POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

Ottimizzazione delle caratteristiche meccaniche della lega AlSi7Mg0,3 in relazione ai parametri di processo produttivo.



Relatore:

Prof: Marco Actis Grande

Co-relatrice:

Ing. Elisa Fracchia

Candidato: Junior Leonardo Troia

LUGLIO 2022

Indice

Introduzione	1
1. Stato dell'arte	2
1.1. Tecnologie di colata in gravità	2
1.1.1. La colata in sabbia	2
1.1.2. La colata in conchiglia	2
1.1.3. La colata in bassa pressione	4
1.2. Le leghe Al-Si	5
1.3.1. La lega EN AC 42100	9
1.3.2. Microstruttura e fasi presenti	10
1.4. Trattamenti termici delle leghe di alluminio	12
1.4.1. Trattamenti di invecchiamento / tempra di solubilizzazione	12
1.4.2. Effetti del trattamento termico sulla lega 42100	14
1.5. Cenni sul Design of Experiments	16
1.5.1. Definizioni e formule	17
1.5.2. Full Factorial Designs	20
2. Caso studio	23
2.1. Materiali e metodi	23
2.2. Design del modello codificato dell'esperimento	25
3. Risultati	27
3.1 Risultati delle analisi chimiche	27
3.2 Risultati dell'analisi DSC	28
3.3 Test sui componenti sacrificali	30
3.4. Andamento delle proprietà meccaniche	32
3.5. Andamento della durezza	34
3.6. Andamento dello SDAS e delle micrografie	35
3.7. Risultati delle frattografie	39
3.8. Design of Experiments	41
3.8.1 Analisi della risposta e della varianza del carico di rottura Rm	41
$3.8.2$ Analisi della risposta e della varianza del carico di snervamento $Rp_{0,2}$	45
3.8.3 Analisi della risposta e della varianza dell'allungamento A%	48
3.8.4 Ottenimento del modello regressivo per le proprietà meccaniche	51
4. Conclusioni	52
Riferimenti	54
Ringraziamenti	56

Introduzione:

Lo scopo alla base di questo lavoro è l'ottimizzazione delle caratteristiche meccaniche di getti colati in conchiglia in lega EN AC 42100.

Questa tesi nasce infatti dalle esigenze della F.O.M.T. S.p.A. di Grugliasco (TO) di valutare l'influenza di alcuni parametri di processo sui componenti colati e trattati termicamente, con lo scopo di un miglioramento delle proprietà meccaniche complessive e per verificare se il trattamento termico T64 è un'alternativa valida al T6.

La prima parte di questo lavoro si concentrerà sulla stesura di una sezione introduttiva inerente allo stato dell'arte della colata in conchiglia delle leghe Al-Si (di cui la 42100 fa parte) e dei relativi trattamenti termici. La seconda parte invece tratterà del caso studio vero e proprio dove, tramite l'impiego del Design of Experiment (DOE), è stato creato un modello di esperimento fattoriale che ha permesso di valutare quali parametri abbiano un effetto significativo sulle proprietà meccaniche finali dei provini.

A monte dello studio sono stati colati dei componenti finiti sacrificali con lo scopo di valutare le proprietà meccaniche raggiunte da un componente in opera. Successivamente, a partire da quattro colate diverse, ottanta provini ad osso di cane sono stati colati dal personale in stabilimento e successivamente hanno seguito due trattamenti termici differenti (divisi in due gruppi di dieci) presso i forni presenti in azienda. Questi provini sono stati inviati in seguito al trattamento presso un laboratorio esterno che si è occupato di eseguire le prove di trazione sui medesimi.

Tornati in azienda, metà dei provini sono stati testati per la durezza ed è stata eseguita su di essi un'analisi micrografica al fine di identificare particolarità microstrutturali. Contemporaneamente alcuni provini sono stati preparati per poter osservare la superficie di frattura al SEM; anche i campioni ottenuti a partire dai pezzi finiti sono stati analizzati per osservare le superfici di frattura.

Per il DOE ci si è avvalsi dell'ausilio di un software statistico chiamato Minitab®. Le analisi condotte successivamente ed i risultati ottenute da esse sono stati confrontati con la teoria illustrata nella prima parte di questo lavoro. Infine, un modello matematico è stato calcolato per le principali proprietà meccaniche e la miglior combinazione di fattori possibile secondo il DOE è stata ricavata assieme alle proprietà meccaniche medie previste.

1. Stato dell'arte

In questo capitolo della tesi si enunceranno tutti gli aspetti teorici impiegati nella realtà nella produzione dei manufatti che saranno oggetto di studio. Partendo da una breve panoramica della tecnologia alla base del processo di fonderia, verrà eseguito un approfondimento sulla lega centrale a questo caso studio e sui trattamenti termici coinvolti. Infine, verrà messa a disposizione una breve introduzione al Design of Experiments.

1.1 Tecnologie di colata in gravità

Con colata in gravità si intende il riempimento di una particolare forma o stampo con del metallo liquido per mezzo dell'azione della forza di gravità; solidificandosi poi il metallo acquisirà la forma impartitagli dalla geometria interna (a meno di una fisiologica contrazione volumetrica data dal raffreddamento e dal passaggio di stato a cui è sottoposto). Il pezzo così prodotto potrà essere poi soggetto ad ulteriori lavorazioni meccaniche o trattamenti termici qualora fosse necessario.

A questa famiglia appartengono principalmente tre tipi di processo [1], la cui differenza principale risiede nel tipo di conchiglia utilizzata:

- La colata in sabbia (detta anche sand casting, o SC)
- La colata in conchiglia (detta anche gravity die casting, o GDC)

1.1.1 La colata in sabbia

Nel caso del SC trattasi di uno stampo di natura sabbiosa, che nella sua vita operativa è in grado di formare un solo componente prima di dover essere distrutto. Questo fa sì che questa tecnologia è adatta per produzioni aventi volumi di componenti inferiori al GDC e con una complessità geometrica superiore. Inoltre, la natura refrattaria dello stampo renderà possibile la colata di metalli sia basso- che altofondenti, pur tuttavia con un sotto raffreddamento meno intenso rispetto la colata in gravità (che porta in genere a microstrutture leggermente più grossolane se comparate con quelle possibili in uno stampo metallico). Infine, essendo lo stampo di natura sabbiosa e dovendo essere successivamente distrutto, i componenti producibili attraverso il SC posso raggiungere anche dimensioni considerevoli, non essendo necessaria la movimentazione dello stampo [1].

1.1.2 La colata in conchiglia

La colata in conchiglia è la tecnologia usata presso lo stabilimento per la produzione di getti colati in gravità. Essa è una tecnica limitata ad un numero più stretto di leghe (quasi esclusivamente bassofondenti, ovvero con $T_m < 1000^{\circ}$ C) che permette volumi di produzione decisamente maggiori se paragonata alla colata in sabbia. Dove nella colata in sabbia si aveva una forma che era necessario distruggere ad ogni colata (e che quindi comportava un basso investimento iniziale ma una continua spesa per comprare o rigenerare la sabbia da fonderia), nel GDC il caso è diverso: questa tecnica infatti impiega uno stampo (detto conchiglia) di natura ferrosa che non sarà necessario distruggere a seguito di ogni colata, garantendo un tempo ciclo decisamente inferiore al SC. Tuttavia, uno stampo metallico richiede di essere continuamente movimentato, pertanto oltre allo stampo sarà necessario accoppiare ad esso una conchigliatrice. Quest'ultima è una macchina in

grado di garantire l'apertura e la movimentazione della conchiglia ad ogni ciclo, oltre che l'estrazione del pezzo colato e solidificato. Alcune conchigliatrici sono pure in grado di basculare per facilitare il riempimento di forme particolarmente complesse.



[Figura 1.1]: Esempio di conchiglia, con la rispettiva conchigliatrice, presente in stabilimento. In particolare, la macchina qui riportata è in grado di basculare, com'è visibile in figura.

La necessità di aver bisogno di uno stampo e una conchigliatrice limita eventuali spese da sostenere continuamente (come l'acquisto di sabbia), ma richiede un notevole investimento iniziale per l'impiego della tecnologia. Inoltre, per quanto detto sopra, la dimensione possibile dei pezzi che si possono colare è notevolmente limitata dall'impiego di una pesante e costosa conchiglia.

L'utilizzo di uno stampo metallico garantisce un sottoraffreddamento superiore a quello che è in grado di fornire la sabbia del SC, ciò comporterà una maggiore finezza microstrutturale (identificabile con il *secondary dendrite arm spacing* o SDAS, come spiegato nei capitoli successivi) che è legata a migliori proprietà meccaniche secondo la legge di Hall-Petch:

$$\sigma_{\rm v} = \sigma_0 + k_{\rm v} \cdot d^{-1/2}$$

(1.1)

dove σ_y è la tensione di snervamento, σ_0 è la resistenza intrinseca offerta dal cristallo al movimento delle dislocazioni, k_y è il tasso di incrudimento del materiale e *d* è il diametro medio dei grani cristallini. [2]

Avendo uno stampo che va incontro a numerosi cicli, è necessario anche studiare un sistema di termoregolazione per garantire il raggiungimento di una particolare temperatura di regime della conchiglia (in genere trattasi di cavità passanti all'interno del blocco di ferro e collegate all'alimentazione di acqua dell'impianto). Nel caso particolare dell'alluminio, bisognerà ricorrere a delle particolari vernici di natura refrattaria che sarà necessario stendere nella cavità al fine di allungare la vita utile dello stampo impedendo al fuso di aggredire e corrodere il materiale ferroso e portando ad un arricchimento in ferro della lega colata. Queste vernici sono anche impiegate per garantire un'ottimale finitura superficiale del getto e regolare i flussi di calore con lo stampo. [3]

Le vernici da fonderia attualmente in commercio sono costituite da tre componenti fondamentalmente: leganti, riempitivi ed acqua. I primi sono generalmente composti minerali come argille o silicati di sodio. Per i riempitivi in genere si ricorre invece a polveri refrattarie (di granulometria variabile in base alla funzione della vernice) come il talco, la titania, l'allumina, ossidi ecc. dal momento che, per definizione, mantengono inalterate le loro proprietà alle temperature tipiche di colaggio dell'alluminio fuso. Infine, l'acqua, che viene aggiunta generalmente poco prima dell'applicazione della vernice e che quindi è caratterizzata da un rapporto di diluizione specifico per la vernice e per la finitura superficiale che si vuole ottenere, dev'essere distillata solitamente o tutt'al più di composizione mineralogica controllata. [4]



[Figura 1.2]: (a) Conchiglia sulla quale sta venendo stesa la vernice protettiva durante un intervento di manutenzione. (b) Conchiglia in opera assistita da un apposito circuito di termoregolazione.

Per verniciare una conchiglia sono necessari pochi ma cruciali passaggi. È necessario innanzitutto che la conchiglia da trattare venga aperta e la figura limata e pulita da eventuali residui presenti. Poi essa viene riscaldata con un bruciatore fino ad una temperatura intorno ai 180° C- 220° C circa e mantenuta al fine di garantire un'uniforme temperatura lungo tutto lo stampo. A questo punto un rivestimento aggrappante rosso viene steso tramite una pistola spray, la conchiglia viene nuovamente scaldata e soltanto a questo punto viene steso il vero e proprio rivestimento refrattario [Figura 1.2], ottenendo così uno strato spesso intorno ai 200-300 µm [3] [4]. Eventuali correzioni possono successivamente essere apportate a pennello, tenendo a mente che in questo caso lo strato sarà più spesso e non ugualmente uniforme come nel caso dell'aerografo.

Comune sia al SC che al GDC è il possibile impego di anime sabbiose per formare particolari aventi cavità o fori (evitando così di ricorrere eccessivamente ad operazioni di lavorazioni meccanica); la sabbia impiegata è inglobata in una resina fenolica e le anime vengono formate pressando e scaldando la sabbia menzionata in appositi stampi (al fine di permettere la reticolazione del polimero che fungerà da legante). Infine, anche lo studio della corretta alimentazione dello stampo sarà fondamentale per garantire il riempimento della cavità scevro da difettosità.



[Figura 1.3]: Alcuni esempi di anime formate ed impiegate presso la fonderia nella formatura di componenti che richiedono una cavità.

Altro aspetto importante della colata di un metallo è il degasaggio della lega. Con il termine *degasaggio* si intende un'operazione svolta sulla lega fusa, prima del riempimento dello stampo, in una siviera o nel forno d'attesa, atta a migliorare la qualità del bagno metallico rimuovendo eventuali gas e ossidi non scorificati [4]. Allo stato liquido, infatti, un metallo può avere disciolti al

suo interno dei gas la cui solubilità decresce all'abbassarsi della temperatura [5]. Intuitivamente si capisce che al raffreddamento di un getto in lega gasata questi gas desolubilizzeranno andando a formare porosità (ed eventualmente interagendo con i microritiri di solidificazione, dando origine ai cosiddetti *colpi di spillo*) [5]. Tipicamente il gas risulta essere idrogeno proveniente dalla dissociazione dell'acqua atmosferica o dall'ambiente di combustione generato dai bruciatori dei forni a gas, mentre gli ossidi disciolti spesso hanno origine da un'eventuale turbolenza del bagno oppure inclusioni già presenti nei pani fusi e sfridi riciclati.

Il degasaggio consiste in un insuflaggio di gas inerte (generalmente N2 o Ar) direttamente nel bagno attraverso un'asta, preferibilmente munita di rotore [Figura 1.4], che permette di far gorgogliare dal fondo del bagno l'agente degassante [4]. La minor pressione delle bolle rispetto l'ambiente circostante farà sì che il gas presente in lega venga assorbito dalle prime, riducendone il tenore. Inoltre, le bollicine fungeranno da setaccio che porterà a galla eventuali inclusioni di natura ossidica e ceramica (meno dense del metallo fuso). La presenza di un rotore rende ottimale l'operazione, poiché tramite la sua rotazione esso distribuisce e uniforma le bollicine nel bagno, oltre che omogeneizzare ulteriormente la lega tramite la turbolenza così creata [4].

Un corretto degasaggio in genere è testimoniato da un aumento della densità della lega [4].



[Figura 1.4]: Funzionamento schematico di un rotore per il degasaggio dell'alluminio con la relativa diffusione di bolle di dimensioni estremamente ridotte. [4]

1.2 le leghe Al-Si

Le leghe Al-Si (alluminio – silicio) costituiscono oggigiorno la quasi totalità delle leghe utilizzate nella produzione di componenti colati per gravità dalle fonderie (coprendo quasi il 90% dei volumi di produzione) [4]. Sintetizzate per la prima volta da Deville nel 1855, iniziarono a trovare un'applicazione nel mondo dell'industria soltanto a partire dagli anni Venti del XX Secolo grazie alla scoperta del possibile trattamento detto di *modifica* che garantiva un miglioramento delle proprietà meccaniche delle medesime, rendendole utilizzabili per la produzione di getti [1]. Sono leghe che trovano un largo impiego nel settore automobilistico; caratterizzate da ottime proprietà specifiche [6] [7], leggerezza, bassi costi, gran stabilità e alta resistenza al creep [7].

Quando si parla di queste leghe in genere si ha a che fare con leghe dette *secondarie*, ovvero leghe ottenute a partire da rottami e sfridi di lavorazione anziché dall'alluminio *primario* (ovvero prodotto a partire dall'allumina secondo il processo Hall-Héroult). È stimato infatti che l'85% delle leghe

usate in fonderia è prodotto a partire da rottami, con una vita utile relativamente breve dei componenti in alluminio ed un sempre maggiore tasso di riciclo [8].

La principale differenza tra questi due tipi di leghe è la presenza o meno di ferro nella composizione chimica (fisiologica nelle leghe secondarie). Questa impurezza, infatti, comporta un abbassamento delle proprietà meccaniche massime ottenibili dalla lega, riducendone di fatto la qualità, a causa della formazione di intermetallici fragili e particolarmente deleteri. Tuttavia, in alcune composizioni son tollerate anche percentuali fino all'1 wt% dal momento che riduce l'aggressività del getto nei confronti dello stampo e ne facilita l'estrazione [8].



[Figura 1.5]: Diagramma di stato binario Al – Si. [1]

Il silicio all'interno di queste leghe tende ad essere compreso nell'intervallo 2 wt % e 21 wt% e, nel caso delle leghe binarie Al-Si, presentano un eutettico intoro all'11,7%; ciò permette di divederle in tre sottogruppi [4]:

- Leghe ipoeutettiche (Si < 12%)
- Leghe eutettiche (Si $\sim 12\%$)
- Leghe ipereutettiche (Si > 21%)

Com'è intuibile dal diagramma di stato riportato in [Figura 1.5], ciascuna di queste tre famiglie avrà un comportamento diverso in solidificazione in base a quali fasi solidificheranno per prime, influenzando il riempimento ed il ritiro volumetrico del getto. Concentrandosi questa tesi intorno alla lega 42100, avente un 7% nominale di silicio, il presente capitolo sarà focalizzato al caso delle leghe ipoeutettiche.

Al raffreddamento, a partire dalla linea di liquidus, comincerà la nucleazione della fase α -Al che man mano si accrescerà sotto forma di dendriti all'interno del metallo fuso. Questo continuerà ininterrottamente fino al raggiungimento della temperatura dell'eutettico (~577°C) dove avverrà la nucleazione dell'eutettico Al-Si a partire dall'interfaccia con le dendriti di α -Al. A quel punto si osserverà un brusco calo della solubilità del Si all'interno della matrice di alluminio (da 1,65% a 0,05% durante la solidificazione da 577°C a 400°C). Si osserverà anche una diminuzione della

fluidità della lega causata dalla fitta rete di dendriti, e richiederanno una considerevole progettazione del getto per garantire degli adeguati serbatoi di lega liquida [4].

Il silicio all'interno di queste leghe garantisce la fluidità che le rende in ultima istanza adatte alle tecniche di fonderia; essa, infatti, aumenta all'aumentare della frazione di silicio presente in composizione (dal momento che la frazione di dendriti che è in grado di formarsi decresce con %Si). Inoltre, il tenore di silicio in lega influenza non solo la fluidità della lega (che è una funzione di composizione e temperatura di colata) e le proprietà meccaniche del getto finale, ma anche altri aspetti critici nella quotidianità della fonderia quali la tendenza della lega a formare microritiri, l'attitudine a criccare durante la solidificazione del pezzo e l'entità del caratteristico ritiro volumetrico [4]. In aggiunta, la frazione di silicio in lega è anche responsabile dell'aumento della velocità critica di tempra della lega [9].



[Figura 1.6]: Andamento di alcune caratteristiche dei getti in lega Al-Si in funzione del tenore di silicio. In particolare (a) la contrazione volumetrica (nero) e l'entità dei microritiri (rosso) e (b) la tendenza a criccare. [4]

La nomenclatura delle leghe di alluminio è dettata dalla norma UNI EN 1706:2010 dalla sigla 4XYYY dove il '4' indica il principale elemento alligante (silicio in questo caso), 'X' indica l'alligante secondario della lega (nelle leghe aventi magnesio trattasi di un '2' mentre per le leghe con rame presentano un '6'). Infine, il termine 'YYY' descrive una particolare lega di quella famiglia [10].

Un parametro tipicamente usato per descrivere la finezza microstrutturale di un getto, come precedentemente accennato, è il cosiddetto SDAS. Esso è un parametro semplice da identificare e misurare attraverso un'analisi metallografica ed è strettamente legato con la velocità di raffreddamento od il tempo di solidificazione del pezzo colato, secondo le seguenti equazioni:

$$SDAS = \mu_0 \cdot t_f^n \tag{1.2}$$

$$SDAS = \mu_1 \cdot (T')^m \tag{1.3}$$

dove μ_0 e μ_1 sono costanti dipendenti dal materiale in esame, *n* ed *m* sono esponenti specifici dei materiali, *T*'è la velocità di solidificazione e t_f è il tempo di solidificazione [11]. Per ottenere lo SDAS attraverso una micrografia esistono diversi metodi; tuttavia, il migliore come compromesso tra validità statistica della misura e velocità di analisi è descritto dalla seguente formula:

$$SDAS = \frac{L}{(N-1)}$$
(1.4)

dove L rappresenta la distanza degli assi tra due dendriti ed N rappresenta il numero di dendriti compresi all'interno di L (minimo 3 dendriti son richiesti per rendere valida la misura) [12].



[Figura 1.7]: Schematizzazione dei metodi presentati da *Vandersluis et al.* per la misura dello SDAS. Il metodo riportato nell'Equazione 1.4 è il D. [12]

La modifica delle leghe di alluminio è un trattamento particolare che consiste, attraverso l'aggiunta in lega di una piccola frazione di un particolare elemento (nell'ordine dei 200-500 ppm in base al tenore di silicio [13]). La presenza di questo agente modificante permette la trasformazione della struttura aciculare del silicio in una più fibrosa, arrotondata e fine, riducendo notevolmente gli effetti di intaglio tipici dell'eutettico nei getti colati non modificati [4]. La modifica della lega, perciò, garantisce in modo semplice per migliorare il carico di rottura e l'allungamento del componente prodotto. Inoltre, spostano l'eutettico a temperature più basse e concentrazioni di silicio maggiori; ne consegue che si osserva un aumento dell'intervallo di solidificazione (che porta ad un miglioramento della fluidità del metallo liquido) [4].

Gli elementi utilizzati principalmente nella modifica delle leghe di alluminio sono il sodio (Na), lo stronzio (Sr), l'antimonio (Sb) ed il calcio (Ca). Presso la F.O.M.T. S.p.A., l'agente modificante utilizzato in stabilimento è lo Sr per la sua semplicità di alligazione (attraverso l'utilizzo di barre di lega madre AlSr10) e per la sua permanenza nel bagno per diverse ore rispetto al Na (che rimane meno di un'ora) nonostante dia risultati inferiori rispetto a quest'ultimo [4] [13]. Per quanto riguarda l'azione dello stronzio come agente modificante si è ipotizzato che agisca andando a modificare il meccanismo di solidificazione della fase eutettica Al-Si [13].

Come mostrato in [Figura 1.8] la modifica allo stronzio fa sì che si passi da una nucleazione dell'eutettico a partire dall'interfaccia con i dendriti di α -Al ad una nucleazione eterogenea all'interno della zona interdendritica, come dimostrato dalla differente orientazione della struttura eutettica rispetto a quella dendritica nei getti modificati. Ciò porta ad una struttura modificata di dimensioni maggiori rispetto quella modificata con il sodio dal momento che anziché impedire la nucleazione e l'accrescimento dell'eutettico, con lo stronzio si favorisce la nucleazione uniformemente in tutto il liquido interdendritico. Infatti, è stato dimostrato che Sr segrega unicamente nella fase eutettico Al-Si ed in modo relativamente uniforme [13].



[Figura 1.8]: Disegno che mostra la differenza tra la nucleazione dell'eutettico Al-Si (a) non modificato con lo Sr e (b) in seguito ad una modifica con Sr. [13]

1.3 La lega EN AC 42100

L'attività sperimentale condotta nell'ambito della seguente tesi è relativa all'uso della lega EN AC 42100. Altre denominazioni che le possono essere assegnate, in base alle normative di riferimento, tipiche all'interno della letteratura scientifica sono A356 oppure più semplicemente AlSi7Mg0.3. Essa è una lega Al-Si non binaria ed ipoeutettica, come si può vedere dalla relativa forcella di composizione [Tabella 1.1]. In [Tabella 1.2] invece sono riportate le proprietà meccaniche minime attese dalle leghe della serie 42000 in base al trattamento termico.

[Tabella 1.1]: Forcella di composizione della lega EN AC 42100. [10] [9]

Lega	Si	Mg	Fe	Mn	Си	Ti	Al
EN AC 42100	6.7 ÷ 7.5	$0.25 \div 0.45$	< 0.19	< 0.10	< 0.05	0.08 ÷ 0.25	Residuo

È una lega i cui getti, come molte altre della serie 40000, trovano largo impiego nel settore automotive per i motivi elencati nel Capitolo 1.2. La cosa che rende particolarmente interessante l'impiego di questa lega è la presenza del magnesio all'interno della sua composizione. Infatti, alcuni elementi aventi un diagramma di stato binario con l'alluminio come mostrato in [Figura 1.9] (es. Cu e Mg) possono andare incontro ad un trattamento termico di rafforzamento chiamato Rafforzamento per precipitazione di seconde fasi (*precipitation hardening* in inglese) [14] e che permette l'indurimento ed il rinforzo della lega attraverso la precipitazione di particolari fasi, andando ulteriormente a migliorare le proprietà meccaniche specifiche del componente.

[Tabella 1.2]: Proprietà meccaniche minime dei provini colati e trattati termicamente della serie 42000. Nei trattamenti termici la lettera "F" indica uno spontaneo raffreddamento in aria a seguito della colata [10]

Sigla Numerica	Composizio ne Chimica	Tratt. Termico	Rm [Mpa]	Rp _{0,2} [Mpa]	A [%]	HBW
		F	170	90	2,5	55
EN AC 42000	AlSi7Mg	Т6	260	220	1	90
		T64	240	200	2	80
EN AC 42100	AlSi7Mg0,3	Т6	290	210	4	90
		T64	250	180	8	80
EN AC 42200	AlSi7Mg0,6	Т6	320	240	3	100
		T64	290	210	6	90



[Figura 1.9]: Diagramma di Stato binario Al – Mg. [1]

1.3.1 Microstruttura e fasi presenti

La microstruttura che caratterizza un getto fatto in AlSi7Mg0.3 è assolutamente analoga a quella appartenente alle leghe Al-Si ipoeutettiche: principalmente si tratterà di un insieme di dendriti di αAl che costituiranno la maggior parte della microstruttura, i cui spazi interdendritici poi verranno occupati dall'eutettico Al-Si, che solidificherà successivamente. Questo silicio tenderà a cristallizzare secondo un network avente una geometria prettamente aciculare [1] [4] [13]; ergo, essendo anche più rigido rispetto alla matrice di alluminio, sarà dannoso per le proprietà meccaniche del componente finale.

Inoltre, la presenza di Mg (e Fe nel caso di leghe secondarie) in colata darà luogo alla formazione di intermetallici durante la formazione dell'eutettico Al-Si al raffreddamento. I principali composti che si formano durante la solidificazione del metallo liquido sono riportati nella seguente [Tabella 1.3].

REAZIONE N#	FORMULA DELLA REAZIONE	T. DI REAZIONE (°C)
1	$Liq. \rightarrow dendriti Al$	611-615
2	$Liq. \rightarrow Si + Al$	577
3a	$Liq. \rightarrow Si + Al + Al_5 FeSi$	575
3b	$Liq. + Al_5FeSi \rightarrow Si + Al + Al_8FeMg_3Si_6$	567
4	$Liq. \rightarrow Si + Al + Mg_2Si$	555
5	$Liq. \rightarrow Si + Al + Mg_2Si + Al_8FeMg_3Si_6$	550-554

[Tabella 1.3]: Reazioni di solidificazione osservate per leghe AlSi7Mg [15]

Fondamentali per il successivo trattamento termico del getto sono gli intermetallici contenenti Mg (come verrà chiarito in seguito). Essi sono rispettivamente π -Al₈FeMg₃Si₆ (che d'ora in avanti verrà chiamata semplicemente π) e β -Mg₂Si (che d'ora in avanti verrà chiamato con β_{Mg2Si}). Il terzo intermetallico presente principalmente nella microstruttura è Al₅FeSi: all'interno di questo documento, ci si riferirà al suddetto intermetallico con la sigla β_{Al+Fe} . Com'è visibile dalla precedente tabella, la prima fase intermetallica a nucleare sarà proprio β_{Al+Fe} formando dei caratteristici cristalli aciculari. Successivamente si formerà π (chiamato anche *carattere cinese* per la sua particolare forma) secondo la reazione 3b:

$$liq. + \beta_{Al} - Al_5 FeSi \rightarrow Al + Si + \pi - Al_8 FeMg_3Si_6$$
(1.5)

Perciò la fase π si formerà a partire da una decomposizione della fase β_{Al+Fe} , e sarà la fase predominante nelle strutture "as-cast". Oltretutto, questo spiega il perché del fatto che la fase π è osservato a stretto contatto con intermetallici Al₅FeSi [15] [17]. Per ultimo verrà a formarsi il composto β -Mg₂Si secondo le reazioni riportate in [Tabella 1.2]; tuttavia, trattandosi di una lega avente solo lo 0.3% di Mg, nelle microstrutture di un getto in 42100 sarà quasi impossibile osservare grani di fase β_{Mg2Si} (a differenza di leghe aventi un maggior contenuto di magnesio). Pertanto, si osserva come tutto il Mg non presente in matrice sarà da trovare all'interno della fase π -Al₈FeMg₃Si₆[15][16][17].



[Figura 1.10]: Esempi di intermetallici as-cast osservati a 500x. La fase predominante è α -Al (1), la fase frammentata trattasi dell'eutettico Al-Si (2), e la fase grigio chiaro non è altro che l'intermetallico π (3).

1.4 Trattamenti termici delle leghe di alluminio

I trattamenti termici sono un aspetto fondamentale per il miglioramento delle proprietà meccaniche delle leghe di alluminio. Essi permettono di migliorare le già buone proprietà specifiche delle suddette agendo sulla microstruttura delle medesime e, unito al relativamente basso costo, rende interessante l'impiego di un trattamento termico per il rinforzo dei componenti [14].

I principali trattamenti termici disponibili sono sostanzialmente due:

- La tempra di solubilizzazione/Invecchiamento che permette di ottenere un miglioramento di proprietà come il carico di snervamento e la durezza.
- La ricottura che consente di eliminare eventuali tensioni residue nel reticolo cristallino e foreste di dislocazioni, consentendo così delle possibili ulteriori deformazioni sul pezzo.

Per quanto riguarda le leghe utilizzate nell'ambito della fonderia, è di interesse esclusivamente il primo tipo di trattamento termico, non essendo esse leghe che debbano andare incontro a processi di formatura per deformazione plastica.

1.4.1 Trattamenti di invecchiamento / tempra di solubilizzazione

Il principio alla base di questo processo è la creazione di una matrice sovrassatura di alligante che venga successivamente raffreddata così da permettere un'omogenea e controllata precipitazione di fasi semicoerenti con il reticolo dell'alluminio. Il trattamento, perciò, è diviso in tre distinte fasi:

- Solubilizzazione
- Tempra
- Invecchiamento

Al fine di poter essere soggetta a questo tipo di trattamento, una lega di alluminio deve possedere almeno un elemento che abbia un aumento della solubilità nella matrice α all'aumentare della temperatura, come mostrato in [Figura 1.11]. Esempi di questo tipo di elementi sono Mg, Cu e Zn [14]. Sempre in [Figura 1.11] è possibile vedere una schematizzazione del trattamento termico sul diagramma di stato.



[Figura 1.11]: Esempio di Diagramma di stato esemplificativo per due elementi generici A e B con relativo trattamento di Precipitation Hardening. [14]

Pertanto, lo scopo della solubilizzazione è quello di scaldare il componente avente una concentrazione C_0 di alligante (pertanto non completamente solubile in α -Al) affinché si superi la linea di solvus (NM in figura) e si rimanga a temperatura T_0 per un tempo sufficiente da garantire la completa dissoluzione dell'elemento nuovamente in matrice e possibilmente una sua omogeneizzazione nella struttura cristallina [14].

Assicurata la completa scomparsa di seconde fasi aventi l'elemento rinforzante in esame (B nel grafico in questo caso), si procede con la tempra: banalmente il pezzo viene raffreddato con una velocità sufficientemente rapida (passando da T_0 a T_1) impedendo così che eventuali secondi fasi riprecipitino spontaneamente, "congelando" di fatto la struttura cristallina con gli atomi ancora in soluzione e dando luogo ad una soluzione solida sovrassatura (SSSS) [14].

Infine, durante l'invecchiamento vero e proprio, il componente viene scaldato ad una certa temperatura T₂ (inferiore alla linea di solvus) al fine di permettere la graduale e diffusa precipitazione di fasi metastabili semicoerenti in tutta la matrice; saranno queste stesse fasi che, distorcendo localmente il reticolo, garantiranno un effetto rinforzante della lega unita ad un generale aumento di durezza [14]. Per trattamenti eccessivamente lunghi verranno a precipitare le fasi incoerenti di equilibrio termodinamico e non propriamente rinforzanti: in questo caso si parla di sovra-invecchiamento e porta ad una perdita delle proprietà meccaniche guadagnate a monte con il trattamento.

I trattamenti eseguibili sulle leghe di alluminio sono numerosi, tuttavia i principali 10 sono riportati in [Tabella 1.4]. Essi son divisibili in due gruppi, ove la distinzione si basa sul fatto che il trattamento termico comprenda una fase di incrudimento o meno. Ergo per le leghe da fonderia i trattamenti eseguibili sono il T1, T4, T5, T6 E T7 (ovvero quelli che non comprendono un incrudimento) [14].

Trattamento Termico	Passaggi richiesti
T1	Raffreddato a partire da un processo di formatura ad elevata temperatura invecchiato naturalmente
Τ2	Raffreddato a partire da un processo di formatura ad elevata temperatura, deformato a freddo ed invecchiato naturalmente
Т3	Solubilizzato, temprato, deformato a freddo ed invecchiato naturalmente
Τ4	Solubilizzato, temprato ed invecchiato naturalmente
Т5	Raffreddato rapidamente a partire da un processo di formatura a temperatura elevata e poi invecchiato artificialmente
Т6	Solubilizzato, temprato ed invecchiato artificialmente
Τ7	Solubilizzato, temprato e sovra invecchiato
Т8	Solubilizzato, temprato, deformato a freddo ed invecchiato artificialmente
Т9	Solubilizzato, temprato, invecchiato artificialmente e deformato a freddo
T10	Raffreddato a partire da un processo di formatura ad elevata temperatura, deformato a freddo ed invecchiato artificialmente

[Tabella 1.4]: I principali trattamenti di tempra di solubilizzazione per le leghe di alluminio. [14]

Un secondo effetto ottenibile da alcuni trattamenti termici (ad esempio il T6) per le leghe Al-Si, se condotto a temperature sufficientemente alte e per un tempo abbastanza lungo, è la cosiddetta *sferoidizzazione* del silicio. Nei precedenti capitoli è stato presentato come nelle strutture "as-cast" il silicio tenda a cristallizzare secondo una struttura aciculare che penalizza considerevolmente l'allungamento possibile per i componenti. Durante la fase di solubilizzazione il Si eutettico va incontro a tre processi (in base alla durata della solubilizzazione stessa) [6]:

- Frammentazione
- Sferoidizzazione
- Crescita

Nelle prime due fasi si avrà un aumento del numero di particelle ed un ammorbidimento degli spigoli di Si presenti tra le dendriti. Bisogna notare che nonostante si parli di "sferoidizzazione" e nelle micrografie il silicio appaia effettivamente sferoidizzato, è dimostrato che in realtà il Si assuma una forma del proprio network simil-corallina anziché vere e proprie particelle sferoidali isolate [6]. Per trattamenti sufficientemente lunghi, questo silicio andrà a coalescere formando una struttura fibrosa più spessa e non più rinforzante come la precedente.

È dimostrato che una lega modificata con Sr va incontro ad una adeguata sferoidizzazione in tempi inferiori rispetto ad una lega non modificata [6] [18].



[Figura 1.12]: Dettagli di due micrografie ottenute a 200x. La figura (a) presenta del silicio aciculare, mentre la figura (b) presenta del silicio sferoidizzato.

1.4.2 Effetti del trattamento termico sulla lega 42100

Nel seguente capitolo verranno affrontati i fenomeni e gli aspetti legati al rafforzamento per precipitazione della lega al centro di questo caso studio. Variando le dinamiche e le temperature di solubilizzazione ed invecchiamento in base alla composizione della lega, un componente in AlSi7Mg presenterà dei cicli termici di trattamento differenti da un componente in AlSi9Cu1. Questa tesi in particolare si focalizzerà sul trattamento termico T6 ed una sua variante identificata dalla sigla T64.

Di fondamentale importanza per il trattamento, come menzionato nel capitolo precedente, è l'elemento alligante presente in lega. La quantità di Mg che si riesce a portare in soluzione con il trattamento è strettamene legata al carico di snervamento (Rp) e la durezza (HBW) [15] [16] [18]. Si potrebbe essere tentati perciò di credere che aumentando semplicemente il tenore di Mg in lega avrà un sostanziale miglioramento della qualità del getto e del trattamento; tuttavia, è bene menzionare che un aumento della concentrazione di tale elemento è legato ad un abbassamento della tenacità e della duttilità del getto [15]. In aggiunta è dimostrato che tenori superiori allo 0.5% di tale alligante non comporta alcun beneficio ulteriore a seguito del trattamento termico (dal momento che la matrice risulta satura di Mg, e l'ulteriore elemento presente non sarà solubilizzabile e rimarrà nel reticolo sotto forma di intermetallici β_{Mg2Si} e π) [15] [16].

È dimostrato che la solubilizzazione non richiede tempi eccessivamente lunghi se condotta a temperature sufficientemente alte. È stimato infatti che a 540°C son sufficienti decine di minuti per garantire una completa dissoluzione delle fasi di interesse [9] [15] [16] [18]; a temperature inferiori ai 530°C i tempi aumentano considerevolmente, anche in base allo SDAS del getto [17]. Anche l'omogeneizzazione del Mg richiede tempi aventi ordini di grandezza simili, tuttavia questo è dibattuto [6] [16] [18]. Bisogna ricordare inoltre che i tempi forniti in letteratura (nell'ordine dei 30 minuti) riguardo ai trattamenti termici son riferiti a provini relativamente sottili rispetto ai componenti che vengono realisticamente prodotti in una fonderia, pertanto, è bene garantire tempi sufficientemente lunghi che assicurino la permanenza al tempo catalogato anche del cuore e delle zone più massive dei componenti.

Per quanto riguarda la sferoidizzazione del silicio, la modifica o meno della lega gioca un ruolo fondamentale: è dimostrato che, a pari temperatura, una lega modificata con Sr richieda 30' a 540°C per raggiungere la stessa duttilità di una lega non modificata e trattata a 540°C per 6h [6] [9] [18].

Passando alle altre fasi del trattamento, per la tempra è riportata come velocità critica di tempra di 60 K/s per una lega AlSi7Mg0.3 [9]. Per la precipitazione invece delle fasi semi coerenti (chiamate β_{Mg2Si} " e β_{Mg2Si} " e β_{Mg2Si} essendo Mg₂Si la fase rinforzante d'interesse) richiedono temperature decisamente più basse.

La durezza massima è legata al tempo di invecchiamento e le temperature di precipitazione son decisamente più basse rispetto a quelle richieste in solubilizzazione (questo è anche il motivo per cui l'invecchiamento non ha praticamente alcun effetto sulla sferoidizzazione del silicio). Nonostante la temperatura ottimale di invecchiamento sia 165°C per molti autori, alcuni sostengono che 4h sono sufficienti a garantire una completa precipitazione di β_{Mg2Si} , mentre altri sostengono siano necessarie 6-8h [6] [9] [18].

Un risultato interessante è quello di *Faccoli et al.*, dove le massime proprietà meccaniche dei provini son state ottenute in due combinazioni di parametri di trattamento termico [6]:

- Solubilizzazione di 2h a 550°C, tempra a T_{amb}, invecchiamento di 8h a 165°C
- Solubilizzazione di 6h a 540°C, tempra a T_{amb}, invecchiamento di 8h a 165°C

Si può vedere come per temperature di solubilizzazione maggiori riducano significativamente i tempi di trattamento richiesti. Inoltre, sempre secondo gli stessi ricercatori, una solubilizzazione di 8h a 530°C seguita da un invecchiamento di 16h può portare a durezze soddisfacenti ma inferiori se comparate con i due risultati sopra elencati [Figura 1.13]. Infine, è stato dimostrato che, a temperature adeguate, Rm non sembra dipendere dal tempo di solubilizzazione mentre dipende insieme alla durezza dal tempo di invecchiamento e dalla temperatura di solubilizzazione [6].

Il gruppo di *Zhang et al.* invece ha ottenuto dei risultati altrettanto interessanti dove invece sembra che Rm dipenda in qualche modo dal tempo di solubilizzazione; il gruppo ha ottenuto con trattamenti di di 30 min a 540-550°C proprietà meccaniche (quali Rm, Rp_{0,2} e A%) ≥90-95% se paragonate con un provino solubilizzato per 6h [Figura 1.14a], e una resilienza soltanto dell'80% è stata raggiunta [18]. Inoltre, secondo i ricercatori esiste una zona compresa tra i 1,5-10 min di solubilizzazione dove si ha un calo della resilienza fino ad un minimo prima di risalire [Figura 1.14b]; questo si pensa sia dovuto ad un effetto combinato dell'irrigidimento causato dal trattamento termico e da una mancata duttilità data dalla sferoidizzazione, essendo questo processo più lento del primo [18].



[Figura 1.13]: Andamento della durezza nei provini in funzione del tempo di invecchiamento e per tempi di solubilizzazione diversi a 530°C (a) e 550°C (b). [6]



[Figura 1.14]: (a) Andamento di Rm (UTS) e Rp_{0,2} (YS) per provini trattati a 540°C e 550°C in funzione del tempo di solubilizzazione. (b) Andamento della resilienza in base al tempo di solubilizzazione del campione a 540°C. [18]

1.5 Cenni sul Design of Experiment

Il Design of Experiment (a cui spesso si farà spesso riferimento con la sigla DOE) è una potente tecnica sperimentale sviluppata agli inizi del Novecento e da quel momento in poi il DOE ha trovato largo impiego nel mondo dell'industria e servizi, soprattutto negli ultimi 15 anni [19].

Comunemente nella realtà produttiva di oggi trova ancora largo impiego l'approccio OVAT (*One-Variable-At-a-Time* in inglese); con questo termine si vogliono includere tutti quei metodi dove, tramite applicazione di esperienza, intuito e fortuna si cambia all'interno di un processo una variabile alla volta e si osservano gli effetti che questo cambiamento ha sulla resa del prodotto finale. Questo tipo di progettazione sperimentale è del tutto inefficiente, non affidabile, richiede numerosi campioni per ottenere informazioni limitate sul processo e altrettanto tempo per essere portato a compimento[19].

Un approccio di sperimentazione basato sul DOE invece consente di ottenere con un limitato numero di prove (se comparato con un design OVAT) diverse informazioni utili sui fattori che si desidera studiare. La grande differenza sta nel fatto che i fattori vengono fatti variare contemporaneamente tra le diverse prove eseguite. Questo permette di identificare quali siano quelli che contribuiscono alla risposta in modo più significativo rispetto ad altri, così da regolare i primi secondo le condizioni ottimali e gli ultimi ai valori più economicamente vantaggiosi. È bene sottolineare che anche la riduzione di tempo richiesto alla sperimentazione ed il numero di prove da eseguire incide positivamente sui costi che un'azienda deve sostenere [19].

1.5.1 Definizioni e formule

Per comprendere al meglio come verranno analizzati ed interpretati i risultati ottenuti attraverso il DOE, è necessario dare alcune definizioni di fondo riguardo a termini specifici che verranno d'ora in avanti usati.

Al centro di un qualsiasi esperimento sta lo studio e la conoscenza del *processo*. Con processo s'intende una qualsiasi trasformazione di un input in un output [Figura 1.15]. Le variabili che

invece agiscono sul processo sono dette *fattori* e saranno quei parametri che verranno cambiati durate l'analisi del processo [19].



[Figura 1.15]: Esempio di un processo di stampaggio ad iniezione con i relativi input e output. [19]

In particolare, questi fattori possono essere *controllabili* e *non controllabili*: i primi sono facilmente variabili durante l'esperimento e giocano un ruolo chiave nello studio del processo, i secondi invece sono variabili su cui non si ha un diretto controllo ma che possono comunque portare a variazioni nell'output del processo. Quanto appena detto è schematizzato in [Figura 1.16].

[Figura 1.16]: Schema generico che riporta come descrivere sinteticamente un qualunque processo con i relativi fattori. [19]

Lo scopo di un esperimento basato sul DOE, perciò, è comprendere come l'output di un processo vari in base a come cambiano e interagiscono i fattori. Questa variazione è detta *risposta* ed in genere è una grandezza, preferibilmente quantitativa, che viene usata per valutare l'ottimizzazione del processo (ad esempio per un processo di colata in conchiglia potrebbe essere d'interesse minimizzare il ritiro di solidificazione, pertanto questa grandezza sarà la risposta che verrà misurata) [19]. Legato a ciò, si definisce *effetto* l'entità della variazione che un singolo fattore ha sulla risposta ed è definito dalla seguente formula:

$$E_{fA} = \bar{F}_{(+1)} - \bar{F}_{(-1)} \tag{1.6}$$

dove E_{fA} è l'effetto di un determinato fattore A ed $\overline{F}_{(+1)}$ e $\overline{F}_{(-1)}$ sono le risposte medie misurate rispettivamente ad un valore alto e basso di A [19]. Questi valori son definiti *livelli* e per quanto riguarda questa trattazione ci si limiterà alla descrizione degli esperimenti basati sullo studio di fattori a "due livelli" (identificati nelle successive matrici con '-1' e -+1'). Un valore di $E_{fA} > 0$ sarà sinonimo di una risposta maggiore per A = +1 e viceversa nel caso di $E_{fA} < 0$. Graficamente è possibile osservare in modo immediato tutto ciò in [Figura 1.17].

[Figura 1.17]: Tipico grafico di effetto che permette di visualizzare immediatamente come il parametro in analisi influenza la risposta. In questo caso si ha il fattore in analisi sull'asse x (Temperatura) e il relativo effetto E_f sull'asse delle y (Rm). Un grafico di questo tipo descrive un effetto avente valore positivo. [19]

Altra definizione importante è quella di *interazione tra parametri di processo*. Si dice che è presente un'interazione quando, dati due fattori 'A' e 'B', la risposta di un parametro è differente in base al valore assunto dall'altro. In particolare, queste interazioni tra due fattori son definite del II Ordine e sono quelle generalmente di maggiore interesse. Le interazioni tra tre fattori sono analogamente definite del III Ordine (es. A x B x C) e sono generalmente considerate trascurabili in ambito industriale [19]. L'effetto delle interazioni di II Ordine viene calcolato secondo la seguente formula:

$$I_{A x B} = \bar{F}_{(A x B)=+1} - \bar{F}_{(A x B)=-1}$$
(1.7)

dove $I_{A \times B}$ è l'effetto dell'interazione tra A e B, mentre $\overline{F}_{(A \times B)=+1}$ e $\overline{F}_{(A \times B)=-1}$ sono la risposta media a valori alti e bassi dell'interazione A x B, rispettivamente [19]. Esiste inoltre un grafico che permette di visualizzare intuitivamente la presenza o meno di interazione tra due fattori ed è chiamato grafico d'interazione. In questi grafici vengono tracciate due rette parametrizzate secondo i valori ±1 di uno dei due parametri (ad esempio A) al variare dell'altro parametro d'interazione (ad esempio B). Sull'asse delle y invece è riportata la risposta ottenuta nelle quattro combinazioni possibili (-1, -1) (-1, +1) (+1, -1) (+1, +1). Un esempio è riportato in [Figura 1.18].

[Figura 1.18]: Esempio di grafico d'interazione tra due parametri A e B. [19]

Se queste due rette sono parallele allora l'interazione tra i due fattori sarà nulla. Nel caso invece di una differenza di pendenza si dice che è presente un'interazione tra fattori. L'intensità della medesima è tanto più significativa quanto aumenta la differenza di inclinazione tra le rette. Si parla inoltre di *interazione sinergica* se le due rette non si intersecano nel grafico; viceversa, si parla di *interazione antagonistica* nel caso di due rette che si intersecano [19].

Il numero complessivo di interazioni del II ordine che sono presenti in un esperimento invece può essere ottenuto attraverso la seguente formula:

$$N_{INT} = \frac{n \cdot (n-1)}{2}$$
(1.8)

dove N_{INT} è il numero di interazioni presenti ed *n* è il numero di fattori esaminati [19].

[Tabella 1.5]: Esempio di matrice ottenuta dallo studio di due fattori A e B con la relativa interazione A x B. Questo tipo di design è definito anche 2² FFE. [19]

Prova	А	В	A x B	Risposta (ppm)
1	-1	-1	+1	398.75
2	-1	+1	-1	311.50
3	+1	-1	-1	409.25
4	+1	+1	+1	378.75

Degli altri strumenti che saranno di particolare importanza nel calcolo degli effetti statisticamente significativi sono i cosiddetti *Diagrammi di Pareto* e i *Normal probability plot* (abbreviati con *NPP*) [19]. Entrambi mettono in evidenza gli effetti considerabili significativi (in genere con un livello di significatività del 95%) ma in due modi differenti. I diagrammi di Pareto sono sostanzialmente degli istogrammi dove è tracciato il valore assoluto degli effetti/interazioni e quelli che superano un determinato valore critico son da considerarsi significativi [20]. Gli NPP invece si basano sul fatto che effetti *attivi* (ovvero significativi) sul processo non cadranno su una retta come gli altri ma si discosteranno di un certo valore. Questi due diagrammi son riportati in [Figura 1.19].

Inoltre, è possibile ricorrere ai cosiddetti *Diagrammi a Cubo* per visualizzare in modo immediato con quale combinazione di livelli si ottiene il massimo o il minimo della risposta analizzata. Questi sono infatti grafici tridimensionali, dove ogni vertice del cubo corrisponde ad una run con la propria combinazione di livelli dei fattori.

[Figura 1.19]: Un diagramma di Pareto (a) ed un NPP (b) riferiti allo stesso esperimento. Com'è possibile osservare, i fattori considerati significativi sono B, C e l'interazione AC. [19]

Quanto appena descritto non necessariamente si deve limitare alla massimizzazione (o minimizzazione) della risposta di un particolare processo produttivo. Gli strumenti sopra enunciati infatti possono essere usati anche per studiare la variabilità di un particolare processo attraverso la stima della deviazione standard (abbreviata con SD) della risposta. Tuttavia, questo tipo di dati non sarebbe normalmente distribuito, pertanto è necessario eseguire questo tipo di analisi avvalendosi dei logaritmi naturali delle deviazioni standard delle risposte ottenute (ln(SD)) [19].

Ciò consente di eseguire un'analisi atta generalmente a minimizzare la deviazione standard della risposta andando così a capire quali sono i fattori che influenzano questo tipo di fenomeno. Bisogna sottolineare che un fattore non significativo per la risposta può risultare significativo nell'influenzare la variabilità della medesima (e viceversa).

1.5.2 Full Factorial Designs

I tipi più comuni di design sperimentali di processi manifatturieri sono i cosiddetti *Factorial Designs* a 2 o 3 livelli. Questi, a differenza dei Design P-B, consentono allo sperimentatore di studiare accuratamente gli effetti combinati di uno o più fattori sulla risposta del processo [19].

I design di tipo fattoriale poi possono essere divisi in *Full Factorial Design* (abbreviati da qui in avanti con *FFE*) o i *Fractional Factorial Design*. Il primo tipo, che verrà poi impiegato nello sviluppo di questa tesi, è centrato attorno ad una matrice formata a partire da ogni singola combinazione d'interazione possibile tra i vari fattori d'interesse. Definito con *k* un numero di fattori che si desidera analizzare, si richiederà un numero di esperimenti pari a 2^k per poter avere il design fattoriale completo. Questo tipo di design è particolarmente utile quando il numero di fattori d'interesse è ≤ 4 [19].

Una delle ipotesi che è necessario assumere negli esperimenti a 2 livelli è che la risposta sia approssimativamente lineare nell'intervallo di valori dei fattori scelti. In [Tabella 1.6] e [Tabella 1.7] sono riportate come esempio due matrici di un 2^2 FFE.

[Tabella 1.6]: Matrice non codificata di un 22 FFE con i valori di risposta presi cinque volte per ogni combinazione. [19]

Prova	А	В	Spessore del rivestimento				
1	+1	-1	116.1	112.6	118.7	114.9	116.9
2	+1	+1	106.7	107.5	105.9	107.1	106.5
3	+1	+1	116.5	115.5	119.2	114.7	118.3
4	-1	-1	123.2	125.1	124.5	124.0	124.7

[Tabella 1.7]: Matrice codificata dell'esperimento in [Tabella 1.7] con il valor medio della risposta e l'interazione tra i parametri A e B. [19]

Prova	А	В	A x B	Spessore medio del rivestimento
1	+1	-1	+1	115.84
2	+1	+1	-1	106.74
3	+1	+1	-1	116.84
4	-1	-1	+1	124.30

In questo tipo di esperimenti, una volta tracciata la matrice sperimentale e raccolti i dati dalle prove desiderate, la prima cosa da fare è andare ad individuare quali sono i parametri principali che influenzano la risposta che si vuole andare ad ottimizzare. Questo può essere eseguito attraverso gli strumenti descritti nel Capitolo 1.5.1: comunemente si può tracciare un diagramma di Pareto per individuare quali siano i fattori/interazioni *attivi* nel processo e, attraverso dei diagrammi d'effetto o interazione, si va a vedere a quali livelli del parametro il fattore massimizza/minimizza la risposta.

Stesso modus operandi è impiegato nell'individuazione e minimizzazione della varianza di una risposta: in questo caso però anziché quest'ultima di va ad impiegare il logaritmo naturale della medesima [19]. Da questo punto in avanti tutte le considerazioni fatte per l'ottimizzazione delle risposte possono essere fatti anche con il ln(SD).

Un esempio interessante è quello mostrato in [Figura 1.20], dove nel medesimo esperimento un parametro insignificante dell'influenzare la risposta media del processo influenza considerevolmente la varianza del medesimo.

[Figura 1.20]: Grafici d'effetto della risposta (a,b) e della varianza (c,d), riferiti rispettivamente ai parametri

A e B della [Tabella 1.7]. Si osservi come il parametro A abbia una sensibile influenza sul valor medio assunto dal rivestimento ma non un'influenza tangibile sulla varianza del medesimo. Il caso è opposto invece per B, come mostrato dalle immagini (b) e (d) [19]

Per completare questo tipo di analisi si può andare a calcolare un modello matematico regressivo basato sui risultati dell'esperimento. Un modello di questo tipo permetterebbe di stimare la risposta in anticipo conoscendo i valori assunti dai fattori coinvolti. L'equazione generale per un esperimento a 2 livelli può essere scritta nella seguente formula:

$$\hat{y} = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \dots + \varepsilon$$
(1.10)

dove x₁ e x₂ sono i valori codificati assunti dai fattori per una data combinazione, $\beta_1 e \beta_2$ sono i valori dei coefficienti di regressione (per un esperimento a due livelli son pari ad $E_f/2$), $\beta_{12} e \beta_{13}$, sono i coefficienti di regressione delle interazioni (e son pari a $I_{A \times B}$ in un esperimento a due livelli) ed infine ε è il componente d'errore [19].

Per stimare l'accuratezza del modello è sufficiente eseguire dei testi di prova a dei parametri definiti ed utilizzare la formula del *confidence interval* per vedere se la risposta media misurata cade nell'intervallo definito dall'equazione seguente:

$$CI = \bar{y} \pm 3 \cdot \left\{ \frac{SD}{\sqrt{n}} \right\}$$
(1.11)

Dove \bar{y} è la risposta media misurata con i testi di conferma, *SD* è la deviazione standard ed *n* è il numero di campioni usati nei test di conferma [19].

2. Caso studio

Lo scopo di questa trattazione è quello di valutare quali parametri hanno un effetto significativo sulle proprietà meccaniche di campioni in EN AC 42100, siano essi di processo o della lega. Un modello FFE è stato studiato per l'analisi dei provini e 8 lotti di 10 campioni ciascuno sono stati colati al fine di studiare tutte le possibili combinazioni dei fattori in esame. Inoltre, si desidera capire se il trattamento termico T64 è un'alternativa possibile al più diffuso T6 per migliorare l'allungamento dei prodotti colati e trattati senza andare ad abbassare eccessivamente i carichi ottenibili.

L'obiettivo è quello di creare dei modelli matematici regressivi che consentano all'azienda di prevedere le proprietà meccaniche di un determinato getto colato in funzione dei parametri di partenza. Inoltre, parametri d'interesse come SDAS e Durezza son stati rilevati e se n'è osservata la variazione nei vari lotti di provini esaminati. Queste analisi son state accompagnate anche da Micrografie e Frattografie eseguite presso i laboratori del DISAT nella sede di Alessandria. Questi ulteriori esami sono stati eseguiti per avere un approfondimento migliore sulla natura dei provini senza basarsi unicamente sulle prove di trazione.

2.1 Materiali e Metodi

Per poter preparare gli 8 lotti di provini di cui ha bisogno l'esperimento, si è partiti da due lotti di materiale che sono stati preparati partendo da fonti differenti. Questa divisione preliminare ha lo scopo di andare a produrre due lotti che differiscono principalmente per il tenore di ferro in lega. Il limite scelto per divisione tra alto e basso tenore di Fe è lo 0,10% ed è stato scelto arbitrariamente trovandosi a metà dell'intervallo di composizione dell'elemento secondo la UNI EN 1706. In particolare, il lotto con Fe < 0,10% verrà definito come "Low-Fe" essendo stato preparato selezionando del rottame prodotto internamente; mentre il lotto avente una composizione compresa tra lo 0,10% e lo 0,19% verrà definito "High-Fe" essendo stato preparato partendo da pani di lega EN AB 42100.

La materia prima è stata prima fusa in un apposito forno fusorio a gas da 3.000 Kg di portata e successivamente, attraverso una siviera, trasportata in un forno d'attesa elettrico da 1.000 Kg di portata. Con la lega trasferita nei forni d'attesa e scorificata, è stato possibile colare gli 80 provini (40 per lotto "Low-Fe" e 40 per lotto "High-Fe") attraverso la conchiglia mostrata in [Figura 2.1].

[Figura 2.1]: (a) Due provini ad osso di cane utilizzati per le prove meccaniche. (b) Dettaglio della conchiglia utilizzata per l'ottenimento dei provini meccanici.

Qui ciascun lotto di 40 provini è stato nuovamente diviso in due sottogruppi definiti "Gas" ed "Elettrico". I provini appartenenti al sottogruppo "Gas" sono stati colati al termine della scorificazione della lega, mentre i provini del sottogruppo "Elettrico" sono stati colati dopo aver riposato diverse ore nel forno d'attesa. Per ciascun sottogruppo son state eseguite 10 colate in conchiglia, per un totale di 20 provini cadauno. Inoltre, per ciascun sottogruppo è stato anche colato un dischetto successivamente tornito ed analizzato [Figura 2.2] allo spettrometro SOLARIS CCD-NF al fine di ottenere la composizione chimica per ciascuna colata.

[Figura 2.2]: Due dischetti usati in fonderia per l'analisi chimica delle colate. A sinistra è possibile vedere un dischetto tornito e pronto ad essere osservato, mentre a destra è possibile osservare un dischetto analizzato due volte.

I campioni ottenuti sono stati separati dai rispettivi canali di alimentazione e sono stati trattati termicamente nei forni presenti in stabilimento. Ciascun lotto di 20 provini è stato diviso in due gruppi da 10 per poter essere trattato secondo i due tipi di tempra di solubilizzazione d'interesse: il T6 ed il T64. I parametri di trattamento sono riportati in [Tabella 2.1].

Trattamento Termico	Solubilizzazione	Tempra	Invecchiamento
Т6	6h @ 535°C	$\rm H_2O > 50^\circ C$	6h @ 165°C
T64	4h @ 510°C	$\mathrm{H_2O} \ @ \ T_{amb}$	2h @ 165°C

[Tabella 2.1]: Parametri utilizzati per i trattamenti di solubilizzazione dei campioni sotto esame.

Al fine di garantirne l'identificazione, ai provini è stato assegnato un nome formato da una lettera (B, D, E e G) ed un numero. I lotti in lega "Low-Fe" son stati chiamati con le lettere B e D, mentre i lotti "High-Fe" son stati identificati dalle lettere E e G. Contemporaneamente i lotti del sottogruppo "Gas" son stati identificati dalle lettere D e G e quelli del sottogruppo "Elettrico" son stati chiamati con le lettere B ed E. Per ogni lotto di 10 pezzi poi, è stato assegnato un numero da 1 a 10 se sottoposto al trattamento T6 o un numero da 11 a 20 se sottoposto al T64 [Tabella 2.2].

[Tabella 2.2]: Tabella riassuntiva che descrive i vari lotti di provini e i livelli loro assegnati.

Prova	Lotto	Lega	Forno	Т.Т.
1	B1-10	Low-Fe	Elettrico	T6
2	B11-20	Low-Fe	Elettrico	T64
3	D1-10	Low-Fe	Gas	T6
4	D11-20	Low-Fe	Gas	T64
5	E1-10	High-Fe	Elettrico	T6
6	E11-20	High-Fe	Elettrico	T64
7	G1-10	High-Fe	Gas	T6
8	G11-20	High-Fe	Gas	T64

I provini, quindi, son stati inviati ad un laboratorio specialistico per l'esecuzione delle prove di trazione necessarie ad ottenere le proprietà meccaniche d'interesse (Rm, Rp_{0,2} e A%). Terminata questa caratterizzazione metà delle estremità rimanenti è stata inviata al laboratorio del DISAT presso la sede di Alessandria del Politecnico di Torino per l'esecuzione delle analisi frattografiche al SEM al fine di evidenziare la natura della superficie di frattura e la presenza di eventuali inclusioni o microporosità. Inoltre, è stata eseguita presso i laboratori dell'ateneo un'analisi DSC su un campione di lega con lo scopo di evidenziare eventuali solubilizzazioni/precipitazioni di fasi, solidificazioni/fusioni, ecc.

L'altra metà degli spezzoni è rimasta in stabilimento per appurare la durezza dei seguenti campioni e valutarne la microstruttura. Per la durezza si è seguito la norma UNI EN ISO 6506-1: i campioni pertanto son stati fresati su entrambe le facce in modo da garantire una superficie piana parallela per l'esecuzione della prova. Successivamente, tre indentazioni adeguatamente distanziate, con le relative misure, son state eseguite su ciascun provino con il durometro Wolpert DIA Testor 3b (usando un indentatore sferico da 10 mm ed un carico di 1000 Kg) e attraverso il software collegato al durometro si è potuto calcolare la durezza della singola indentazione misurando due diametri ortogonali dell'impronta.

L'analisi metallografica invece è stata eseguita a partire dalla lucidatura dell'altra superficie fresata di ciascun campione. Una lucidatrice Presi Minitech 233 presente in azienda è stata adoperata per lucidare fino ad 1 µm di rugosità il campione. È seguito un attacco metallografico con una soluzione allo 0,1% di HF per circa 10 s. Le micrografie e la relativa misura dello SDAS son state eseguite tramite un microscopio Leica DM 6000 M (ed il rispettivo software LAS V 4.10.0). Quest'ultime son state fatte lungo tre diverse zone del provino lucidato, in modo da tenere in considerazione la differente granulometria causata dal diverso spessore dell'afferraggio [Figura 2.3].

[Figura 2.3]: Provino lucidato ed attaccato con HF allo 0,1%. Le tre zone dove sono state eseguite le micrografie per ciascun provino sono riportate in figura.

Parallelamente alla preparazione ed analisi dei provini ad osso di cane, sono stati colati dei componenti finiti la cui analisi era di interesse come confronto tra lo scostamento delle proprietà misurate su un provino colato direttamente rispetto ad uno ricavato direttamente dal pezzo.

2.2 Design del modello codificato dell'esperimento

Per il DOE di questa tesi, si è optato di ricorrere ad un design del tipo 2^3 FFE a due livelli. Perciò si può studiare la variazione della risposta d'interesse a partire da 3 fattori scelti dal gruppo di ricerca attraverso la preparazione di solamente 8 run (frutto delle possibili combinazioni degli stessi, come mostrato in [Tabella 2.2]). Il modello così creato verrà usato per valutare la massimizzazione della risposta e la minimizzazione della varianza per le principali proprietà meccaniche: Rm, Rp_{0,2} e A%.

I fattori scelti sono i seguenti:

- A. Tenore di Ferro della lega (High-Fe vs. Low-Fe)
- B. Forno di attesa prima della colata (Forno di fusione a Gas vs. Forno d'attesa Elettrico)
- C. Trattamento termico (T64 vs. T6)

Il tenore di ferro in lega è stato scelto come fattore poiché esso rappresenta l'impurezza principale dell'alluminio secondario, crea intermetallici infragilenti ed è difficilmente rimuovibile se non per diluizione [8]. Sapere che impatto può avere la qualità della lega sulle proprietà meccaniche finali dei getti è di particolare interesse per l'azienda, poiché l'impiego di leghe povere di ferro costituisce un costo in più da sostenere.

Il tipo di forno d'attesa è stato scelto come secondo fattore dal momento che sapere se è necessario lasciar riposare o meno una colata trasferita dal forno di fusione a quello di attesa incide notevolmente sulla produzione in stabilimento. Infatti, i forni a gas con bruciatori diretti sul bagno di alluminio tendono ad aumentare il tenore di gas disciolto, con conseguenti problemi nei getti colati.

Il terzo fattore scelto per questo tipo di design FFE è stato il trattamento termico da eseguire. L'azienda ha spesso fatto uso del trattamento T6 per rinforzare i getti prodotti; tuttavia, era interessata alla caratterizzazione del trattamento T64 descritto dalla UNI EN 1706 e pertanto si è deciso di confrontarlo con il meglio conosciuto T6. Come si vede in [Tabella 2.1] i parametri di trattamento del T64 sono più blandi rispetto al primo; l'intenzione è vedere come variano le proprietà meccaniche con questo nuovo trattamento più assimilabile ad un sotto-invecchiamento.

Ai fattori così illustrati è stata assegnata una lettera compresa tra A, B e C ed ai vari livelli è stato assegnato un valore pari a ± 1 come illustrato in [Tabella 2.3]:

Parametro	Livello (-1)	Livello (+1)
Tenore di Ferro (A)	High-Fe	Low-Fe
Forno di attesa (B)	Gas	Elettrico
Trattamento termico (C)	T64	T6

[Tabella 2.3]: Tabella di definizione dei livelli di ogni parametro. Essa è detta anche "Tabella di codifica".

Questo permette di scrivere la struttura dell'esperimento in maniera codificata a partire dalla [Tabella 2.2]. Il risultato è riportato in [Tabella 2.4]:

[Tabella 2.4]: Design codificato dell'esperimento. L'interazione di Terz'ordine A x B x C non verrà analizzata dal momento che questo tipo di interazioni son trascurabili nell'ambito dei processi industriali [19].

 Prova	Lotto	А	В	С	A x B	B x C	A x C
1	G11-20	-1	-1	-1	+1	+1	+1
2	G1-10	-1	-1	+1	+1	-1	-1
3	E11-20	-1	+1	-1	-1	-1	+1
4	E1-10	-1	+1	+1	-1	+1	-1
5	D11-20	+1	-1	-1	-1	+1	+1
6	D1-10	+1	-1	+1	-1	-1	-1
7	B11-20	+1	+1	-1	+1	-1	+1
8	B1-10	+1	+1	+1	+1	+1	-1

Ciascuna di queste prove, come già illustrato in [Tabella 2.2], identificherà un lotto di campioni che sarà il risultato di una diversa combinazione dei parametri in analisi.

3. Risultati

In questa parte della tesi, verranno illustrati i risultati ottenuti dall'analisi statistica dei campioni testati e le proprietà ottenute. In prima battuta verrà dettagliato quanto ottenuto dalle varie caratterizzazioni effettuate sui campioni e dai componenti sacrificali prodotti; di seguito verranno mostrati i risultati ottenuti attraverso il DOE per ciascuna delle principali proprietà meccaniche.

3.1. Risultati delle analisi chimiche

Le composizioni chimiche di ciascun lotto prima della colata dei provini sono riportati in [Tabella 3.1]. È possibile osservare immediatamente la differenza che intercorre in composizione tra i lotti B e D, prodotti a partire da rottame e sfrido interno, rispetto ai lotti E e G, prodotti a partire da comuni pani di EN AB 42100.

I lotti B e D presentano invece un alto tenore di Mg se comparati con i lotti G ed E, i quali hanno una concentrazione analoga dell'elemento. Questo potrebbe essere uno dei motivi per cui i provini dei lotti B e D hanno complessivamente avuto proprietà meccaniche migliori rispetto agli altri due lotti.

Il tenore di silicio invece ha una variazione che interessa l'intera forcella ammessa per la EN AB 42100: il lotto B si trova leggermente al di sotto dell'estremo inferiore della composizione consentita, mentre il lotto G si trova al limite superiore di 7,5%wt. Si può ipotizzare che una maggiore presenza di silicio in lega abbia reso difficoltosa la completa sferoidizzazione del medesimo nei lotti G ed E; questo, unito alla mancata modifica delle leghe, ha sicuramente penalizzato l'allungamento raggiungibile da questi lotti. Tuttavia, a dispetto di quanto ipotizzato e come si vedrà nel successivo capitolo, il lotto G curiosamente ha raggiunto allungamenti sorprendenti e superiori a quelli raggiunti dai lotti B e D.

[Tabella 3.1]: Risultati delle spettrometrie delle varie colate usate per preparare i campioni.

Lotto	Si	Mg	Fe	Mn	Cu	Ti	Sr	Zn	Cr	Ni	Sn	V	Al
В	6.599	0.300	0.074	0.004	0.007	0.015	0.011	0.001	0.000	< 0.001	< 0.001	0.004	Residuo
D	6.950	0.412	0.095	0.030	0.033	0.019	0.011	0.012	0.007	0.009	< 0.001	0.010	Residuo
Ε	7.222	0.266	0.117	0.006	0.011	0.020	0.001	0.005	0.002	0.006	< 0.001	0.009	Residuo
G	7.409	0.252	0.107	0.006	0.011	0.011	0.001	0.005	0.001	0.005	< 0.001	0.009	Residuo

3.2 Risultati dell'analisi DSC

L'analisi DSC sul campione di lega analizzato presso il DISAT di Alessandria ha dato come risultati i due grafici mostrati in [Figura 3.1] e [Figura 3.2]. Si nota subito come le due curve siano molto simili, con due picchi chiaramente visibili nell'intorno dei 600°C.

Il picco che è chiamato "1" è quello corrispondente alla formazione delle dendriti durante la solidificazione del getto e fa riferimento alla Reazione N# 1 riportata in [Tabella 3.2]. Il picco "2" invece corrisponde alla formazione dei primi cristalli di Silicio a seguito del raggiungimento dell'eutettico (Reazione N# 2 della [Tabella 3.2]).

Il picco "3" della curva di riscaldamento è difficile dire a quale delle reazioni della tabella menzionata possa corrispondere con esattezza (se 4 o 5). Le reazioni 3a e 3b non sono state prese in considerazione come candidate per i picchi "3" poiché è previsto non producano alcun segnale al DSC [15].

REAZIONE N#	FORMULA DELLA REAZIONE	T. DI REAZIONE (°C)
1	$Liq. \rightarrow dendriti Al$	611-615
2	$Liq. \rightarrow Si + Al$	577
3a	$Liq. \rightarrow Si + Al + Al_5 FeSi$	575
3b	$Liq. + Al_5FeSi \rightarrow Si + Al + Al_8FeMg_3Si_6$	567
4	$Liq. \rightarrow Si + Al + Mg_2Si$	555
5	$Liq. \rightarrow Si + Al + Mg_2Si + Al_8FeMg_3Si_6$	550-554

[Tabella 3.2]: Reazioni di solidificazione osservate per leghe AlSi7Mg [15]

La cosa più probabile è che il picco si sovrapponga al resto della curva, limitandone l'osservabilità nel grafico. In particolare, nella curva di raffreddamento è difficile stabilire se è presente o meno un picco; tuttavia, un esame più attento fa notare la presenza di un leggero flesso.

È possibile che tale flesso non sia altro che parte del picco non sovrapposta al resto della curva. La bassa visibilità di tale picco è dovuta al limitato tenore di Mg della lega EN AB 42100, che riduce la quantità di intermetallici che precipitano al raffreddamento: questo corrisponde con quanto ottenuto da Wang e Davidson [15],

[Figura 3.1]: Grafico di riscaldamento del campione di lega analizzato.

[Figura 3.2]: Grafico di raffreddamento (b) del campione di lega analizzato.

3.3 Test sui componenti sacrificali

A monte dello studio effettuato, con le colate G ed E sono stati colati dei componenti finiti con lo scopo di poter ricavare da essi dei provini per valutare le effettive proprietà meccaniche su dei pezzi veri e propri prodotti ad ora in fonderia. Le parti con tale geometria sono definite colloquialmente "zampe" all'interno della fonderia e anche all'interno di questo lavoro verrà usato questo termine per riferirsi ad esse.

Una volta colati e trattati attraverso un ciclo T6, i pezzi sono stati inviati ad un laboratorio per poterne ricavare due trazioni secondo due orientazioni differenti, come mostrato in [Figura 3.3]. Il pezzo identificato con 69839 è stato prodotto con la colata E, mentre il pezzo 69714 è stato colato a partire dalla colata G. I risultati delle prove di trazione sono riportati nella [Tabella 3.3].

[Figura 3.3]: Schemi di prelievo dei componenti: (a) 69839 (forno elettrico) e (b) 69714 (forno a gas)

[Tabella 3.3]: Risultati delle prove meccaniche ottenuti dai provini ricavati dai componenti colati (69839 per la colata E e 69714 per la colata G). I valori riportati in rosso risultano inferiori al target stabilito per il componente di 240 MPa, 190 MPa e 4,0% per Rm, Rp0,2 e A% rispettivamente.

Prova	Rm [MPa]	$Rp_{0,2}$ [MPa]	A% [-]
69839-1	263	244	4,0
69839-2	274	244	5,0
69714-1	234	212	1,5
69714-2	257	243	2,0

Appare chiaro che i testi eseguiti sulla colata E sono risultati conformi, con l'allungamento pari o leggermente superiore al valore minimo richiesto; contrariamente i provini ottenuti a partire dalla colata G hanno avuto allungamenti largamente inferiori al minimo richiesto del 4%.

Per completare l'analisi i campioni sono stati poi inviati presso la sede del Politecnico di Torino di Alessandria per l'analisi al SEM delle superfici di frattura.

I risultati hanno messo in evidenza un'estesa presenza di cavità dendritiche per i provini 69714, unita a fragilità dovuta a fasi intermetalliche [Figura 3.4]. Tuttavia, la frattura appare complessivamente duttile.

I provini 69839 hanno mostrato una quasi totale assenza di queste microcavità con frattura prevalentemente duttile [Figura 3.5].

[Figura 3.4]: Immagini SEM ottenute dalle superfici di frattura dei campioni 69714-2 (a, b) e 69714-1 (c).

[Figura 3.5]: Immagini SEM ottenute dalle superfici di frattura dei campioni 69839-1 (a, b e c).

3.4. Andamento delle proprietà meccaniche

Di seguito son riportati i valori medi ottenuti di Rm, $Rp_{0,2}$ e A% in seguito alle prove di trazione per ciascun lotto di provini nelle tabelle sottostanti.

Risulta immediato osservare in [Tabella 3.4] come i lotti che abbiano avuto performance inferiori per quanto riguarda il carico di rottura siano i lotti G ed E. In particolare, il lotto E1-10 è l'unico a presentare un carico di rottura medio inferiore a quello di target di 290 MPa per il T6, con 4 campioni ben al di sotto del valor minimo accettabile e gli altri 6 con valori che oscillano tra i 290 e i 295 MPa. Il lotto G11-20 si presta come un caso analogo al precedente, con 3 provini al di sotto del target desiderato e gli altri che oscillano tra i 250 e i 254 MPa.

Invece, i lotti G1-10 ed E11-20 presentano entrambi un singolo provino non conforme al carico di rottura richiesto. Va osservato che, mentre nel lotto E11-20 i carichi di rottura superano anche in alcuni casi di $10\div20$ MPa il valore di 250 MPa, il lotto G1-10 ha valori di Rm che non superano i 295 MPa tranne in un solo caso. Va aggiunto che l'unico provino non conforme del lotto E11-20, ovvero il provino E13, è risultato essere l'unico anche al di sotto del valore di target per anche l'Rp_{0,2} e l'A%

I lotti B e D, invece, performano considerevolmente meglio presentando un Rm sui singoli provini decisamente al di sopra del valore di target richiesto.

Prova	Lotto	Rm medio [MPa]
1	B1-10	$320 \pm 6,9$
2	D1-10	$315 \pm 7,9$
3	E1-10	$282 \pm 12,6$
4	G1-10	$292 \pm 4,1$
5	B11-20	$293\pm7,7$
6	D11-20	$312 \pm 23,8$
7	E11-20	$258 \pm 10,0$
8	G11-20	$250 \pm 2,9$

[Tabella 3.4]: Valori medi ottenuti del carico di rottura per ciascun lotto di provini. I valori riportati in rosso risultano inferiori al target stabilito dalla UNI EN 1706 di 250 MPa per il T64 e 290 MPa per il T6.

Per quanto riguarda il carico di snervamento dei provini, la [Tabella 3.5] mostra un andamento analogo a quello osservato precedentemente con i carichi di rottura. Infatti, i provini dei lotti G ed E sono quelli aventi valori più bassi di $Rp_{0,2}$. Tra tutti, il lotto G11-20 è quello avente un carico di snervamento medio inferiore ai 180 MPa richiesti; inoltre, per il medesimo lotto non risulta esservi nessun provino che raggiunga tale valore.

L'unico altro lotto avente un provino con $Rp_{0,2}$ inferiore a quanto richiesto è E11-20 con il provino E13. È probabile che un qualche tipo di difetto superficiale, difetto interno o inclusione fosse presente nella struttura del provino, e che abbia portato ad una prematura rottura del campione (che risulta localizzata verso uno degli afferraggi).

Nuovamente, i provini dei lotti B e D invece dimostrano un carico di snervamento al di sopra di quanto minimamente richiesto.

[Tabella 3.5]: Valori medi del carico di snervamento per ciascun lotto di provi	ini. I valori riportati in rosso
risultano inferiori al target stabilito dalla UNI EN 1706 di 180 MPa per il T64	e 210 MPa per il T6.

Prova	Lotto	Rp _{0,2} medio [MPa]
1	B1-10	$254 \pm 7,9$
2	D1-10	$263 \pm 6,5$
3	E1-10	$224 \pm 7,6$
4	G1-10	$221 \pm 7,0$
5	B11-20	$224 \pm 6,4$
6	D11-20	$245 \pm 6,5$
7	E11-20	$184 \pm 5,1$
8	G11-20	$167 \pm 5,0$

In merito all'allungamento a rottura dei provini, i risultati medi ottenuti di ciascun lotto son riportati in [Tabella 3.6]. Risulta evidente che i lotti aventi un A% medio inferiore al target richiesto sono B11-20 e D11-20. Per quanto riguarda il primo solo un provino supera di poco il valore di target con 8,5%, mentre 6 raggiungono appena il limite inferiore concesso dell'8,0%. Nel lotto D11-20 invece 5 campioni risultano avere un allungamento insufficiente a quanto richiesto (con valori che sono compresi tra il 7,5% ed il 2,5%) mentre 4 risultano conformi alle richieste con un picco massimo del 10,5%.

I lotti aventi su tutti i provini valori conformi di A% sono B1-10, G1-10 e G11-20; gli ultimi due in particolare hanno valori di allungamento decisamente superiori a quanto ci si aspetterebbe (specie dal trattamento termico T6) con valori compresi tra $9,5 \div 15,0$ % e $11,0 \div 16,5$ %, rispettivamente. Il lotto D1-10 rientrerebbe in questa categoria, se non fosse che il provino D1 è giunto a frattura con un allungamento solo del 3%, valore che si discosta significativamente dai valori raggiunti dagli altri provini del medesimo lotto.

Gli altri lotti, E1-10 ed E11-20, presentano ciascuno 3 provini aventi un allungamento a rottura pari al target minimo richiesto, mentre gli altri provini risultano conformi a quanto richiesto (con massimi di 10,5% e 12,0% rispettivamente). Va ricordato che il provino E13 è risultato mancante in tutte e tre le caratteristiche meccaniche, raggiungendo un allungamento di 4,0%.

Prova	Lotto	A% medio [-]
1	B1-10	$6,9\% \pm 1,1$
2	D1-10	$6,2\% \pm 1,7$
3	E1-10	$6,3\% \pm 2,2$
4	G1-10	$12,1\% \pm 2,4$
5	B11-20	$7,2\% \pm 1,4$
6	D11-20	$7,2\% \pm 2,4$
7	E11-20	$8,5\% \pm 2,0$
8	G11-20	$13,6\% \pm 2,1$

[Tabella 3.6]: Valori medi dell'allungamento per ciascun lotto di provini. I valori riportati in rosso risultano inferiori al target stabilito dalla UNI EN 1706 di 8 % per il T64 e 4 % per il T6.

Da quanto ottenuto finora si può iniziare a supporre che il trattamento T6 solubilizzi in modo più efficacie del T64 il Mg in lega dal momento che, indipendentemente dalla lega, per tutti i lotti 1-10 sia i singoli provini abbiano ampiamente superato il target richiesto di 210 MPa. Difatti la quantità di Mg solubilizzato nell' α -Al al momento dell'invecchiamento è strettamente legato alla durezza e carico di snervamento raggiungibile [15] [16] [18].

Inoltre, è osservabile che, pur non raggiungendo valori singoli di allungamento o rottura come per alcuni provini degli altri lotti, i campioni dei gruppi B1-10 e D1-10 hanno raggiunto proprietà meccaniche complessivamente più consistenti e omogenee tra tutti i provini. Curiosamente, anche il lotto G1-10 ha delle proprietà meccaniche soddisfacenti, riuscendo ad ottenere un allungamento medio del 12,1% ed allo stesso tempo avendo un solo provino con Rm di poco inferiore al target (questo è possibile sia dovuto ad una discontinuità presente nella zona di frattura del campione e dovrà essere avvalorato da una frattografia eseguita al SEM).

3.5. Andamento della Durezza

I dati dalle prove di durezza Brinell son riportati nella [Tabella 3.7]. Ad una prima occhiata si osserva subito come i lotti trattati attraverso il T6 riportino valori di durezza nettamente superiori rispetto a quello trattati attraverso il T64. La spiegazione di questo fenomeno è probabilmente da ricercarsi nei tempi e nelle temperature di trattamento termico; in particolare è nella solubilizzazione del Mg in lega.

Essendo i valori di tale elemento comparabili tra i vari lotti ed al di sotto del valore critico dello $\sim 0.5\%$ wt, si può ipotizzare la mancata solubilizzazione del medesimo nella microstruttura a causa del tempo troppo breve e della temperatura inferiore, specie se comparata con i valori discussi in letteratura. Come detto in precedenza, la durezza è strettamente legata alla quantità di Mg solubilizzato in α -Al e al tempo e temperatura di invecchiamento.

Prova	Lotto	Durezza media [HBW]
1	B1-10	$106,8 \pm 5,6$
2	D1-10	$102, 1 \pm 1, 4$
3	E1-10	$92,8 \pm 1,9$
4	G1-10	$92,5 \pm 4,3$
5	B11-20	$94,4 \pm 1,8$
6	D11-20	$99,5 \pm 1,7$
7	E11-20	$81,0\pm2,0$
8	G11-20	$76,4 \pm 1,7$

[Tabella 3.7]: Valori ottenuti di durezza media HBW 10/1000 per ciascun lotto. I valori riportati in rosso risultano inferiori al target stabilito dalla UNI EN 1706 di 80 HBW per il T64 e 90 HBW per il T6.

Inoltre, nonostante considerando i valori medi di durezza soltanto il lotto G11-20 risulta sotto il valore di target per il trattamento T64, i lotti E11-20 e G11-20 di per sé presentano almeno la metà dei campioni al di sotto del target di durezza. Per quanto riguarda invece i lotti dei provini B e D, tutti i provini ed i valori medi si trovano all'incirca di 10 HB al di sopra del valor minimo espresso dalla UNI EN 1706.

Si può supporre perciò dai risultati ottenuti che attraverso il trattamento termico T64, eseguito con i parametri illustrati, non si vada a solubilizzare in modo adeguato il Mg intrappolato negli intermetallici π . Tuttavia, è necessaria un'analisi micrografica per poter avvalorare completamente questa ipotesi.

3.6. Andamento dello SDAS e delle micrografie.

Lo SDAS rilevato nei campioni analizzati è risultato consistente attraverso tutti i lotti colati, come mostra la [Tabella 3.8]. Nonostante da letteratura risulti che una lega contenente Fe nella propria microstruttura tenda ad avere uno SDAS più fine rispetto le leghe prive dell'impurezza [8], questo non è stato osservato nel seguente lavoro. Anzi, com'è possibile osservare dai risultati, i lotti fatti in lega con un tenore di ferro < 0,10% risultano avere uno SDAS leggermente inferiore.

[Figura 3.6]: Dettaglio di una delle misure dello SDAS eseguite. In particolare, trattasi della micrografia del provino E18 nella zona 2 come illustrata in [Figura 2.3]

[Tabella 3.8]: Valori di SDAS ottenuti dall'analisi metallografica dei provini. Per ogni provino sono	state
misurate 9 dendriti (tre per ciascuna zona della [Figura 2.3]).	

Prova	Lotto	SDAS medio [µm]
1	B1-10	$24,6 \pm 3,6$
2	D1-10	$23,6 \pm 4,4$
3	E1-10	$25,1 \pm 4,1$
4	G1-10	$25,1 \pm 4,5$
5	B11-20	$23,7\pm3,3$
6	D11-20	$23,4 \pm 4,3$
7	E11-20	$25,4 \pm 4,0$
8	G11-20	$25,0 \pm 4,2$

Lo SDAS è un fattore importante nella solubilizzazione ottimale dei getti di alluminio, poiché i tempi per garantire la completa omogeneizzazione del Mg in lega aumentano all'aumentare della seguente grandezza e viceversa [17]. Tuttavia, esso è risultato consistente tra tutte e otto le prove. si può dire che esso non abbia avuto alcun effetto significativo nella differenza di proprietà meccaniche tra un lotto e l'altro.

Durante l'esecuzione delle analisi micrografiche non sono state riscontrate segregazioni significative di intermetallici in nessuno dei provini di ciascun lotto. Nonostante le colate dei lotti E e G siano state considerate ad "alto tenore di Fe", nessuna di esse supera lo 0,12%wt. Tuttavia, tracce di intermetallici π sono state riscontrate in diversi provini, sia dei lotti T6 che dei lotti T64 [Figura 3.7]. Questo suggerisce che la temperatura ed il tempo di trattamento dei lotti potrebbe essere ulteriormente ottimizzato (in letteratura son consigliate infatti temperature nell'ordine dei 540°C).

[Figura 3.7]: Dettaglio di un intermetallico π riscontrato durante l'analisi del provino E1.

La sferoidizzazione del silicio ha avuto entità significativamente differente per i lotti trattati secondo i due trattamenti termici differenti. Come menzionato nel Capitolo 2.4.2, la solubilizzazione è la fase del trattamento termico dove avviene la sferoidizzazione del silicio. In questa fase in particolare la temperatura ed il tempo giocano un ruolo fondamentale, con l'entità del fenomeno che aumenta sensibilmente per piccoli incrementi di temperatura a partire dai 530°C.

Inoltre, va ricordato che lo Sr può giocare un ruolo fondamentale in questo processo ed i lotti B e D, essendo stati preparati a partire da rottame interno in azienda per garantire basso il tenore di Fe in lega risultano modificati. Questo ha sensibilmente ridotto i tempi necessari alla sferoidizzazione, ed ha permesso anche ad i lotti B e D trattati a 510°C di andare incontro ad una quasi totale solubilizzazione. Un confronto tra i vari lotti è illustrato nelle immagini sottostanti [Figura 3.8].

È chiaramente osservabile come i lotti che abbiano subito un trattamento T6 siano andati incontro ad una sferoidizzazione più spinta. Inoltre, si può notare come una modifica a base di Sr dia una spinta significativa al completamento del processo. Difatti il silicio dei lotti G ed E è definibile frammentato ma non sferoidizzato [Figura 3.9].

Tuttavia, questo non spiega gli elevati allungamenti dimostrati dai lotti G, che risultano più elevati di quelli raggiunti dai lotti modificati B e D. Ci si sarebbe aspettati delle inferiori proprietà da parte dei provini fusi direttamente a partire dal forno a gas (dovuto al maggiore quantitativo di gas disciolti nella lega fusa).

[Figura 3.8]: Alcune delle micrografie ottenute su un provino di ciascun lotto. Tutte le immagini sono state ottenute a 200x di ingrandimento.

Durante l'osservazione dei provini son stati riscontrati, in alcuni dei provini dei lotti B e D, delle inclusioni sparse particolarmente grandi e che sembrano completamente estranee al getto. Un esempio di queste inclusioni è mostrato in [Figura 3.10]. Nulla di simile è stato riscontrato per i provini dei lotti G ed E.

Esaminando attentamente i frammenti incastrati nella microstruttura dei provini e risalendo al rottame di partenza, si è dedotto che queste non sono altro che microscopici frammenti erosi di particolari filtri ceramici usati per la produzione di alcuni componenti in azienda. Micrografie interne hanno confermato che getti prodotti a partire dal riciclo degli sfridi di produzione dei suddetti componenti presentano inclusioni analoghe. L'ipotesi è avvalorata dal fatto che le inclusioni paiono frantumate e con una debole interfaccia con la matrice di alluminio.

[Figura 3.9]: Confronto tra la sferoidizzazione del silicio ottenuta in un provino del lotto E ed una del lotto B. Entrambe le micrografie sono state ottenute a 500x.

[Figura 3.10]: Dettaglio di una micrografia che ritrae una inclusione di circa 400 µm osservata nel provino B18.

3.7. Risultati delle frattografie

L'osservazione delle superfici di frattura eseguita presso la sede del Politecnico di Torino di Alessandria ha dato risultati interessanti. Son stati innanzi tutto riscontrati in ogni lotto di provini porosità [Figura 3.11] e zone caratterizzate da microritiri estesi e diffusi che potrebbero aver favorito la frattura prematura di alcuni campioni [Figura 3.12]. La presenza di questo tipo di difettosità è possibile sia dovuta in primis alla composizione della lega: avendo un tenore di silicio intermedio cade nella zona medio-alta della [Figura 2.6a], dove sono possibili anche frazioni del 2% in volume di microritiri. È altamente possibile che queste difettosità non siano altro che i colpi di spillo descritti da Panseri, ovvero microritiri interdendritici causati dall'azione combinata del ritiro volumetrico della lega al raffreddamento con i gas disciolti in lega che abbandonano la soluzione durante la progressiva solidificazione del getto [1] [5].

[Figura 3.11]: Esempio di porosità riscontrata nel provino D14.

Per i provini dei lotti B e D è stata confermata la presenza di fasi estranee causate dalla presenza di impurezze nel bagno di natura non metallica [Figura 3.13]. La presenza di queste difettosità ha sicuramente ridotto l'effetto migliorativo che il trattamento termico e la modifica della lega apportano di per sé alle proprietà meccaniche del getto; in particolare l'allungamento è stato fortemente penalizzato. Nonostante ciò, i provini dei lotti B1-10 e D1-10 superano complessivamente i valori di target, mentre i lotti B11-20 e D11-20 presentano valori di A% di diversi provini pari od inferiori al target.

Si può sostenere che, con una migliore pulizia del bagno di fusione, proprietà meccaniche migliori di quelle ottenute sarebbero raggiungibili. Per entrambi questi lotti la frattura è risultata di tipo misto, con zone chiaramente di tipo duttile ed altre dove è osservabile il fenomeno di clivaggio. Questo è da ricondursi principalmente alla precipitazione delle fasi β_{Mg2Si} " nel reticolo cristallino in seguito all'invecchiamento che portano complessivamente ad un irrigidimento della struttura; questo fa suppore che vi sia stata una precipitazione più efficacie degli intermetallici rinforzanti nei provini interessati tale che abbia portato i campioni in una situazione di frattura mista.

[Figura 3.12]: Dettagli di alcuni campioni analizzati al SEM che riportano delle zone di ritiro dendritico esposte sulle superfici di frattura.

I provini dei lotti G ed E son risultati scevri dalle inclusioni osservate nei lotti B e D, a conferma di quanto già suggerito dalle micrografie eseguite. In entrambi i lotti le superfici di frattura sono risultate complessivamente duttili.

Questa differenza rispetto agli altri lotti probabilmente è da attribuirsi ad una migliore solubilizzazione del Mg durante il trattamento, la successiva precipitazione della fase β_{Mg2Si} " infatti irrigidisce il reticolo cristallino deformandolo. Impurezze di natura carboniosa sono state individuate sulla superficie di alcuni campioni, ma son da ricondurre ad una difficoltosa pulizia superficiale anziché una qualche fase estranea introdottasi nel bagno di fusione. Questi provini raggiungono più difficilmente le proprietà meccaniche richieste complessivamente, probabilmente anche per la mancata modifica della lega di partenza e sferoidizzazione del silicio attraverso l'azione dello Sr.

[Figura 3.13]: Immagini catturate con il SEM (B1 e D1) e lo stereomicroscopio (D14) che ritraggono inclusioni riscontrate nelle fratture di alcuni provini dei lotti B e D.

3.8. Design of Experiments

Il modello 2³ FFE utilizzato nell'analisi del seguente documento è stato costruito e calcolato utilizzando il software Minitab ®, in particolare per quanto riguarda l'ottenimento dei grafici di effetto e interazione. Per ciascun'analisi sono stati ottenuti dapprima i grafici di Pareto e NPP (con un'accuratezza del 95%); successivamente, se son stati riscontrati effetti statisticamente significativi, sono stati calcolati i grafici d'effetti e d'interazione per ciascun esperimento. Di seguito sono riportati i risultati ottenuti per la risposta e la varianza di ciascuna proprietà meccanica.

3.8.1. Analisi della risposta e della varianza del carico di rottura Rm

L'applicazione del design FFE per il carico di rottura dei provini ha portato ai dati illustrati di seguito. Son risultati significativi tre effetti tra quelli analizzati: giocano infatti un ruolo importante nella massimizzazione del carico di rottura principalmente il Tenore di Fe (A), il Trattamento termico (C) e l'interazione AC come visibile in [Figura 3.14]. Ciò sembra dimostrare che il fattore B (Forno di Attesa) non gioca un ruolo significativo nel carico di rotture finale dei getti, mentre gli altri due effetti e la loro interazione (anche se in misura decisamente inferiore) sono i principali responsabili dell'ottimizzazione di Rm.

[Figura 3.14]: (a) Diagramma di Pareto e (b) NPP ottenuti dall'analisi dei dati raccolti riguardo al carico di rottura Rm.

Questo suggerisce come la pulizia della lega iniziale giochi un ruolo fondamentale nella qualità del getto finale: riducendo il contenuto di ferro, infatti, si va a minimizzare la precipitazione degli infragilenti intermetallici β_{Al+Fe} i cui apici spesso fungono da zone di concentrazione degli sforzi e quindi da zone di innesco di una frattura [8]. Va ricordato che comunque le leghe a basso tenore di ferro in questo caso risultassero anche modificate; pertanto, pur non influenzando direttamente il carico di rottura, va tenuta in considerazione la possibilità che una spinta sferoidizzazione del silicio causata dalla modifica abbia contribuito in parte arrotondando gli spigoli del network siliceo e frammentandolo.

[Figura 3.15]: Grafici degli effetti principali ottenuti attraverso Minitab® dall'esperimento.

Il trattamento termico anche gioca un ruolo di primaria importanza nella massimizzazione del carico di rottura Rm. Il trattamento T6 in questo caso permette di raggiungere un carico medio di circa 302 MPa a fronte dei circa 277 MPa ottenuti con il T64. Le più alte temperature e tempi di trattamento hanno permesso sicuramente una miglior solubilizzazione del Mg in lega e, tornando a quanto menzionato nel precedente paragrafo, una miglior sferoidizzazione complessivamente rispetto al T64. Ricordiamo che numerosi provini del Lotto E1-10 sono risultati non conformi o pari al valore minimo di target Rm; tuttavia, non essendo state trovate delle inclusioni considerevoli nel tratto utile di tali provini, si presume che tali cedimenti prematuri siano da attribuire alla presenza di numerosi microvuoti (come evidenziato al SEM).

[Figura 3.16]: Grafici di interazione ottenuti su Minitab® per le interazioni AB, AC e BC.

Inoltre, sembra che vi sia un'interazione tra il tenore di Fe in lega ed il trattamento termico eseguito. Essa non è significativa al pari dei due effetti poc'anzi accennati, ma conferma quanto ottenuto finora dall'analisi dell'esperimento. Il risultato è che si ha una massimizzazione del carico di rottura Rm per una combinazione di fattori pari a (+1; +1; +1). Questo è immediatamente osservabile in [Figura 3.17].

[Figura 3.17]: Diagramma a cubo per la risposta Rm. È chiaramente osservabile come il massimo valor medio ottenuto dall'esperimento sia 320 MPa nel vertice in alto a destra del grafico (corrispondente alle coordinate A = +1, B = +1, C = +1).

Per quanto riguarda l'analisi della varianza invece, i risultati ottenuti (visibili in [Figura 3.18]) non mostrano nessun effetto sufficientemente significativo da giustificare un'influenza sulla variabilità dei risultati.

[Figura 3.18]: Diagramma di Pareto ottenuto dall'analisi dei dati raccolti riguardo alla deviazione standard del carico di rottura SD_Rm.

3.8.2. Analisi della risposta e della varianza del carico di snervamento Rp0,2

L'analisi dei carichi di snervamento ottenuti attraverso le prove meccaniche ha portato a risultati interessanti e simili a quanto ottenuto per il carico di rottura Rm. Anche qui gli effetti A, C e AC giocano un ruolo nella massimizzazione del carico di snervamento; tuttavia, risulta anche che l'interazione AB (Tenore di Fe x Forno di attesa) abbia un ruolo rilevante nell'influenzare l'Rp_{0,2}, com'è visibile in [Figura 3.19].

[Figura 3.19]: (a) Diagramma di Pareto e (b) NPP ottenuti dall'analisi dei dati raccolti riguardo al carico di rottura Rp_{0,2}.

Per quanto riguarda gli effetti principali, come si evince dalla [Figura 3.20] si ha un massimo della risposta per valori dei parametri A e C pari a +1. Questo è un risultato analogo a quanto ottenuto per il carico di rottura Rm; tuttavia, va fatto notare che in questo caso (nonostante non sia statisticamente significativo il suo effetto) risulta che si abbia un $Rp_{0,2}$ maggiore per provini ottenuti attraverso la colata nel forno a gas anziché elettrico. Questo differisce con quanto ottenuto precedentemente con Rm.

Anche qui, come nel capitolo precedente, si possono attribuire questi risultati alla più alta temperatura del trattamento termico (che ha permesso una solubilizzazione del magnesio in lega più

efficace rispetto al T64). Inoltre, una lega avente meno ferro ha sicuramente limitato la nucleazione della fase β_{Al+Fe} .

[Figura 3.20]: Grafici degli effetti principali sulla risposta Rp_{0,2} ottenuti attraverso Minitab®.

Per quanto riguarda le interazioni coinvolte nel seguente esperimento, anche qui l'interazione AC svolge un ruolo significativo nell'andamento del carico di snervamento ed essa ha un effetto massimo pari a quasi 260 MPa per valori di A = +1 e C = +1. Invece l'interazione AB ha il proprio massimo per fattori uguali ad A = +1 e B = -1 pari a circa 250 MPa. È curioso osservare come il forno a gas possa avere una qualche influenza positiva sulle proprietà meccaniche, nonostante nulla in letteratura suggerisca una tale situazione. Per quanto riguarda l'interazione BC invece, anche qui essa non risulta significativamente coinvolta nella massimizzazione del carico Rp_{0,2}.

[Figura 3.21]: Grafici di interazione per Rp_{0,2} ottenuti su Minitab® per le interazioni AB, AC e BC.

Complessivamente, il carico di snervamento è positivamente influenzato dalla qualità della lega e dal trattamento termico subito dal getto analizzato. Va fatto notare che tuttavia le leghe a minor contenuto di ferro fossero anche quelle aventi un maggior contenuto di Mg in lega. Pertanto, è lecito assumere che, a parità di trattamento termico, le leghe G ed E siano state meno performanti poiché anche solubilizzando completamente l'alligante in matrice ve ne sarebbe stato di meno che successivamente sarebbe potuto precipitare in invecchiamento come fase β_{Mg2Si} " (limitando così il rafforzamento massimo ottenibile dal provino).

Dalla [Figura 3.22] risulta perciò che teoricamente il massimo carico di snervamento ottenibile si raggiugerebbe con valori dei parametri pari a (+1; -1; +1).

[Figura 3.22]: Diagramma a cubo per la risposta $Rp_{0,2}$. È osservabile come il massimo valor medio ottenuto dall'esperimento sia circa 263 MPa nel vertice in basso a destra del grafico (corrispondente alle coordinate A =+1, B = -1, C = +1).

Analogamente con quanto ottenuto per il carico di rottura Rm, anche per il carico di snervamento nessun effetto risulta sufficientemente significativo dal punto di vista statistico nell'influenzare la variabilità dei valori ottenuti di Rp_{0,2}. I risultati sono riportati in [Figura 3.23].

[Figura 3.23]: Diagramma di Pareto ottenuto dall'analisi dei dati raccolti riguardo alla deviazione standard del carico di rottura SD_Rp_{0,2}.

3.8.3. Analisi della risposta e della varianza dell'allungamento A%

Per quanto riguarda l'allungamento a rottura dei provini, i risultati ottenuti dal Modello FFE riportano la presenza di ben quattro effetti statisticamente significativi nella massimizzazione di A%. Come osservabile dalla [Figura 3.24] trattasi degli effetti principali A, B e C (rispettivamente il tenore di Fe in lega, il forno di attesa ed il trattamento termico eseguito) insieme all'interazione A x B.

[Figura 3.24]: (a) Diagramma di Pareto e (b) NPP ottenuti dall'analisi dei dati raccolti riguardo al carico di rottura A%.

I risultati, riferendosi al grafico degli effetti principali in [Figura 3.25] mostra come per tutti gli effetti in gioco si abbia un massimo nell'allungamento corrispondente ad un valore dei parametri pari a -1 (A = Fe > 0,10%, B = Forno a Gas, C = T64). Il fatto che il Trattamento termico T64 sia più efficace del trattamento T6 nel migliorare l'allungamento a rottura dei getti è un risultato del tutto previsto: difatti, trattandosi di un sotto-invecchiamento, esso punta a limitare la precipitazione della fase β_{Mg2Si} " in matrice, irrigidendo di meno la microstruttura e favorendo un maggiore allungamento a discapito dei carichi caratteristici. Tuttavia, la cosa sorprendente dei risultati ottenuti è che di tutti gli effetti principali coinvolti, C risulta essere quello meno significativo. Gli effetti A e B, infatti, presentano grafici analoghi tra loro dove si ha per entrambi un massimo di allungamento pari a circa il 10% per i livelli -1. Questo è un risultato del tutto inaspettato da parte dell'esperimento. Ci si sarebbe aspettato infatti che le leghe ad alto tenore di ferro presentassero un allungamento più limitato causato dalla presenza di β_{Al+Fe} nella microstruttura e che la colata diretta dal forno a gas portasse ad un effetto deleterio del getto causata dall'eventuale presenza di gas in soluzione solida durante la solidificazione ed eventuali ossidi o inclusioni.

[Figura 3.25]: Grafici degli effetti principali sulla risposta A% ottenuti attraverso Minitab®.

Anche i risultati delle interazioni tra effetti mostrano risultati analoghi ai precedenti. Limitandosi all'unica interazione statisticamente significativa, ovvero quella il Tenore di Fe in lega e il Forno di attesa prima della colata. Mentre il forno elettrico non sembra influire sulla qualità dell'allungamento per i lotti B e D, appare evidente come invece per le leghe con Fe >0.10% il forno a gas porti ad un allungamento decisamente superiore. Come accennato nel precedente paragrafo, questo è un risultato completamente inaspettato e che desta particolare stupore dal momento che il gas presente il lega a causa del mancato degasaggio unito alla assenza di stronzio dovrebbe avere effetti deleteri sull'allungamento. Va inoltre ricordato che e leghe a basso Fe in lega (B e D) risultano anche modificate, cosa che incide positivamente sull'allungamento a rottura dei getti. Quanto appena descritto è osservabile in [Figura 3.26].

[Figura 3.26]: Grafici di interazione per A% ottenuti su Minitab® per le interazioni AB, AC e BC.

Complessivamente si possono schematizzare i risultati ottenuti dall'analisi della risposta A% in un grafico a cubo, riportato un [Figura 3.27]. Risulta massimo l'allungamento per valori dei parametri pari a (-1; -1; -1) con un A% medio di 13,6%. Di contro, il minimo dell'allungamento medio ottenuto risulta essere 6,2% con parametri pari a (+1; -1; +1).

Per quanto riguarda invece l'analisi della varianza di A%, analogamente con quanto ottenuto per i carichi caratteristici, nessun effetto risulta sufficientemente significativo da influenzare la variabilità degli allungamenti ottenuti dai provini. Il Diagramma di Pareto è ripotato in [Figura 3.28].

[Figura 3.27]: Diagramma a cubo per la risposta A%. È osservabile come il massimo valor medio ottenuto dall'esperimento sia circa 13,6% nel vertice in basso a sinistra del grafico (corrispondente alle coordinate A = -1, B = -1, C = -1).

[Figura 3.28]: Diagramma di Pareto ottenuto dall'analisi dei dati raccolti riguardo alla deviazione standard del carico di rottura SD_A%.

3.8.4. Ottenimento del modello regressivo per le proprietà meccaniche

I dati raccolti dai tre design fattoriali hanno permesso di calcolare dei modelli matematici regressivi atti a prevedere le proprietà meccaniche di un getto a partire dai parametri iniziali di processo. Un modello matematico differente è stato calcolato per ciascuna delle proprietà meccaniche sopra analizzate attraverso il software Minitab®. Nei modelli è stato solo considerato l'effetto dei parametri che i diagrammi di Pareto hanno evidenziato come statisticamente significativi al 95%. Di seguito sono riportare le relative equazioni per ciascuna grandezza esaminata:

$$\hat{R}_m = 290,27 + 19,58(A) + 12,00(C) - 4,52(AC)$$
(3.1)

$$\hat{R}_{p0,2} = 222,64 + 23,64(A) + 17,66(C) - 6,31(AB) - 5,73(AC)$$
(3.2)

$$\hat{A}\% = 8,48 - 1,63(A) - 1,28(B) - 0,62(C) + 1,46(AB)$$
(3.3)

Inoltre, attraverso i dati forniti in ingresso, Minitab® ha restituito per quali combinazioni di parametri i provini dovrebbero restituire la risposta massima in tutte le proprietà meccaniche. I risultati ottenuti dal software son riportati in [Tabella 3.9]. Secondo il modello ottenuto, il miglior compromesso tra tutti i parametri di processo risulta essere quello delle condizioni a cui son stati ricavati il lotto di provini D1-10.

[Tabella 3.9]: Combinazione ottimale dei fattori finalizzata alla massimizzazione delle tre risposte analizzate attraverso il DOE.

Soluzione	А	В	С	Rm [MPa]	Rp _{0,2} [MPa]	A% [-]
1	<0,10%	Gas	T6	320	266	6,5

4. Conclusioni

L'ottimizzazione di un trattamento termico è un processo alquanto complesso e non lineare come si potrebbe pensare. L'analisi eseguita in questo documento si è avvalsa di un efficace strumento di valutazione come il DOE che ha permesso di limitare considerevolmente la mole di lavoro necessaria a questo studio.

È emerso che il T6 rimane un trattamento più efficacie complessivamente rispetto al T64 proposto come alternativa e può essere detto che, mantenendo e controllando in modo più efficacie la pulizia del bagno di lega per le leghe a basso tenore di ferro al fine di limitare le inclusioni presenti, si sarebbero potuti ottenere valori di A% sicuramente più performanti per i provini trattati con il T6. La miglior solubilizzazione e precipitazione degli intermetallici garantita dalle più alte temperature di trattamento del T6, infatti, ha un effetto di vitale importanza per le proprietà meccaniche dei provini, garantendo loro di superare complessivamente i valori minimi richiesti nonostante presenti difettosità microstrutturali quali inclusioni, porosità e microritiri.

Un risultato curioso è stato dato dall'allungamento ottenuto dai provini dei lotti G1-10 e G11-20, che in molti casi ha superato persino il 12,0%; tuttavia, uno dei lotti ha presentato un Rp inferiore al target per tutti e 10 i campioni (G11-20), mentre il secondo ha presentato uno snervamento superiore (anche se non di molto) al valore di 210 MPa. Ci si sarebbe aspettato che questi provini fossero caratterizzati da un allungamento inferiore ai provini del lotto E a causa dei gas presenti in soluzione. Un fenomeno di questo tipo è emerso dal confronto dei provini 69839 e 69714.

Le analisi al SEM hanno evidenziato come sia un fenomeno comune alla lega la formazione di microritiri originati dall'azione sinergica del ritiro dendritico fisiologico che avviene in solidificazione e la desolubilzzazione dei gas che ha inizio nelle ultime fasi del raffreddamento. Inoltre, per i provini preparati a partire a rottame povero di ferro, si è osservata la presenza di frammenti ceramici nella microstruttura; l'origine dei suddetti frammenti ha a che fare con l'erosione e frammentazione di particolari filtri ceramici usati nella colata di particolari prodotti nella medesima lega. Come già sottolineato, un migliore controllo del rottame riciclato unito alla miglior pulizia del bagno in siviera garantirebbe una presenza minima di tali inclusioni, giovando sicuramente alle proprietà meccaniche dei pezzi e provini prodotti.

Il DOE condotto per questo esperimento ha evidenziato come non soltanto i singoli effetti analizzati abbiano un effetto più o meno significativo per le varie risposte d'interesse, ma ha permesso di osservare come siano presenti interazioni non trascurabili tra alcuni fattori in gioco tra quelli esaminati. Secondo quanto ottenuto attraverso il Design of Experiments, i parametri ottimali per massimizzare le proprietà meccaniche sono:

- Lega "Low-Fe"
- Forno di attesa Gas
- Trattamento termico T6

Che garantirebbero proprietà meccaniche medie quali:

- Rm = 320 MPa
- $Rp_{0,2} = 266 MPa$
- A% = 6,5%

Tuttavia, come l'analisi dei provini 69714 e 69839 ha messo in evidenza, colare un getto a partire dal forno a gas ha effetti deleteri sul componente finale. L'analisi SEM ha messo in luce, infatti, come l'impiego di tali forni senza adeguato degasaggio provochi la presenza significativa di microcavità dendritiche all'interno della microstruttura. Inoltre, è stato osservato come anche un semplice "riposo" della lega in un forno elettrico sembri giovare alla qualità della struttura del pezzo (difatti i provini 69839 non hanno quasi presentato cavità nella zona di frattura come nel caso dei provini 69714).

Niente di così drastico è stato individuato nei provini colati nelle apposite conchiglie, ed è possibile che la ridotta sezione della zona di frattura abbia giocato un ruolo velocizzando considerevolmente il raffreddamento in tale tratto dei provini (garantendo una fine microstruttura e limitando la desolubilzzazione dei gas). Va detto, tuttavia, che microcavità e colpi di spillo sono state osservate in tutti i lotti di provini ad osso di cane colati.

Si consigliano ulteriori studi atti a valutare se ulteriori fattori e interazioni possono influenzare positivamente le proprietà meccaniche dei getti colati in EN AC 42100, ad esempio valutando come il tenore di %Mg e %Sr influiscano sulle medesime o utilizzando un modello di Screening di Plackett-Burman (alternativa al modello FFE di DOE impiegato in questo lavoro). Va inoltre ulteriormente studiato l'effettivo impatto dato dall'utilizzo di un forno a gas come forno di attesa per la lega colata.

A livello ottimale si consiglia prima l'esecuzione di un DOE basato su un modello di Screening P-B con N=8 (sette fattori analizzati attraverso 8 prove) atto ad evidenziare le variabili di processo che hanno l'effetto maggiore nel miglioramento delle proprietà meccaniche. Successivamente si esegue un FFE sui fattori che il precedente esperimento ha evidenziato come statisticamente significativi.

Riferimenti

- [1] C. Panseri, Manuale di fonderia di alluminio, Hoepli, 1966.
- [2] W. D. J. Callister, Fundamentals of Materials Science and Engineering, Fifth Edition, New York: John Wiley and Sons, Inc., 2015.
- [3] S. Lombardo, E. Fracchia, F. S. Gobber e M. Rosso, «Gestione delle conchiglie nella colata in gravità e posibili vie per migliorarne prestazioni e durata,» in *Congresso Nazionale di Fonderia 34° edizione*, Brescia, 2018.
- [4] A. Manente, La fonderia di alluminio nella pratica quotidiana, Edimet, 2008.
- [5] C. Panseri, L'alluminio e le sue leghe, Milano: Hoepli, 1940.
- [6] M. Faccoli, D. Dioni, S. Cecchel, G. Cornacchia e A. Panvini, «Optimization of heat treatment of gravity cast Sr-modified B356 aluminum alloy,» *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, n. 27, pp. 1698-1706, 2017.
- [7] N. F. Bazilah, M. R. M. Kamal, N. A. Maidin, Z. Marjom, M. A. M. Ali e U. H. Ahmad, «T6 Solutionizing Heat Treatment Parameter of A356 Alloy by Investment Casting,» *IOP COnf. Series: MAterials Science and Engineering*, n. 834, 2020.
- [8] G. Timelli e E. Fiorese, «Metodi di neutralizzazione del Fe in leghe Al-Si da fonderia,» *La Metallurgia italiana*, n. 3, pp. 9-23, 2011.
- [9] B. Milkereit, H. Froeck, C. Schick e O. Kessler, «Continuos cooling precipitation diagram of cast aluminum alloy Al-7Si-0.3Mg,» *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, n. 24, pp. 2025-2033, 2014.
- [10] UNI EN 1706, *Alluminio e leghe di alluminio Getti Composizione chimica e proprietà meccaniche,* Milano: Ente Nazionale Italiano di Unificazione, 2010.
- [11] «Fundamentals of Solidification,» in *ASM Handbook Volume 9*, Materials Park, ASM International, 2004, p. 79.
- [12] E. Vandersluis e C. Ravindran, «Comparison of Measurement Methods for Secondary Dendrite Arm Spacing,» *Metallogr. Microstruct. Anal.*, n. 6, pp. 89-94, 2017.
- [13] S. Hedge e K. N. Prabhu, «Modification of eutectic silicon in Al–Si alloys,» Journal of Material Sciences, n. 43, pp. 3009-3027, 2008.
- [14] M. Rosso e S. Lombardo, «Heat Treatments for Aluminum Alloys: When, Why and How,» *Materials Performance and Characterization*, vol. VI, n. 5, pp. 807-822, 2017.
- [15] Q. G. Wang e C. J. Davidson, «Solidification and precipitation behaviour of Al-Si-Mg casting alloys,» Journal of Materials Science, pp. 739-750, 2001.

- [16] P. A. Rometsch, G. B. Schaffer e J. A. Taylor, «Mass balance characterisation of Al-7Si-Mg alloy microstructures as a function of solution treatment time,» *International Journal of Cast Metals Research*, pp. 59-69, 2001.
- [17] E. Sjoelander e S. Seifeddine, «Optimization of Solution Treatment of cast Al-7Si-0.3Mg and Al-8Si-3Cu-0.5Mg alloys,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45A, pp. 1916-1927, 2014.
- [18] D. L. Zhang, L. H. Zheng e D. H. StJohn, «Effect of a short solution treatment time on microstructure and mechanical properties of modified Al-7wt.%Si-0.3wt.%Mg alloy,» *Journal of Light Metals 2*, n. 2, pp. 27-36, 2002.
- [19] A. Jiju, Design of Experiments for Engineers and Scientists, Second Edition, School of Management and Languages, Heriot-Watt University, Edinburgh, Scotland, UK: Elsevier, 2014.
- [20] R. V. Lenth, «Quick and easy Analysis of Unreplicated Factorials,» *Technometrics*, vol. 31, n. 4, pp. 469-473, 1989.
- [21] UNI EN ISO 6506-1, *Materiali Metallici Prova di durezza Brinell Metodo di prova,* Milano: Ente Nazionale Italiano di Unificazione, 2001.

Ringraziamenti

Approfitto di questa piccola sezione, spesso sottovalutata, per dedicare questo scritto a chi mi ha accompagnato in questo percorso che mi ha innanzitutto formato come persona e come uomo, prima che come futuro ingegnere.

Questi anni della magistrale sono stati degli anni travagliati pieni di alti e bassi, per me come per tutti. Le vicissitudini che hanno coinvolto la mia vita specialmente nell'anno precedente le ritengo di fondamentale importanza per la conclusione di questo percorso. Salute, lavoro, amicizie, amori e tensioni sono tutti semplici ostacoli che la vita ci chiede di aggirare e usa per farci adattare alle situazioni. In questo ritengo sempre di essere stato più fortunato che bravo, ma lascio decidere a chi mi ha visto crescere il verdetto finale in merito.

Ringrazio innanzitutto i miei genitori: loro che tra innumerevoli sacrifici e privazioni, all'età alla quale ormai si pensa a diventare nonni, hanno continuato a lavorare con più energia di quanta ne abbia mai vista in un ventenne per permettere a me e mio fratello di studiare. Li ringrazio anche per avermi trasmesso una condotta particolare su come approcciarmi alle difficoltà che si incontrano, sia nel lavoro che nella vita privata. Spero di rendere giustizia a questo dono del loro tempo laureandomi. Non gli sarò mai abbastanza grato per questo.

Ringrazio anche mio fratello che, nonostante i difetti che i più potrebbero additargli, è sempre stato motivo di orgoglio per me e dedizione costante a fare di meglio ogni giorno per non deluderlo mai. Sappi che se mi sono impegnato nello studio come durante l'allenamento è perché sapevo che in fondo mi stavi guardando da lontano.

Ringrazio tutta la mia famiglia che negli anni mi ha visto crescere e trasformarmi dal timido diciottenne che ha finito il liceo al timido venticinquenne che ha già la fortuna di lavorare prima ancora di aver avuto modo di concludere l'università. Desidero rendere orgogliosi anche loro che, tra pranzi regalati nel fine settimana e passaggi mai ricambiati, mi hanno sempre sostenuto come potevano... Persino provando a suggerire negli esami di terza media e di maturità.

Ne approfitto per ringraziare anche i miei più cari colleghi Kamilia, Alberto e Ruben che ho il piacere ormai di conoscere e considerare miei stretti amici da più di sei anni. Grazie per aver condiviso gli appunti e la stanchezza dalle innumerevoli ore di lezione, risate e figuracce fatte sia nei corridoi sia nelle aule insieme ai professori. Confesso che se non fosse stato per la pandemia, gli anni che ci son stati sottratti sarebbero stati i più belli della nostra carriera.

Ne approfitto per ringraziare anche il personale della F.O.M.T. che ha già avuto modo di conoscermi e sopportarmi durante la precedente tesi, e che con questo lavoro ha potuto essere vessata meno dal sottoscritto. In particolare ringrazio Riccardo Ricciardi e gli porgo i miei più profondi auguri nell'essere diventato padre. Aver modo di essere assistito da una figura come la tua è stato parte di ciò che ha reso questo lavoro importante per me.

Infine, desidero ancora menzionare una persona che non sarà più con me in questa laurea. La ringrazio per la lezione che mi ha insegnato e che terrò stretta come una verità assoluta per il resto della vita.

Scrivo queste righe commosso con gli occhi bagnati dalle lacrime mentre tento di dare la giusta conclusione a questo viaggio che mi ha portato fino qui. Il mio augurio per il futuro è quello di essere all'altezza delle aspettative di coloro che ho ringraziato tra queste insignificanti righe.