

POLITECNICO DI TORINO

I Facoltà di Ingegneria  
Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

Tesi di Laurea Magistrale

**Studio del trattamento T6 di leghe di alluminio per colata in  
gravità per la realizzazione di componenti a composizione  
funzionalizzata**



Relatore:  
Prof. Marco Actis Grande

Candidato  
Davide Ghisolfi

Marzo 2019

*Si ringrazia*

*Mia Madre e mio Padre per il sostegno*

*I miei Bros per la pazienza*

*La mia Terra per la calma*

## Sommario

<b>Capitolo 1 .....</b>	<b>5</b>
<b>1. Compositi a composizione funzionalizzata .....</b>	<b>5</b>
1.1 Pistoni ed una vita a fatica .....	5
1.2 Nuova classe di compositi: FGM .....	8
1.3 Colata in gravità sequenziale .....	10
<b>Capitolo 2 .....</b>	<b>12</b>
<b>2 Leghe Al Si .....</b>	<b>12</b>
2.1 EN AC 42100.....	13
2.2 EN AC 48000.....	16
<b>Capitolo 3 .....</b>	<b>20</b>
<b>3. Raccolta dati ed Analisi .....</b>	<b>20</b>
3.1 Procedura sperimentale.....	20
3.2 Premesse: Trattamento Termico .....	21
3.3 Analisi dei dati: Trattamento T6.....	25
3.4 Analisi dei dati: sferodizzazione del silicio .....	31
<b>Capitolo 4 .....</b>	<b>39</b>
<b>4 FGM, prove meccaniche e microstruttura .....</b>	<b>39</b>
4.1 Microstruttura FGM.....	39
4.2 Prove a Trazione.....	42
<b>Capitolo 5 .....</b>	<b>45</b>
<b>5 Sintesi e Conclusioni .....</b>	<b>45</b>
<b>Bibliografia .....</b>	<b>47</b>



## 1. Compositi a composizione funzionalizzata

L'abbattimento dei consumi di carburante nel settore trasporti urbani rappresenta una ardua sfida da affrontare, ma soprattutto da vincere. L'Europa, imponendo un limite di emissione estremamente basso rispetto agli standard pre protocollo di Kyoto, ha accelerato la ricerca in ambito automotive di nuove soluzioni per ridurre le emissioni di gas serra, generate dalle reazioni di combustione del motore termico. Maggiore è il peso del veicolo, maggiori saranno le emissioni stesse, dato l'aumento della cilindrata e quindi della potenza da generare per poter permettere il moto della vettura. Di conseguenza si è sviluppata una ricerca ad ampio raggio di soluzioni maggiormente efficaci atte alla riduzione dei consumi di carburante, partendo dalla sostituzione, dove possibile, di manufatti in acciaio o ghisa con materiali più leggeri, quali alluminio e magnesio. Così facendo, riducendo i pesi dei veicoli, diventa possibile usare motori a minore potenza permettendo un grosso risparmio di carburante e il rispetto delle nuove norme pro ambiente che entreranno in vigore nel 2022. L'utilizzo di leghe Al-Si come materiale base per pistoni ha portato significativi risultati in questa direzione, sfruttando la bassa densità di questa classe di materiali e il contributo della fase silicio alla riduzione dell'espansione termica, deleteria per questo tipo di applicazione. Contemporaneamente, però, l'aumento di prestazioni richieste per questi motori, nell'ordine di pressioni, resistenza all'usura, temperatura di esercizio ha inficiato sulle prestazioni meccaniche della lega standard per pistoni AlSi12CuMgNi portando ad un aumento delle fratture per fatica di questi componenti automotive. La variazione di composizione di questa lega con l'incremento di elementi formatori di intermetallici, da cui derivano le proprietà meccaniche a temperatura di esercizio, nonché la durezza della lega, come Ni, Cu, Mg non rappresentano una soluzione completa, in quanto si infragilisce ulteriormente una lega già poco deformabile plasticamente. Il risultato sarebbe, quindi, una inevitabile rottura prematura in esercizio. La soluzione alla richiesta di maggiori durezza e resistenza alle temperature di esercizio, di media attorno a 200°C ma in aumento, accompagnata da una buona tenacità a frattura, viene fornita da materiali ibridi di nuova generazione come i compositi funzionalizzati, propriamente detti *Functional Graded Material (FGM)*. Essi sono materiali composti la cui composizione varia lungo una o più direzioni del volume del pezzo realizzato, conferendogli proprietà termiche, meccaniche, elettriche ecc. differenti in punti diversi dello stesso. Nel caso dei pistoni in campo automotive si tratterebbe di realizzare il cielo, la parte superiore del pistone a contatto con il combustibile, con la EN AC 48000 ( designazione europea delle leghe da pistoni ) e il mantello, componente inferiore al cielo a cui la biella è connessa, in una lega più duttile che assorba tutti i danni del componente e ne aumenti la vita in esercizio, ma che mantenga una buona durezza. Questo lavoro di tesi si collega ai precedenti lavori che Elisa Fracchia et Al<sup>1,2</sup>. hanno svolto in questa direzione, proponendo come lega più duttile la EN AC 42100, anch'essa usata in ambito automotive per la realizzazione di componenti strutturali. Prima che venga affrontato lo studio del trattamento termico di questo composito, è bene comprendere, dalla letteratura scientifica, i diversi danneggiamenti che un pistone subisce in esercizio e le zone dove sono più concentrati, così che si possa giustificare la necessità di produrlo in questa nuova tipologia di composito. Inoltre conoscere le tecnologie di formatura con cui li si può realizzare, in particolare la tecnologia della colata in gravità sequenziale con cui si sono realizzati i compositi di questo studio, permette di attribuire i pregi e i difetti di tali produzioni, così da avere un quadro completo dello stato dell'arte di questi materiali.

### 1.1 Pistoni ed una vita a fatica

I pistoni sono, tra i componenti motore, quelli che presentano sollecitazioni di natura mista tra le più intense del veicolo. Con mista si identificano le sollecitazioni meccaniche e termiche derivanti dall'ignizione del carburante nei cilindri motore da parte della candela, se si tratta di motore a benzina, o del raggiungimento della temperatura di auto ignizione della miscela alle



**Figura 1 Esempio di cricche superficiali originate da fatica termica in due pistoni per motori diesel<sup>3</sup>.**

pressioni adiabatiche di esercizio, nel caso di motori diesel. Il ruolo di un pistone è quello di permettere il trasferimento di energia chimica immagazzinata nel combustibile in energia cinetica, la quale verrà trasmessa attraverso, in un'ottica semplificata, ad organi meccanici quali l'albero motore, il sistema di trasmissione con i riduttori del caso ed infine alle ruote motrici. L'espansione dei prodotti gassosi della combustione generano un aumento di pressione nel volume morto inferiore, producendo calore ed una spinta, sulla testa del cilindro, opposta alla direzione di moto precedente. La concatenazione corretta di ignizioni di carburante nei vari cilindri motore permette di avere un rendimento il più vicino possibile a quello teorico di  $\eta$  di 0.33 del ciclo di Carnot di una macchina termica ideale. L'abbattimento delle emissioni inquinanti, oltre a chiedere il corretto rapporto combustibile/comburente in ogni istante di moto e la maggiore pulizia del combustibile stesso, ha spinto ad abbandonare l'aspirazione naturale del mix combustibile aria nei cilindri motore con una aspirazione forzata con turbocompressori, i quali portano ad alzare le pressioni e le temperature raggiunte in esercizio<sup>3</sup>. Questo passaggio porta con sé le seguenti conseguenze: i) riduzione del dimensionamento dei motori, che porta ad un alleggerimento del veicolo; ii) Aumento di rapporto di compressione e quindi aumento del rendimento. Oltre a ciò si lavora anche sui tempi di innesco della miscela, per ottimizzare i tempi ciclo del moto del pistone e, quindi, generare nuova spinta solo quando esso si trova nella condizione di massima vicinanza con la parete opposta al cielo. Temperature e pressione più alte implicano necessariamente maggiori stress termici e meccanici sul pistone stesso, il quale riduce la sua vita in esercizio, riportando fratture e cedimenti per diverse concause classificabili proprio in base a danni di natura termica o meccanica. Come Silva ha documentato nel suo articolo *Fatigue on engine pistons – A compendium of case studies*<sup>4</sup> le cause di frattura di natura termica sono attribuibili a fenomeni di creep e per fatica termica dovuta alla distribuzione assiale e radiale delle temperature sul componente. Il ciclo di riscaldamento e raffreddamento che il pistone subisce induce, principalmente in superficie data la maggiore variazione di temperatura tra le zone accanto al punto di iniezione e quelle limitrofe, l'alternarsi di sforzi di compressione e trazione che inducono la formazione di cricche soprattutto nelle zone più soggette ad intensificazione degli sforzi quali venature nel cielo per dare spazio all'iniezione di combustibile. Nella Figura [1] si presenta l'immagine di un pistone che ha subito frattura da fatica termica; Silva dichiara che questo tipo di danneggiamento si riconosce dal fatto che porta a fratture multiple visibili nei pressi delle zone vicine all'innesco di fiamma. Questo perché, come si presenterà successivamente, la frattura di natura meccanica tende a far crescere una sola cricca nel punto di maggiore criticità ( difetti presenti nel materiale, porosità, fori da progetto, punti di discontinuità di sezione ecc...) mentre la fatica termica, al contrario, è un fenomeno meno selettivo che può nascere anche senza un difetto preciso del materiale; sono i gradienti termici ciclati nel periodo di vita del componente che ne costituiscono l'origine. I fenomeni di creep

rappresentano una causa secondaria di frattura che si unisce al ciclaggio termico, contribuendo, laddove sono presenti localmente le temperature più alte sulla superficie superiore del pistone, a generare tensioni residue di trazione a raffreddamento da sommare a quelle della dilatazione e contrazione locale del materiale. La frattura per fatica meccanica è dovuta ai continui urti che riceve il componente durante l'espansione istantanea dei prodotti di combustione generata dall'energia termica prodotta durante la combustione. L'innesco di frattura, dagli articoli consultati per approfondire l'argomento<sup>3-5</sup>, si origina o sul cielo del pistone, o nelle insenature per gli anelli di tenuta dell'olio motore, oppure nell'area inferiore a contatto con i cilindri motore (il mantello del pistone). Senza indagare le cause implicite date dalla microstruttura della lega EN AC 48000, dato che si svolgerà nel prossimo capitolo, si vuole descrivere principalmente le cause esterne che portano a frattura meccanica, le quali sono le forze di attrito per strisciamento e carichi impulsivi sul componente. Dato che gli organi del motore vengono mantenuti lubrificati dall'olio minerale ermeticamente circoscritto al volume del motore stesso, non si può permettere che esso vada ad inserirsi nei cilindri motore e partecipi alle reazioni di combustione poiché comporterebbe la formazione di prodotti ricchi di solfuri e nitruri. Pertanto la presenza di anelli di tenuta garantiscono il minore flusso di olio nel volume morto inferiore del cilindro motore possibile. Le insenature e gli stessi anelli devono per forza garantire la tenuta, perciò sono a battente con le pareti del cilindro e di conseguenza soggette a usura di strisciamento. Come mostra la figura [2] b) la base della rientranza in cui è inserito l'anello di tenuta è soggetta a flessione ciclica in esercizio e questo genera una frattura che si propaga fino a cedimento, rompendo la tenuta e, quindi, riducendo l'impulso massimo che può subire il pistone stesso. L'usura è anche la principale causa di frattura del mantello, i cui punti di criticità sono principalmente evidenziati in rosso in Figura [2] a), dove subiscono i valori più alti di tensione di taglio. Generalmente per le applicazioni motoristiche di alto livello, sul mantello e sull'anello di tenuta viene applicato un rivestimento in grafite come lubrificante solido, così da ridurre il coefficiente di attrito parete - pistone. Come ultima causa di frattura, ma non la meno importante, vi sono gli impatti ciclici che i gas di combustione esercitano ad ogni innesco. Si tratta di un danno fisiologico che subisce qualsiasi pistone. Come precedentemente accennato, la presenza di difetti come porosità ed impurezze, oppure presenza di fori o riduzioni di sezione, velocizzano la rottura del componente poiché si comportano come intensificatori degli sforzi locali. Avendo chiaro tutte le possibili cause di danneggiamento in esercizio di un pistone, si passerà nel prossimo paragrafo a dare luce ad una nuova classe di materiali FGM che potrebbero essere la soluzione a questo genere di applicazione in cui vengono chieste proprietà di natura diversa (durezza e resistenza alle alte temperature nel cielo del pistone e maggior duttilità con durezza minori al mantello) in zone opposte del componente stesso.

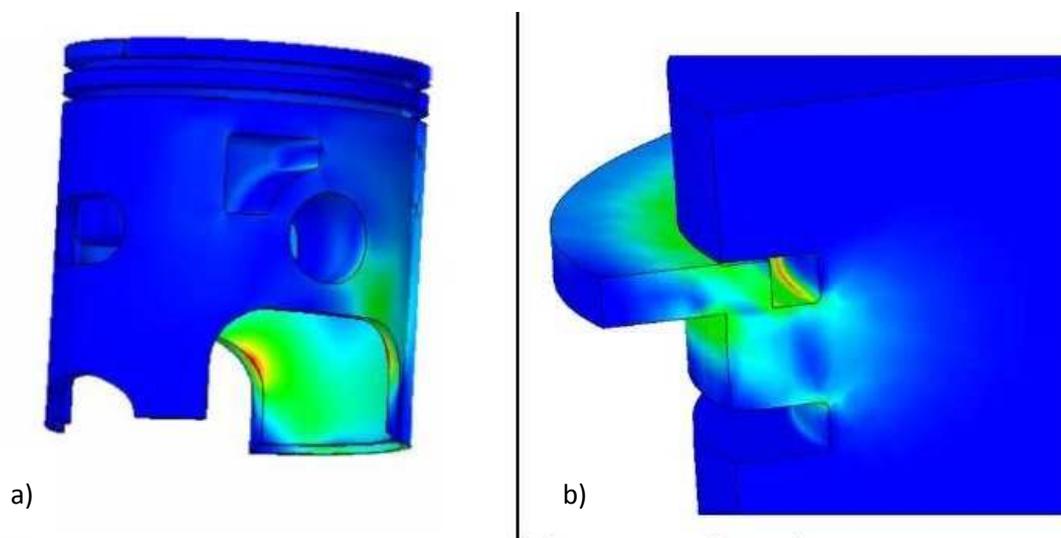


Figura 2 Simulazioni FEM distribuzione degli sforzi causate dalle forze di attrito agenti in esercizio sul mantello del Pistone ( immagine a sinistra ) e sull'incavo che ospita l'anello di tenuta ( immagine a destra ).

Ovviamente non è l'unica strada che si sta intraprendendo per aumentare la vita a fatica meccanica e termica del pistone, anche la variazione di composizione della lega di alluminio EN AC 48000 con un aumento di rame, nichel e ferro sta permettendo di aumentare la resistenza alle alte temperature, ma a scapito di un incremento di fragilità della lega, il quale non risolverebbe il problema della vita a fatica del componente.

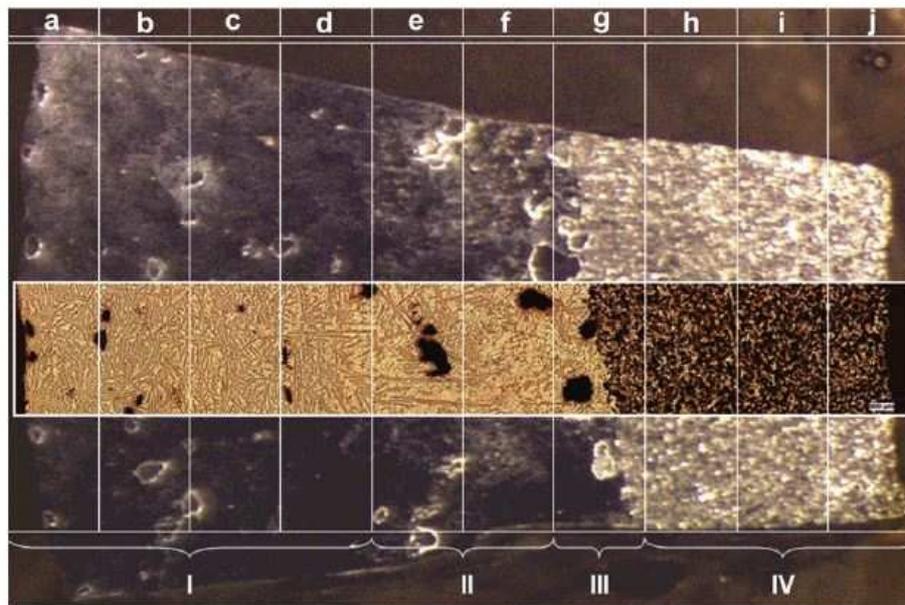
## 1.2 Nuova classe di compositi: FGM

In natura esistono svariati esempi di materia che presenta una composizione graduale lungo il suo sviluppo, a cominciare dalle viscere della Terra stessa, in cui dal nucleo liquido del pianeta alla superficie solida della crosta terrestre, la percentuale di elementi pesanti, fasi cristalline e stato della materia varia lungo il suo raggio. Anche senza scomodare la Natura in sé, in passato si sono creati compositi di questa natura per opera dell'uomo, basti pensare alla tecnologia di saldatura per Diffusion Bonding in cui si forza la giunzione, per mezzo di energia termica, attraverso la diffusione atomica reciproca di piastre i cui atomi principali costituenti il reticolo hanno una affinità chimica non troppo lontane dalla regola di Hume-Rothery. La differenza tra l'ultimo esempio citato e i Functional Graded Material è l'applicazione: la formazione di un layer di composizione mista tra le due piastre saldate ha come fine la sola giunzione, mentre nel caso di materiali a composizione funzionalizzata la natura dei materiali da giuntare è stata pensata per avere proprietà fisiche diverse e la giunzione diventa il mezzo della realizzazione di tale componente, non il fine. I primi esempi di questa tipologia di compositi sono nati nel 1984 in Giappone durante la corsa allo spazio asiatica in concorrenza a quella americana. Progettarono i primi Thermal barrier coating come scudi termici capaci di resistere a 2000 K rimanendo stabili termicamente per diverse ore di esercizio. La deposizione di questi rivestimenti si effettuò sfruttando la tecnologia Plasma Spray dove la carica ceramica all'ugello veniva variata per depositare layer a composizione intermedia tra substrato e layer finale, così da garantire una maggiore tenuta di questo sul substrato. In questo modo era possibile far aderire su molteplici substrati materiali di natura chimica incompatibile, quali superleghe di nickel e ossido di magnesio. A partire da questa applicazione si sono comprese le potenzialità che questo approccio avrebbe potuto avere su tutte quelle applicazioni che richiedono proprietà meccaniche, termiche, chimiche diverse in punti diversi della loro dimensione. Pertanto si sono prodotte ricerche per ottenere FGM attraverso tecnologie di formatura bulk come l'Additive Manufacturing, metallurgia delle polveri e le più semplici tecnologie di colata quali la colata centrifuga o per infiltrazione proprio per applicazioni al di fuori dei rivestimenti. Le tecnologie di formatura con le potenzialità maggiori per poter essere volte alla produzione di pistoni FGM in lega di alluminio e sostituire quelli a composizione unica di EN AC 48000, basandosi sui review di Jerzy J. e T.P.D. Rajan et al.<sup>6,7</sup>, sono le seguenti in elenco:

- Colata in Centrifuga
- Impregnazione di strutture ceramiche porose
- Colata sequenziale in gravità

Esse sono peculiari in quanto tutte queste tecnologie permettono, essendo tecnologie di colata, bassi costi di produzione e volumi importanti di produzione, parametri molto rilevanti in ambito automotive. La colata in Centrifuga sfrutta la forza centrifuga per far aderire il fuso alle pareti dello stampo metallico permanente. Si ottiene un FGM aggiungendo al fuso particelle ceramiche di granulometria eterogenea e aspetto di forma controllata. Le forze centrifughe in gioco, prima che avvenga la solidificazione, agiscono sulle particelle ceramiche in base alla loro massa, facendole migrare perpendicolarmente all'asse di rotazione. Masse più piccole risentono meno della forza centrifuga, mentre le masse maggiori migrano nella

direzione di queste forze, concentrandosi lungo le superfici esterne del componente. Dati i parametri di input quali eterogeneità di dimensione della popolazione di particelle, l'aspetto di forma tendente a 1, temperatura di colata e velocità di rotazione è possibile ottenere frazioni



**Figura 3** Sezione di getto FGM ottenuto da colata in gravità composto da una matrice di EC AC 42100 arricchita di 5.7 % in volume di grafite rivestita da coating di Nickel <sup>4</sup>.

in volume differenti lungo la direzione di moto. La figura [3] mostra la sezione lungo la direzione di moto di un getto FGM derivante da questa tecnologia di formatura: le particelle di grafite si sono concentrate in fondo allo stampo, cioè la zona del getto più lontana dall'asse di rotazione. Si noti come la microstruttura varia notevolmente da sinistra a destra dell'immagine, a causa sia dalla velocità di raffreddamento, sia dalla migrazione delle particelle di grafite. La fase in grigio scuro è l'intermetallico  $AlNi_3$  cresciuta da un nucleo di grafite di piccole dimensioni che ha risentito poco della forza centrifuga generata dalla rotazione dello stampo. La zona III è quella di transizione tra zona IV ricca di particelle e zona II povera di queste, riconoscibile anche dalla riduzione di fasi intermetalliche dovuta alla migrazione di esse lungo la destra dell'immagine. In zona IV la concentrazione di particelle è tale da avere così poca matrice da non permettere la crescita della fase intermetallica, così da non comportarsi da fase nucleate. Pistoni aventi una concentrazione elevata di particelle ceramiche nel cielo (che siano carburo di silicio, intermetallici  $AlNi_3$  o  $AlTi_3$ ) come da getti ottenuti da colata in centrifuga gioverebbero nell'avere durezze non derivanti da trattamenti termici, quindi più stabili ad elevati tempi di permanenza a temperature di esercizio, riduzione del espansione termica data dall'elevata concentrazione di fase ceramica locale e quindi aumenterebbe la vita a fatica del componente. I difetti che ne derivano per ottenere tale microstruttura sono, però, le porosità dovute alla velocità di rotazione dello stampo e la velocità di solidificazione, che, se troppo lenta, rischia di far migrare il fuso centrale non ancora solidificato e lasciare dei vuoti. La seconda tecnologia di formatura papabile è l'infiltrazione di dischi ceramici porosi. Invece di avere particelle ceramiche in miscela alla matrice fusa che migrano in periferia del componente, si riproduce questa microstruttura inserendo nello stampo metallico di Squeeze Casting un disco poroso ceramico (ottenuto attraverso tecniche Sol - Gel o calcinazione di una preforma in resina caricata di polveri di ceramico e poi sinterizzata) al fondo di questo. Il fuso viene pressato per permeare nelle porosità e riempire i vuoti, mantenendo questa pressione per ridurre i ritiri di solidificazione. Quello che si ottiene viene mostrato in figura [4], dove si vedono nella microstruttura le porosità infiltrate dalla

matrice, rispetto al reticolo ceramico. I vantaggi di questa tecnologia per la produzione di pistoni sono in pratica gli stessi della colata in centrifuga, mentre gli svantaggi sono perlopiù legati alla fragilità del disco e alla limitazione della pressione da esercitare, con il rischio di solidificazione precoce e mancata infiltrazione. Per quanto riguarda la colata in gravità sequenziale si è voluto dedicare il paragrafo che segue, poiché essa è la tecnologia con cui sono stati realizzati gli FGM oggetto di questa Tesi magistrale, per cui è importante comprendere tutti i parametri che la contraddistinguono al fine di avere chiaro tutte le caratteristiche dei componenti realizzati.

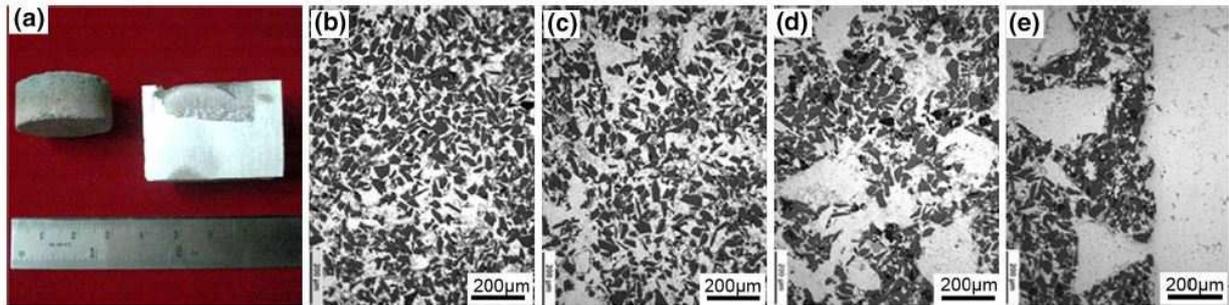


Figura 4 L'immagine (a) mostra un disco non infiltrato di carburo di silicio ed uno infiltrato da una lega EN AC 60610. Da (b) ad (e) immagini delle microstrutture della sezione del getto comprendente il disco ceramico ad altezze diverse dalla linea di separazione.

### 1.3 Colata in gravità sequenziale

Con colata in gravità sequenziale si definisce una variante della colata in gravità in cui vengono colate due leghe in una sequenza temporale e a temperature definite nello stesso stampo metallico preriscaldato. Rappresenta una delle tecnologie più economiche per la realizzazione di FGM, ma anche quella meno studiata rispetto a quelle descritte precedentemente. Le leghe di interesse dei pochi lavori recuperati sono in genere leghe di alluminio della famiglia Al-Si dato la loro relativa facilità di fusione, la loro ottima colabilità e le applicazioni in ambito automotive. I tempi di attesa tra una colata e quella successiva sono fondamentali per ottenere dei getti all' interfaccia tra le due leghe coesi e saldi. Gli studi svolti dal gruppo di ricerca di metallurgia, della sede di Alessandria del dipartimento di scienze applicate e tecnologia (DISAT) del Politecnico di Torino a cui il seguente lavoro di Tesi si collega, hanno dimostrato che i tempi di attesa influiscono sul carico massimo a trazione che può sopportare un FGM composto dalla lega di alluminio per pistoni EN AC 48000 e dalla EN AC 42100<sup>2</sup>. I campioni ottenuti con tempi di attesa inferiori o uguali a 30s presentano una buona giunzione tanto da ottenere valori di tensione a rottura dello stesso valore della lega meno resistente EN AC 42100, mentre tempi superiori consentono la formazione di una pelle di ossido sulla superficie del primo getto colato che non permette la coesione della interfaccia con la seconda lega, riducendone le prestazioni meccaniche. Karun et Al<sup>8</sup> nel lavoro dal titolo *Design and Processing of Bimetallic Aluminum Alloys by Sequential Casting Technique* hanno condotto uno studio per comprendere i meccanismi di solidificazione e mescolamento all'interfaccia di FGM realizzati colando la stessa lega di Alluminio-Silicio ipereutettica A390 su una lega A319 ipoeutettica della stessa famiglia e la A6061, lega di applicazioni aerospaziale a base Alluminio-Rame. Per verificare la miscelazione al giunto del FGM si è scelto di colare, come seconda in sequenza, una lega ad alto contenuto di silicio ( A390 con 17% wt di Silicio ) su delle leghe a minor tenore (A319 6 % wt di silicio) se non nullo dello stesso elemento(A6061). In questo modo si è potuto valutare qualitativamente, attraverso analisi EDS e OES (Optical Emission

Spectroscopy), la profondità dall'interfaccia della zona di mescolamento tra le due leghe sequenzialmente colate, risultata inferiore a 10 mm per entrambe le leghe. Oltre a ciò si è anche verificato il comportamento alla solidificazione della combinazione delle due leghe con simile temperatura di Liquidus (FGM A6061 652 °C - A390 649 °C) e non (FGM A319 604°C - A390 649 °C). Il risultato delle micrografie di questo studio è che l'interfaccia del composito A6061 - A309 è netta senza apparente zona di transizione, mentre l'interfaccia del composito A319 - A390 presenta una A319 con componente eutettica maggiore rispetto alla microstruttura lontana dal giunto come mostrato in Figura [5]. In entrambe le combinazioni la percentuale di silicio all'interfaccia del primo getto, cioè nella zona rifusa, è superiore alla composizione di partenza e maggiore nella A319 rispetto alla A6061. Questo fatto ha diverse interpretazioni: la prima è che la differenza di temperatura di Liquidus fa sì che la A390 solidifichi prima della zona rifusa della superficie della A319, espellendo il silicio in eccesso dalle dendriti di  $\alpha$  alluminio e arricchendola in silicio, così da presentare una fase eutettica più estesa (Figura [5] a sinistra), mentre per la seconda combinazione le temperature di Liquidus sono così simili da non avere una solidificazione differenziata e quindi non si può ripetere lo stesso fenomeno della combinazione precedente (Figura [5] a destra). In questo ultimo caso Karun propone che avvenga una saldatura per diffusione di silicio simile ad un Diffusion Bonding oltre alla semplice giunzione per rifusione. Le prove a trazione svolte dopo trattamento termico T6 su entrambe le tipologie di FGM hanno evidenziato un aumento di tensione a rottura rispetto ai corrispettive leghe singole trattate termicamente nelle medesime condizioni. La rottura del campione è sempre avvenuta al di fuori dell'interfaccia, come dimostrazione dell'efficacia della giunzione. Questo dimostra, inoltre, che l'efficacia della giunzione non è esclusiva di FGM derivanti da leghe di alluminio della stessa famiglia ed attribuibile ad un eutettico comune, ma anche con leghe di alluminio da famiglie diverse che non presentano la stessa microstruttura e composizione. I risultati ottenuti sia dal lavoro di Elisa Fracchia et Al. e Di Karun et Al. incoraggiano lo studio di questa tecnologia di formatura, lavorando non solo sulla caratterizzazione del composito ottenuto, ma anche sullo forma del sistema di colata, che deve essere pensato per ridurre le porosità derivanti da una colata diretta sul primo getto senza permettere la fuoriuscita di aria intrappolata dal fronte del liquido della seconda lega. In conclusione i parametri che modificano la prestazione meccaniche del giunto sono attribuibili esclusivamente al tempo di attesa tra la prima e la seconda colata e la temperatura di quest'ultima, che deve essere uguale o superiore a quella della prima, così da permettere una rifusione parziale della superficie del primo getto. Le proprietà intrinseche del pezzo realizzato in con questa tecnologia sono strettamente legate ai materiali di cui è composto. Pertanto nel prossimo capitolo si è svolta una analisi della microstruttura e delle proprietà fisiche caratteristiche della lega per pistoni EN AC 48000, seguite da quelle della lega EN AC 42100 con cui si vuole compensarne i limiti proprio attraverso la realizzazione di un FGM.

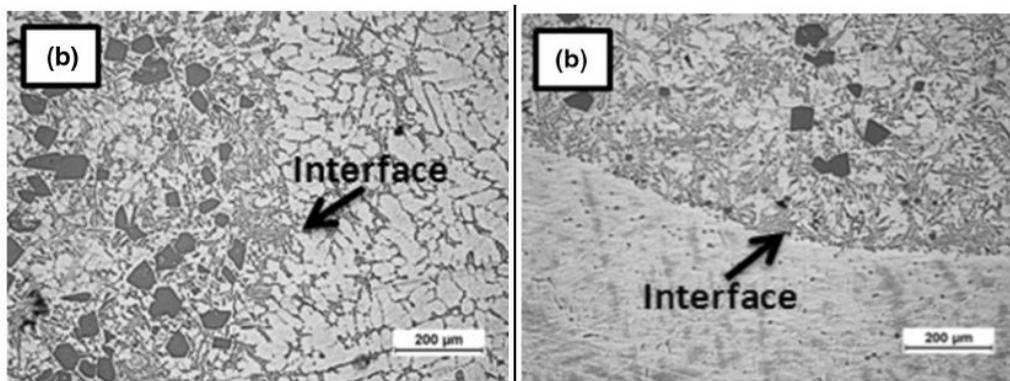


Figura 5 Interfacce derivanti dal analisi al microscopio ottico di due FGM derivanti da Colata in gravità sequenziale. A sinistra il giunto tra la lega A390 ipereutettica (la metà a sinistra) e la A319 ipoeutettica; a destra quello tra la lega A390 e la lega A6061 ( la metà inferiore)<sup>7</sup>.

## 2 Leghe Al Si

In ambito automotive rappresentano le leghe commercialmente usate per la produzione di blocchi motore, pistoni ed in generale per componenti motore. Le peculiarità di questa famiglia di leghe è dovuta in primis alla presenza di silicio, che ne determina la buona colabilità e la facilità di lavorazione meccanica, nonché durezze maggiori e minori dilatazioni termiche. Questo è dovuto alla natura ceramica della fase silicio che nuclea dalla concentrazione dell'elemento nella fase liquida interdendritica durante la solidificazione del fuso. In pratica questa famiglia di leghe può essere trattata come un composito a matrice metallica, in cui, però, il rinforzante ceramico non è disperso, ma si presenta come un reticolo, uno scheletro corallino i cui vuoti sono occupati dalla matrice metallica. Di conseguenza l'estensione e la distribuzione di questo reticolo si basano sulla percentuale in peso di silicio presente in soluzione: maggiore quantità di silicio, implica più fase ceramica con tutti i pregi di durezza e prestazioni in temperatura e i difetti di fragilità che ne conseguono. Osservando in Figura [6] il diagramma di fase Al-Si, si può notare la ridotta solubilità che il silicio presenta nel reticolo cristallino dell'alluminio; a temperatura ambiente inferiore a 0.02 % wt e nel punto di massima solubilità pari a 1.5 %. La presenza di un eutettico a 12.2 % wt di silicio è ciò che rende questa lega adatta alle tecnologie di fonderia, in quanto la colabilità di una lega aumenta alla riduzione della distanza tra linea di liquidus e solidus, evitando così che si formino le "Mushy zone" lungo le pareti dei canali di colata. La microstruttura della lega varia rispetto alla composizione eutettica: durante la solidificazione a composizione ipoeutettica, appena al di sotto della temperatura di liquidus, iniziano a nucleare e a crescere le dendriti di  $\alpha$  alluminio, espellendo il silicio che si concentra nel liquido interdendritico. Raggiunta la temperatura eutettica di 577 °C, precipita il silicio eutettico che circonda le dendriti di alluminio. Minore è la percentuale di silicio, maggiore, ovviamente, è il volume occupato dalle dendriti, beneficiando di una duttilità maggiore della lega. In una composizione ipereutettica, raggiunta la linea di liquidus durante la solidificazione, nuclea come prima fase blocchetti di silicio primario grossolano fino a temperatura eutettica; continuando a raffreddare verranno circondati da silicio eutettico e dendriti della matrice. La microstruttura della A390 in Figura [5] ne è un esempio. Più l'applicazione del componente

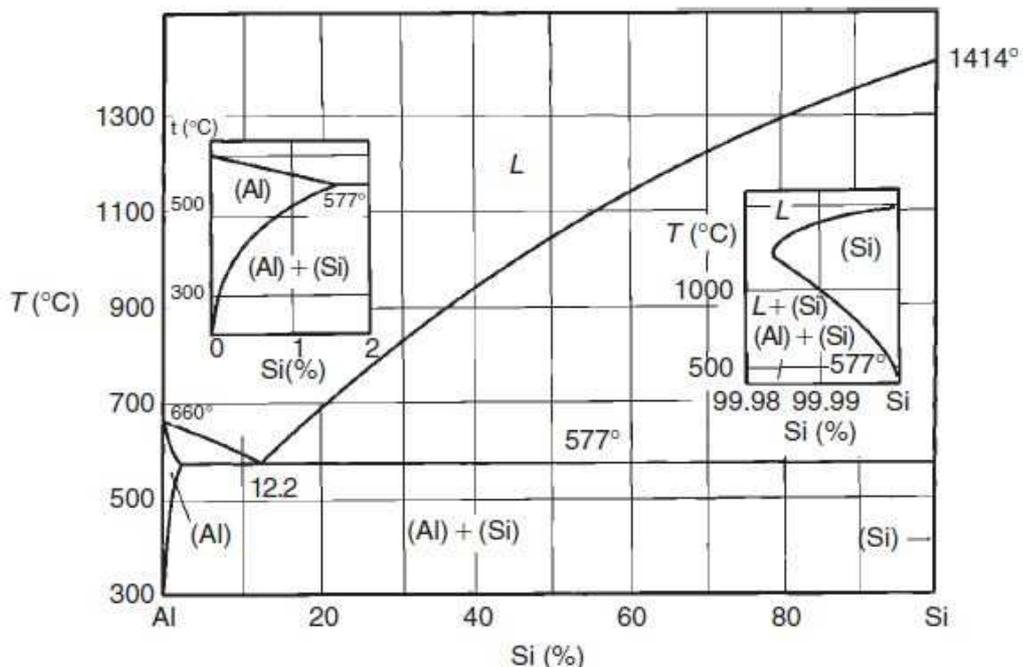


Figura 6 Diagramma di fase Al-Si<sup>9</sup>.

in lega AlSi deve mantenere tolleranze ristrette dimensionali in temperatura, maggiore è la quantità di silicio presente, dato che il coefficiente di dilatazione termica complessivo della lega si riduce sensibilmente all'aumentare della percentuale in volume di rinforzante silicico ( $3 \cdot 10^{-6}$  1/K rispetto ai  $24 \cdot 10^{-6}$  1/K dell'alluminio). Questo è uno dei motivi per cui la lega AlSi12CuNiMg per pistoni è eutettica; maggiore quantità di fase silicio eutettica senza silicio primario infragilente. L'alligazione con altri elementi permette di incrementare ulteriormente la durezza, la stabilità termica sopra la temperatura di creep start (1/3 della temperatura di Fusione) e il carico a trazione e compressione. Se sono presenti elementi quali Cu o Mg in soluzione, è possibile svolgere trattamenti di invecchiamento per precipitare nella matrice nano particelle intermetalliche  $\text{Cu}_2\text{Al}$  o  $\text{Mg}_2\text{Si}$  come meccanismo di rafforzamento. Questi elementi inoltre, in combinazione con la presenza di Fe, Ni e Mn, permettono la formazione di diversi intermetallici in lega che, assieme alla fase silicio, contribuiscono a migliorarne la stabilità termica e la durezza, ma che strappano dalla matrice proprio il Cu e Mg tanto utili per i meccanismo di rafforzamento per precipitazione<sup>9,10</sup>. Si vedrà nel prossimo capitolo come il trattamento di solubilizzazione sia il mezzo con cui si può giocare tra percentuale in volume di intermetallici in lega e la percentuale di rame e magnesio in soluzione solida sovrassatura. La presenza di queste fasi intermetalliche, oltre ai pregi descritti precedentemente, porta con sé un effetto deleterio alla resistenza a fatica della lega, poiché la natura ceramica di queste fasi, anche grazie alla forma aciculare di queste, aumenta la probabilità di formatura di cricche nel cuore del materiale. L'aggiunta di Na e Sr ha un effetto sulla morfologia del silicio, rendendolo più fine ed arrotondato, mentre il Ti, B e P si comportano da affinanti di grano<sup>1011</sup>. Il fosforo in particolare, formando l'intermetallo AlP, diventa agente nucleante di silicio primario. Si è riscontrato che il Be ha effetti sulla morfologia degli intermetallici a base Fe<sup>12</sup>. L'importanza della morfologia delle fasi presenti nella lega sarà oggetto di discussione nel prossimo capitolo, per il momento si ci limita ad accennare che è legato ai meccanismi di frattura delle leghe AlSi. I difetti tipici di queste leghe sono legati ai meccanismi di solidificazione, alla composizione della lega e dalla tecnologia di formatura. L'elevata affinità dell'alluminio all'ossigeno porta alla formazione di una pelle di ossido sulla superficie del fuso che se non eliminata prima della colata, si può ritrovare nel getto come impurezza. Proprio come resti di rivestimento refrattario dei forni o porosità, non solo non contribuisce alla resistenza meccanica dato l'elevata energia interfacciale tra alluminio metallico e Allumina, ma si comporta anche come intensificatore degli sforzi, rendendo la sezione resistente all'altezza della pelle di ossido la futura superficie di frattura da osservare al SEM. Le porosità in un getto di alluminio, oltre all'intrappolamento di gas durante una colata in regime di moto del fluido turbolento e ritiri di solidificazione, possono anche derivare da accumulo di idrogeno che da soluzione solida nell'alluminio passa in fase gas. I trattamenti termici o mantenimenti in temperatura ne permettono l'espansione, rendendole più pericolose. La presenza di Cu e Mg nella stessa lega può porta la formazione di intermetallici a bassa temperatura di fusione che possono fondere durante i trattamenti di solubilizzazione<sup>13,14</sup> lasciando porosità residue. Di estrema importanza procedere alla depurazione del fuso con l'uso di descorificanti, degasanti e affinanti di grano per ridurre le impurezze, i gas disciolti e ridurre la percentuale di dendriti, sia per migliorare le prestazioni meccaniche aumentando l'estensione dei bordi di grano, sia per limitare le porosità da ritiri di solidificazione dei liquidi interdendritici. Data questa premessa sulle leghe AlSi, si propone nei prossimi due paragrafi il ritratto delle due leghe AlSi12CuNiMg e AlSi7Mg0.3, per conoscere i fenomeni che intervengono durante trattamento termico T6 a cui entrambe sono soggette, la microstruttura e le prestazioni meccaniche con cui si confronteranno i dati sperimentali ottenuti.

## 2.1 EN AC 42100

La EN AC 42100 è una lega ipoeutettica caratterizzata da una percentuale di silicio medio attorno al 7% wt e dalla composizione indicata in Tabella [1]. La microstruttura as cast visibile nell'immagine a sinistra di Figura [7] è dominata dalla presenza di ampie dendriti di  $\alpha$  alluminio, con distanza tra rami secondari di queste (SDAS) che oscilla tra i 30 e 40 micrometri. Questo parametro è legato alla dimensione del silicio eutettico e degli intermetallici, che a sua volta, come verrà discusso nel capitolo successivo, è connesso alle prestazioni meccaniche. Il silicio eutettico, invece, si può riconoscere dalla fase scura allungata ed aciculare tra i rami

LEGA		ELEMENTI										
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti
EN AB 42100	min	6,5				0,30						0,10
	max	7,5	0,15	0,03	0,10	0,45	-	-	0,07	-	-	0,18

Tabella 1 Composizione Lega EN AC 42100 trattata da scheda tecnica del fornitore.

delle dendriti. Le fasi grigio chiare in Figura [7] indicate dalle frecce bianche, da letteratura scientifica, sono attribuibili ad intermetallici a base Fe denominati fase  $\beta$  ( $Al_5FeSi$ ) a forma aciculare e fase  $\pi$  ( $Al_9FeMg_3Si_5$ ) dalla morfologia a carattere cinese. Per esserne sicuri di ciò sono stati analizzati campioni della lega al microscopio elettronico a scansione dotato di spettroscopio EDS per comprendere qualitativamente la composizione di tutte le fasi presenti. Per mettere in mostra le fasi intermetalliche, i campioni di lega EN AC 42100 sono stati attaccati con soluzione diluita di HF, che selettivamente consuma la matrice metallica. A titolo di esempio sono stati riportati la composizione in percentuale atomica di due scansioni attribuibili alle fasi intermetalliche riscontrate in Figura [8]. Di tutte le scansioni svolte, la fase  $\pi$  (immagine in alto) è la più presente, sono poche le tracce di fase  $\beta$  rilevate, in linea con le analisi al microscopio ottico. Grazie alla presenza di magnesio in lega, la EN AC 42100 è una lega rafforzabile per mezzo di nano precipitazione di fase  $Mg_2Si$  all'interno della matrice metallica di alluminio. Queste fasi sono fasi metastabili ad interfaccia coerente o semicoerente la cui vita è forzata dal trattamento termico di invecchiamento: esso consiste in una prima solubilizzazione a temperature superiori di norma a  $500^\circ C$ , seguita da tempra e mantenimento a temperature tra i  $140^\circ C$  e  $180^\circ C$ . La solubilizzazione viene svolta per aumentare la concentrazione in matrice metallica di Magnesio e Silicio o Rame in soluzione solida, sfruttando l'aumento di solubilità alle alte temperature. La tempra congela la soluzione sovrasatura a temperatura ambiente e il mantenimento a più bassa temperatura permette la minima diffusione dei soluti nella matrice. L'aggregazione e l'evoluzione di queste fasi metastabili sono dettate dall'esigenza di ridurre l'energia libera di Gibbs associata alla loro condizione. Dato che la barriera energetica alla nucleazione della fase stabile incongruenti di  $AlCu_2$  e  $Mg_2Si$  è troppo elevata alle temperature di invecchiamento, l'energia fornita permette di ridurre l'energia libera di Gibbs della soluzione sovrasatura soltanto attraverso step di aggregazione in fasi congruenti e semicongruenti (a più bassa energia di nucleazione) al reticolo cristallino della matrice. La loro vita è strettamente legata alla temperatura di invecchiamento, che è il motore primo della aggregazione dei soluti. Alzando la temperatura si permette di vincere barriere energetiche più grandi senza passare dalla precipitazione delle fasi precedenti. Questo è molto importante per descrivere la variazione dei profili di durezza al variare della temperatura di invecchiamento, poiché non tutte le fasi sono efficaci all'impedimento del moto delle dislocazioni e se si saltano per accelerare il processo si vanifica lo scopo del trattamento. Essendo comunque fenomeni termici, anche il tempo è fondamentale, in quanto la popolazione di precipitati metastabile aumenta se si concede il tempo di diffondere ai soluti nella matrice. Basse temperature e tempi lunghi, quindi, implicano maggiore popolazione della stessa fase metastabile e sequenza di precipitazione completa delle fasi fino a raggiungere il minimo energetico della fase stabile. I meccanismi di precipitazione degli  $AlCu_2$  e  $Mg_2Si$  sono tutt'ora oggetto di studio<sup>9,15,16</sup> proprio a causa della difficoltà di osservazione della loro trasformazione. La loro sequenza di vita ad invecchiamento maggiormente accreditata è riportata di seguito:



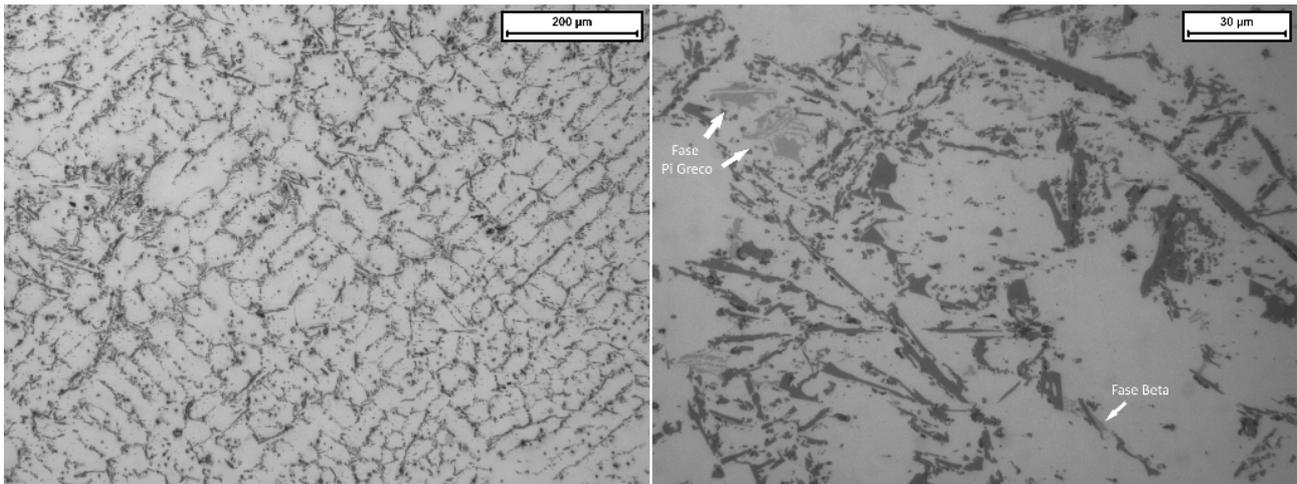
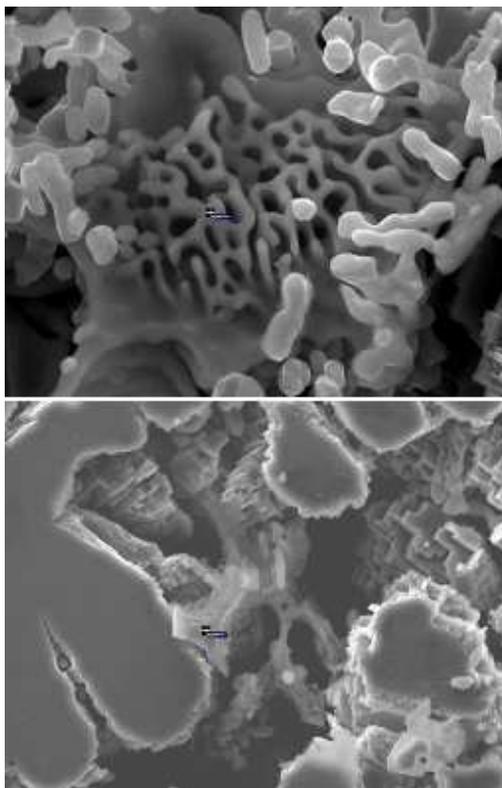


Figura 7 Microstruttura della lega EN AC 42100 a 100 ingrandimenti ( a sinistra ) e 500 ingrandimenti ( a destra ). In quest'ultima si possono osservare le fasi intermetalliche Pi greco e Beta indicate da apposite frecce.



Fase $\pi$	% Atom
Al	41
Si	42.77
Fe	3.2
Mg	13.03

Fase $\beta$	% Atom
Al	66.84
Si	11.89
Fe	21.27

Figura 8 Immagini al SEM della lega EN AC 42100 attaccata con soluzione diluita di HF. L'immagine in alto rappresenta la fase intermetallica Pi greco circondata dallo scheletro di silicio, mentre la sottostante, nel punto indicato, rappresenta la fase Beta anch'essa omogenea allo scheletro. Accanto le composizioni in percentuale atomica rilevate con spettroscopia EDS.

Con la sigla SSS si intende soluzione solida sovrassatura. I primi aggregati che tendono a formarsi assumono una forma a disco monoatomici nominati Isole di Guiner-Preston (GP). Essi non sono osservabili direttamente, ma si possono individuare grazie alla deformazione che il reticolo subisce. Le fasi attribuibili al massimo del rafforzamento per precipitazione sono

attribuibili alla fasi semicoerenti  $\vartheta'$  e  $\beta''$ . Il rafforzamento attraverso precipitati metastabili della  $Mg_2Si$ , quindi, è più veloce poiché presenta uno step di trasformazione in meno di invecchiamento. Nel momento in cui tutte le fasi di trasformazione sono avvenute e sono presenti in matrice solamente le fasi stabili  $\vartheta$  e  $\beta$ , l'effetto di rafforzamento si riduce notevolmente dato l'interfaccia incoerente risultante tra le due fasi e il reticolo cristallino dell'alluminio. Nel momento in cui sono presenti significa che si è raggiunto un sovrainvecchiamento, deleterio per le prestazioni meccaniche. In Tabella [2] si è riassunto i valori di tensione a rottura a trazione, di snervamento e allungamento a rottura della lega EN AC 42100 rispetto a diversi studi sul trattamento termico T6 di questa lega. In molti casi gli studi consultati valutavano le proprietà meccaniche a trazione rispetto alla variazione di concentrazione in soluzione di Mg, Si di leghe simili alla  $AlSi7Mg0.3$  per combinazioni di trattamenti di solubilizzazione e invecchiamento molto ampie. In generale i valori riportati in tabella 2 e confrontati con quelli della scheda tecnica del fornitore fornisce valori in linea con la letteratura.

EN AC 42100		Ts (°C)	$\tau$ (h)	Tn (°C)	$\phi$ (h)	UTS (Mpa)	YTS (Mpa)	A %	Kc (Mpa√(m))	Info
Haizhi Ye <sup>10</sup>	TT	-	-	-	-	270	180	5	-	-
Rui Chen <sup>17</sup>	TT	550	2	180	10	290	270	< 2	-	-
Q.G. Wang <sup>18</sup>	TT	540	20	170	6	325	270	6	-	*
E. Sjolader <sup>19</sup>	TT	530	6	170	10	270	230	6	-	**
J. Pezda <sup>20</sup>	TT	530	5	180	1	320	-	4	5	-
Fornitore	TT	530-535	4-10	160	6-8	290	210	4		

\* Campioni sottoposti a I) pressatura isostatica a caldo per ridurre le porosità II) Purificazione spinta del fuso da impurezze.

\*\* Campioni preinvecchiati a temperatura ambiente.

Tabella 2 Valori di tensione di rottura, snervamento e allungamento a rottura per la lega EN AC 42100 o di composizione simile a diversi trattamenti termici di invecchiamento.

## 2.2 EN AC 48000

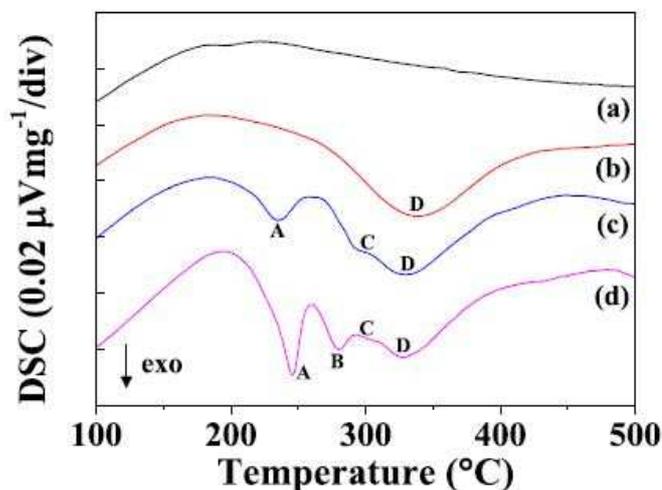


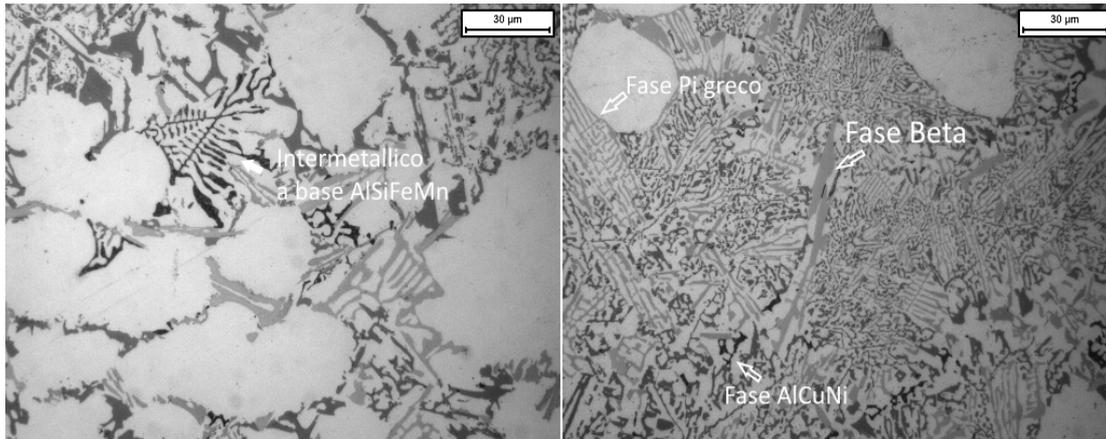
Figura 9 Curve di variazione di tensione per unità di massa di una prova DSC di a) alluminio puro, b) lega AlSi, c) Lega AlSiMg e d) lega AlSiMgCu<sup>22</sup>.

La lega EN AC 48000 è una lega a livello microstrutturale più complessa della precedente. Si presenta con dendriti di  $\alpha$  alluminio strette e distanza SDAS leggermente inferiore a quella della  $AlSi7Mg0.3$  pari a 30 micrometri. Il volume occupato da sola matrice metallica è molto più basso di quello di silicio eutettico, rendendo la lega molto più fragile e di conseguenza poco duttile. La composizione chimica della lega si presenta più ricca della EN AC 42100, con aggiunta di Cu e Ni come nuovi elementi formatori di intermetallici e un aumento di magnesio e Mn in soluzione. La

LEGA		ELEMENTI										
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti
EN AB48000	min	10,5		0,8		0,9		0,7				
	max	13,5	0,6	1,5	0,35	1,5	-	1,3	0,35	-	-	0,20

Tabella 3 Composizione da scheda tecnica del fornitore di EN AC 48000.

risposta all'invecchiamento della lega viene data in base al rapporto tra percentuale in peso di rame e magnesio. Se è maggiormente presente il rame, la curva di durezza derivante sarà a picco unico e a tempi di invecchiamento superiori, mentre se il rapporto tende a 1, la curva di durezza presenta un picco a tempi più brevi di invecchiamento<sup>19,21</sup> assieme a quello precedente. Choi et Al. nel loro lavoro *Precipitation dependence of thermal properties for Al e Si e Mg e Cu e ( Ti ) alloy with various heat treatment*<sup>22</sup> dimostra come la presenza di entrambi gli elementi in lega porta alla precipitazione nella matrice metallica anche della fase Q ( $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ ). In Figura [9] si mostrano le curve delle analisi DSC svolte su alluminio puro, una lega AlSi, una lega AlSiMg ed infine una lega AlSiCuMg tratte dal loro lavoro. I picchi esotermici A e C sono stati associati alla precipitazione di fase  $\beta''$  e  $\beta'$ , il picco B, invece, è dovuto alla precipitazione di fase  $\vartheta'$ . Prima dei 100 °C esiste un ulteriore picco molto ampio che corrisponde alla precipitazione delle isole di Guiner Preston, mentre il picco D si genera dal rilascio di calore di precipitati di silicio in matrice. Secondo Choi et Al. tra la curva c) e d) l'intensità del picco A cambia poiché, a parità di magnesio in lega, precipita anche la fase Q alla stessa temperatura. Egli lo dimostra andando ad osservare al TEM un campione soggetto alla stessa rampa termica della prova DSC interrotta alla Temperatura di picco, in cui osserva proprio due fasi distinte. Di conseguenza i fenomeni di precipitazione per invecchiamento di questa lega sono più complessi della precedente, in cui precipita solo fasi metastabili di  $Mg_2Si$ . Dalla analisi ottica non sorprende nella microstruttura la numerosa presenza di intermetallici, i quali non sono di facili individuazione come nel caso della lega precedente. In Figura [10] sono presenti due immagini come esempio della numerosità ed ampia gamma di intermetallici in matrice. Come si può notare la loro dimensione è di molto maggiore della fase silicio. Vengono indicate in figura le fasi  $\pi$  e  $\beta$  facilmente riconoscibili assieme a due intermetallici che dalla letteratura si associano alla fase  $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$  e alla  $Al_2CuNi$ . Le fasi più scure del silicio eutettico possono essere anche associate a silicio primario oppure ad  $Mg_2Si$  grossolano. Sta di fatto che tutte le fasi sono connesse con lo scheletro siliceo che circonda le dendriti, sostenendo i carichi che il materiale subisce. Nel momento in cui si impone il trattamento di solubilizzazione bisogna prendere atto che tutte le fasi a base Cu e Mg sono soggette a dissoluzione poiché presentano temperatura di fusione prossime a quelle di solubilizzazione. Ciò accade a tempi di solubilizzazione dell'ordine di 20 minuti<sup>14</sup>. Anche se la loro dissoluzione contribuisce all'arricchimento della matrice di Mg e Cu, si perde stabilità alle alte temperature e resistenza al creep<sup>14</sup>. Ci sono alcuni autori che limitano le temperature di solubilizzazione al di sotto dei 500 °C proprio per evitare la formazione di porosità residue dalla fusione degli intermetallici a base Cu-Mg. I pregi della solubilizzazione, però, sono maggiori dei difetti: la sferoidizzazione del silicio e la dissoluzione degli intermetallici base Cu e Mg portano ad un aumento di resistenza a fatica sia termica che meccanica che, come spiegato nel primo capitolo, risulta essere più utile della resistenza a creep. Con la realizzazione dei compositi FGM si potrebbe pensare ad aumentare la componente di elementi formatori di intermetallici diversi dal Cu proprio perché la lega EN AC 42100 avrebbe il compito di assorbire i danni che il pistone subirebbe. In questo modo la resistenza al creep e la stabilità alle alte temperature ne gioverebbero senza perdere nel complesso le proprietà meccaniche del componente. Anche per la lega EN AC 48000 si è voluto svolgere una spettroscopia EDS su campioni as cast e solubilizzati attaccati con una soluzione diluita di HF per meglio comprendere la morfologia 3D dello scheletro siliceo e degli intermetalli. La Figura [11] mostra le immagini al SEM con le relative composizioni atomiche delle fasi diverse da silicio e alluminio. Non si è riusciti a trovare intermetallici che seguissero i rapporti atomici come quelli indicati dalla Letteratura



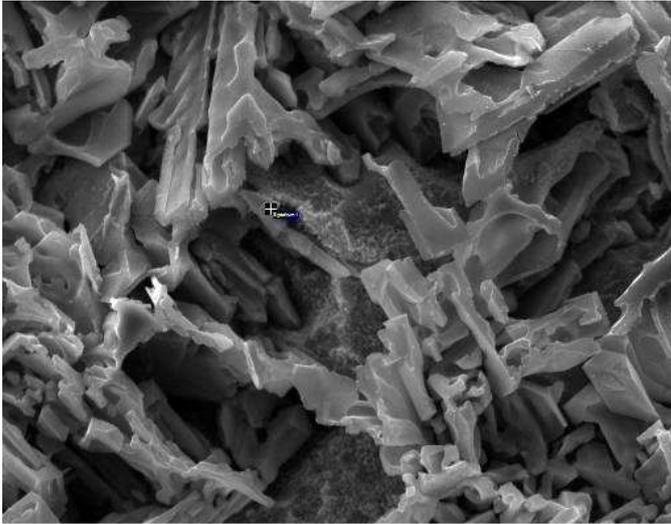
**Figura 10** Microstrutture della lega EN AC 48000 a 500 ingrandimenti. Dalla letteratura e morfologia si sono riconosciuti 4 intermetallici, la fase  $\pi$ , la fase  $\beta$  (già presenti nella EN AC 42100), un intermetallico della famiglia AlCuNi e un altro della famiglia AlSiFeMn.

scientifici<sup>13,23-25</sup>, probabilmente a causa del fatto che molte fasi nucleano sulla fase silicio ed è difficile trovare un punto in cui non ci sia uno strato di silicio in superficiale. Gli intermetallici riconosciuti sono della famiglia degli Alluminuri AlFeNi, AlCuMgSi, AlCuNi. Anche in questo caso sono molti gli studi sulla resistenza a trazione della lega per pistoni AlSi12CuNiMg variando la percentuale di elementi alliganti ( in genere Si, Cu e Mg ) e le condizioni di trattamento di invecchiamento. In tabella [4] si riporta i valori di tensione a rottura, snervamento e allungamento a rottura di alcuni di questi, dove le composizioni e i parametri con cui sono stati svolti i trattamenti termici non fossero troppo lontani da quelli presi in considerazione in questo studio. Anche in questo caso questi valori verranno usati per comparare i risultati ottenuti dalle prove a trazione sui campioni FGM trattati termicamente.

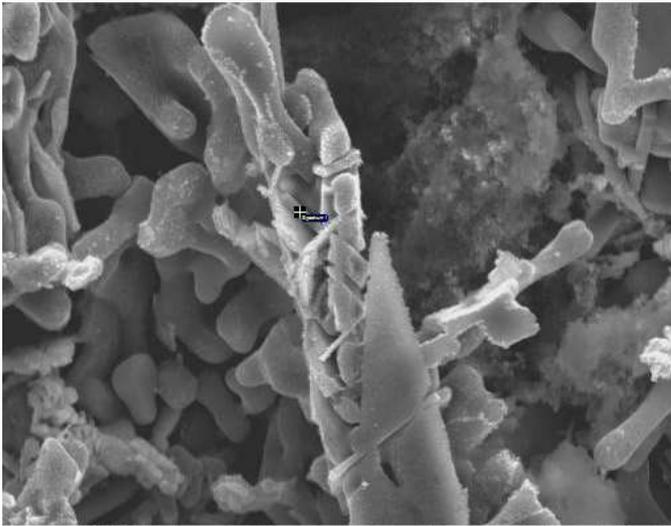
EN AC 48000		Ts (°C)	$\tau$ (h)	Tn (°C)	$\phi$ (h)	UTS (Mpa)	YTS (Mpa)	A %	Kc (MpaV(m))	Info
R.Xi.Li <sup>21</sup>	TT	525	12	175	6	>310	-	3.3	-	-
	TT	525	12	175	10	290	-	2.7	-	-
Wei Chao <sup>26</sup>	TT	485	4	180	6	350	-	4.7	-	*
Pezda <sup>27</sup>	TT	530	3	180	5	380	-	3.7	5	-
	TT	520	1	160	3	380	-	1.7	-	-
Zeren <sup>28</sup>	TT	500	5	180	9	270	-	1	-	-
Fornitore	TT	515-530	5-10	165-180	5-82	280	240	1	-	-

\* Maggiore contenuto di rame (5%) e minore di Si (10%) rispetto Composizione AlSi12CuNiMg.

**Tabella 4** Valori di tensione di rottura, snervamento e allungamento a rottura per la lega EN AC 48000 o di composizione simile a diversi trattamenti termici di invecchiamento.



AlCuNi	% Atom
Al	42.02
Si	29.14
Ni	17.31
Cu	11.53



AlFeNi	% Atom
Al	79.37
Si	7.93
Fe	5.28
Ni	7.42



AlCuMgSi	% Atom
Mg	9.85
Al	35.73
Si	41.13
Ni	3.42
Cu	9.88

Figura 11 Immagini al SEM dello scheletro di silicio ed intermetallici che circondano la matrice di alluminio. In alto un esempio di fase attribuibile alla famiglia AlCuNi, al centro della famiglia AlFeNi ed in basso della famiglia AlCuMgSi. Accanto le composizioni in percentuale atomica rilevate con spettroscopia EDS.

### 3. Raccolta dati ed Analisi

L'obiettivo principale di questa tesi è di definire i parametri per il trattamento T6 di un composito FGM che permetta la maggior durezza superficiale per la lega 48000 ed in contemporanea la maggior duttilità possibile della lega 42100. Lo studio si è basato sulla valutazione delle durezze post trattamenti, il livello di sferodizzazione del silicio attraverso analisi di immagini ottenute al microscopio ottico e al SEM e prove a trazione delle leghe singole e in colata sequenziale. L'analisi di immagine è stata svolta sui campioni del trattamento scelto dopo le prove di durezza, sui solubilizzati e ai pressi dell'interfaccia dei campioni tratti FGM.

#### 3.1 Procedura sperimentale

Per l'analisi dei diversi parametri del trattamento termico T6 sono stati preparati campioni di dimensione di media 20x7x10 mm tratti da lingotti di singola lega precedentemente colati in gravità in stampo metallico, di cui si può osservare un esempio in Figura [12] assieme all'immagine del sistema di colata completo. Per le colate di singola lega la temperatura impostata del forno fusorio è stata 710°C, 40°C in più rispetto alla linea di liquidus del diagramma di stato. Le colate sequenziali per l'ottenimento delle barre di FGM hanno richiesto due forni impostati secondo il precedente lavoro svolto da Elisa Fracchia et Al. <sup>2</sup> a 750°C per la 48000 e 710°C per la 42100. Il suddetto lavoro ha portato all'ottimizzazione dei tempi di intervallo tra le due colate, identificando la forcella di tempo tra 20s e 30s il tempo di attesa in cui si ottengono FGM con le migliori prestazioni meccaniche a trazione, soprattutto dal punto di vista dell'allungamento. Lo stampo è stato portato a 400°C prima della colata; la EN AC 42100 ha richiesto, dato l'elevato tenore di impurezze, l'aggiunta di 0.0016g di agente descorticante ogni grammo di lega per migliorare la qualità del getto finale. Dopo estrazione dallo stampo, le barre, comprese di sistema di colata, sono stante raffreddate in acqua a temperatura ambiente e liberate da materozza e runner. La velocità con cui si svolge il lavoro di estrazione dallo stampo è fondamentale, in quanto la distanza tra i rami secondari delle dendriti di  $\alpha$  alluminio (SDAS), condizionate dalla velocità di raffreddamento, è strettamente legata alle proprietà meccaniche che si possono ottenere dal materiale in esercizio ed in post trattamento termico <sup>29</sup>. I campioni sono stati marcati con una designazione composta da lettere e numeri per identificare la lega, il tempo di solubilizzazione, il tempo di invecchiamento e temperatura di invecchiamento, così da evitare confusione dato il numero elevato di campioni da esaminare. Per lo svolgimento dei trattamenti sono stati utilizzati 3 forni Nabertherm  $\pm 5^\circ\text{C}$ ; la successiva prova di durezza Vickers HV10 per ogni singolo campione, previa lucidatura manuale con carte abrasive in carburo di silicio, è stata svolta con durometro Emcotest M4U 025 indentando ogni singolo campione da un minimo di 3 ad un massimo di 6 volte; l'acquisizione delle immagini delle metallografie sono state effettuate tramite microscopio ottico marca Leica, acquisendo immagini a 100, 200 e 500 ingrandimenti per tre zone differenti della superficie. La lucidatura a specchio si è ottenuta attraverso carte abrasive da 180 - 600 - 1200 - 2400 e paste diamantate da 3 micron, 1 micron e soluzione colloidale di silice da 0.03 micron. Per le successive analisi d'immagine si è sfruttato il software Leica incorporato del microscopio e successivamente il software gratuito ImageJ, con cui si sono tratti i raggi equivalenti R medio e l'aspetto di forma medio delle fasi silicio dei campioni osservati. Le prove a trazione sono state svolte con macchina marca Zwick Z100 su campioni standard ASTM B557 - 15 seguendo lo standard per prove a trazione ASTM E8.



Figura 12 A sinistra risultato di un getto colata doppia FGM, a destra esempio di campione tratto dalla sezione di un lingotto di colata.

### 3.2 Premesse: Trattamento Termico

Entrambe le leghe sono comunemente trattate termicamente per aumentarne le proprietà meccaniche attraverso il meccanismo di rafforzamento per precipitazioni di nanometriche fasi cristalline nella fase  $\alpha$  alluminio. Il suddetto trattamento prende il nome di invecchiamento ed è preceduto da un trattamento termico di solubilizzazione, per aumentare la concentrazione di Mg e Cu in soluzione solida, e da una tempra per avere  $\alpha$  alluminio sovra saturo a temperatura ambiente, così che, appena fornita energia termica nel trattamento termico di invecchiamento, sia facilitata la nucleazione dei precipitati sia per diffusione, sia per espulsione degli elementi in eccesso dalla soluzione solida e raggiungimento dell'equilibrio termodinamico alla temperatura di aging. Lo studio di un trattamento termico di aging di una determinata lega prende in considerazione le combinazioni di temperatura (T) e tempo di permanenza nel forno ( $\tau$ ) sia per la fase di solubilizzazione, sia per l'invecchiamento stesso. In alcuni studi come quello di Li<sup>30</sup> anche la temperatura del mezzo di tempra diventa una variabile di processo poiché ipotizza, in una tempra più severa, la formazione di dislocazioni attorno alla fase silicio conseguenza della contrazione dell'alluminio, le quali sono punti di nucleazione preferenziale della fase  $\theta'$  semicoerente. La concentrazioni delle dislocazioni attorno al silicio induce locale concentrazione degli sforzi che aiuta la formazione di cricche e riduce la deformazione a rottura. Per ogni singola lega il trattamento termico è specifico alla prestazione meccaniche che si vuole raggiungere come è stato descritto nel secondo capitolo di questa tesi<sup>20,27</sup> pertanto, nel caso unico di componenti FGM, selezionare un trattamento implica dover mediare tra i parametri ideali delle singole leghe per raggiungendo un compromesso. Si riporta di seguito una sintesi delle conseguenze delle variazioni dei parametri di un trattamento T6 possibili sulle proprietà meccaniche della famiglia delle due leghe, sia per dare un quadro generale della letteratura scientifica sul tema, sia per anticipare delle osservazioni sui risultati derivanti dai dati ottenuti. Ogni parametro non è a sé stante, ma connesso a quello che lo precede, per cui, come si vedrà con i grafici durezza - tempo di invecchiamento, l'andamento è fortemente influenzato dal tempo di solubilizzazione. In generale i parametri da considerare sono elencabili in:

- Velocità di raffreddamento
- La temperatura di solubilizzazione ( $T_s$ )

- Il tempo di permanenza in solubilizzazione ( $\tau$ )
- La temperatura del mezzo di tempra ( $Tr$ )
- Trattamento di pre-invecchiamento
- La temperatura di invecchiamento ( $Tn$ )
- Il tempo di permanenza in invecchiamento ( $\phi$ )

L'obiettivo della solubilizzazione consiste in tre punti chiave: dissoluzione degli intermetallici, omogeneizzazione e sferoidizzazione del silicio. Il primo punto rappresenta un fattore determinante, assieme alla sferoidizzazione del silicio, per le proprietà meccaniche, in quanto forma, dimensione degli intermetallici e del silicio sono fondamentali per il comportamento a fatica e a rottura delle due leghe<sup>12,18,31</sup>; le fasi che precipitano e il silicio sono di natura fragile, maggiore è la loro dimensione, maggiore è il numero di difetti che potenzialmente diventano punto di innesco di frattura, prima nella fase stessa e successivamente per la matrice. Per entrambe le leghe la causa di frattura è sempre da attribuire alla crescita di una cricca scaturita dalla rottura primaria di una delle fasi a dimensione maggiore. La loro forma influenza la distribuzione degli sforzi nel materiale: se aciculare con punte pronunciate, esso diventa un punto di intensificazione degli sforzi, che riduce drammaticamente le prestazioni a fatica e a trazione. La dimensione della microstruttura è primariamente dettata dalla SDAS, cioè la distanza tra due rami di dendrite<sup>17</sup>. Maggiore è la velocità di raffreddamento minore sarà la SDAS e di conseguenza tutte le fasi originate dall'espulsione di soluti dalla solidificazione della fase  $\alpha$  alluminio. Per la EN AC 42100 significa intermetallici  $\beta$  ( $Al_5FeSi$ ) più sottili e allungati, fase  $\pi$  meno estesa e più piccola ed un silicio eutettico aghiforme più sottile e meno allungato. Per la EN AC 48000 la velocità di raffreddamento è meno cruciale, in quanto essendo una lega eutettica, il silicio che presenta tende già ad essere estremamente piccolo, tanto che si può distinguere solo ad alti ingrandimenti al microscopio ottico. Inoltre gli intermetallici che precipitano sono il frutto di reazioni eutettiche e peritettiche<sup>32</sup> che si sviluppano attorno a temperature molto prossime a quelle eutettiche del diagramma di stato binario Al-Si. L'unico modo per ridurre la precipitazione sarebbe quello di raffreddare immediatamente prima che il getto raggiunga la Temperatura di trasformazione, cosa alquanto difficile e non utile, dato che lo scopo primario degli intermetallici è aumentare la resistenza al creep e la durezza. Scegliendo con cura le temperature di solubilizzazione, si può modificare la forma degli intermetallici, portare alla dissoluzione in matrice per taluni di questi e sferoidizzare la fase silicio. Se per la EN AC 42100 la temperatura di solubilizzazione si è settata attorno a valori superiori a 520 °C, poiché maggiore il suo valore, minore è il tempo di solubilizzazione necessario per raggiungere tensioni a rottura massime dopo invecchiamento<sup>20</sup>, non vale lo stesso discorso per la EN AC 48000, in quanto il numero di intermetallici è maggiore e la lega è più complessa. Esiste una separazione tra studi in cui, dopo analisi DSC o DTA, enfatizzano che le fasi intermetalliche a base rame fondano appena superato i 509°C<sup>19,23,26</sup> procurando porosità all'interno del materiale deleterie per proprietà a fatica e a creep della lega. Altri come Pedza, in uno studio basato esclusivamente per settare i parametri per enfatizzare, attraverso il trattamento T6, carico a rottura, allungamento e tenacità a frattura, setta le temperature di solubilizzazione tutte sopra la soglia di 510°C, senza neanche accennare al problema<sup>27</sup>. Dato che l'obiettivo primario consiste nel dare priorità alla durezza della EN AC 48000 dopo trattamento termico, si è scelto di seguire il lavoro svolto da Pedza, nel quale i valori di durezza raggiunti dopo trattamento sono più incoraggianti, anche perché si tratta di uno studio recente specifico sulla lega AlSi12CuNiMg di uguale composizione a quella oggetto di studio. Inoltre le schede tecniche delle due leghe consigliano Temperature di solubilizzazione superiori a 515°C<sup>25</sup>. Il tempo di solubilizzazione è correlato alla temperatura: maggiore è la spinta termica alla diffusione, dissoluzione degli intermetallici, meno tempo sarà necessario per omogeneizzare la matrice e arricchirla in magnesio per la EN AC 42100 e rame e magnesio per la EN AC 48000. Questo comporta risposte diverse nelle curve di durezza dopo trattamento di invecchiamento. Dalla ricerca bibliografica in merito, un alto tempo di solubilizzazione comporta una riduzione delle proprietà meccaniche maggiormente evidente nella lega per

pistoni, rispetto alla AlSi7Mg, dovuto principalmente alla riduzione nel numero di intermetallici e la rottura del network di silicio eutettico per diffusione del silicio e sferoidizzazione di esso. Essendo più piccolo, la sferoidizzazione è facilitata, dato che si tratta di un fenomeno di accrescimento simile a quello dei grani cristallini, in cui grani di dimensione maggiore crescono a scapito di quelli più piccoli, ma a tempi dilatati<sup>33</sup>. Sferoidizzare il silicio per portarlo da forma aciculare a circolare è uno degli obiettivi della solubilizzazione, che nel caso dell'oggetto in studio è un problema complesso, dato le diverse dimensioni della fase silicio delle due leghe. Anche in questo caso la temperatura di solubilizzazione è fondamentale come mostra la Figura [13]: a destra dell'immagine si trova la microstruttura della stessa lega di alluminio per pistoni solubilizzata a 480°C per 4h tratta dal lavoro di Fernandez-Gutierrez<sup>23</sup>, mentre a sinistra una delle tre immagini tratte dai campioni solubilizzati 3h a 530°C di questo studio. A 50 °C in più la sferoidizzazione è molto più avanzata, anche se nell'immagine a destra, nel lavoro da cui è tratto, il silicio as cast è nettamente più piccolo rispetto a quello ottenuto dopo tempra in questo studio, quindi dovrebbe avere una spinta all'arrotondamento maggiore per riduzione della tensione superficiale di interfaccia della fase, cosa che non è avvenuta proprio perché la spinta termica non è sufficiente. La 48000 necessita di tempi molto più brevi rispetto alla EN AC 42100 per raggiungere un elevato grado di sferoidizzazione, per i motivi già indicati precedentemente. Nello studio di Murat<sup>33</sup> sulla modellizzazione della crescita del silicio di una lega dalla stessa composizione della EN AC 42100, durante un trattamento di solubilizzazione, per poter avere un livello di arrotondamento del silicio come nell'immagine a sinistra della Figura [12] deve essere applicata una temperatura di 540°C per 64h di trattamento. Le variazioni dimensionali del silicio nella solubilizzazione e durante i trattamenti termici di questo studio verranno analizzati nel paragrafo *Analisi dati: studio della sferoidizzazione del silicio* di questo capitolo. Il metodo di raffreddamento dei campioni influisce sulle proprietà meccaniche della lega dopo invecchiamento. Elevate velocità di raffreddamento assicurano una matrice sovrassatura di Mg, Cu e Si a temperatura ambiente, ma portano alla formazione di un numero maggiore di dislocazioni che si comportano da nucleanti per la fase  $\vartheta'$  semicoerente durante invecchiamento. La riduzione di rame in matrice per la precipitazione selettiva di  $\vartheta'$  non permette la nucleazione della fase coerente precedente  $\vartheta''$ , portando ad una riduzione di durezza ed infragilimento da accumulo di dislocazioni attorno alle fasi silicio e intermetalliche<sup>19</sup>. L. Pedersen<sup>34</sup> nel suo studio sulle variazioni di proprietà meccaniche al variare del tempo di solubilizzazione per leghe della famiglia AlSiMg, mostra come temprando con mezzi diversi, il carico a frattura e l'allungamento variano molto dopo lo stesso trattamento di invecchiamento e per lo stesso tempo di solubilizzazione, anche se non propone analisi sulla microstruttura dei campioni a diverso mezzo di tempra. Temprando in acqua a temperatura ambiente ottiene i valori di carico a rottura maggiori rispetto a temprato in olio o in aria calma, ma allo stesso modo l'allungamento si riduce notevolmente, sinonimo di infragilimento.

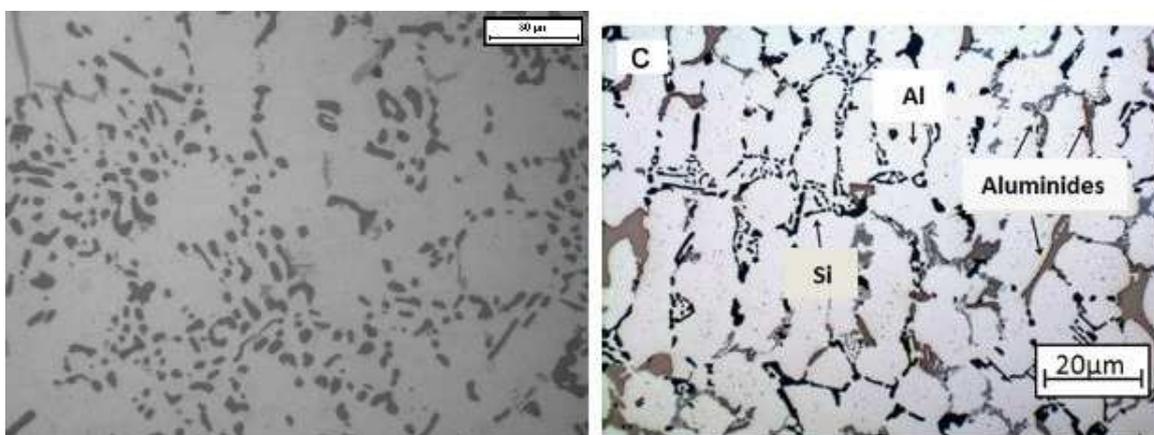
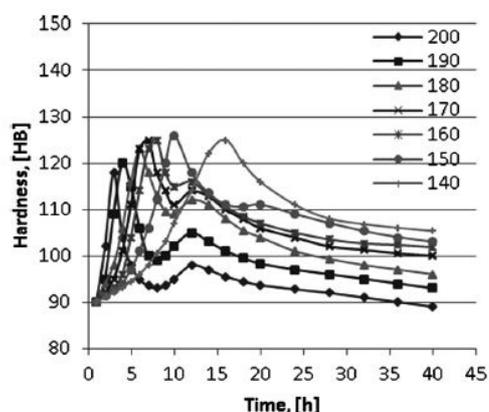


Figura 13 Esempio di sferoidizzazione del silicio per la lega EN AC 48000. A destra immagine trattata dal lavoro di R. Fernández - Gutiérrez<sup>23</sup> che illustra la microstruttura del silicio ed intermetallici solubilizzata a 480°C per 4h; a sinistra microstruttura del campione di questo lavoro solubilizzato per 3h a 530°C.

I trattamenti di preinvecchiamento vengono svolti per simulare lo stoccaggio del getto prima che subisca il trattamento, quindi simulando la vita nel processo produttivo e sfruttandolo a proprio vantaggio. Di solito è equiparabile ad un invecchiamento naturale a cui poi segue il trattamento T6, ma può anche essere di natura diversa, in cui si portano i pezzi a temperature di 50-60°C in meno rispetto alle temperature di invecchiamento vere e proprie per tempi che minimo coinvolgono giorni. L'invecchiamento naturale porta la precipitazione e formazione delle fasi a minore gap energetico di nucleazione, cioè le isole di Guiner-Preston come unico precipitato rinforzante. Sono stati svolti durante i trattamenti di invecchiamento artificiale anche delle prove di durezza per valutare l'invecchiamento naturale per ogni singolo tempo di solubilizzazione delle due leghe, i cui risultati hanno mostrato un aumento di durezza dopo 4 giorni dell'ordine di 20 HV per la 48000 e 15 HV per 42100 dai valori di durezza registrati appena dopo tempra. Nel corso delle 3 settimane successive, in cui si è misurata la durezza ad intervalli di 7 giorni, i valori non si sono discostati dal valore raggiunto a 4 giorni. I trattamenti di preaging sono svolti per velocizzare l'effetto di precipitazione dell'invecchiamento naturale, rimanendo a temperature attorno ai 100°C per spingere la precipitazione dei cluster e delle isole di Guiner Preston, così che, durante l'invecchiamento artificiale vero e proprio, nelle successive trasformazioni da precipitati coerenti a semicoerenti il numero di questi sia il più alto possibile e ben distribuito nella matrice, portando ad un aumento di durezza rispetto al solo invecchiamento artificiale. Quest'ultimo si comporta nella stesso modo del trattamento di preaging, ma aumenta la velocità di tutto il processo di stabilizzazione termodinamica dei precipitati, dai cluster iniziali fino alla formazione delle fasi  $\beta$  e  $\vartheta$  stabili dei diagrammi di stato Al - Mg e Al - Cu. All'aumentare della temperatura di invecchiamento, i tempi per le trasformazioni si accorciano, evidenziando i picchi di durezza a tempi di invecchiamento minori. Questo perché l'energia fornita è di gran lunga superiore alle barriere energetiche di nucleazione delle prime fasi, esse precipitano e si dissolvono o trasformano in tempi minori, così che, di conseguenza, le fasi semicoerenti, a cui si attribuisce l'aumento di durezza, si presentano molto più velocemente che a basse temperature di invecchiamento. L'aumento di velocità è a scapito del valore massimo di picco raggiunto, come ben evidenziato dalle due serie di curve in Figura [14] ottenute Srećko Manasijević nel suo studio *Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of piston alloys*<sup>40</sup>. L'aumento di temperatura ha portato alla definizione di un secondo picco rispetto alla curva di invecchiamento a 140°C, sinonimo che le trasformazioni dei precipitati metastabili sono molto sensibili alla temperatura di trattamento. Data la premessa su tutte le variabili in gioco in un trattamento termico T6, si ci accinge alla discussione e all'analisi delle curve di durezza delle due leghe EN AC 48000 e 42100 in base agli obiettivi espressi all'inizio di questo capitolo.



la difficoltà di avere tempra in acqua riscaldata a temperatura costante, si sono svolte le tempre a  $T_r$  temperatura ambiente. I risultati di questo studio indicano che i parametri che portano all'obiettivo di massima durezza per la

**Figura 14** Curve di durezza di una lega di alluminio per pistoni al variare della temperatura di invecchiamento<sup>40</sup>.

Come già accennato nell'introduzione del capitolo 1, il seguente lavoro di tesi si collega ad un precedente lavoro svolto da Elisa Fracchia<sup>1</sup> presso il gruppo di ricerca Disat della sede distaccata di Alessandria del politecnico di Torino, in cui si è svolto un primo approccio allo studio fissando la temperatura  $T_s$  e la  $T_n$ , rispettivamente 530°C e 175°C, variando i tempi di solubilizzazione (00:30h - 3h - 5h - 8h) e quelli di invecchiamento (2h - 4h - 6h - 8h - 10h). Data la difficoltà di avere tempra in acqua riscaldata a temperatura costante, si sono svolte le tempre a  $T_r$  temperatura ambiente. I risultati di questo studio indicano che i parametri che portano all'obiettivo di massima durezza per la

lega 48000 con il contemporaneo soddisfacimento della maggiore deformazione plastica della 42100 sono  $\tau$  di 8h e  $\phi$  di 4h. Partendo da questa base di dati si è sviluppato il lavoro per coprire, sempre con le stesse variazioni di tempi di solubilizzazioni, temperature di invecchiamento nell'intorno di 175°C, media delle temperature  $T_n$  dei trattamenti termici T6 delle leghe singole mostrati in tabella 1 e 2 della premessa. Le temperature adottate  $T_n$  del primo studio sono state, quindi, 165°C, 185°C per  $\phi$  identici allo studio precedente. L'identificazione di ogni campione è avvenuta per marcatura secondo la designazione seguente

$$N_1 - L_1 - N_2 - L_2$$

- $N_1$  numero che identifica la lega ( 1 - 48000, 2 - 42100)
- $L_1$  lettera che identifica  $T_s$  ( A - 00:30h, B - 3h, C - 5h, D - 8h)
- $N_2$  numero corrispondente a  $\phi$  (1 - 2h, 2 - 4h, 3 - 6h, 4 - 8h, 5 - 10h)
- $L_2$  lettera corrispondente a  $T_n$  ( F - 165°C, G - 185°C )

Assieme alla serie da solubilizzazione, si è aggiunto all' infornata un campione ulteriore per singola lega con un duplice scopo: valutare la durezza raggiunta dopo il trattamento ed ottenere le curve di trattamento T5 di invecchiamento naturale. Per la loro identificazione si è adottata la designazione semplificata  $N_1 - L_1 - N$  dove  $N$  in questo caso sta per naturale. I campioni dopo invecchiamento, rimossi dal forno, sono stati raffreddati a temperatura ambiente. Il secondo step di invecchiamenti è stato svolto in seguito alla prima analisi dei grafici delle durezze effettuate sui campioni del primo step, le quali non presentavano un overaging definito per la 42100 (non raggiungibile per la 48000 con i seguenti tempi di solubilizzazione<sup>25</sup>) e per ottenere dati diversificati dal lavoro di Fracchia<sup>1</sup> precedente. Altre motivazioni per questo secondo studio con temperature diverse verranno fornite successivamente durante la discussione dei dati. Pertanto si è scelto di allargare ulteriormente la fascia di temperature di aging aggiungendo i trattamenti a 150°C e 200°C. Inoltre, per tentare di intercettare l'overaging della 42100, si sono introdotti due tempi in più al trattamento di invecchiamento, 15h e 20h. In Questo secondo step di raccolta dati i tempi di solubilizzazione di 0.5h e 8h non sono stati effettuati, in quanto non presentavano dati incoraggianti sulla durezza della EN AN 48000 dopo la prima tranches di studio.

### 3.3 Analisi dei dati: Trattamento T6

In figura [15] e [17] sono riportati valori di durezza ottenuti dalla media aritmetica delle indentazioni svolte sui campioni della prima tranches di invecchiamenti per i quattro tempi di solubilizzazione. La lega EN AC 42100 presenta, dopo colata, un elevato numero di macroporosità centrali dovute sia ai ritiri durante la solidificazione, sia alla velocità di colata che, essendo ipoeutettoidica, presenta una minore colabilità di una lega eutettica e quindi una maggiore resistenza allo scorrimento del fuso nei runner dello stampo metallico, per cui richiede velocità di colata maggiori con maggiori rischi di intrappolamento di gas nel getto. Queste porosità inducono una marcata deviazione standard dei dati, come si può osservare dalle barre di errore verticale poste su ogni indicatore. L'andamento delle durezze può essere valutato mantenendo la variabile  $\tau(h)$  fissa, quindi comparando i valori sulla base della  $T_n$  e dei tempi di invecchiamento, o mantenendo la temperatura di invecchiamento fissa  $T_n$  e valutare le differenze di durezza rispetto al tempo di solubilizzazione. In Figura [15] vengono illustrate le curve del primo metodo di giudizio della lega EN AC 42100, in cui si possono notare i due

picchi di durezza citati nella premessa di questo paragrafo in entrambi i tempi di invecchiamento. Come nel lavoro di Chen <sup>17</sup>, a  $T_s$  simili a quelle di questo lavoro, a tempi di solubilizzazioni brevi di 0.5h la curva di durezza presenta un doppio picco simile alla curva a 165°C, che a solubilizzazioni di 8h non sono più evidenziati. Chen e i suoi collaboratori presentano questo andamento per una lega di composizione identica a quella oggetto di studio, ma a temperatura di invecchiamento di 180°C e tempi più lunghi rispetto alla curva a 165°C, mentre la curva più vicina allo stesso trattamento, quella a 185°C per gli stessi tempi di solubilizzazione presenta comportamento opposto, dove i picchi non sono presenti a 0.5h e sono più pronunciati a 8h. Inoltre i valori di durezza massima non coincidono, poiché ad 8h di solubilizzazione le durezze differiscono rispetto al seguente studio di 10 HV in meno. Se si comparano i due trattamenti dal punto di vista del solo invecchiamento, non vi sono grosse differenze di valori raggiunti, le uniche differenze sono i tempi di con cui raggiungono il picco

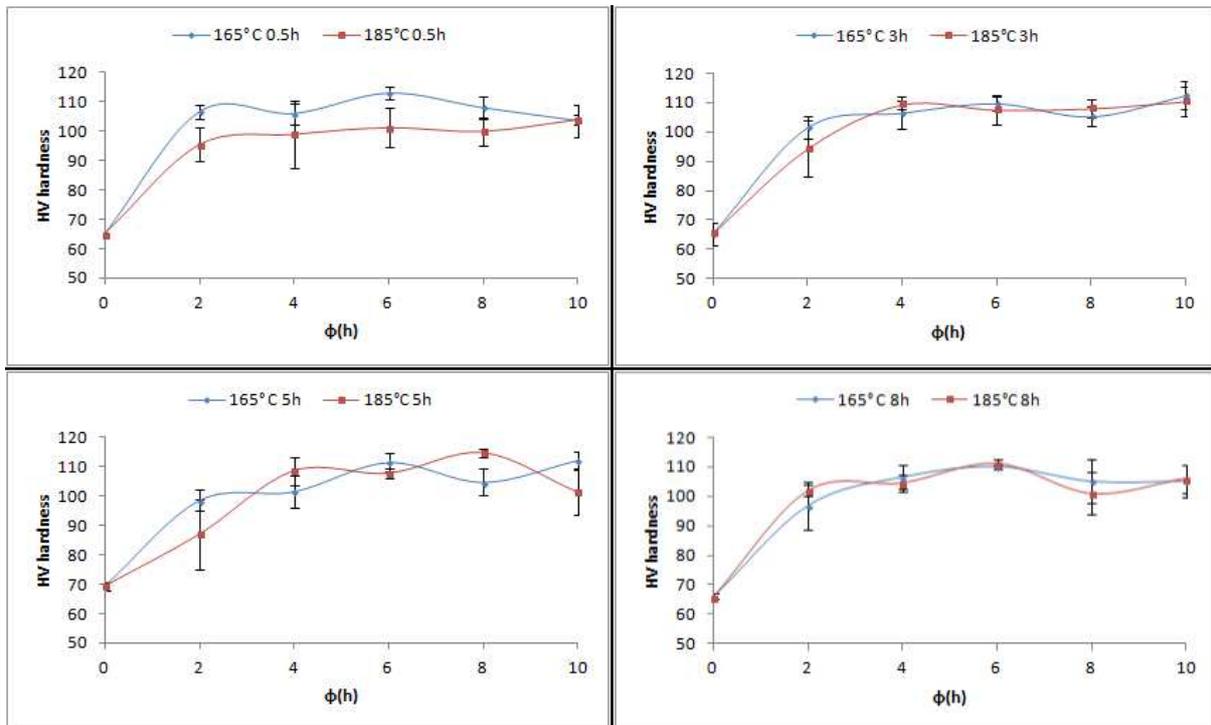


Figura 15 Curve di durezza della lega EN AC 42100 del primo studio del trattamento T6.

della curva. Nel caso del trattamento a 165°C il picco della massima durezza è posizionato sempre a 6h di invecchiamento per tutti i tempi di solubilizzazione, che coincide con il secondo picco. Questo fa pensare che la precipitazione delle fase  $\beta'$  semicoerente che si attiva tra 4h e 6h di invecchiamento non sia condizionata dalla solubilizzazione, mentre la formazione di cluster o isole di Guiner Preston, associato al primo picco di durezza, lo sia come suggerito dallo stesso Chen<sup>17</sup> probabilmente dovuto alla variazione di concentrazione di Mg in soluzione solida rispetto ai diversi tempi di solubilizzazione. Le curve del trattamento a 185°C mostrano un aumento di durezza dal solubilizzato a 0.5h a 3h, per poi mantenersi sullo stesso intervallo di valori del trattamento a 165°C. L'andamento delle curve di un invecchiamento a temperatura più alta, con lo stesso tempo di solubilizzazione e  $T_s$ , non coincide con quello ottenuto. Rappresenta un comportamento insolito, all'aumentare della temperatura di invecchiamento si ha la tendenza a velocizzare la precipitazione ed ad avvicinare i picchi di durezza a tempi più brevi raggiungendo, però, valori più bassi di picco. Invece, non solo non presenta lo stesso andamento della curva a 165°C per gli stessi tempi di solubilizzazione, ma anche quando tende allo stesso andamento è slittato di due ore a destra rispetto ad essa. Si

presenta come se fosse rallentata e raggiungesse la stessa microstruttura del trattato a 165°C - 0.5h solo dopo 8h di solubilizzazione, ma con durezze dello stesso valore. In Figura [16]- a) e b) sono riportate le stesse curve di Figura [15] valutando, però, la variazione di  $\tau$  sullo stesso trattamento di aging. Si noti come per le curve a 165°C a due ore di invecchiamento il valore del primo picco scenda in accordo con Rui Chen<sup>35</sup> e presenti una leggera riduzione dei valori a solubilizzazioni più alte. La figura b) mostra la stessa impostazione di correlazione tra curve precedente, ma per il trattamento a 185°C che presenta il seguente andamento:  $\tau$  0.5h nessun picco evidente con plateau;  $\tau$  3h presenza di primo picco a  $\phi(4h)$  e plateau;  $\tau$  5h presenza di primo picco a 4h ed il secondo a 8h;  $\tau$  8h primo e secondo picco traslati di due ore a sinistra rispetto a  $\tau$  5h. Una spiegazione a questo fenomeno può essere data dalla concentrazione di magnesio presente in soluzione solida e dai tempi di raffreddamento della lega. Raffreddamenti veloci inducono concentrazioni di Mg in soluzione solida più alte dell'equilibrio, l'opposto, invece, tende a avere più magnesio al di fuori della fase  $\alpha$  alluminio, portando alla formazione di maggior intermetallici  $\pi$ -Al<sub>9</sub>FeMg<sub>3</sub>Si<sub>5</sub> descritti nel capitolo 2 di questa tesi. Se il lingotto colato non viene estratto in fretta dallo stampo, questo è sufficiente per avere dendriti più grandi meno ricche di magnesio. Quindi, la solubilizzazione a 0.5h non permette la dissoluzione delle fasi  $\pi$ <sup>12</sup> la liberazione del Mg dall'intermetallico, il quale non concorre alla formazione dei cluster di MgSi<sub>2</sub> e il loro accrescimento durante l'aging. Per cui il valore di durezza più basso del trattamento a 165°C può essere spiegato in questo modo, come la l'evoluzione delle curve per diversi tempi di solubilizzazione in figura [16] b) in cui si palesano i picchi a solubilizzazioni più alte, mantenendo la durezza. Le curve di durezza della lega EN AC 48000 invecchiate a 165°C e 185°C e solubilizzate a 0.5h, 3h, 5h, 8h sono mostrate in Figura [17]. Esse non evidenziano, diversamente dalla EN AC 42100, doppi picchi evidenti. Entrambi i trattamenti termici, alla stessa solubilizzazione, raggiungono gli stessi valori di durezza vickers ed un plateau di questo dalla quarta ora di invecchiamento. Come descritto dalle curve c) e d) della figura [16], tra la solubilizzazione di 0.5h e 3h per entrambe le temperatura di invecchiamento, la matrice si arricchisce di Cu e Mg grazie alla dissoluzione dei numerosi intermetallici ricchi di questi elementi, così da vedere un incremento di 20 HV minimo tra le due curve corrispondenti. Dopo la solubilizzazione a 3h si vede una riduzione di durezze che coinvolge sia i campioni solubilizzati a 5h e 8h, anche in questo caso per entrambe le temperature di invecchiamento in studio. In letteratura le curve di durezza di questa lega o di simili presentano comportamenti contrastanti tra loro<sup>21</sup>: leghe dalla composizione simile solubilizzate per temperature prossime a 530 °C per tempi di 12h portano a curve di durezza, al variare di  $T_n$  da 145°C a 210°C, con la presenza di doppi picchi molto pronunciati in un range di tempi di invecchiamento più ampio rispetto al seguente lavoro pari a 36h. Se si considera direttamente solo l'intervallo delle curve a temperature in comune, esse raggiungono il massimo intorno a 5 ore di invecchiamento, per poi avere una caduta precedente alle 10h di trattamento pari a 20 HB ed un successivo aumento. Anche se Li usa una scala di durezze Brinell, convertendo i valori del massimo a HV esse sono concordi a ciò che è stato evidenziato nelle curve c) e d) ottenute per le variazioni di solubilizzazione a  $T_n$  costanti, il massimo cala per tempi di solubilizzazione maggiori. Egli associa il primo picco alla transizione dei precipitati  $\vartheta''$  e  $\beta''$  dalle rispettive isole di Guiner-Preston e il successivo alla loro trasformazione delle fasi semicoerenti  $\vartheta'$  e  $\beta'$ . Nelle curve ottenute non sono stati registrati picchi direttamente associabili a queste due variazioni e ciò può essere spiegato in tre modi:

1. Nelle prime due ore di invecchiamento sono già avvenute tutte le trasformazioni che i precipitati incorrono e si è raggiunto l'overaging.
2. Le variazioni di durezza sono avvenute nei tempi non registrati e quindi non visibili nelle curve ottenute
3. Ciò che è precipitato e che porta all'aumento di durezza è stabile per tutti i tempi di invecchiamento fino a 10h, pertanto non si è raggiunto ancora i tempi necessari alla sua dissoluzione e trasformazione.
4. Il contenuto di magnesio in soluzione solida non è sufficiente omogeneizzato o la sua

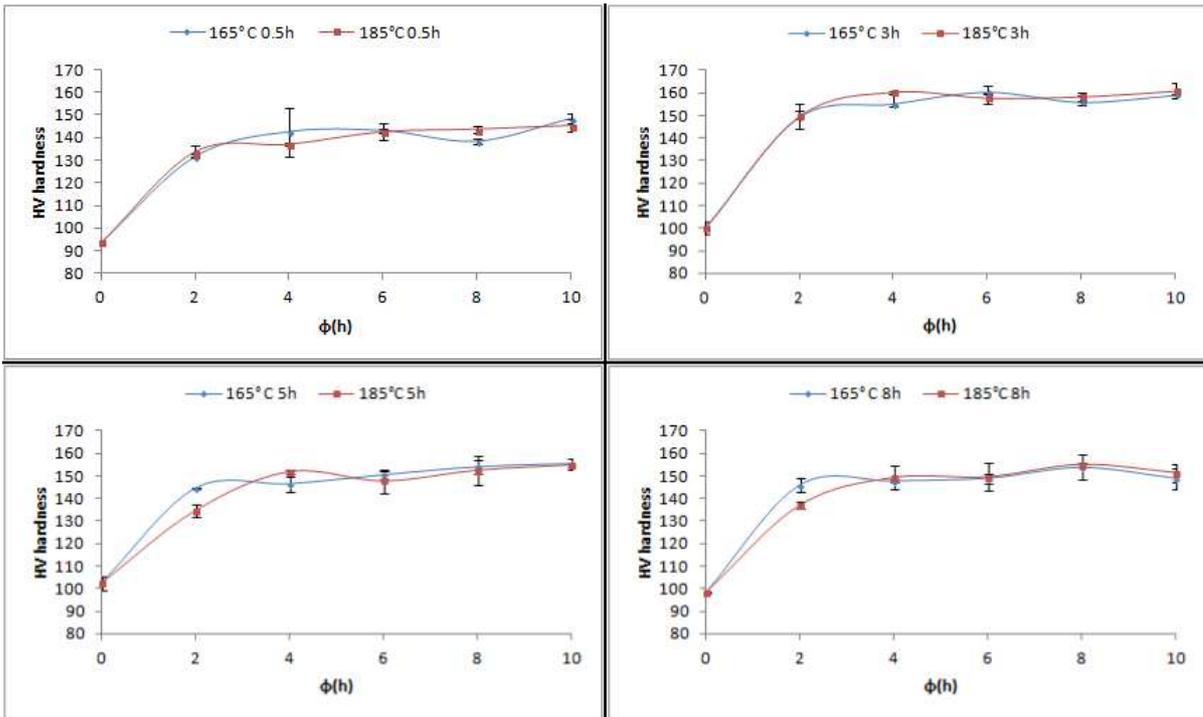


Figura 16 Comparazione delle curve di durezza delle Figure [15] e [17] per la stessa temperatura di invecchiamento rispetto alla variazione di tempi di solubilizzazione.

concentrazione si è ridotta a causa della evaporazione durante la fusione, così da non permettere la precipitazione delle fasi  $Mg_2Si$ , quindi sotto la concentrazione di solubilità a temperatura di aging. Quindi l'uniche fasi rinforzanti sono la fase  $Q^{22}$  e  $\theta'$  che possono spiegare i picchi sporadici.

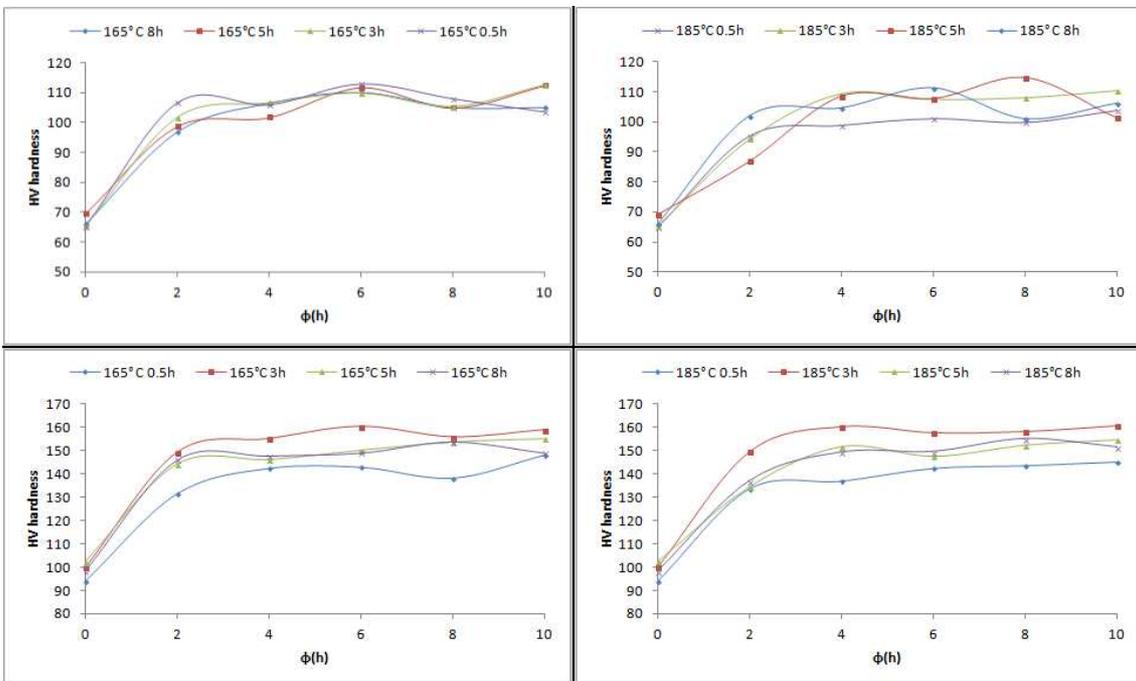


Figura 17 Curve di durezza della lega EN AC 48000 del primo studio del trattamento T6.

In conclusione ai primi trattamenti svolti si osserva che:

- La 48000 è più sensibile al tempo di solubilizzazione, aumenta di durezza media da 0.5h a 3h per poi muoversi a valori intermedi per 5h-8h. L'andamento delle curve di aging per 165° 185°C è praticamente uguale, piccole variazioni di raggiungimento del plateau nelle prime ore di aging per poi assestarsi sul valore medio. La solubilizzazione a 3h porta la 48000 a raggiungere le durezze massime delle serie, 160 HV, in particolare a 4h di invecchiamento della curva corrispondente alla temperatura di 185°C. Le curve ottenute non presentano due picchi di durezza come in altri lavori svolti sulla famiglia di queste leghe, ma in questi i tempi di solubilizzazione sono molto più alti di quelli di questo studio, suggerendo una correlazione tra picchi di durezza e tempi di solubilizzazione per queste leghe.
- La 42100 presenta un andamento più complesso. La presenza di due picchi la cui ampiezza rientra nell'errore registrato rende difficile una speculazione sul fatto che queste siano dovuti alle trasformazioni dei precipitati o alla presenza di difetti quali porosità che ne alternano il risultato. L'aumento di temperatura di invecchiamento da 165°C a 185°C non porta lo spostamento dei picchi presenti a tempi di invecchiamento minori, anzi, li sposta a destra del grafico, comportamento insolito per un trattamento di aging, che è da correlare con la variazione dei tempi di solubilizzazione e alla presenza di difetti. Il valore massimo di durezza 110 HV non sembra influenzato dai tempi di solubilizzazione, a differenza della EN AC 48000. Non è presente un overaging evidente per tutte le combinazioni di tempi di solubilizzazione, temperature e tempi di invecchiamento, che non permette di comprendere qualitativamente che tipo di fase della sequenza di trasformazione è presente in matrice.

Di fronte a queste conclusioni, si è scelto di introdurre le curve di durezza di altre due temperature di invecchiamento ( 150°C e 200°C ) e altri due tempi di invecchiamento ( 15h e

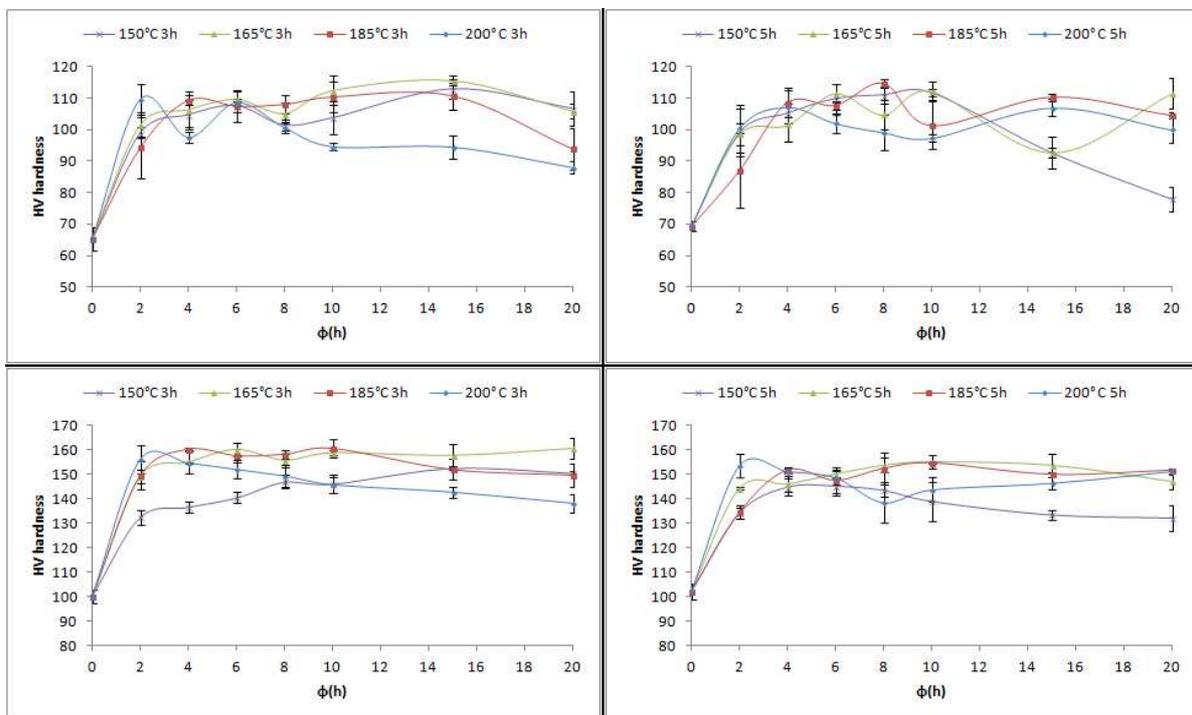


Figura 18 Curve di durezza del secondo studio dei trattamento termico T6, ampliate rispetto al primo di due tempi in più di invecchiamento (15h/20h) e due temperature di studio (150°C/200°C). Sopra, le curve riferite alla 42100 solubilizzata 3h e 5h, mentre sotto le curve di durezza della 48000, solubilizzata agli stessi tempi.

20h ), per verificare che i picchi di durezza siano effettivamente dovuti al trattamento termico, ed in tal caso vederne lo slittamento a sinistra del grafico per temperature più alte, oppure ai difetti presenti sotto la superficie che hanno modificato il valore; evidenziare l'overaging della

42100; ottenere delle curve che si discostino da quelle dei trattamenti a 165°C e 185°C per poter avere una idea più ampia possibile delle durezze raggiungibili dalla 48000 e 42100 in temperature fuori dai loro standard di trattamento. Inoltre, dato che i valori di durezza massima della 48000 sono stati ottenuti con solubilizzazioni di 3h e 5h, si ci è limitati a svolgere le nuove curve per soli questi tempi di solubilizzazione. In Figura [18] sono presenti le curve di durezza del secondo studio per entrambe le leghe, in alto quelle della 42100 e in basso quelle della 48000. Aggiungendo le curve a 150°C e 200°C l'andamento dei picchi diventa un po' più chiaro. Per i campioni di 42100 solubilizzati 3h a 150°C la curva di durezza segue marcatamente la curva dei trattati a 165°C: si ha un aumento di durezza continuo da 2h a 6h di invecchiamento, un calo a 8h, un aumento di durezza a 15h ed una deflessione a 20h. La deviazione standard dei dati ad 8h risulta essere 1/4 della riduzione di durezza, segno che si può considerare attendibile. Con la conferma della curva a 150°, sembra che a temperature più basse il raggiungimento del primo picco sia graduale, per poi ottenere il secondo picco a tempi più prolungati attorno a 15h. A 185°C il primo picco si sposta a 4h invece che a 6h, per poi spostarsi ulteriormente a 2h a 200°C, segno che seguono gli andamenti comuni di un invecchiamento. Sempre a 200°C l'overaging è ben marcato dalla discesa di durezza da 8h di invecchiamento in poi, come anche nella 185°C ma a partire da 15h. Ciò che non si riscontra è una riduzione di durezza massima all'aumentare della temperatura di invecchiamento, che può essere spiegato dal valore di deviazione standard elevato della misura. Di maggiore interesse sono le curve tratte dai campioni della stessa lega a 5h di solubilizzazione. La curva corrispondente all'invecchiamento a 150°C presenta un incremento continuo di durezza fino a 10h, seguito da un brusco calo dopo 15h di invecchiamento. A 165°C l'incremento di durezza tocca gli stessi valori raggiunti dalla curva precedente, solo che non è una crescita continua, ma interrotta a 4h e 8h di invecchiamento, manifestando due picchi a 6 ore e 10 ore. Dopo di che si ha un brusco calo a 15h e un incremento successivo a 20h. Limitando la curva alle sole 10 ore nel primo studio si era precluso l'evidenza di questo picco specifico e del probabile successivo dopo le 20h come suggerito dalle curve a temperature maggiori. Nella curva a 185°C i picchi della precedente sono traslati tutti a sinistra come si ci aspetta da un aumento di temperatura, così da poter apprezzare un terzo picco a 15h di invecchiamento. Attribuire questo terzo picco ad una fase precisa diventa difficile, dato che dalle curve a 3h di solubilizzazione non è presente. La correlazione con la curva a 200°C fa presagire che non si tratta di un errore di misura, né di una precipitazione della serie dell'intermetallico Mg<sub>2</sub>Si, in quanto sempre nella curva successiva, l'aumento di temperatura non porta una variazione della posizione del picco presente a 15h. Pertanto si potrebbe attribuire questo picco alla precipitazione di silicio intradendritico, come suggerisce la DSC del studio di S.W. Choi<sup>22</sup> dove oltre la precipitazione delle fasi β'' e β', rileva un terzo picco esotermico legato alla precipitazione di silicio. Non avendo, però, correlato un picco di durezza come quello delle curve con una immagine al TEM che identifichi questa fase, rimane una semplice spiegazione teorica da approfondire con ulteriori studi. Infine, per quanto riguarda le curve dei campioni a solubilizzati a 5h della 42100, un ultimo appunto sulla curva a 200°C: scompare il primo picco che viene sostituito interamente dal secondo, segno a questa temperatura la fase β' a 2 ore è completamente trasformata nella successiva fase semicoerente. Sotto le curve della 42100, si trovano quelle della 48000. Esse, come anche nel primo studio, non presentano strane sorprese di andamento. Alle curve delle durezze ad invecchiamenti di 165°C e 185°C e 3h di solubilizzazione (grafico del primo si aggiungono due valori a 15 e 20 ore che, in sostanza, continuano il plateau interrotto a 10 ore. Della curva a 150°C si apprezza l'aumento di durezza progressivo con leggere flessioni che non possono suggerire una trasformazione di fase dei precipitati, è probabile che nelle prime ore precipita la fase β''+ la fase Q e che continui a precipitare per tempi oltre le 20 ore di invecchiamento. A 200 °C si manifesta un unico picco a 2h di invecchiamento per poi presentare overaging dopo 4 ore. Delle curve dei solubilizzati 5h si può notare come siano simili all'andamento di quelle a dei campioni solubilizzati a 3 h, con l'unica eccezione proprio delle nuove curve aggiunte, dove a 150 °C e tempi lunghi essa tenda a diminuire in durezza mentre a 200°C negli stessi tempi aumenti.

In conclusione ai secondi trattamenti svolti si osserva che:

- Le curve della EN AC 42100 per entrambe i tempi di solubilizzazione non portano a durezze maggiori di quelle del primo studio, semmai rimangono allo stesso valore. L'andamento delle curve ricorda di più il tipico comportamento di una curva di aging descritto nella premessa. A 3h di solubilizzazione la presenza di due picchi continua ad essere associabile alla precipitazione e trasformazioni delle fasi  $\beta''$  e  $\beta'$ , mentre le curve di 5h di solubilizzazione, aumentando i tempi di invecchiamento, evidenziano un terzo picco, associabile alla precipitazione di silicio intradendritico<sup>22</sup>. L'overaging si palesa solo nei solubilizzati 3h ed invecchiati 185°C e 200°C.
- Anche le curve della EN AC 48000 non presentano aumenti di durezze rispetto al primo ciclo di studi. Il plateau di durezze è confermato anche a 15h e 20h per entrambi i tempi di solubilizzazione delle curve a 165°C e 185°C ed anche in questo caso le curve ricordano il tipico comportamento di una curva di aging descritta nel premessa. Sovra invecchiamento rilevabile anche qui solo nei campioni solubilizzati 3h ed invecchiati 185°C e 200°C.

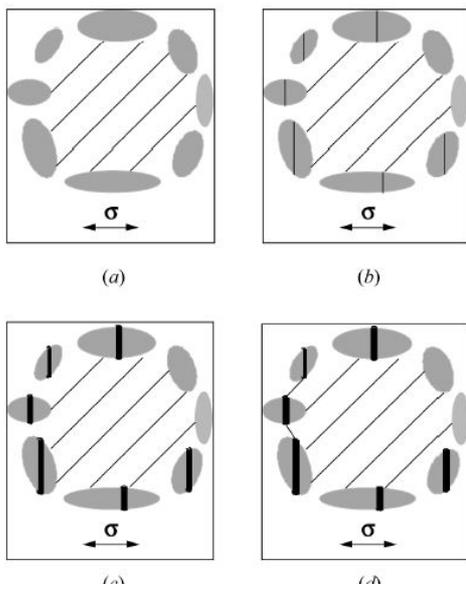


Figura 19 Meccanismo di frattura suggerito di una lega AlSi7Mg<sup>12</sup>.

### 3.4 Analisi dei dati: sferodizzazione del silicio

Come più volte accennato, le proprietà meccaniche a temperatura ambiente delle leghe di alluminio della famiglia della serie 4xxx0 sono dipendenti da diversi fattori interconnessi gli uni con gli altri. Q.G. Wang<sup>12,18,31</sup> ha prodotto diversi studi sull'argomento per le leghe EN AC 42100 ( denominate anche A356 nella classificazione ASTM ), dimostrando anche con modelli, i meccanismi di frattura microstrutturali che portano a cedimento di campioni sottoposti a trazione. Le assunzioni che pone nei suoi articoli in molti casi possono essere traslati alla lega eutettica EN AC 48000, in particolare sulla dimensione degli intermetallici e del silicio eutettico, la cui rottura è il meccanismo primario

di coalescenza di cricche formate durante la frattura del materiale. In questo capitolo si studierà l'evoluzione della microstruttura durante il trattamento termico delle due leghe, focalizzandosi sulla evoluzione del silicio eutettico ( nella EN AC 48000 si sono riscontrati pochissime fasi silicio primarie ) durante la rampa di ascesa alla temperatura di solubilizzazione e durante il mantenimento a  $T_s$ . Si noterà come la dimensione iniziale del silicio da getto as cast è fondamentale per lo sviluppo della sua dimensione e morfologia per tutto il trattamento di solubilizzazione. Inoltre la rampa termica di 3 ore per il raggiungimento della temperatura di solubilizzazione, inserita per ragioni di inerzia termica del forno, ha influenza sulla sferodizzazione del silicio della EN AC 48000 e parzialmente quello della EN AC 42100, mostrando come la frammentazione del silicio sia un fenomeno termicamente attivato legato anche alla diffusione del silicio. La morfologia del silicio dopo trattamento di solubilizzazione

sarà metro di giudizio nella scelta dei parametri del trattamento termico T6 da applicare ai campioni FGM ottenuti.

L'importanza di un silicio di piccole dimensioni e sferoidale nella lega più duttile nasce dalla conoscenza dei meccanismi di frattura di questa lega. Durante le prove a trazione svolte nello studio precedente a questo sul trattamento termico T6 del composito FGM<sup>1</sup>, tutti i provini hanno subito rottura nella porzione di 42100 del campione. Oltre che dare prova dell'efficacia della giunzione, esso implica che le prestazioni meccaniche a trazione del composito sono direttamente collegate al quelle della 42100. Conoscere il suo comportamento a frattura implica permettere una maggiore duttilità della lega, nelle condizione di composizione e velocità di raffreddamento del getto ideali. Questo è il risultato dei laboriosi studi del già citato Wang sulla A356/A357 modificata con Sr o meno<sup>12,18,31</sup>. Il meccanismo di frattura che suggerisce è rappresentato in figura [20]. Sotto applicazione di carico, superato il carico di snervamento, le dislocazioni soggette agli sforzi di taglio scorrono nell'alfa alluminio, ostacolate dai precipitati ceramici nucleati durante il trattamento di aging. L'accumulo di dislocazioni ai pressi del silicio eutettico incrementa la tensione impressa alla matrice per la sua deformazione, che viene trasferita dalla matrice stessa sul silicio e sulle fasi intermetalliche ( immagine (a) ). Avendo entrambe una natura ceramica, sono fragili e, raggiunto il carico massimo, si fratturano con frattura perpendicolare alla direzione di carico ( immagine (b) ). Non partecipando ulteriormente alla distribuzione degli sforzi che il materiale sta subendo, maggior carico viene posto alla matrice compresa tra il silicio eutettico, arrivando a frattura locale che si connette con le zone di frattura precedenti del silicio stesso, innescando la propagazione della cricca ( immagine (c) e (d) ). La competizione tra più cricche propagate e la loro unione porterà a frattura catastrofica del provino. Lo stesso discorso varrebbe sostituendo la parola silicio con intermetallo, ciò che conta è la dimensione della fase ceramica, poiché

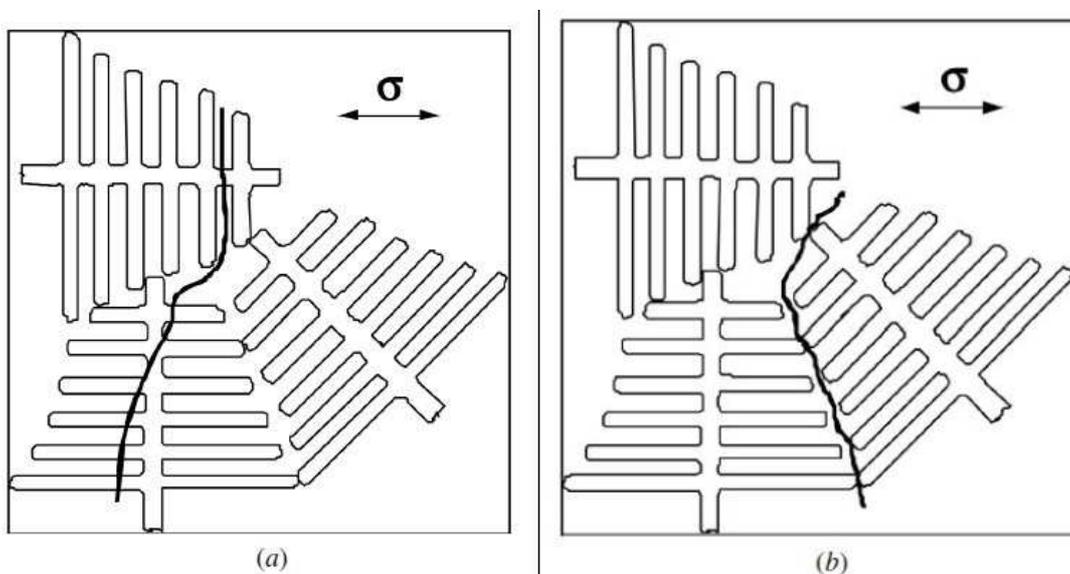


Figura 20 Esempi di frattura in lega EN AC 42100. Immagini tratte da *Microstructural effects on tensile and fracture behavior on A356/A357*<sup>12</sup>.

minore è la sua dimensione, minore è il numero di difetti presenti che possono portarne alla frattura prematura e di conseguenza aumentarne la sua vita in esercizio. Il parametro chiave su cui lavorare per ridurre le dimensioni della microstruttura è, come già accennato, la SDAS, che è così importante da condizionare la duttilità della lega e gli accorgimenti successivi per mantenerla tale. In una lega EN AC 42100 SDAS < 30  $\mu\text{m}$ , sempre secondo Wang, la frattura che si propaga è intergranulare come nell'esempio in Figura [20] - (b), per cui modificare il

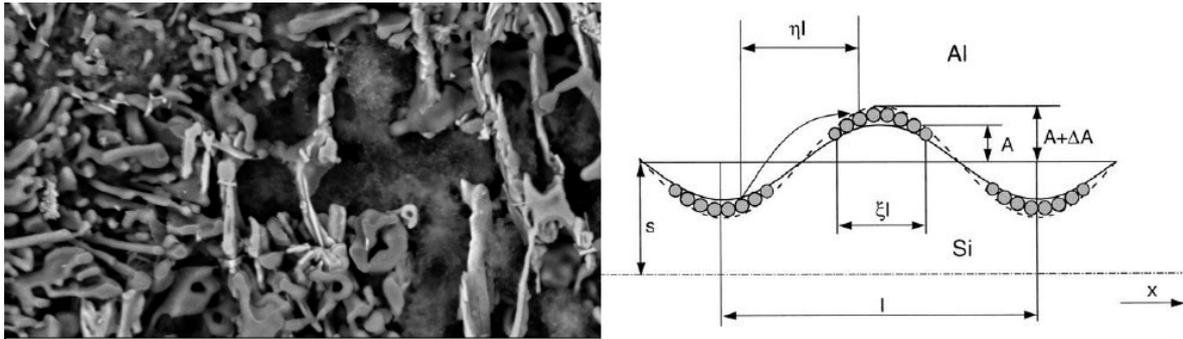


Figura 21 A sinistra immagine al SEM della struttura corallina del silicio della 48000 solubilizzata 3h a 530°C. A destra, illustrazione modello di sferoidizzazione di E. Ogris<sup>38</sup>.

silicio eutettico nella sua forma, dimensione e distanza, a queste dimensioni, permette un incremento di vita notevole e di conseguenza un aumento di duttilità. Se invece la lega, condizionata dalla tecnologia di colata, presenta SDAS > 50 μm si ci trova in una condizione di prevalenza frattura transgranulare, in cui la modifica del silicio eutettico non porta ad un effettivo rallentamento della propagazione, per cui le strategie da adottare sono diverse. La SDAS varia di molto con la velocità di raffreddamento del getto, ma anche con la composizione della lega, come dimostra Tharmalingam S. nel suo studio sui condizionamenti *Alloy Composition and Dendrite Arm Spacing in Al-Si-Cu-Mg-Fe Alloys*,<sup>36</sup> identificando nel rame e silicio gli elementi che inducono una SDAS minore a parità di velocità di solidificazione. Nel caso della colata in gravità di FGM di questo studio, le proprietà meccaniche del componente si giocano sulla velocità di estrazione del getto dallo stampo e il successivo raffreddamento in acqua, ottenendo una SDAS attorno ai 35 μm. A partire dalla microstruttura as cast delle due leghe in alto a sinistra in Figura [22] e [23], il trattamento di solubilizzazione permette la variazione dell'aspetto di forma, cioè il rapporto tra le dimensioni ortogonali caratteristiche di un oggetto, del silicio, degli intermetallici influenzati dalla temperatura di trattamento e della dimensione di entrambi gli elementi citati della microstruttura, così da ridurre il fattore di intensificazione degli sforzi ai loro estremi e di conseguenza la vita di entrambi i materiali.

La sferoidizzazione del silicio è un fenomeno termicamente attivato a temperature oltre la metà della temperatura di fusione del materiale, in cui la fase silicio aciculare, per ridurre la tensione superficiale all'interfaccia con la matrice, tende a frammentarsi in parti più piccole ed ad assumere forma sferoidale. L'accrescimento dei frammenti, per leghe non modificate con Sr o Na, dopo almeno 3h 20min di solubilizzazione<sup>33</sup> segue il modello di sviluppato da Lifshitz, Slyozov and Wagner la cui formulazione base è quella descritta dall'equazione seguente:

$$(2R)^3 - (2R_0)^3 = Kt$$

in cui con R si ci riferisce al raggio equivalente medio dell'area corrispondente alla fase di un determinato tempo (t) oltre le 3h e 20 min, mentre R<sub>0</sub> è il raggio equivalente medio al tempo di inizio 3h e 20 min. K rappresenta una costante di velocità dipendente dalla composizione, microstruttura e dalla frazione in volume di seconde fasi<sup>37</sup> presenti nella matrice. In pratica l'evoluzione del volume equivalente della fase segue una dipendenza lineare con il tempo, con accrescimento delle fasi a volume maggiore a scapito di quelle a minori dimensioni, nello stesso principio dell'accrescimento del grano, solo che in questo caso la dipendenza dal tempo è al quadrato. Rappresenta un fenomeno diffusivo, in cui il silicio può diffondere attraverso la matrice o sulla superficie stessa della fase. Un modello che tenta di spiegare la frammentazione viene fornito da E. Ogris<sup>38</sup> collaboratori, in cui ipotizza che la spinta alla frammentazione venga data dalla ondulazione e non linearità della superficie dei rami del

silicio. A sinistra della Figura [21] si trova una immagine al SEM della lega 48000 as cast attaccata con soluzione diluita di HCl in cui emerge lo scheletro di silicio corallino derivante dalla solidificazione. Questa è la forma ottenuta dalla solidificazione dell'eutettico della lega, a struttura corallina con un ramo principale e diversi rami secondari e terziari che diramano da esso. Il modello prevede, in base alle dimensioni dei rami secondari e terziari, che le superfici di questi abbiano degli avvallamenti e prosperità dovuti alla rapidità di solidificazione. Gli atomi di silicio nel collo tra due creste, come si può vedere nell'immagine a destra della figura [10], diffondono nella matrice alluminio, data la minor barriera energetica alla diffusione rispetto alla auto diffusione del solo silicio, e si depositano sulla cresta adiacente, aumentando l'ampiezza cresta/conca. L'instabilità energetica superficiale, che è la spinta ai fenomeni di frammentazione, è legata a fattori puramente geometrici come la distanza tra due rami di silicio e il diametro dei rami, per cui non è influenzata da fenomeni; essi dettano i tempi di sferodizzazione, non ne sono la causa.

EN AC 48000	R (µm)	dev.st	α	dev.st
As cast	1.23	0.93	2.52	1.42
D.rampa ( 3h )	1.47	1.19	2.18	1.14
0.75h	1.58	0.79	2.44	1.37
3h	1.96	0.99	2.31	1.41
5h	2.06	1.03	2.19	1.21
8h	1.89	0.85	1.81	0.85

EN AC 42100	R (µm)	dev.st	α	dev.st
As cast	2.24	1.82	2.60	1.69
D.rampa ( 3h )	2.41	1.49	3.93	3.19
0.75h	2.13	1.23	3.47	2.61
3h	2.32	1.32	3.18	2.36
5h	2.20	1.15	2.99	2.13
8h	2.20	1.11	2.85	2.01

**Tabella 5 Tabelle riportanti i valori di raggio equivalente e aspetto di forma ottenuti dall'analisi di immagine delle microstrutture dei solubilizzati.**

Poste le basi del fenomeno e della sua importanza, si ci appresta alla discussione dello studio degli effetti della solubilizzazione del silicio sia sulle leghe singole, sia sull'interfaccia del FGM realizzato con le due leghe, valutando la variazione di raggio equivalente e aspect ratio della fase silicio, considerando, inoltre, la variazione dimensionale degli intermetallici, al fine di valutare qualitativamente, dove possibile, la dissoluzione di essi. La figura [21] è la composizione delle immagini derivanti dalle microstrutture di tutte le fasi della solubilizzazione della 42100, da as cast, fino alla solubilizzazione a 8h assieme al relativo istogramma, che identifica la frequenza totale dei raggi equivalenti nell' intervallo di classe scelto sulle tre immagini acquisite

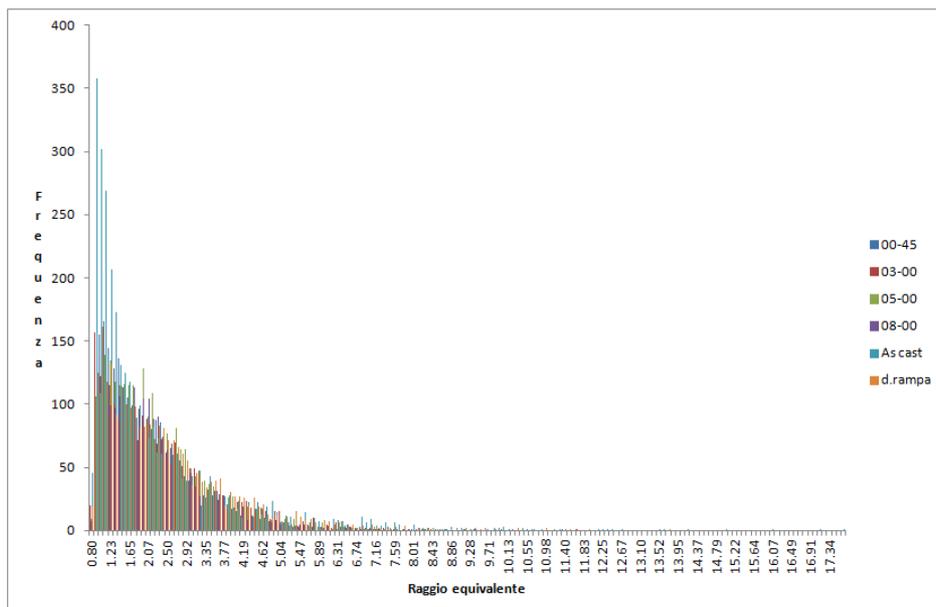
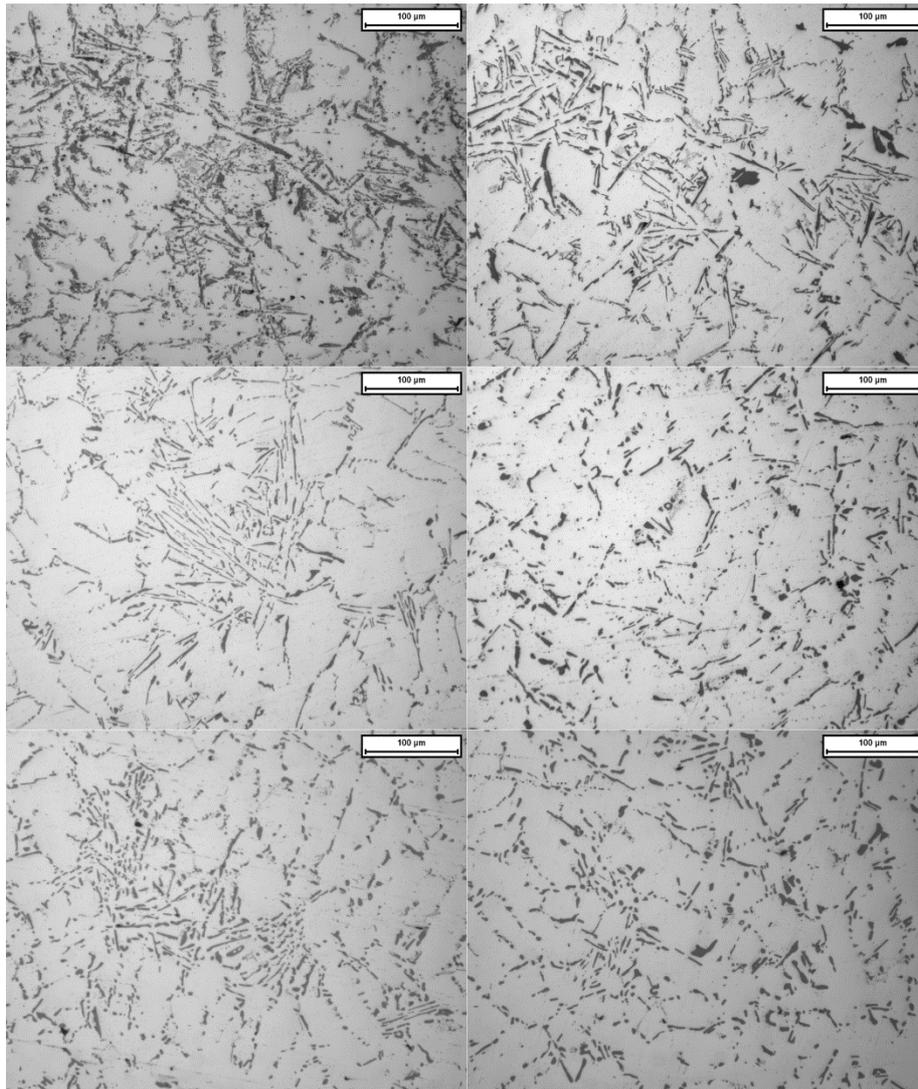
per campione. Sono state acquisite tre immagini per campione poiché la popolazione di seconde fasi è molto variegata e cambia in base alla distanza dai bordi del campione. Per cui si è cercato di acquisire immagini di zone distanti tra loro e localizzate una al centro, una ai bordi e l'altra a metà tra le due. Con raggio equivalente si definisce il raggio ottenuto dall'area corrispondente alla fase nella microstruttura, considerando, teoricamente, la seconda fase di forma circolare. Queste aree si sono ottenute con l'aiuto del software gratuito ImageJ, correggendo le immagini e trasormandole in immagini binarie (bianche/nero) da cui il software è in grado di correlare pixel di colore nero come una porzione di area definita dalla scala impostata. In Tabella [5] sono riportate tutti i valori medi di raggio equivalente e aspetto di forma dei campioni sottoposti a solubilizzazione. L'istogramma viene riportato perché da una idea più ampia della variazione totale del raggio equivalente e dell'elevata deviazione standard: nel caso della 42100 la rampa di 3h ha un influenza sulla crescita del silicio, diminuendo il numero di fasi e spostando la media verso valori più alti prima di raggiungere la temperatura di solubilizzazione. I tempi di sferodizzazione di questa lega sono molto lunghi e questi aumentano con l'aumentare della dimensione del silicio dato che la spinta alla frammentazione è dipendente solo da fattori geometrici, per cui non vi è da stupirsi che nelle 8h ci sia solo una frammentazione parziale, che si può apprezzare dalla curva viola che si sposta verso a sinistra del grafico. L'aspetto di forma segue quello che si può riscontrare nelle immagini e tende a ridursi dopo l'aumento durante la rampa iniziale. Questo si può spiegare considerando che si da il tempo per la diffusione del silicio sovrassaturo dal centro delle

dendriti alla fase silicio durante le tre ore di rampa. Se la scelta del trattamento termico si concentrasse sull'esaltare maggiormente la duttilità della EN AC 42100, la microstruttura ideale sarebbe quella del solubilizzato a 8h, in cui si ha la maggiore sferodizzazione e frammentazione. La EN AC 48000 presenta comportamento alla solubilizzazione diverso dalla A356, come viene dimostrato dalla Tabella 1 e dalla figura 5. Il raggio equivalente tende in tutti i passaggi a crescere, mentre l'aspetto di forma si riduce, segno che il comportamento del silicio durante solubilizzazione è notevolmente influenzato dalla dimensione iniziale della fase. Gli istogrammi della popolazione descrivono molto bene questo aumento di dimensioni: il massimo della distribuzione dei raggi da as cast a dopo la rampa si sposta a sinistra, segno di frammentazione; raggiunta la temperatura di solubilizzazione l'ampiezza del picco si riduce e si sposta verso destra, segno di accrescimento e sferodizzazione. Dalle immagini delle micrografie si può vedere come il silicio eutettico diventi più grande all'aumentare del tempo di solubilizzazione ed in contemporanea aumenti lo spazio tra le particelle, sinonimo di incremento di duttilità se stessimo parlando della EN AC 42100. In realtà la microstruttura è diversa, il numero di intermetallici stabili termicamente è così elevato e la loro dimensione è notevolmente superiore a quella del silicio, che rappresentano i punti principali di innesco di cricche delle leghe AlSi12CuNiMg. Ed è per questo motivo che sono stati concepiti compositi come gli FGM per arginare il problema della fragilità della lega.

La scelta del trattamento termico adatto per aumentare la durezza della lega AlSi12CuNiMg ed in contemporanea mantenere una buona duttilità teorica della lega AlSi7Mg può essere svolta ora che si hanno tutti i dati a disposizione delle curve di aging e si conosce il comportamento della fase silicio durante la solubilizzazione. Dato che si ha a cuore più la durezza della 48000 che la duttilità della 42100, in qualsiasi situazione maggiore rispetto alla precedente, l'analisi parte dalle conclusioni del paragrafo sullo studio del trattamento termico. I picchi di durezza che rientrano in queste condizioni per la EN AC 48000 sono raggiunti in tre combinazioni di temperatura di aging e tempo di solubilizzazione:

- Solubilizzato 3h ed invecchiato a 165°C per 6h
- Solubilizzato 3h ed invecchiato a 185°C per 4h
- Solubilizzato 3h ed invecchiato a 200°C per 4h

Per una migliore chiarezza sono state riportate in Figura [24] le corrispettive curve di durezza delle due leghe oggetto di studio dei trattamenti T6 in elenco. Sui punti corrispondenti a questi, sono stati riportati i valori di durezza media raggiunta. Il trattamento di invecchiamento a 200 °C è stato scartato poiché cadeva sulla valle tra i due picchi di 2h e 6h, ritenendo più sicuro lavorare con curve della 42100 più stabili senza la presenza di picchi marcati. Nel momento in cui, svolgendo nuovamente il profilo di durezza, la curva presenti lo stesso andamento, esso potrebbe essere un trattamento molto interessante, poiché risulterebbe essere una strategia per migliorare la duttilità della lega dopo trattamento termico in combinazione con la sferodizzazione del silicio. Degli ultimi due trattamenti, di fronte a valori di durezza delle due leghe simili per entrambe le leghe, si è preferito quello che avrebbe sprecato meno tempo tra i due. Per cui il trattamento scelto è il secondo in elenco, 3h di solubilizzazione e 4 ore di invecchiamento a 185°C. Prendendo in considerazione gli effetti di questo trattamento sul silicio di entrambe le leghe, esso non è il più adatto per la duttilità della 42100, in quanto il silicio risulta essere arrotondato, ma poco frammentato, con aspetto di forma piuttosto elevato. Non potendo, però, solubilizzare a tempi maggiori poiché ne risentirebbe la durezza della 48000, si è dato priorità, come già accennato più volte, alla seconda questione rispetto alla prima. Pertanto, si prosegue lo studio applicando il trattamento individuato ai campioni FGM colati, valutandone la microstruttura pre e post trattamento e svolgendo le prove meccaniche a trazione sui campioni cilindrici delle singole leghe, trattate e non trattate, nonché sui provini FGM trattati e non trattati.



**Figura 22** Evoluzione raggio equivalente del silicio della lega EN AC 42100 durante tutte le fasi di solubilizzazione correlate da una delle microstrutture di riferimento di queste. Da in alto a sinistra: as cast, dopo rampa, 0.5h, 3h, 5h, 8h.

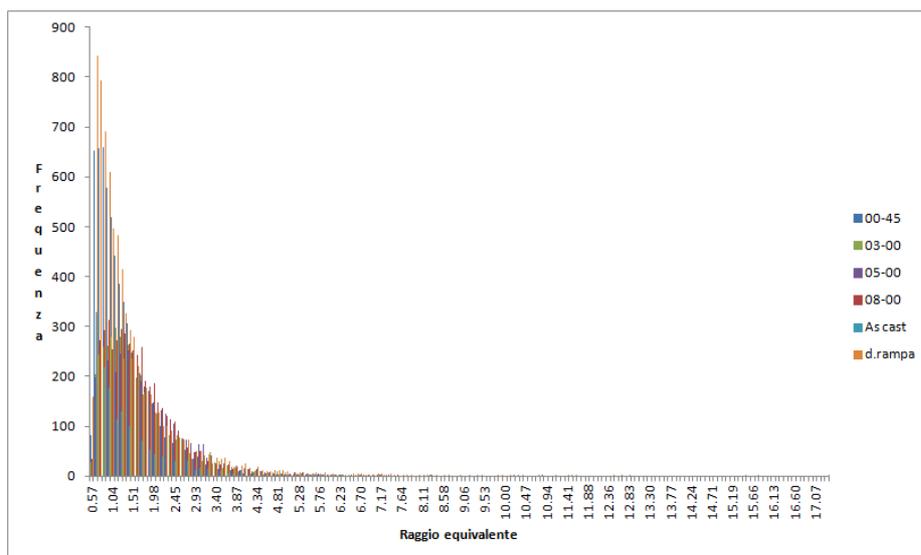
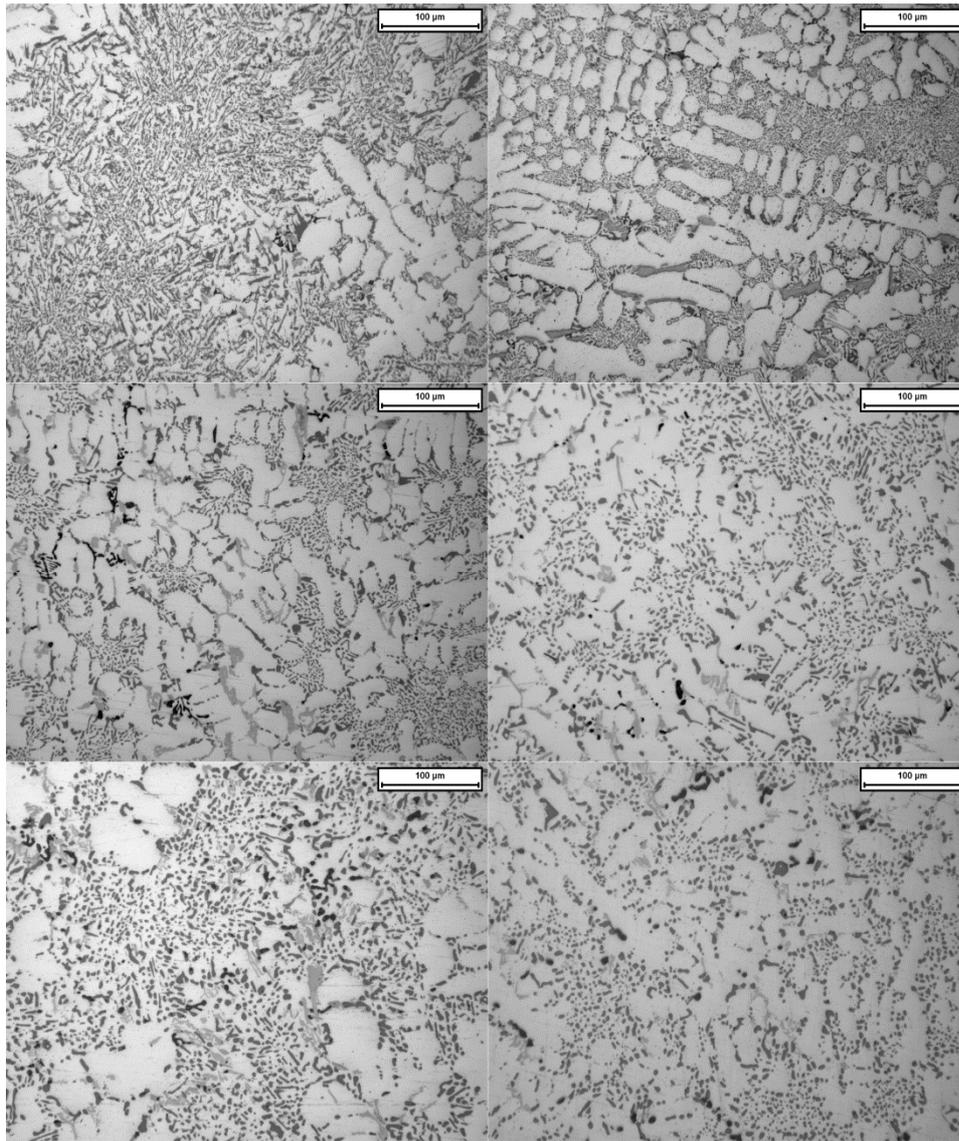


Figura 23 Evoluzione raggio equivalente del silicio della lega EN AC 48000 durante tutte le fasi di solubilizzazione correlate da una delle microstrutture di riferimento di queste. Da in alto a sinistra: as cast, dopo rampa, 0.5h, 3h, 5h, 8h.

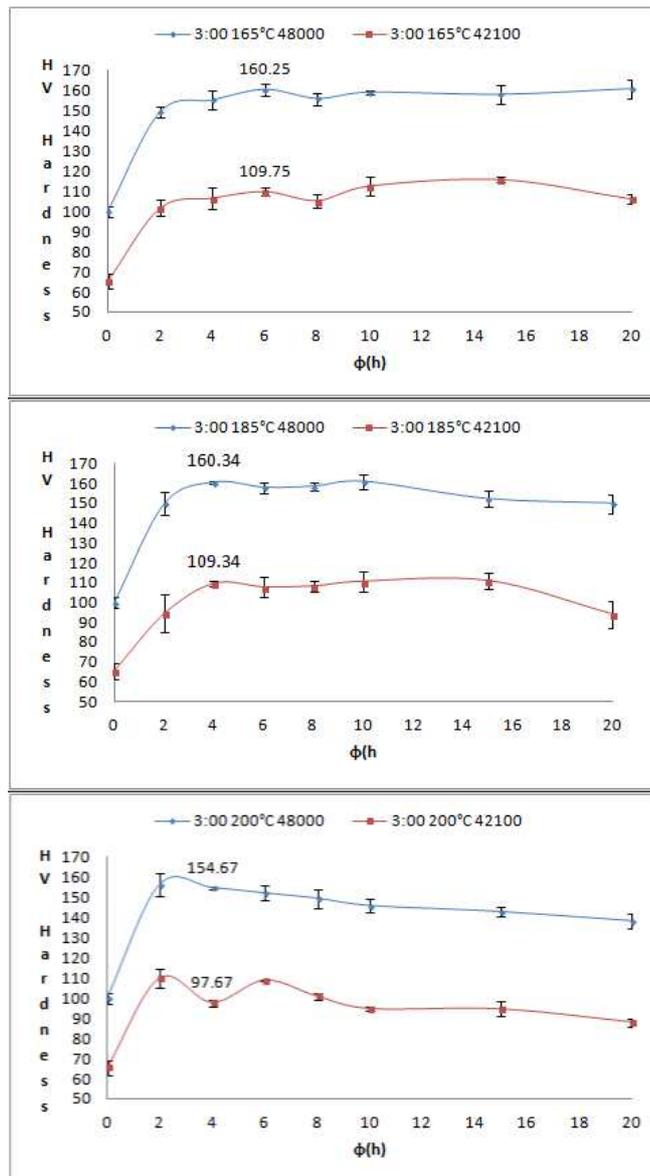


Figura 24 Curve di durezza delle due leghe AlSi7Mg e AlSi12CuNiMg dei trattamenti termici potenziali.

## 4 FGM, prove meccaniche e microstruttura

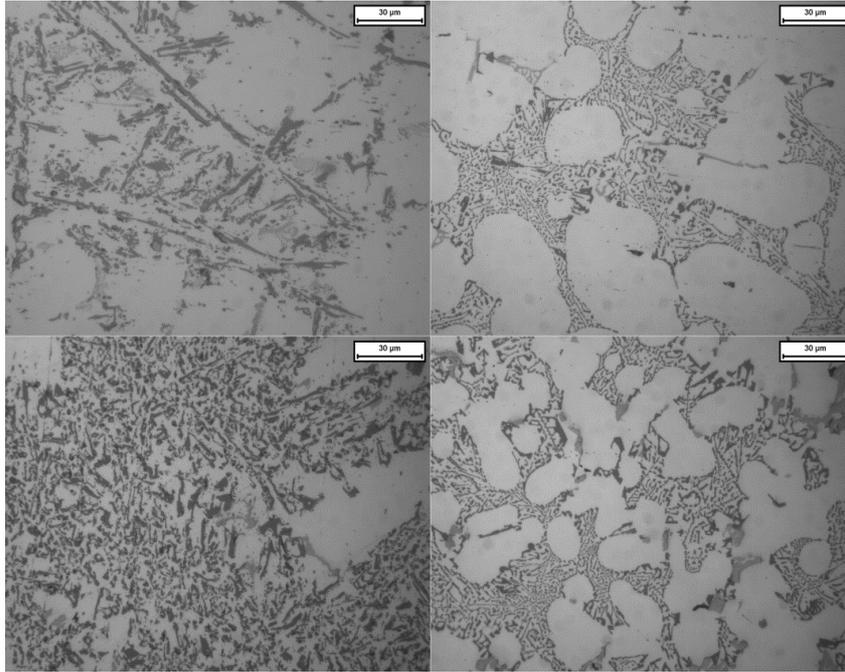
Il getto dopo colata sequenziale, liberato dal canale di colata, si presenta come in Figura [12]. I due materiali di cui è composto sono ben distinguibili, la EN AC 42100 si presenta meno corrugata in superficie e più brillante, mentre la EN AC 48000 più rugosa e meno lucida. La reale interfaccia tra i due materiali, però, non è all'altezza della variazione di aspetto superficiale, bensì parte da essa e segue un profilo tridimensionale simile ad un paraboloide rovesciato schiacciato. In generale il profilo dell'interfaccia segue quello del getto della prima lega colata durante la solidificazione dello stampo, con una altezza di zona rifusa che varia in base ai tempi di attesa, come già confermato negli studi precedenti. Dalle sezioni del lingotto FGM l'altezza interna dell'interfaccia si presenta ad 1 cm circa dal confine esterno visibile. Per ottenere l'interfaccia a circa metà dell'altezza del lingotto ed avere una ripetibilità nel tempo, molta cura deve essere posta durante la colata della prima lega. Mantenendo costanti i parametri di colata descritti nel paragrafo 3.1, la massa da fondere di EN AC 42100 deve essere correlata alla velocità di colata. Se si cola troppo lentamente, la pressione metallostatica non è sufficiente a raggiungere la metà del negativo del lingotto dello stampo, così che solidifica prima e si riempie il canale di colata. Ma se si cola più velocemente, si elude il problema della solidificazione prematura, si aumenta la pressione metallostatica a parità di tempo di colata, ma si presenta il rischio di riempire troppo lo stampo ed avere l'interfaccia troppo vicino alla materozza, rendendo impossibile la realizzazione di un provino per trazione standard. Al rischio precedente bisogna aggiungere anche l'aumento di porosità derivante da velocità di colata troppo elevate e l'incremento in lega di impurezze di ossido. La ripetibilità delle colate in sequenza è enormemente dettata dall'esperienza dell'operatore. Dopo queste considerazioni sulla tecnologia, nel paragrafo 4.1 si ci accinge alla discussione della microstruttura derivante da provini as cast e trattati T6 di colata sequenziale, mentre nel paragrafo 4.2 si discuterà sulle prove a trazione svolte, basandosi sui valori ricavati dal precedente lavoro di Elisa Fracchia <sup>1</sup> e sui lavori di letteratura similari a quello svolto nel seguente lavoro di Tesi.

### 4.1 Microstruttura FGM

La peculiarità della microstruttura di un composito a colata sequenziale di EN AC 48000 ed EN AC 42100 sta nella forma e dimensione del silicio eutettico e della matrice di  $\alpha$  alluminio all'interfaccia tra le due leghe. La matrice della EN AC 42100 perde la forma dendritica e assume una forma globulare, mentre il silicio eutettico perde la forma aciculare e assume dimensione e morfologia di quello della EN AC 48000. Essa in compenso presenta dendriti di  $\alpha$  alluminio e silicio eutettico leggermente più piccoli dell' as cast a singola colata. Nella Figura [25] sono poste a confronto, agli stessi ingrandimenti, le microstrutture as cast colata singola ed as cast colata sequenziale nei pressi dell'interfaccia per entrambe le leghe: si può notare come, in accordo con i valori di raggio equivalente di Tabella [2] della EN AC 42100, la fase silicio è notevolmente ridotta di dimensione senza l'utilizzo di elementi

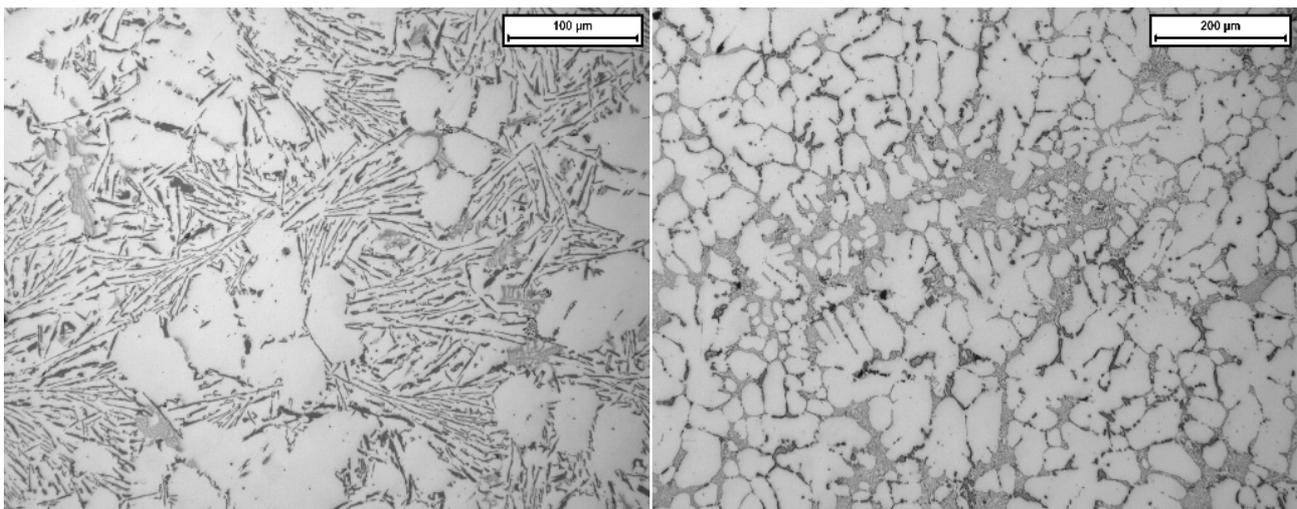
EN AC 42100	R ( $\mu\text{m}$ )	dev.st	$\alpha$	dev.st
42100 Interf. NoTT	0.90	0.58	2.70	1.70
42100 Interfaccia TT	1.68	0.82	2.46	1.57
As cast	2.24	1.82	2.60	1.69
3h	2.32	1.32	3.18	2.36
EN AC 48000	R ( $\mu\text{m}$ )	dev.st	$\alpha$	dev.st
48000 Interf noTT	1.17	0.98	2.76	1.65
48000 Interf TT	1.47	0.76	1.84	0.84
As cast	1.23	0.93	2.52	1.42
3h	1.96	0.99	2.31	1.41

**Tabella 6 Valori di raggio equivalente e aspetto di forma per entrambe le leghe nei pressi all'interfaccia del campione a colata sequenziale non trattato e trattato termicamente.**



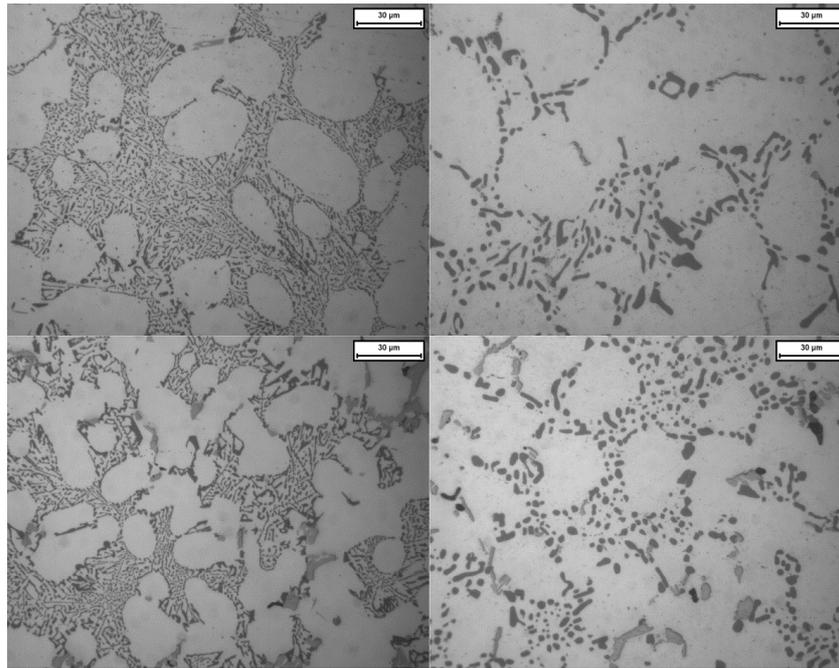
**Figura 25** Comparazione microstruttura a 500 ingrandimenti della 42100 (in alto a sinistra) e della 48000 (in basso a sinistra) in colata singola con le rispettive microstrutture ( immagini a destra ) ai pressi dell'interfaccia del campione in colata sequenziale.

affinatori come Sr o Na. Le interpretazioni a questo particolare comportamento possono essere di due tipi: la prima è che la componente eutettica della lega ipoeutettoidica, durante la colata della seconda lega, venga fusa e si miscoli al liquido in sovratemperatura della seconda colata. Contemporaneamente la matrice di  $\alpha$  alluminio viene parzialmente fusa, riducendo l'estensione in lunghezza delle dendriti e modificandone la morfologia. Si sfrutta quindi le dendriti della EN AC 42100 come barriera per bloccare la miscelazione e ridurre il più possibile l'estensione di questa con la 48000 alla sola interfaccia. La seconda interpretazione non



**Figura 26** Microstruttura della lega EN AC 42100 a 5 mm dall'interfaccia (figura a sinistra) e nei pressi di essa (figura destra)

prende in considerazione la presenza di un delta di temperatura tra linea di liquidus e solidus e quindi considera, nei primi istanti di contatto, la zona di miscelazione completamente fusa. Secondo i risultati di Beroual et al<sup>39</sup>, in una lega di alluminio con tenore di silicio pari a 7 % in peso, aggiungere rame e aumentare il tenore di magnesio porta alla microstruttura del silicio



**Figura 27** Comparazione microstruttura ai pressi dell'interfaccia della lega 42100 ( in alto) e 48000 (in basso) in condizione as cast ( a sinistra ) e dopo trattamento scelto ( a destra) a 500 ingrandimenti.

e delle dendriti della zona di miscelazione. Per cui l'alluminio prima nuclea nella zona di miscelazione e, raggiunta la temperatura eutettica, anche il resto del fuso solidifica. Ne risulta in entrambi i casi una matrice  $\alpha$  alluminio della EN AC 42100 con l'eutettico della EN AC 48000. Questa peculiarità porta tutti quei benefici alla duttilità descritti nel Capitolo 3 del trattamento di solubilizzazione ma in condizione as cast. Questa microstruttura, però, è presente soltanto presso l'interfaccia ed a distanze non regolari perché varia a seconda della estensione della zona rifiusa. L'immagine a destra in Figura [26] mostra chiaramente che a 5 mm di distanza dall'interfaccia la microstruttura è comparabile nuovamente con quella dell'as cast della singola lega 42100. Questo dimostra che non vi è contaminazione tra le due leghe a distanza maggiori di 5 mm. La figura [27] correla la variazione di microstruttura all'interfaccia durante il trattamento termico: la fase silicio per entrambe le leghe sferoidizza ed aumenta in dimensione; come si può apprezzare anche dalla Tabella [6] l'aspetto di forma diminuisce e il

	Media Lunghezza maggiore ( $\mu\text{m}$ )
Int_noTT	215
Int_TT	201
48000_5 mm_noTT	142
48000_5 mm_TT	81
42100_5 mm_noTT	42
42100_5 mm_TT	172

**Tabella 7** Media delle lunghezze maggiori delle porosità rilevate all'interfaccia ed a distanza di 5 mm da esse di un lingotto FGM

raggio equivalente aumenta. Durante l'analisi delle prove a trazione si attribuirà a questa microstruttura la maggiore deformazione della lega: la presenza di silicio eutettico sferoidizzato e disaggregato simile a quello della 48000, combinato con il minor numero di intermetallici e maggior volume di matrice alluminio, può essere la spiegazione per l'incremento di duttilità ottenuto rispetto alle colate singole. La presenza di porosità all'interfaccia è molto elevata, come anche nella lega per pistoni. Come già accennato nel paragrafo 1.3 dedicato alla colata sequenziale, questo è dovuto al metodo di colata diretta dal primo getto senza l'ausilio di canali di colata. Bisogna, però, fare un distinguo, in quanto

una parte di queste sono da ritiri di solidificazione interdendritico, più evidente nella EN AC 48000 rispetto alla EN AC 42100 proprio per la variazione di morfologia della dendrite. In

Tabella [7] vengono mostrate la media delle lunghezze maggiori delle porosità riscontrate nei campioni FGM dell'interfaccia e a 5 mm da essa, sia per trattati e che non. I dati comprendono anche le porosità da ritiro e non solo quelle da gas intrappolato: anche se non si tratta di valori statisticamente attendibili, la popolazione di porosità da gas (riconoscibile dai contorni meno frastagliati) è risultata essere maggiore nella EN AC 48000 ai pressi dell'interfaccia sia per i campioni trattati che non, a conferma di quanto detto precedentemente sulla tecnologia di colata sequenziale. Dai dati in tabella sembra che le uniche porosità soggette ad espansione siano quelle presenti nella AISi7Mg0.3, ma considerando che questo non è altrettanto evidente dalle medie dell'interfaccia, non si considera una valutazione attendibile. Per completezza si mostra in Figura [28] due immagini di porosità tratte dall'analisi d'immagine delle interfacce FGM.

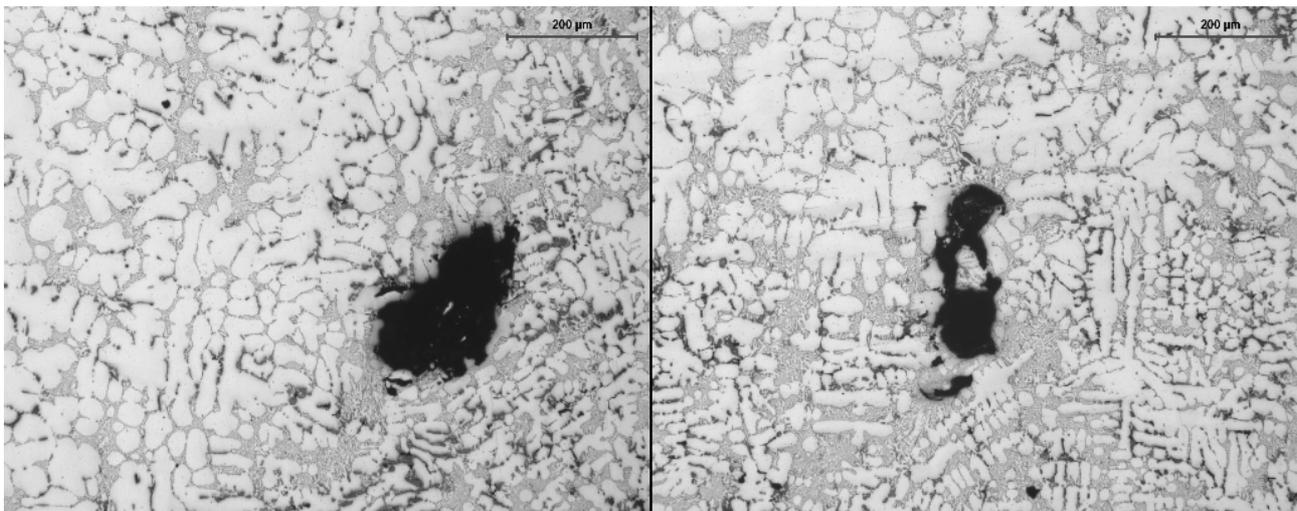


Figura 28 Esempi di porosità all'interfaccia tratti dalle analisi di immagine dei campioni FGM as cast.

## 4.2 Prove a Trazione

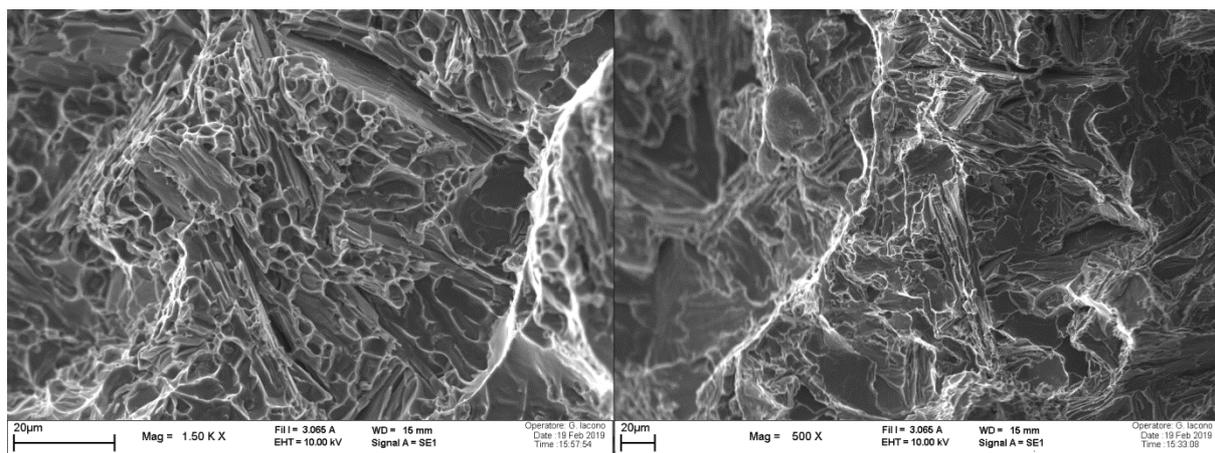
Per la realizzazione dei provini a trazione si è tenuto conto della normativa ASTM B557 - 15 che identifica le dimensioni di standard di questi per le leghe di alluminio da colata. Sono stati realizzati 6 provini cilindrici a colata di ogni singola lega, di cui 3 trattati termicamente, e 10 provini cilindrici da getti FGM, di cui 5 hanno subito il trattamento termico individuato nel capitolo terzo di questa tesi. In Tabella [8] sono riportati i valori di modulo elastico, carico di snervamento, carico di trazione e allungamento a rottura per i campioni tratti da colate singole delle due leghe EN AC 42100 e EN AC 48000 e da colata sequenziale, sia trattati termicamente (TT) sia as cast (No\_TT). Dai semplici valori dei trattati termicamente della tabella, se li si confronta con quelli riportati in Tabella [2] e [4] nel capitolo 2, si ci rende conto che le tensioni a rottura e gli allungamenti ottenuti sono di molto inferiori, anche di 100 Mpa e 2 punti percentuale con parametri di invecchiamento simili. Questo è giustificabile osservando le superficie di frattura dei campioni: la presenza di grossolane impurezze, porosità e pelli di ossido in più di 3/4 di campioni hanno drasticamente ridotto le prestazioni, senza poter raggiungere le deformazioni e i carichi reali. Tutti i difetti possono essere ridotti sia variando il disegno dello stampo, sia curando la pulizia di lega con descorificanti e degasanti, prevista per i successivi studi. Tutti i campioni di colata sequenziale hanno subito frattura nella lega più duttile EN AC 42100, confermando che i carichi a trazione sono stati trasferiti dall'interfaccia

No TT	(GPa) E	(Mpa) R <sub>p0.2</sub>	(Mpa) R <sub>m</sub>	A %
42100	80 ± 14	95 ± 3	147 ± 10	1.57 ± 0.34
48000	81 ± 10	143 ± 2	176 ± 6	0.64 ± 0.06
FGM	80 ± 7	99 ± 6	160 ± 2	2.27 ± 0.45
TT				
42100	72 ± 1	-	239 ± 35	0.62 ± 0.33
48000	76 ± 3	-	244 ± 12	0.35 ± 0.03
FGM	79 ± 6	246 ± 9	273 ± 14	1.27 ± 0.54

**Tabella 8** Valori medi con le relative deviazioni standard del modulo elastico E, carico di snervamento R<sub>p0.2</sub>, carico a rottura R<sub>m</sub> ed allungamento percentuale a rottura A% risultanti dalle prove a trazione dei campioni di colata singola EN AC 42100, EN AC 48000 e campioni FGM di colata sequenziale trattati e non trattati termicamente.

senza che avvenisse delaminazione. Lo dimostrano anche le curve di trazione mostrate in Figura [30], nelle quali le curve relative agli FGM seguono lo stesso andamento di curve

relative alla lega EN AC 42100 colata singolarmente sia per campioni non trattati che trattati.. Attraverso questo fatto, i valori di tensione a rottura degli FGM devono essere correlati con i valori che raggiunge la EN AC 42100. Sia per campioni as cast che trattati termicamente, avere la AlSiMg0.3 in un FGM non solo ne aumenta l'allungamento a rottura, ma anche lievemente il carico a rottura. Una spiegazione può essere data considerando che la EN AC 48000 contribuisce al sostentamento del carico: parte di questo viene sgravato sulla lega per pistoni, riducendo lo stress meccanico che subisce e quindi per ottenere una deformazione uguale è necessario un carico maggiore. In Figura [29] sono presenti le superfici di frattura dei campioni FGM riferiti alle curve di trazione as cast e trattato termicamente. Per il primo caso, riferente all'immagine a sinistra, si notano chiaramente piani di clivaggio circondati da bordi poco definiti di labbra duttili, segno che la frattura è prevalentemente fragile. Si presentano dimples più marcati nella superficie di frattura della EN AC 42100 colata sequenzialmente, segno di minore fragilità di frattura.



**Figura 29** Superfici di frattura dei provini riferiti alle curve di trazione dei FGM. A sinistra FGM Trattato T6 a destra FGM as cast.

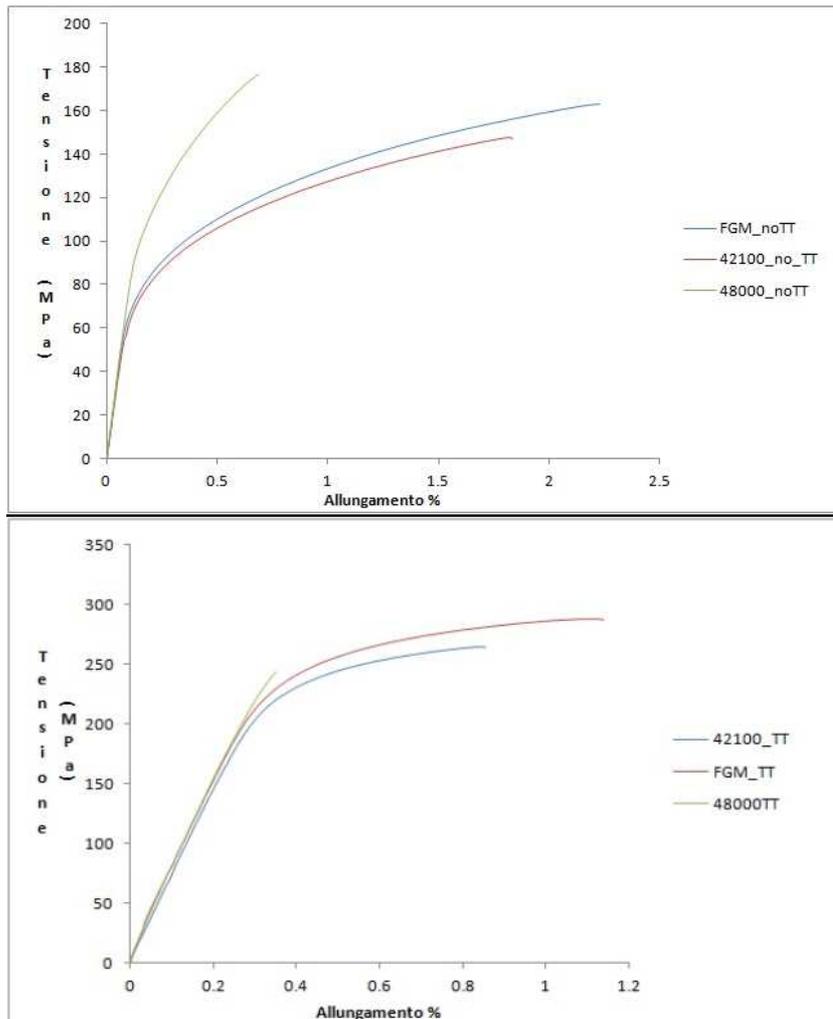


Figura 30 Curve di trazione dei provini di EN AC 48000, EN AC 42100 in colata singola e FGM trattati e non trattati termicamente. Si noti come le curve associate a FGM abbiano lo stesso comportamento della EN AC 42100 singola.

### 5 Sintesi e Conclusioni

In questo lavoro di Tesi è stato affrontato lo studio dei parametri caratteristici di un trattamento termico di invecchiamento T6 per un composito funzionalizzato (FGM Functional Graded Material) composto dalle leghe di alluminio EN AC 48000 ed EN AC 42100 ottenuto tramite tecnologia di colata sequenziale. Data l'applicazione specifica di questo composito come sostitutivo della lega per pistoni EN AC 48000, l'obiettivo del trattamento di invecchiamento è quello di avere la maggiore durezza della lega EN AC 48000 con minor perdita di duttilità della EN AC 42100. Per raggiungerlo sono stati svolti trattamenti di invecchiamento per tempi di solubilizzazione di 0.5h, 3h, 5h e 8h a 530°C e tempi e temperature di invecchiamento pari a 2h, 4h, 6h, 8h, 10h a 150°C, 165°C, 185°C e 200°C. Inoltre, in base ai fenomeni di frattura della due leghe analizzate, per valutare la duttilità della lega EN AC 42100 si è svolto in contemporanea lo studio della sferodizzazione della fase silicio e della sua dimensione per entrambe le leghe durante il trattamento di solubilizzazione. Combinando i risultati delle curve di durezza dei campioni trattati e l'analisi di immagine delle microstrutture dei campioni solubilizzati, si è scelto come parametri adatti all'obiettivo perseguito una solubilizzazione a 530°C per 3h seguita da 4h di invecchiamento a 185°C. La verifica di questi risultati è stata svolta tramite prove di trazione su provini di colata singola delle due leghe di studio e dei provini tratti da getti FGM, sia trattati e non trattati termicamente. Si è proceduto, anche, allo studio della microstruttura dell'interfaccia del composito tra le due leghe, per verificare gli effetti della colata sequenziale da esse e del trattamento termico.

I risultati ottenuti sono i seguenti:

- Dalle curve di trazione degli FGM si osserva che l'andamento di queste segue quello delle curve di trazione della lega EN AC 42100, segno che il giunto tra le due leghe è solido e capace di sostenere carichi meccanici. Tutte le fratture sono avvenute nella lega EN AC 42100, confermando gli obiettivi raggiunti dai lavori svolti precedentemente da Elisa Fracchia<sup>1,2</sup> a cui questo lavoro di tesi si collega.
- Confrontandosi con il suo ultimo lavoro di studio sul trattamento termico T6 si sono ottenuti gli stessi valori di durezza, tensione a rottura e allungamento a rottura riducendo i tempi di solubilizzazione di 5h, passando da 8h a 3h. Non si è migliorata la durezza, ma si è ridotto il tempo ciclo.
- Realizzando compositi FGM i valori di tensione di rottura a trazione rispetto ai campioni di colata singola della EN AC 42100 aumentano rispettivamente di pochi MPa as cast e di 30 Mpa trattati termicamente. Questo implica che in un FGM il carico che può sostenere la EN AC 42100 è maggiore dei campioni tratti da colata singola, probabilmente dovuto al contributo della EN AC 48000 che scarica parzialmente il carico che subisce. Anche La percentuale di allungamento a rottura aumenta raddoppiando il suo valore, il che è di difficile interpretazione.
- La zona di mescolamento all'interfaccia che interessa la EN AC 42100 presenta una microstruttura con dendriti  $\alpha$  alluminio globulari e silicio eutettico della forma e dimensione di quello della EN AC 48000, in netta differenza rispetto alla microstruttura lontano dalla interfaccia della stessa lega. Questa zona potrebbe essere interessata a deformazioni plastiche maggiori contribuendo al maggiore allungamento a rottura che presenta.
- Le porosità presenti all'interfaccia dovute alla tecnologia di colata, anche se elevate, non sono mai state causa di frattura dell'interfaccia, diversamente dalle impurezze presenti nel cuore di entrambe le leghe, come si può osservare nelle superfici di frattura.

Nel complesso i risultati ottenuti sono da ritenere positivi, anche se non si sono ottenuti dati sperimentali diversi da quelli dei studi precedenti. Il fatto che la frattura sia sempre avvenuta nella  $AlSi7Mg0.3$  è di sicuro incoraggiante per il proseguimento degli studi su questo nuovo tipo di materiale ibrido. Si ritiene che il prossimo passo per lo studio di questi compositi sia testare un aumento di elementi intermetallici formatori come Fe, Ni, Cu, Mg nella lega per pistoni, con, nel frattempo, l'aggiunta di elementi sferodizzanti alla lega EN AC 42100 come il Na e Sr. Questo perchè sarebbe possibile ottenere con tempi e di solubilizzazione dell'ordine di 0.5h una sferodizzazione completa del silicio eutettico della lega EN AC 42100, raggiungendo le stesse durezze di questo studio ed in contemporanea una EN AC 48000 più stabile termicamente alle alte temperature, con meno porosità da fusione di intermetallici durante solubilizzazione, più dura e che potrà, anche se più dura, sostenere meno danni grazie al contributo della seconda lega grazie alla struttura degli FGM. Inoltre una maggiore pulizia della lega permettere di comprendere se l'aumento di resistenza a trazione da colata singola di EN AC 42100 a FGM può essere davvero il contributo del composito in sé o se sia frutto del fatto che in un minore volume le probabilità di presenza di un difetto si riducono e che quindi le prestazioni meccaniche aumentino di conseguenza, come gli allungamenti.

## Bibliografia

1. Fracchia, E. *et al.* Colata per gravità di un FGM in lega di alluminio : ottimizzazione del trattamento termico e proprietà finali Gravity casting of an aluminum alloy FGM : heat treatment optimization and final properties. 4–9
2. Fracchia, E., Lombardo, S. & Rosso, M. Case Study of a Functionally Graded Aluminum Part. *Appl. Sci.* **8**, 1113 (2018).
3. Balducci, E. *et al.* Knock induced erosion on Al pistons : Examination of damage morphology and its causes. *Eng. Fail. Anal.* **92**, 12–31 (2018).
4. Silva, F. S. Fatigue on engine pistons - A compendium of case studies. *Eng. Fail. Anal.* **13**, 480–492 (2006).
5. Cha, S., Ha, E., Lee, K. & Chang, H. Development of Fatigue Durability Analysis Techniques for Engine Piston using CAE. **2**, 403–408 (2009).
6. Jerzy J. Sobczak; Ludmil Drenchev. Metallic Functionally Graded Materials: A Specific Class of Advanced Composites. *J. Mater. Sci. Technol.* **29**, 297–316 (2013).
7. T. P. D. Rajan • B. C. Pai. Developments in Processing of Functionally Gradient Metals and Metal–Ceramic Composites: A Review. *Acta Metall. Sin.* **27**, 825–838 (2014).
8. Karun, A. S. *et al.* Design and Processing of Bimetallic Aluminum Alloys by Sequential Casting Technique. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **48**, 279–293 (2017).
9. VADIM S. ZOLOTOREVSKY; NIKOLAI A. BELOV; MICHAEL V. GLAZOFF. *Casting Aluminium Alloys.* (2007).
10. Ye, H. An overview of the development of Al-Si-alloy based material for engine applications. *J. Mater. Eng. Perform.* **12**, 288–297 (2003).
11. Dong, X. & Ji, S. Grain Refinement of Al – Si – Mg Cast Alloys by Al3Ti3B Master Alloy. 319–323 (2018).
12. Wang, Q. G., Caceres, C. H. & Griffiths, J. R. Damage by Eutectic Particle Cracking in Aluminum Casting Alloys A356 / 357. **34**, (2003).
13. M.Zeren. The effect of heat-treatment on aluminum-based piston alloys, Materials and Design.
14. Chao, W., Guang-lei, L., Hao, W., Yu-shan, L. & Nai-chao, S. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Thermal Fatigue Properties of Al-Si-Cu-Mg Alloys. (2017). doi:10.1515/htmp-2016-0199
15. Resch, L. & Klinser, G. Precipitation processes in Al – Mg – Si extending down to initial clustering revealed by the complementary techniques of positron lifetime spectroscopy and dilatometry. 14657–14665 (2018). doi:10.1007/s10853-018-2612-x
16. David A. Porter, Kenneth E. Easterling, M. Y. S. *Phase Transformations in Metals and Alloys.* (2009).
17. Chen, R. *et al.* Materials Science & Engineering A Correlation of solidification microstructure refinement scale , Mg composition and heat treatment conditions with mechanical properties in Al-7Si-Mg cast aluminum alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **685**, 391–402 (2017).
18. Wang, Q. G. Microstructural Effects on the Tensile and Fracture Behavior of Aluminum Casting Alloys A356 / 357. **34**, (2003).
19. Sjölander, E. & Seifeddine, S. Artificial ageing of Al – Si – Cu – Mg casting alloys. **528**, 7402–7409 (2011).
20. Pezda, J. & Jarco, A. Effect of T6 Heat Treatment Parameters on Technological Quality of the AlSi7Mg Alloy. *Arch. Foundry Eng.* **16**, 95–100 (2016).
21. Li, R. X. *et al.* Age-hardening behavior of cast Al-Si base alloy. *Mater. Lett.* **58**, 2096–2101 (2004).
22. Choi, S. W., Cho, H. S., Kang, C. S. & Kumai, S. Precipitation dependence of thermal properties for Al e Si e Mg e Cu e ( Ti ) alloy with various heat treatment. *J. Alloys Compd.* **647**, 1091–1097 (2015).
23. Fernández-gutiérrez, R. & Requena, G. C. Materials Science & Engineering A The effect of spheroidisation heat treatment on the creep resistance of a cast AlSi12CuMgNi piston alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **598**, 147–153 (2014).
24. Konečná, R., Nicoletto, G., Kunz, L., Svoboda, M. & Bača, A. Fatigue strength degradation of

- AlSi12CuNiMg alloy due to high temperature exposure: A structural investigation. *Procedia Eng.* **74**, 43–46 (2014).
25. Manasijevic, S., Radisa, R., Markovic, S., Acimovic-pavlovic, Z. & Raic, K. Intermetallics Thermal analysis and microscopic characterization of the piston alloy. *Intermetallics* **19**, 486–492 (2011).
  26. Chao, W., Liu, G. L., Hao, W., Li, Y. S. & Si, N. C. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Thermal Fatigue Properties of Al-Si-Cu-Mg Alloys. *High Temp. Mater. Process.* **37**, (2018).
  27. Pezda, J. Optimization of the T6 Heat Treatment to Improve the Mechanical Properties of Alloy AlSi12CuNiMg. *Met. Sci. Heat Treat.* **57**, 286–290 (2015).
  28. Zeren, M. Effect of copper and silicon content on mechanical properties in Al – Cu – Si – Mg alloys. **169**, 292–298 (2005).
  29. Shuey, R. T. Quench Sensitivity of an Al-7 Pct Si-0.6 Pct Mg Alloy : Characterization and Modeling. **38**, (2007).
  30. Li, R.-X., Li, R.-D., Lu, W., Qu, Y.-D. & Li, C.-X. Effects of solution heat treatment on microstructures and properties of Al-Si-Cu-Mg cast alloys. *Zhongguo Youse Jinshu Xuebao/Chinese J. Nonferrous Met.* **17**, (2007).
  31. Wang, Q. G. Plastic Deformation Behavior of Aluminum Casting Alloys A356 / 357. **35**, 2707–2718 (2004).
  32. Zeren, M. *Materials & Design.* **28**, 2511–2517 (2007).
  33. Tiryakioğlu, M. Si particle size and aspect ratio distributions in an Al-7%Si-0.6%Mg alloy during solution treatment. *Mater. Sci. Eng. A* **473**, 1–6 (2008).
  34. Pedersen, L. & Arnberg, L. The effect of solution heat treatment and quenching rates on mechanical properties and microstructures in AlSiMg foundry alloys. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **32**, 525–532 (2001).
  35. Chen, R., Xu, Q., Jia, Z. & Liu, B. Precipitation behavior and hardening effects of Si-containing dispersoids in Al – 7Si – Mg alloy during solution treatment. *JMADE* **90**, 1059–1068 (2016).
  36. Sivarupan, T., Caceres, C. H. & Taylor, J. A. Alloy Composition and Dendrite Arm Spacing in Al-Si-Cu-Mg-Fe Alloys Alloy Composition and Dendrite Arm Spacing in Al-Si-Cu-Mg-Fe Alloys. (2013). doi:10.1007/s11661-013-1768-x
  37. Streitenberger, P. Analytical description of phase coarsening at high volume fractions. *Acta Mater.* **61**, 5026–5035 (2013).
  38. Ogris, E., Wahlen, A., Lüchinger, H. & Uggowitzer, P. J. On the silicon spheroidization in Al-Si alloys. *J. Light Met.* **2**, 263–269 (2002).
  39. Beroual, S., Boumerzoug, Z., Paillard, P. & Borjon-piron, Y. Effects of heat treatment and addition of small amounts of Cu and Mg on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu and Al-Si-Mg cast alloys. *J. Alloys Compd.* **784**, 1026–1035 (2019).
  40. Srecc'ko M., Srdjan M., Zagorka A. P., Karlo R., Radomir R., Effect of heat treatment on themicrostructure and mechanical properties of piston alloys, *Materials and technology*, n.47 (2013) 5, 585–591.