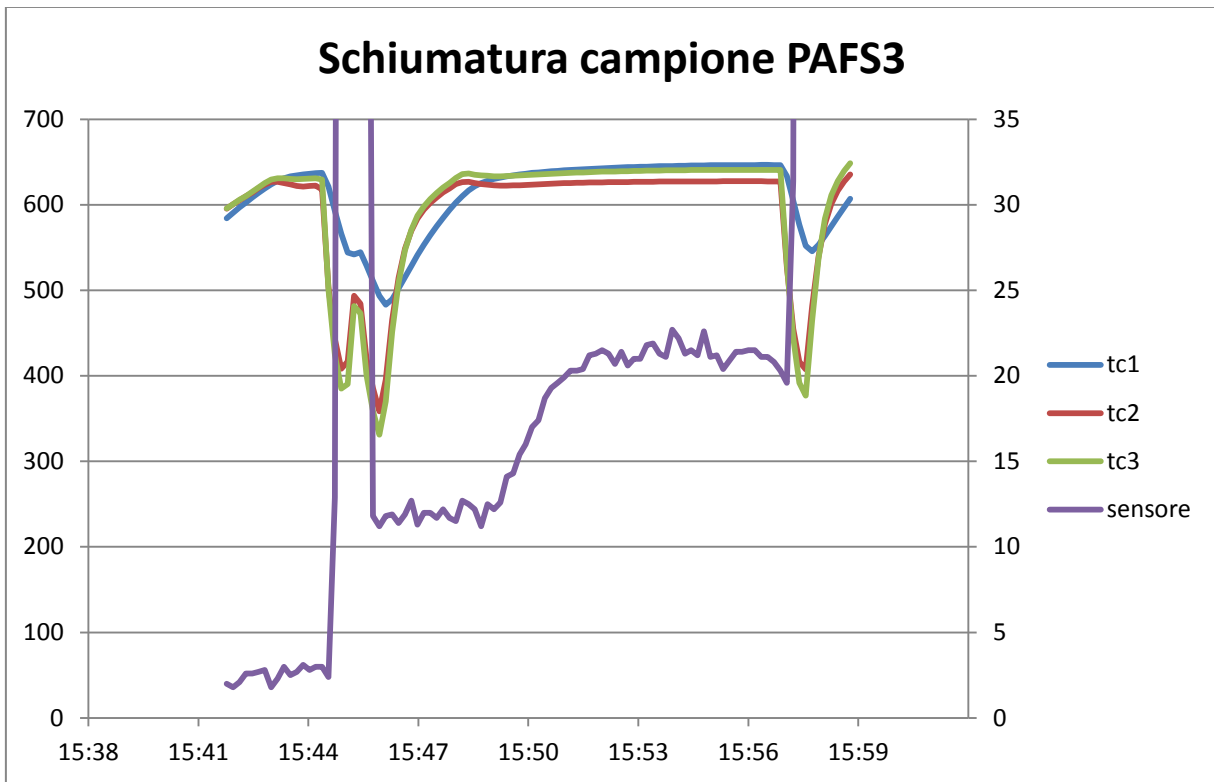


Figura 62: Registrazione del processo di schiumatura del campione PAFS3

Il campione PAFS4 tende ad avere un profilo simile ma raggiunge un'espansione inferiore che però si stabilizza e permane per circa 13 minuti. In questo caso la prova è stata interrotta dopo 20 minuti.

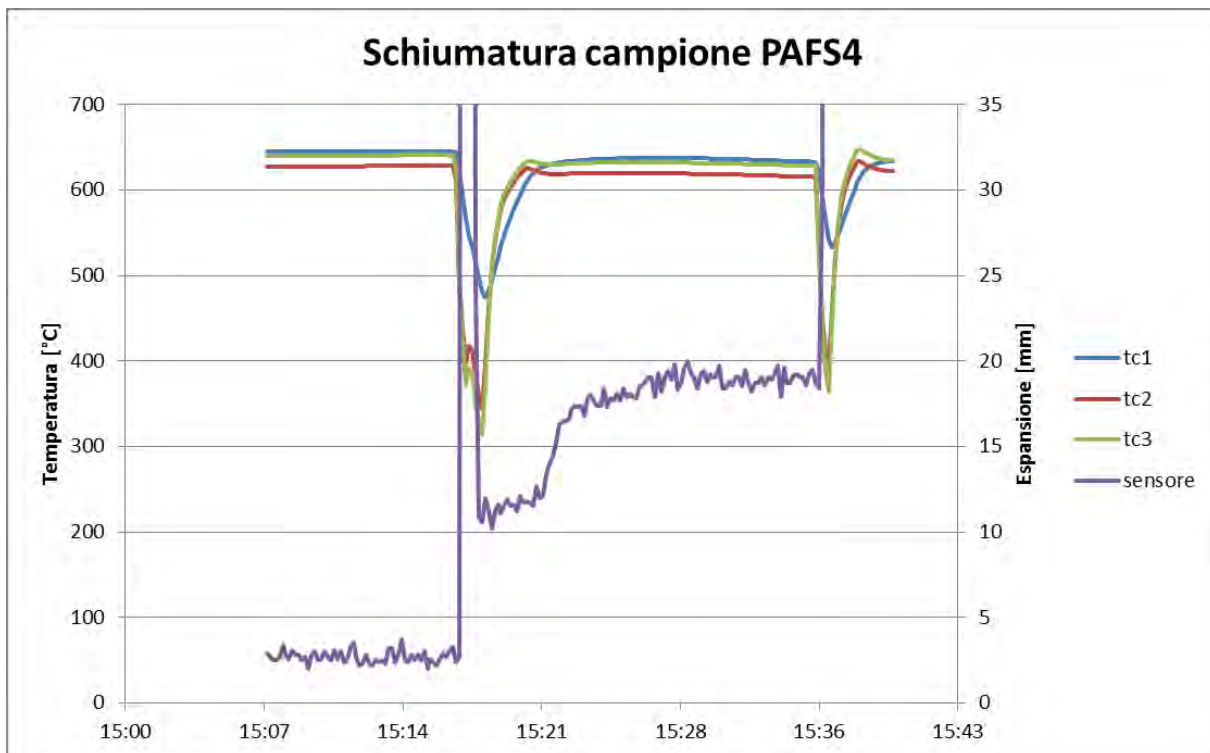


Figura 63: Registrazione del processo di schiumatura del campione PAFS4

Il confronto diretto dell'espansione fra i due campioni, mostrato in Figura 64, mette in evidenza che per il campione contenente rame, a questa temperatura, la schiumatura avviene più rapidamente e permette di raggiungere un'espansione leggermente maggiore rispetto al campione contenente solo Al-Mg-Si.

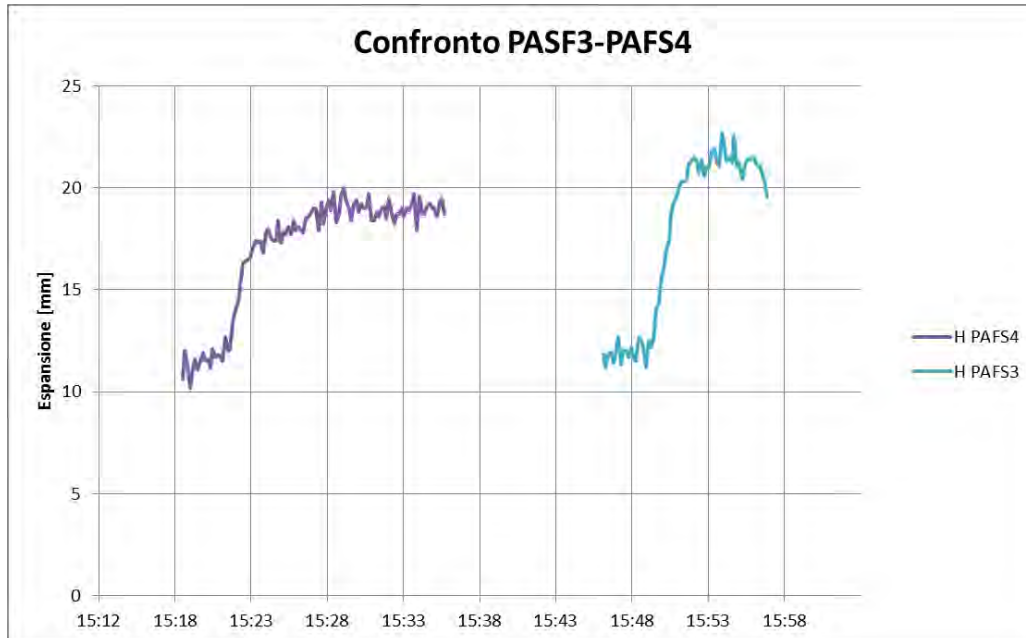


Figura 64: Confronto fra l'espansione di campione a base di AlMg4Si8Cu4 e di solo AlMg4Si8

Le sezioni macrografiche (Figura 65) mostrano come entrambi i precursori presentino bolle essenzialmente al centro mentre sulle pareti laterali si ha la presenza solo di micropori. Il precursore PAFS3 a base della lega AlMg4Si8Cu4 presenta una densità minore e un numero maggiore di pori.

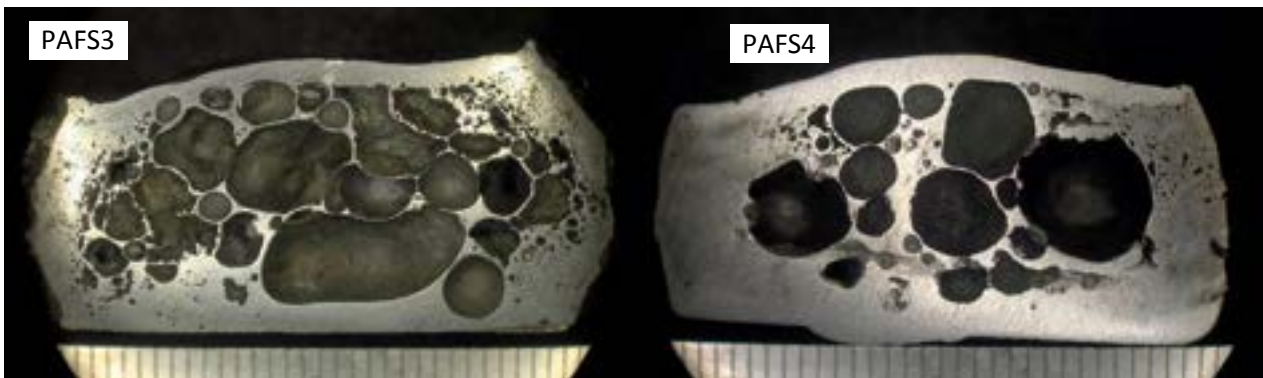


Figura 65: Sezioni macrografiche dei precursori per sandwich AFS

Il fenomeno può essere attribuito, come già spiegato per i semplici precursori, a due fattori:

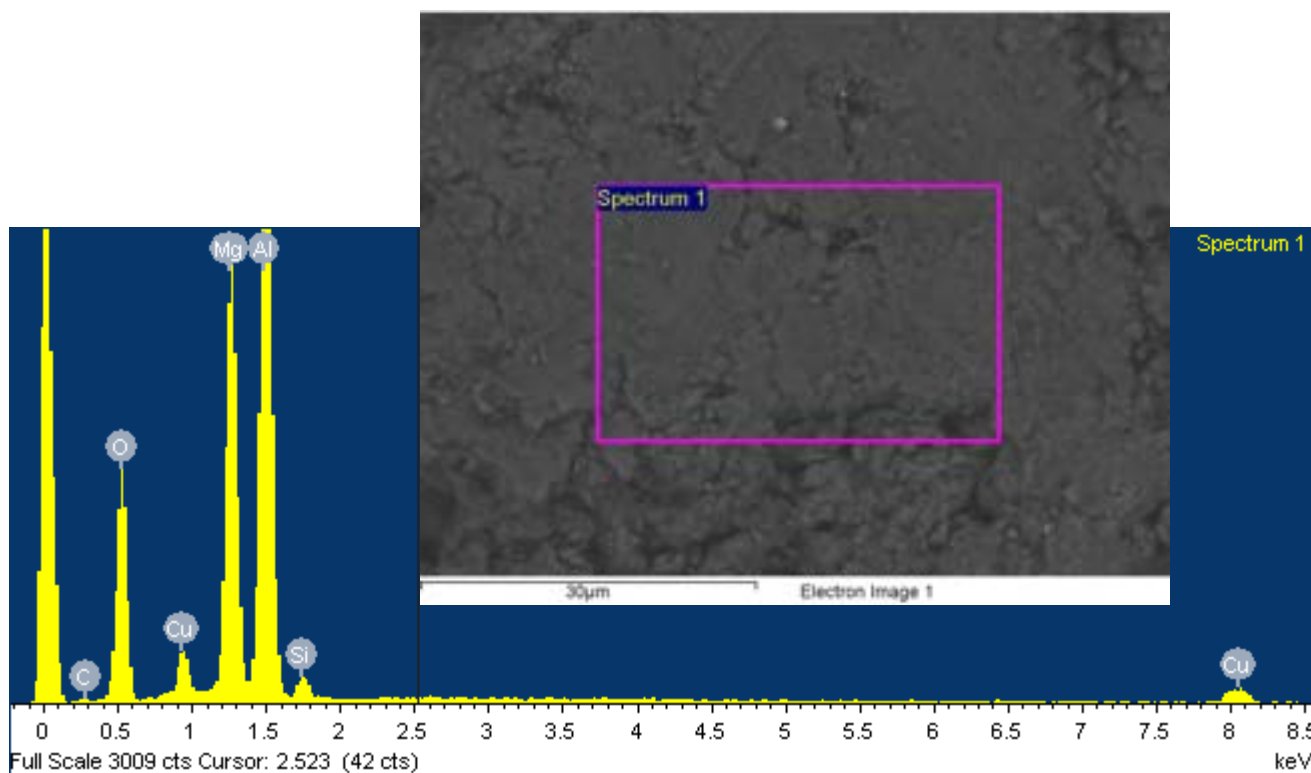
- 1- l'impiego di solo  $TiH_2$  non trattato, la cui decomposizione ha inizio a 420-430 °C quando la lega è ancora allo stato solido. Questo implica che le zone di periferia tendono a perdere l'idrogeno verso l'esterno senza partecipare alla schiumatura;
- 2- Il fenomeno del punto 1 risulta rafforzato dal fatto che per i fenomeni di attrito con il mantello di pressatura la densità locale nella periferia del campione potrebbe essere inferiore rispetto al centro.

Il fattore principale sembrerebbe tuttavia essere il primo e questo giustificherebbe anche la formazione del composto amorfo scuro in superficie come un fenomeno dovuto al trasporto da parte dell'idrogeno del

carbonio delle particelle di SIC e la formazione, a contatto dell'ossigeno atmosferico ad alta temperatura di silicati di Al e Mg.

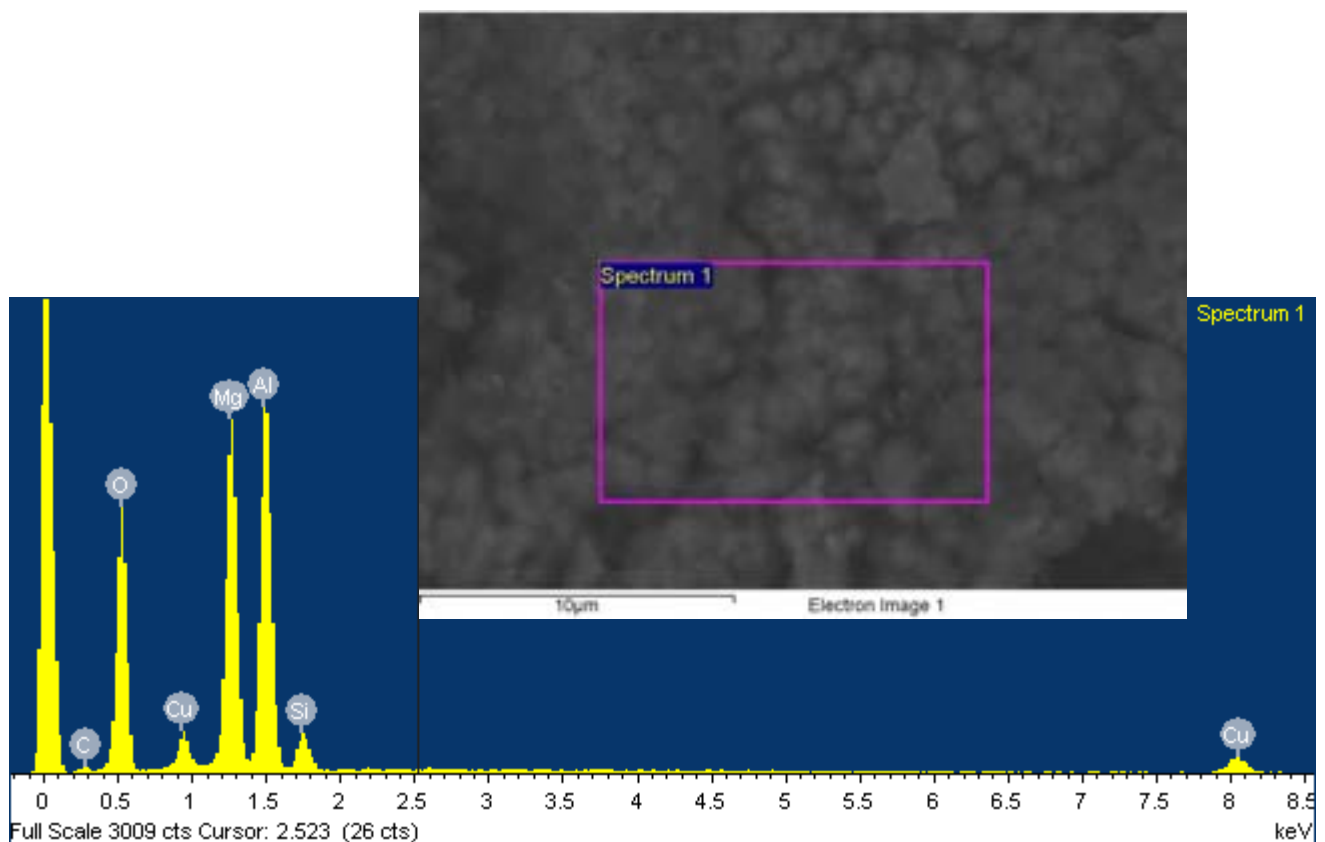
### 6.1 Analisi SEM/EDS dei prodotti fuori estrusi indesiderati

L'analisi SEM/EDS sulla polvere ricavata dal fuori estruso scuro del campione PAFS3, che è un compattato per precursori a base di polveri AIMg4Si8Cu4, è riportata di seguito e conferma quanto emerso dalle analisi di diffrazione RX.



Element	Weight%	Atomic%
C K	4.24	7.64
O K	30.47	41.20
Mg K	18.34	16.32
Al K	39.51	31.67
Si K	1.49	1.15
Cu K	5.94	2.02
Totals	100.00	

Figura 66: Analisi SEM/EDS di polveri di fuori estruso scuro del campione PAFS3



Element	Weight%	Atomic%
C K	6.15	10.49
O K	38.02	48.72
Mg K	19.52	16.47
Al K	26.22	19.93
Si K	2.78	2.03
Cu K	7.31	2.36
Totals	100.00	

**Figura 67: Analisi SEM/EDS di polveri di fuori estruso scuro del campione PAFS3**

In particolare, i vari spettri analizzati mostrano la presenza di alluminio, magnesio ed ossigeno oltre che, in quantità minore: rame, carbonio e silicio.

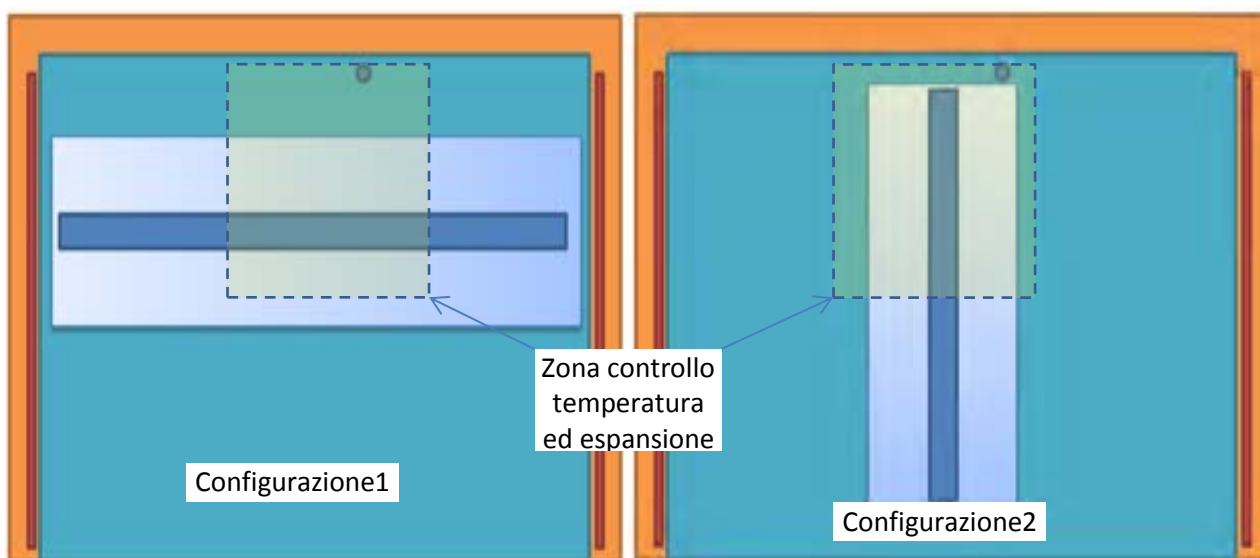
Questo implica che il composto è costituito principalmente da ossidi, silicati e carburi dei metalli utilizzati per realizzare i precursori. Resta da investigare quali siano esattamente i meccanismi di formazione. Tuttavia, visto che nei precursori commerciali non si osserva la formazione di tali prodotti, l'ipotesi descritta in precedenza (paragrafo 5) risulta abbastanza plausibile. In particolare, la presenza di carbonio per il campione analizzato può essere dovuta solo al trasporto di questo con dissociazione del SIC, considerato che le analisi sono state condotte sul campione PAFS3 non soggetto a inquinanti di tipo carbonioso.

## 7 Estrusi di alluminio rinforzati con schiume di alluminio

La realizzazione di estrusi rinforzati con schiuma di dimensione maggiore è stata resa possibile grazie al sistema di carico/scarico automatico acquisito nel corso dello scorso PAR.

In particolare, lo studio è stato effettuato per valutare le potenzialità di realizzare estrusi a sezione rettangolare di lunghezza fino a 400 mm con precursori commerciali di tipo AlSi10 già testati per la realizzazione di elementi compositi cilindrici.

Sono stati effettuati vari test nelle configurazioni del forno mostrate in Figura 68.



**Figura 68: Set up sperimentale per controllo processo in due configurazioni utilizzate**

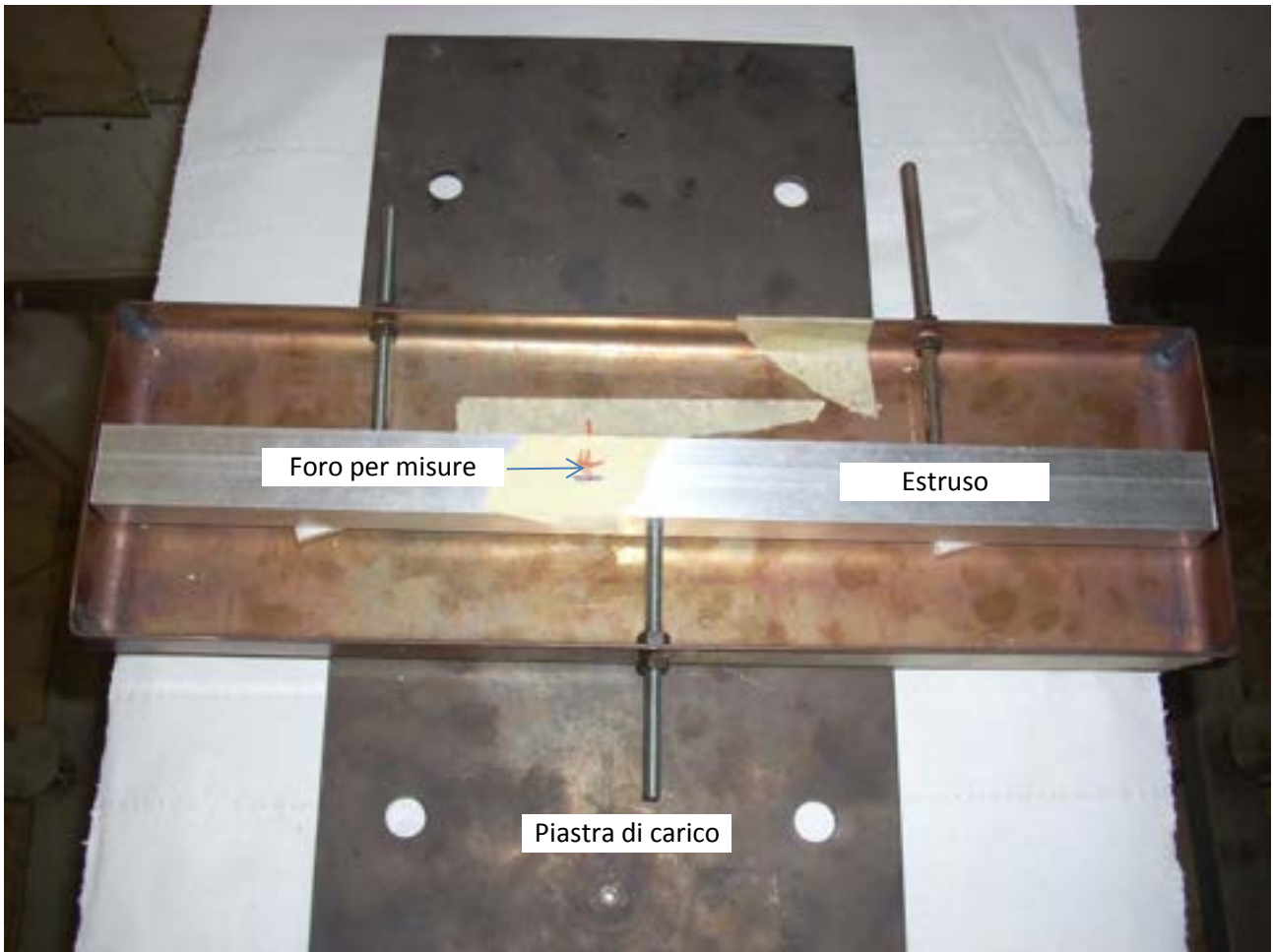
La figura mostra il set up sperimentale che prevede il posizionamento dell'estruso al centro in un'apposita vaschette in acciaio che eviti l'eventuale fuoriuscita della schiuma. Il riscaldamento del forno è effettuato a per mezzo di resistori evidenziati in rosso per cui le due configurazioni scelte, ortogonali fra di loro sfruttano in modo differente la distribuzione di temperatura del forno che in realtà garantisce un'area di temperatura controllata di dimensioni inferiori che è evidenziata nella figura.

Per i test sono stati utilizzati estrusi di lega di alluminio AA6060 T6 di dimensioni 20 x 30 mm x 2 mm di spessore e 400 mm di lunghezza.

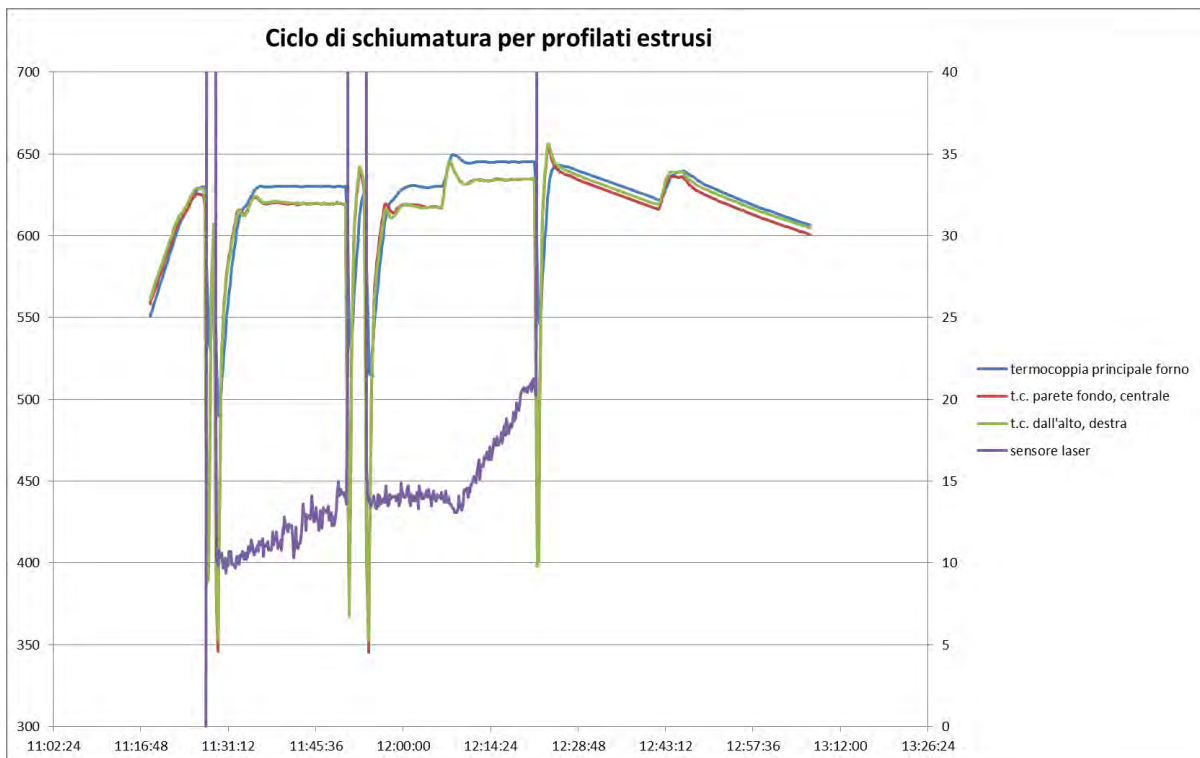
Come mostrato nella Figura 69 sono stati allineati in una vaschetta di acciaio inox fissata sulla piastra del sistema di carico automatico e forati in corrispondenza del misuratore laser.

Nella sezione cava, di 16 x 26 mmq, è stato inserito un precursore rettangolare 20 x 5 mm il AlSi10. Ciò comporta che è necessaria un'espansione pari a 4,16 volte il volume iniziale per riempire completamente l'aria che corrisponde ad ottenere una densità della schiuma di 0.62g/cmc, in linea con i valore di 0,55 g/cmc ottenuti nella schiumatura del solo precursore.

Il ciclo di schiumatura per due esperimenti successivi è mostrato nella Figura 70, ed in Tabella 10 sono riportati i principali parametri di schiumatura.



**Figura 69: Set Up per produzione di estrusi rinforzati con schiuma**



**Figura 70: Ciclo di schiumatura per profilati estrusi**

Temperatura	Tempo	Configurazione	
645	28-30	2	<b>PRS1</b>
630	25-28	1	<b>PRS2</b>

Tabella 10: Parametri per schiumatura in estrusi di alluminio

La schiumatura in configurazione 1 mostra i limiti di omogeneità di temperatura del forno in quanto le estremità più vicine agli elementi scaldanti tendono a raggiungere la fusione pur mantenendo la temperatura del forno impostata a 630°C, mentre la schiumatura non è del tutto completata.

La Figura 71 mostra l'analisi RX del campione PRS1 e le sezioni realizzate a circa 40 mm dell'estremità del profilato che ha mostrato delle parti portate a parziale fusione.

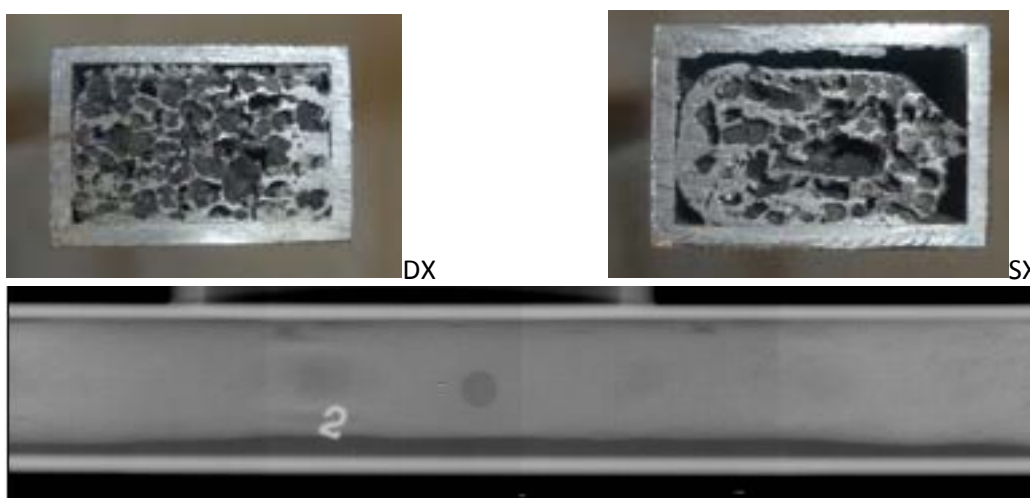


Figura 71: RX e sezioni macrografiche a 40 mm dalle estremità del campione PRS1

La realizzazione dei profilati schiumati ha dato invece buoni risultati nella configurazione 2 nella quale, pur portando al temperatura del forno ad una temperatura più prossima a quella di fusione del profilato, il profilato ha mostrato solamente una piccola zona di collasso nella parte più prossima alla parete frontale del forno mentre la schiumatura è risultata abbastanza omogenea lungo tutto il profilato. Questo risultato è possibile dato che la temperatura nella zona del profilato infatti non supera i 625°C salvaguardando l'integrità del profilato e garantendo allo stesso tempo una temperatura ottimale di schiumatura del precursore AlSi10.

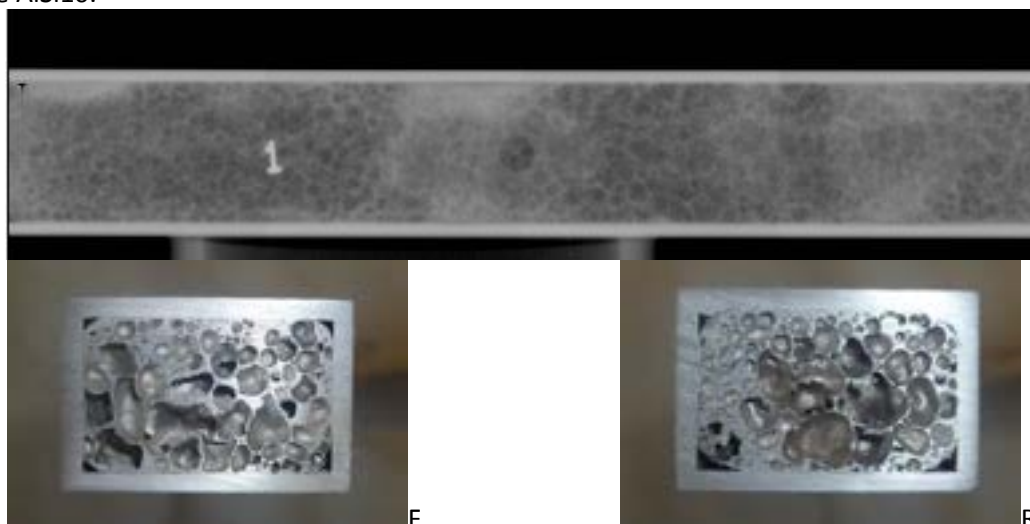


Figura 72: RX e sezioni macrografiche a 40 mm dalle estremità del campione PRS2

Le analisi visive e RX mostrano come questa soluzione permetta la realizzazione di profilati rinforzati sufficientemente omogenei per una lunghezza compresa fra 300 e 350 mm.



**Figura 73: Profilato estruso di lunghezza 400 mm con evidenza della zona di collasso per eccessiva vicinanza alla parete posteriore del forno**

Rimane evidenziato il fatto che il forno è un elemento chiave per una schiumatura omogenea e che deve essere di dimensioni sensibilmente maggiori al componente da trattare in modo da garantire una zona di omogeneità della temperatura di dimensioni adeguate.

## 8 Conclusioni

In conclusione sono state sviluppate le metodologie di fabbricazione, dalla miscelazione alla schiumatura, di precursori eutettici che permettono un buon accoppiamento con leghe di alluminio della serie 6xxx. Il livello di densificazione raggiunta è stato sempre superiore al 92% con picchi oltre il 98% per i precursori a base di  $\text{AlMg}_4\text{Si}_8$  mentre per la miscela quaternaria  $\text{AlMg}_4\text{Si}_8\text{Cu}_4$ , a parità di condizioni di compattazione, le densità raggiunte sono state sempre inferiori al 93%.

La differenza di densità a livello macroscopico è stata osservata anche a livello microscopico mediante analisi SEM. Ciò implica come anche piccole variazioni nella composizione della miscela di polveri, in termini di granulometria e tipologia di polveri, agisce sui parametri di compattazione.

La tecnica di ball milling utilizzata non ha introdotto grandi fenomeni di *mechanical alloying* ma fondamentalmente ha permesso una buona miscelazione delle polveri ed una buona distribuzione del SiC e del  $\text{TiH}_2$  nella miscela e nei successivi precursori. In accordo ai dati di letteratura le prove DSC sulle miscele e sui precursori hanno permesso di evidenziare come sia sufficiente una buona miscelazione per dare origine a fenomeni diffusivi di contatto fra particelle per la formazione delle leghe eutettiche. Infatti, le differenze fra le curve DSC sulle polveri e quella sui precursori sono risultate estremamente limitate nel secondo ciclo di riscaldamento.

La compattazione promuove invece la formazione delle leghe già in primo riscaldamento in quanto in questo caso le differenze fra le curve DSC sulle polveri e sul compattato sono evidenti. Complessivamente le analisi DSC hanno evidenziato come l'aggiunta di rame permetta una riduzione dei circa  $10^\circ\text{C}$  sull'intervallo di fusione della lega. Questo effetto può giustificare come la schiumatura sia risultata migliore per questo precursore pur raggiungendo livelli di compattazione inferiori.

E' stato verificato che la compattazione simultanea delle miscele di polveri con lamiere di alluminio permette di ottenere direttamente per compattazione uniaassiale a caldo dei precursori compositi.

Le problematiche ancora aperte sono: Il livello di densità ottenuta delle schiume, che è ancora inferiore a quella dei prodotti commerciali, e la produzione di un prodotto di schiumatura non desiderato, molto probabilmente ossidi e silicati di magnesio e alluminio i cui meccanismi di formazione non risultano ancora ben chiari. In prima ipotesi, l'utilizzo di  $\text{TiH}_2$  non trattato che si decompone a  $420\text{-}430^\circ\text{C}$  tende a reagire con il SiC l'alluminio e il magnesio creando in superficie ossidi, silicati e carburi amorfi sotto forma di fuori estrusi dalla pellets.

E' probabile che entrambe le problematiche potranno essere superate mediante il miglioramento delle miscele in termini di tipologia e quantità di agenti schiumanti (vedi impiego di  $\text{TiH}_2$  trattato).

Inoltre, sono estremamente interessanti i risultati ottenuti con il forno di schiumatura sviluppato, nell'ambito di questa attività di ricerca, che permette di dimostrare le possibilità di realizzare estrusi di alluminio rinforzati con schiume metalliche anche di dimensioni pre industriali, fino a 300 mm di lunghezza con un livello di porosità omogeneo. Lo sviluppo di precursori bassofondenti a base di Al, Si, Mg e Cu, oltre a permetter un migliore accoppiamento con i profilati estrusi di differenti leghe, promette di incrementare ulteriormente le prestazioni degli estrusi rinforzati in quanto le schiume in fase di sviluppo sono trattabili termicamente a differenza delle leghe binarie AlSi commerciali fin ora utilizzate.

## 9 Bibliografia

- [1] A. F. S. T. John Banhart, «Recent Trends in Aluminum Foam Sandwich Technology,» *Advanced Engineering Materials*, vol. 14, n. 12, pp. 1082-1087, 2012.
- [2] H.-W. S. John Banhart, «Aluminium Foam Sandwich Panels: Manufacture, Metallurgy and Applications,» *Advanced Engineering Materials*, vol. 10, n. 9, pp. 793-802, 2008.
- [3] F. G.-M. J. B. H.-M. Helwig, «A study of Mg and Cu additions on the foaming behaviour of Al–Si alloys,» *Journal of Materials science*, vol. 46, n. 11, pp. 5227-5236, 2011.
- [4] I. D. a. J. Banhart, «A Study of aluminium foam formation - kinetics and microstructure,» *Acta mater*, vol. 48, pp. 2349-2362, 2000.
- [5] L. D. B. J. R.-P. M.A., «Adaptation of aluminium foam properties by means of precipitation hardening,» *Materials Science & technologies*, vol. 18, pp. 474-479, 2002.
- [6] F. P. M. B. A. L. B. F. V. A. Boschetto, «Kinematic observations and energy modeling of a Zoz Simoloyer high-energy ball milling device,» *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2013.

## 10 Abbreviazioni ed acronimi

AFS: Aluminium Foam Sandwich  
SEM: Scanning Electron Microscope  
DSC: Differential Scanning Calorimetry  
EDS: Energy Dispersive spectroscopy  
DOE: Design of Experiment