

Università degli Studi di Padova

Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali Laurea Magistrale in Ingegneria dell'Innovazione del Prodotto (Classe LM-33 - Ingegneria meccanica)

Caratterizzazione microstrutturale e meccanica di leghe di alluminio innovative AlSi7Cu0.5Mg(Zr,V,Ti) da fonderia

Relatore: Ch.mo Prof. Giulio Timelli Correlatori: Prof. Filippo Berto Ing. Alessandro De Mori

Candidato: Boris Baldin

Anno accademico 2018/2019

A mia madre e mio padre che mi hanno permesso di studiare e di raggiungere questo importante traguardo sostenendomi ed incoraggiandomi in tutti questi anni.

SOMMARIO

Questo lavoro ha l'obbiettivo di valutare sperimentalmente l'effetto delle micro-aggiunte degli elementi di transizione, quali V e Zr, sulle proprietà ad alta temperatura della lega da fonderia AlSi7Cu0.5Mg, già utilizzata industrialmente per la produzione delle testate motore. L'indagine riguarda sia le proprietà statiche che la resistenza a fatica, in ambo i casi i test sono stati eseguiti a temperatura ambiente, a 200°C ed a 250°C. Parallelamente all'aspetto meccanico si sviluppa l'analisi metallurgica utile a spiegare il comportamento in esercizio, così come ad indagare le cause che portano al cedimento.

L'elaborato è suddiviso in quattro capitoli nei quali sono discussi l'ambito di applicazione della lega in esame e la teoria riguardante l'incremento delle prestazioni ad alta temperatura, la procedura sperimentale seguita, la caratterizzazione meccanica e la caratterizzazione microstrutturale.

Il primo capitolo dà al lettore un panorama generale sugli impieghi delle leghe di alluminio nell'ambito dei trasporti con un approfondimento sul settore delle testate in alluminio impiegate sui motori a combustione interna. Segue poi una rapida digressione sulla produzione dell'alluminio e, in particolare, il suo utilizzo nell'ambito della fonderia. Per concludere è presente un approfondimento sui metodi di rafforzamento delle leghe di alluminio da fonderia per gli impieghi alle alte temperature, prestando particolare attenzione alle micro-aggiunte di Ti, V e Zr e alla loro influenza sulle proprietà meccaniche e sulla microstruttura.

Il secondo capitolo spiega nel dettaglio la procedura sperimentale seguita, dalla fase di alligazione e colata dei provini, passando per i trattamenti termici utilizzati, fino alla caratterizzazione meccanica e microstrutturale.

Il terzo capitolo espone i dati risultanti dalla caratterizzazione meccanica per le condizioni trattate, sia negli aspetti statici, sia in quelli relativi alla vita a fatica ad alto numero di cicli. Per chiudere, vi è il confronto che riassume i risultati ottenuti.

Il quarto capitolo tratta la caratterizzazione microstrutturale condotta sui provini precedentemente testati a temperatura ambiente e ad alta temperatura. Vengono esposti i dati relativi allo SDAS, alla morfologia del Si eutettico, le analisi di durezza e microdurezza, le osservazioni delle superfici di frattura e delle fasi presenti nelle leghe.

INDICE

LISTA DELLE FIGURE	v
LISTA DELLE TABELLE	xi
INTRODUZIONE	xiii
CAPITOLO 1 : L'ALLUMINIO IN LETTERATURA	1
1.1. L'alluminio nei trasporti	1
1.1.1. Applicazione sulle testate motori	
1.2. Produzione dell'alluminio	6
1.2.1. Alluminio primario	6
1.2.2. Alluminio secondario	9
1.3. Alluminio e le sue leghe	9
1.3.1. Leghe di alluminio da fonderia	10
1.3.2. Leghe Al-Si (EN AC-4xxxx)	11
1.4. Leghe Al-Si-Cu-Mg per applicazioni ad alta temperatura	13
1.4.1. Trialluminuri Al ₃ -M	15
1.4.2. Microstruttura leghe Al-Si-Cu-Mg con aggiunte di V e Zr	20
1.5. Proprietà meccaniche delle leghe Al-Si-Cu-Mg (Ti-V-Zr)	
CAPITOLO 2 : PROCEDURA SPERIMENTALE	27
2.1. Produzione dei provini	27
2.1.1. Processo di colata	27
2.1.2. Trattamenti termici	
2.1.3. Specifiche provini	
2.2. Caratterizzazione meccanica	
2.2.1. Prove statiche	
2.2.2. Prove a fatica	
2.3. Analisi microstrutturale	47

CAPITOLO 3 : CARATTERIZZAZIONE MECCANICA	51
3.1. Lega A (AlSi7Cu0.5Mg + Ti)	51
3.2. Lega B (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)	55
3.3. Lega B2 (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)	59
3.4. Confronto	
3.4.1. Prove statiche	
3.4.2. Prove a fatica	65
CAPITOLO 4 : CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURA	LE69
4.1. Misura dello SDAS	69
4.2. Morfologia delle particelle di Si	71
4.2.1. Lega A (AlSi7Cu0.5Mg + Ti)	71
4.2.2. Lega B (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)	72
4.2.3. Lega B2 (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)	74
4.3. Comparazione dei risultati delle analisi sul Si eutettico	75
4.4. Prove di durezza e microdurezza	78
4.5. Identificazione delle fasi	
4.5.1. Analisi della precipitazione	85
4.6. Profili di frattura	87
4.7. Superfici di frattura	92
CONCLUSIONI	95
BIBLIOGRAFIA	97
APPENDICE A – PROVE A TRAZIONE	
APPENDICE B – PROVE A FATICA	
APPENDICE C – ANALISI DEL SILICIO EUTETTICO	104

LISTA DELLE FIGURE

Figura 0.1: Testata con corpi farfallati individuali e collettori di scarico [1]xiv
Figura 1.1: Emissioni di gas serra per settore nel 2017 [4]1
Figura 1.2: Domanda globale per semilavorati in alluminio nel 2017 [7]2
Figura 1.3: Contenuto medio di alluminio per veicolo diviso per segmenti 2019-2025
[8]3
Figura 1.4: Simulazione della distribuzione delle temperature sulla testata. [11]4
Figura 1.5: Tipica zona di innesco per le cricche sul cielo della camera di combustione
[12]
Figura 1.6: Scenario globale del ciclo dell'alluminio (2017) [13]6
Figura 1.7: Produzione mondiale di allumina (in migliaia di tonnellate) [7]7
Figura 1.8: Diagramma di stato per il sistema Na3AlF6-Al2O3 [16]8
Figura 1.9: Produzione globale dell'alluminio primario (migliaia di tonnellate) [7]8
Figura 1.10: Produzione globale di alluminio secondario (migliaia di tonnellate) [7]9
Figura 1.11: Classificazione per le leghe di alluminio da fonderia secondo normative
UNI EN 1706:2010 e UNI EN 1676:201011
Figura 1.12: Diagramma di fase Al-Si con in evidenza il punto di eutettico
Figura 1.13: Sequenza di precipitazione di una lega Al-Cu [21]13
Figura 1.14: Le dislocazioni passano i precipitati per a) effetto di Friedel o b) per il
meccanismo di Orowan; c) relazione tra raggio medio dei precipitati e resistenza alle
dislocazioni [22]15
Figura 1.15: Elementi intermetallici che, se aggiunti alla matrice di Al, formano
precipitati Al3M termodinamicamente stabili, con indicata la rispettiva struttura
d'equilibrio [23]
Figura 1.16: Strutture cristalline L1 ₂ (cubica), D0 ₂₂ e D0 ₂₃ (tetragonali) [23]17
Figura 1.17: Diagrammi di stato a) Al-Zr, b) Al-V (At.%) [23]
Figura 1.18: Diagramma di stato Al-Ti (At.%) [23]19
Figura 1.19: Micrografie di una lega Al-Si-Cu-Mg con 0,2 wt.% di Ti, 0,32% wt.%
di V e 0,47 wt.% di Zr, le fasi identificate sono riportate in Tabella 1.3 [27]21
Figura 1.20: Andamento a) dell'UTS e b) della durezza per lega A356 e
A356+0.15%Zr+0.28%V [32, 33]

Figura 1.21: Andamento delle proprietà statiche della lega A319 al variare della			
temperatura e del trattamento termico. [34]			
Figura 1.22: Confronto dell'andamento alle diverse temperature della lega base e della			
lega modificata con V e Zr (chiamata "alloy C") [35]23			
Figura 1.23: Valori di a) UTS e b) allungamento percentuale della lega base e della			
lega con aggiunte di V e Zr in base alle temperature di test e al trattamento termico			
[36]24			
Figura 1.24: a) Vita a fatica ($R = -1$) della lega A380 e della lega con micro-aggiunte			
di Zr (0.47%), V (0.30%) and Ti (0.2%) dopo T6 [37], b) Vita a fatica della lega A			
(0.11% Ti), B (0.11% Ti, 0.20% Zr), e C (0.11% Ti, 0.20% Zr e 0.25% V), R = -1 [31]			
Figura 1.25: Risultati delle prove a fatica condotte a a) 20 °C, b) 150 °C e c) 200 °C			
[38]			
Figura 1.26: Risultati delle prove statiche condotte a varie temperature a) sulla lega			
base e b) sulla lega con aggiunte di Zr [38]25			
Figura 1.27: Variazione della resistenza a fatica per la lega EN AC-45500 al variare			
dello SDAS (Position #1 = 28 μ m, Position #2 = 56 μ m, Position #3 =67 μ m) [40] 26			
Figura 2.1: Configurazione di colata, a destra il forno fusorio Nabertherm K 4/13, a			
sinistra gli stampi monitorati dalle termocoppie			
Figura 2.2: Getto estratto dallo stampo			
Figura 2.3: Modello geometrico del getto realizzato con il processo di colata 32			
Figura 2.4: Provino grezzo a) prima e b) dopo trattamento termico			
Figura 2.5: Disegno della geometria per i provini sottoposti a prove statiche a 200 e			
250 °C (misure in mm)			
Figura 2.6: Disegno della geometria per i provini sottoposti a prove a fatica (misure			
in mm)			
Figura 2.7: Provini lavorati a) per le prove a trazione a caldo, b) per le prove a fatica			
e a trazione a temperatura ambiente			
Figura 2.8: Provino collocato nella Zwick Roell z100 THW prima della prova di			
trazione ad alta temperatura			
Figura 2.9: MTS 370 Landmark Servohydraulic Test System equipaggiata con una			
camera climatica MTS 651.06E-03			
Figura 2.10: Rappresentazione cicli ad ampiezza costante con rapporto di carico			
R=0.01			

Figura 2.11: Simulazione di una curva a fatica ricavata dai dati sperimentali41
Figura 2.12: Schema camera climatica MTS 651.06E-03
Figura 2.13: Dettaglio provino arrivato a rottura
Figura 2.14: curve di Wöhler al 90%, 50% e 10% di sopravvivenza in scala doppio
logaritmica
Figura 2.15: Provino con indicate le zone di prelievo utilizzate per le analisi
Figura 2.16: a) una micrografia della lega A in scala di grigi a 500x, b) la stessa
micrografia dopo l'elaborazione software
Figura 3.1: Diagramma di Wöhler per la lega A testata a 20 °C
Figura 3.2: Diagramma di Wöhler per la lega A testata a 200 °C
Figura 3.3: Diagramma di Wöhler per la lega A testata a 250 °C
Figura 3.4: Diagramma di Wöhler per la lega B testata a 20 °C
Figura 3.5: Diagramma di Wöhler per la lega B testata a 200 °C
Figura 3.6: Diagramma di Wöhler per la lega B testata a 250 °C
Figura 3.7: Diagramma di Wöhler per la lega B2 testata a 20 °C 60
Figura 3.8: Diagramma di Wöhler per la lega B2 testata a 200 °C
Figura 3.9: Diagramma di Wöhler per la lega B2 testata a 250 °C
Figura 3.10: Riepilogo dei parametri di YS, UTS, El%, n delle prove statiche
effettuate per le tre leghe in esame testate a 20°C, 200°C e 250°C
Figura 3.11: Grafici σ - ϵ ingegneristici delle prove a trazione per la lega a) A, b) B e
c) B2 testate a 20 °C, 200 °C e 250 °C. Le croci indicano tensione e allungamento a
rottura per tutti i campioni testati
Figura 3.12: Confronto dei risultati per i test a fatica a 20 °C
Figura 3.13: Confronto dei risultati per i test a fatica a 200 °C
Figura 3.14: Confronto dei risultati per i test a fatica a 250°C
Figura 4.1: Micrografie rappresentative della a) lega A, b) lega B e della c) lega B2
testate a 20 °C con "etichette" delle misurazioni effettuate per valutare lo SDAS 69
Figura 4.2: Micrografie della lega A testata a fatica a a) 20 °C b) 200 °C per 15 h e c)
250 °C per 15 h al fine di valutare la morfologia del Si
Figura 4.3: Micrografie della lega B testata a fatica a a) 20 °C b) 200 °C per 15 h e c)
250 °C per 15 h al fine di valutare la morfologia del Si73
Figura 4.4: Micrografie della lega B2 testata a fatica a a) 20 °C b) 200 °C per 15 h e
c) 250 °C per 15 h al fine di valutare la morfologia del Si

Figura 4.5: Istogramma esemplificativo del rapporto d'aspetto (in particolare si può
osservare l'andamento per la lega B a 200 °C)75
Figura 4.6: Valori medi secondo l'analisi lognormale a tre parametri per il a) rapporto
d'aspetto e b) diametro equivalente
Figura 4.7: Variazione del diametro circolare equivalente per le particelle di Si
eutettico tra la a) lega A e la b) lega B277
Figura 4.8: Durezza Brinell HBS 2,5/62,5/10 sulle leghe esaminate alle differenti
condizioni
Figura 4.9: Durezza Brinell HV 5/15 sulle leghe esaminate alle differenti condizioni
Figura 4.10: Miscrostruttura osservata al SEM su un campione di lega A testato a
fatica a 20 °C. a) Panoramica generale, b) c) d) esempi di tipici intermetallici nella lega
in esame
Figura 4.11: Spettro di emissione della fase π -Al ₈ FeMg ₃ Si ₆ (3)81
Figura 4.12: Spettro di emissione delle fasi contenenti Fe (4) come Al ₇ Cu ₂ Fe 82
Figura 4.13: Spettro di emissione delle fasi contenenti α-Fe con presenza di elementi
contaminanti (5)
Figura 4.14: Miscrostruttura osservata al SEM su un campione di lega B testato a
fatica a 20 °C. a) Panoramica generale, b) c) d) e) f) esempi di tipici intermetallici
nella lega in esame
Figura 4.15: a) Spettro di emissione della particella di α -Al5FeSi con elementi
contaminanti Cr-V-Fe-Cu (9), b) spettro di emissione del materiale attorno alla fase in
analisi; facendo la differenza tra i due spettri si può capire la composizione della fase
(9)
Figura 4.16: Micrografie della lega A testata a fatica a) a 20°C e b) a 250°C per 15h
osservate al SEM dopo l'attacco chimico con la soluzione di NaOH86
Figura 4.17: Micrografie della lega B testata a fatica a) a 20°C e b) a 250°C per 15h
osservate al SEM dopo l'attacco chimico con la soluzione di NaOH86
Figura 4.18: Micrografie della lega B2 testata a fatica a) a 20°C e b) a 250°C per 15h
osservate al SEM dopo l'attacco chimico con la soluzione di NaOH
Figura 4.19: Micrografie delle superfici di frattura della lega A a) b) testata a 20 °C,
c) d) testata a 200 °C e e) f) testata a 250 °C. Le superfici a) c) e) sono riferite alla zona
di innesco della cricca mentre le superfici b) d) f) alla zona di cedimento statico87

Figura 4.20: Micrografia effettuata con luce polarizzata dopo attacco Barker, sono Figura 4.21: Superfici di frattura dei provini testati a fatica a 20 °C per la a) lega A, c) B e e) B2 con in risalto i grani grazie all'attacco Barker, nelle immagini b) d) f) si può osservare a più alti ingrandimenti il carattere transgranulare della frattura...... 89 Figura 4.22: Superfici di frattura dei provini testati a fatica a 200 °C per la a) lega A, c) B e e) B2 con in risalto i grani grazie all'attacco Barker, nelle immagini b) d) f) si può osservare a più alti ingrandimenti il carattere transgranulare della frattura...... 90 Figura 4.23: Superfici di frattura dei provini testati a 250 °C per la a) lega A, b) B e c) B2 con esaltati i grani grazie all'attacco Barker, nelle immagini d) e) f) si può osservare a più alti ingrandimenti la caratteristica transgranulare della frattura91 Figura 4.24: Micrografie al SEM delle superfici di frattura della lega A testata a a) b) 20 °C e c) d) 200 °C; a destra si possono osservare gli ingrandimenti delle zone Figura 4.25: Micrografie al SEM delle superfici di frattura della lega B testata a a) b) 20 °C e c) d) 200 °C; a destra si possono osservare gli ingrandimenti delle zone

LISTA DELLE TABELLE

Tabella 1.1: Designazione a seconda del processo di colata fonderia secondo
normative UNI EN 1706:2010 e UNI EN 1676:201010
Tabella 1.2: Designazione a seconda del trattamento termico fonderia secondo
normative UNI EN 1706:2010 e UNI EN 1676:201010
Tabella 1.3: Fasi identificate in una lega Al-Si-Cu-Mg con 0,2 wt.% Ti, 0,32% wt.%
V e 0,47 wt.% Zr [27]
Tabella 2.1: Composizione teorica della lega A AlSi7Cu0.5Mg e della lega B
AlSi7Cu0,5Mg(V,Zr). Valori espressi in % di peso
Tabella 2.2: Composizione della lega A356 dei lingotti di partenza. Valori espressi in
% di peso
Tabella 2.3: Composizione effettiva della lega A e della lega B. Valori espressi in %
di peso
Tabella 2.4: Schema delle leghe e dei trattamenti termici analizzati
Tabella 2.5: Piano sperimentale per le prove statiche
Tabella 2.6: Piano sperimentale per le prove a fatica 40
Tabella 2.7: Coefficiente $k_{(P, 1-\alpha, n-2)}$ per il limite di tolleranza unilaterale per una
distribuzione normale di probabilità [41]46
Tabella 3.1: Composizione chimica della lega A (wt.%) 51
Tabella 3.2: Risultati delle prove statiche effettuate sulla lega A a 20 °C, 200 °C e 250
°C
Tabella 3.3: Quadro riassuntivo delle prove effettuate per la lega A
Tabella 3.4: Composizione chimica della lega B (wt.%)
Tabella 3.5: Risultati delle prove statiche effettuate sulla lega B a 20 °C, 200 °C e 250
°C
Tabella 3.6: Quadro riassuntivo delle prove effettuate per la lega B
Tabella 3.7: Risultati delle prove statiche effettuate sulla lega B2 a 20 °C, 200 °C e
250 °C
Tabella 3.8: Quadro riassuntivo delle prove effettuate per la lega B
Tabella 4.1: Misure dello SDAS per le leghe A, B, B2 alle varie temperature di test

Tabella 4.2: Parametri stimati della distribuzione lognormale per il rapporto d'aspetto
e il diametro equivalente delle particelle di Si della lega A71
Tabella 4.3: Parametri stimati della distribuzione lognormale per il rapporto d'aspetto
e il diametro equivalente delle particelle di Si della lega B73
Tabella 4.4: Parametri stimati della distribuzione lognormale per il rapporto d'aspetto
e il diametro equivalente delle particelle di Si della lega B274

INTRODUZIONE

I cambiamenti climatici e la necessità di ridurre l'impatto ambientale delle attività umane hanno portato negli ultimi decenni i legislatori ad emanare normative sempre più stringenti rispetto alle emissioni inquinanti per il settore automotive. Questa nuova sfida ha spinto le aziende produttrici ad investire nella ricerca per trovare nuove soluzioni al fine di ridurre gli inquinanti, ma allo stesso tempo, mantenere inalterate le prestazioni dei veicoli. Per riuscire a vincere questa sfida è ormai da decenni che i progettisti in campo automotive utilizzano a tutto tondo l'alluminio per realizzare veicoli più leggeri. Nel campo delle testate motore l'impiego di questo materiale è ormai portato quasi al limite in termini di resistenza meccanica alle alte temperature. Dalle nuove richieste dei "motoristi", che cercano di incrementare l'efficienza dei propulsori innalzando le temperature e le pressioni in camera di combustione, nasce l'esigenza di esplorare nuove soluzioni volte all'incremento delle prestazioni per impieghi in temperatura. [1-3]

Le leghe attualmente più utilizzate nell'industria automotive appartengono alla serie 4xxxx (Al-Si) ed hanno come temperatura massima di utilizzo tra i 180°C e i 200°C. A questa temperatura gli attuali sistemi di rafforzamento basati sulle aggiunte di Cu e Mg non sono più sufficienti poiché si attivano i meccanismi termodinamici che portano all'ingrossamento dei precipitati e quindi alla perdita di performances meccaniche.

Poiché i processi che garantiscono la minimizzazione dei costi per la produzione di massa delle testate motore sono la colata per gravità e in bassa pressione, è necessario trovare un metodo di rafforzamento che sia compatibile con questi processi.

Si è notato che i metalli di transizione sono in grado di formare precipitati termicamente stabili e resistenti all'ingrossamento grazie alla caratteristica di avere una bassa solubilità allo stato solido nella matrice di alluminio. Gli elementi come titanio (Ti), vanadio (V) e zirconio (Zr) si sono rivelati promettenti per generare dei precipitati di dimensione nanometrica e micrometrica coerenti con la struttura cubica a facce centrate (CFC) dell'alluminio. Tali composti intermetallici sono i trialluminuri (Al₃M) che, mantenendo la coerenza con la matrice anche ad elevate temperature, dovrebbero ostacolare il moto delle dislocazioni.

Questo lavoro avvalendosi degli sviluppi più recenti sulle leghe di alluminio da fonderia ha l'obiettivo di migliorare le prestazioni della lega AlSi7Cu0.5Mg, industrialmente utilizzata per la produzione di testate motore (Figura 0.1). Si è quindi proceduto a modificarla con elementi di transizione (Ti, V, Zr), ad ottimizzare il trattamento termico, a studiarne il comportamento statico e a fatica, sia a temperatura ambiente che ad alte temperature, infine, si è cercato di correlare tale comportamento alla microstruttura.



Figura 0.1: Testata con corpi farfallati individuali e collettori di scarico [1]

CAPITOLO 1:

L'ALLUMINIO IN LETTERATURA

1.1. L'alluminio nei trasporti

Il settore dei trasporti è tra i maggiori responsabili dell'emissione di gas serra (~29%) (Figura 1.1) i quali, alterando la composizione dell'aria, provocano danni alla salute umana e all'ambiente. Per questo motivo, nelle ultime decadi, gli sforzi delle agenzie per la salvaguardia dell'ambiente e della salute umana si sono concentrati introducendo normative sempre più stringenti. In particolare, l'Unione Europea, a partire dal 1991, ha emanato una serie di direttive, dalla Euro 1 alla Euro 6d-Temp, per limitare gli inquinanti emessi dai veicoli.



Figura 1.1: Emissioni di gas serra per settore nel 2017 [4]

Questo quadro generale ha portato i produttori di autoveicoli a dover progettare mezzi sempre più efficienti, dando così vita alla ricerca di soluzioni per ridurre i consumi di carburanti fossili. Per far ciò, le vie di sviluppo che hanno portato maggiori benefici sono l'alleggerimento dei mezzi di trasporto (~30%) e il miglioramento della combustione (~25%), oltre agli sviluppi nei campi dell'aerodinamica, della tribologia e della chimica dei carburanti. Infatti, come regola generale, ogni 10% di riduzione del peso del veicolo permette di risparmiare tra il 5% e il 5,5% di carburante. Oltre a questo, è anche necessario considerare la spirale virtuosa che si innesca a partire da un veicolo alleggerito poiché questo necessita di motore, trasmissione, sospensioni e freni

più leggeri per ottenere le stesse performances e quindi porta successivamente a una possibile riduzione del serbatoio del carburante mantenendo invariata la percorrenza chilometrica e, dunque, di poter risparmiare ulteriormente sul peso complessivo. A causa di questo effetto a cascata il reale risparmio di carburante può essere del 6-8% per una riduzione del 10% del peso del veicolo [5]. Secondo lo studio "Alumax" redatto dalla "Society of Automotive Engineering", il potenziale di riduzione di un'automobile compatta di riferimento, che è stata stimata pesare 1229 kg, può arrivare fino a 444 kg impiegando le nuove tecnologie legate all'alluminio, portando così un risparmio di peso di circa il 36% [6]. Oltre alla riduzione del peso, l'alluminio può offrire ottime proprietà di resistenza, assorbimento di energia, resistenza alla corrosione, conducibilità termica ed elettrica. La domanda di prodotti in alluminio è composta in Europa per il 39% dall'industria dei trasporti [7], come mostrato in Figura 1.2.



Figura 1.2: Domanda globale per semilavorati in alluminio nel 2017 [7]

In particolare, nel settore automotive, la presenza dell'alluminio è sempre in aumento, si è passati dai 40 kg impiegati mediamente nelle automobili del 1976 [8] agli oltre 170 kg utilizzati per la produzione delle auto odierne e si prevede che nel 2025 si arriverà vicino alla soglia dei 200 kg [9], come mostrato in Figura 1.3. Si è registrato questo trend nonostante l'alluminio, al kg, sia circa 3-4 volte più costoso dell'acciaio, perché, oltre ai vantaggi in termini di peso, con l'impiego delle leghe di Al si possono talvolta eliminare lavorazioni non necessarie come trattamenti superficiali, saldature e assemblaggi poiché è possibile ottenere pezzi con geometrie più complesse. Oltretutto, l'alluminio è facilmente riciclabile e il valore dello scarto a fine vita è superiore a quello dell'acciaio.



Figura 1.3: Contenuto medio di alluminio per veicolo diviso per segmenti 2019-2025 [8]

1.1.1. Applicazione sulle testate motori

La testata, nei motori a combustione interna, permette di convogliare aria e combustibile verso la camera di combustione, farne da copertura durante la fase di scoppio ed infine permettere la fuoriuscita dei gas di scarico. La funzione principale della testa cilindro è aiutare la guarnizione di tenuta a isolare la camera di scoppio dall'esterno per permettere la corretta fase di compressione durante il funzionamento del motore. Nella maggior parte dei motori la testata ospita la candela di accensione, gli iniettori, le valvole e tutti i cinematismi utili alla distribuzione, oltre a dover prevedere il passaggio di olio per la lubrificazione e il liquido refrigerante per il raffreddamento. Questo componente al suo interno deve, quindi, lasciare spazio a condotti tridimensionali piuttosto complicati ed è per questo motivo che viene generalmente prodotto con i processi di colata per gravità o in bassa pressione. In Europa negli ultimi decenni la produzione di testate motore con ghisa grigia è stata completamente rimpiazzata dai processi di fonderia dell'alluminio [1]. Questo cambiamento ha permesso la riduzione del peso fino al 50% (20 kg) per la sola testa motore e addirittura del 60% se si considera l'intero motore, valore che in termini assoluti si traduce nel risparmio di circa 70 kg. [10]. Ad oggi è più che mai necessario sviluppare nuove leghe di alluminio, ottimizzare i processi di colata e i trattamenti termici per controllare la microstruttura, al fine di poter far fronte alle sempre più incombenti richieste che deve soddisfare questo componente visto il trend di aumento

della pressione nella camera di combustione. Tale pressione è passata dai 125 bar del 1992 (direttiva Euro 1) ai 200 bar della direttiva Euro 5 fino ai 300 bar secondo le recenti simulazioni sviluppate per incrementare la potenza del 60%. Analogamente, le temperature sul cielo del cilindro sono passate dai 170°C per i primi motori fino a raggiungere picchi di 250 °C-275 °C nelle più moderne applicazioni (Figura 1.4) [2, 3]. Queste nuove richieste tecniche sono maturate a causa della tendenza al "downsize" che prevede l'aumento della potenza specifica dei motori, i quali devono erogare fino a 65 kW/l per i diesel ad iniezione diretta e 75 kW/l per i motori a benzina sovralimentati [1].



Figura 1.4: Simulazione della distribuzione delle temperature sulla testata. [11]

In sintesi, le caratteristiche richieste per la testata motore sono:

- **Resistenza:** la lega di alluminio deve offrire una resistenza e una durezza sufficiente sia a temperatura ambiente, per il processo di lavorazione e assemblaggio, che ad alta temperatura per resistere alle forze tipiche che si generano durante l'impiego che esse siano di natura meccanica, termica o per meccanismi di creep. Infatti, è altresì necessario che non ci siano eccessive deformazioni per non compromettere la tenuta della guarnizione e delle valvole.

- Conducibilità termica: per contenere localmente la temperatura è necessario che il cielo della camera di combustione riesca a smaltire rapidamente il calore formato, questo solitamente va in contrasto con la richiesta di resistenza meccanica in quanto aggiungere elementi alla lega di alluminio peggiora il parametro di conducibilità. È necessario trovare il giusto compromesso.
- Qualità superficiale: per ridurre la resistenza fluidodinamica e migliorare il ciclo termico è fondamentale che i condotti abbiano una ridotta rugosità superficiale. Non meno importante è l'effetto di questa specifica sulla vita a fatica visto che la qualità delle superfici può essere determinante per l'innesco della cricca.
- Vita a fatica ad alto (HCF) e basso (LCF) numero di cicli: la testata è soggetta sia a fatica per alto numero di cicli, dovuta alla combustione, sia alla fatica oligociclica, dovuta alle dilatazioni e contrazioni termiche durante i periodi transitori successivi all'accensione e allo spegnimento. Questi, infatti, portano alla formazione di cricche e alla successiva rottura delle pareti sottili tra gli alloggiamenti delle valvole, come si può osservare nella Figura 1.5. La resistenza statica alle alte temperature è fortemente influenzata dalla composizione della lega; questo comportamento si riflette direttamente sulla resistenza alla LCF, invece la resistenza in HCF è fortemente influenzata dalla microstruttura, dalla qualità superficiale e dalla presenza di difetti di colata, come la porosità o le pelli d'ossido.



Figura 1.5: Tipica zona di innesco per le cricche sul cielo della camera di combustione [12]

Per le testate motore solitamente si utilizzano leghe di alluminio con percentuali importanti di silicio al fine di incrementare la fluidità della lega e riempire così geometrie più complesse. Vengono aggiunti, invece, elementi come il magnesio e il rame per migliorare le proprietà meccaniche, in particolare il Cu viene utilizzato per migliorare le caratteristiche a caldo. Infatti, le leghe di alluminio più utilizzate per questo scopo sono la AlSi7Mg0.3 (EN AC-42100, A356), la AlSi6Cu4 (EN AC45000, A319), la AlSi8Cu3 (EN AC-46200, A380.2), la AlSi7Cu0.5Mg (EN AC-45500) oppure la AlSi17Cu4Mg (EN AC48100, A390) solitamente utilizzate dopo trattamento termico T5, T6 o T7 [1, 3].

1.2. Produzione dell'alluminio

Per la produzione dell'alluminio si può impiegare ad oggi sia l'alluminio primario, ossia prodotto *ex novo* dai composti presenti in modo considerevole nella crosta terreste, oppure l'alluminio secondario proveniente dalla filiera del riciclo grazie alla totale riciclabilità di questo materiale (Figura 1.6).



Figura 1.6: Scenario globale del ciclo dell'alluminio (2017) [13]

1.2.1. Alluminio primario

Il ciclo di produzione dell'alluminio primario si basa sull'estrazione della bauxite, un minerale composto per circa il 25% di alluminio, dal quale si estrae l'allumina tramite il processo Bayer che prevede il lavaggio del minerale con idrossido di sodio (NaOH),

procedimento introdotto da Carl Josef Bayer nel 1887. Visti gli alti costi di trasporto della bauxite lo sviluppo di impianti di lavorazione è avvenuto vicino ai siti di estrazione, per questo motivo i più grandi produttori mondiali di allumina sono la Cina (53%), l'Australia (15%), il Brasile (8%) e l'India (4.5%) (Figura 1.7) [14].



Figura 1.7: Produzione mondiale di allumina (in migliaia di tonnellate) [7]

Dal processo Bayer si ottiene oltre all'allumina una uguale quantità in peso di fanghi rossi, costituiti principalmente da ossido di ferro, ossido di titanio e piccole quantità di silice, ossido di calcio e alcali, così come altri elementi come P, V, Mn, Cr, Mg, Zn e Ga. Lo smaltimento in sicurezza dei fanghi rossi rappresenta un grave problema a causa di diverse proprietà, tra cui l'elevata alcalinità (pH = 11 o superiore), l'elevato contenuto di acqua (circa il 60%) e le caratteristiche fisiche simili all'argilla bagnata [15]. In parte si è riusciti ad ovviare al problema impiegandoli nelle acciaierie per la produzione della ghisa.

L'allumina (Al₂O₃) si presenta come una polvere bianca composta circa al 50% di alluminio. Per estrarre quest'ultimo è, quindi, necessario passare per il processo elettrochimico denominato Hall–Héroult. Questo procedimento prevede di mescolare l'allumina con la criolite (un sale di fluoro, sodio e alluminio) che crea un eutettico (Figura 1.8) con una temperatura di fusione che è circa metà rispetto a quello dell'allumina (2.050 °C). Viene effettuata, quindi, la riduzione elettrolitica dell'allumina con l'impiego di elettrodi di grafite e un importante utilizzo di energia

elettrica in corrente continua, si stima che sono richiesti mediamente tra i 13 e 15 kWh per produrre una tonnellata di alluminio.



Figura 1.8: Diagramma di stato per il sistema Na3AlF6-Al2O3 [16]

Si può intuire, quindi, che l'industria della produzione dell'alluminio primario è estremamente energivora, infatti il costo totale della produzione è dettato tra il 20% e il 40% dalla componente energetica e, dunque, i siti produttivi sono situati in paesi dove l'accesso all'energia è facile ed economico, come dimostra la Figura 1.9.



Figura 1.9: Produzione globale dell'alluminio primario (migliaia di tonnellate) [7]

1.2.2. Alluminio secondario

L'alluminio secondario è prodotto dal riciclo del rottame che viene classificato dalla normativa EN 12258-3 come "nuovo" se proviene dagli scarti della produzione dell'industria dell'alluminio, o come "vecchio" se proviene da prodotti che hanno completato il loro ciclo di vita. Infatti, a seconda del tipo di rottame esistono diversi processi di rifusione. Per il rottame pulito e non verniciato si utilizzano comunemente i forni a riverbero; per gli sfridi di lavorazione vengono impiegati i forni ad induzione mentre per il rottame inquinato si adottano soluzioni come i forni rotativi con flussi di copertura o i forni "sloping hearth".

Le tecniche di rifusione dell'alluminio sono il modo più efficiente di produrre l'alluminio, infatti si è stimato che permette di utilizzare tra il 90% e il 95% di energia in meno che produrre l'alluminio primario. In virtù di questo e della presenza, nei paesi sviluppati, di 270-420 kg di alluminio utilizzato pro-capite, le aree che producono maggiormente alluminio secondario sono gli Stati Uniti (37%), il Giappone e l'Europa (36%) (Figura 1.10), all'interno di quest'ultima Germania e Italia insieme ne producono poco meno del 50% [7].



Figura 1.10: Produzione globale di alluminio secondario (migliaia di tonnellate) [7]

1.3. Alluminio e le sue leghe

L'alluminio ha una struttura cubica a facce centrate (CFC) con dimensione del lato della cella pari a 0.405 nm, la sua densità è 2,7 g/cm³, la temperatura di fusione si attesta a 660°C e forma spontaneamente, a contatto con l'aria, un sottile strato di ossido protettivo. Queste caratteristiche si traducono nelle peculiarità che contraddistinguono

tale materiale quali: ottima duttilità e tenacità, leggerezza che abbinata a buone proprietà meccaniche (modulo elastico superiore a 69000 MPa) offre una elevata resistenza specifica, costi di produzione contenuti e un'eccellente resistenza a corrosione.

1.3.1. Leghe di alluminio da fonderia

L'alluminio per applicazioni strutturali viene utilizzato solitamente in lega al fine di migliorare le caratteristiche meccaniche impiegando il meccanismo di rafforzamento per soluzione solida. Le normative UNI EN 1706:2010 e UNI EN 1676:2010 sono i riferimenti che disciplinano i requisiti di qualità delle leghe di alluminio destinati alla rifusione, la classificazione e la designazione applicabili a tali qualità, le condizioni di produzione, le loro caratteristiche, i limiti di composizione chimica e le proprietà meccaniche. La classificazione avviene secondo lo schema illustrato in Figura 1.11, eventualmente può essere seguito dalle abbreviazioni che differenziano il processo di fonderia utilizzato (Tabella 1.1) oppure che indicano il trattamento termico eseguito (Tabella 1.2).

Simbolo Processo di fonderia utilizzato

S	Colato in sabbia
K	Colato in conchiglia
D	Colato sotto pressione
L	Colato in cera persa

Tabella 1.1: Designazione a seconda del processo di colata fonderia secondo normative UNI EN 1706:2010 e UNI EN 1676:2010

Simbolo	Condizione del trattamento termico
F	Getto di fonderia senza ulteriore trattamento termico
0	Ricotto
T1	Raffreddamento controllato dopo solidificazione e invecchiamento naturale
T4	Solubilizzazione ed eventuale invecchiamento naturale
Τ5	Raffreddamento controllato dopo solidificazione ed invecchiamento artificiale o sovrainvecchiamento
T6	Solubilizzazione e invecchiamento artificiale completo
T64	Solubilizzazione e sottoinvecchiamento artificiale
T7	Solubilizzazione e sovrainvecchiamento artificiale

Tabella 1.2: Designazione a seconda del trattamento termico fonderia secondo normativeUNI EN 1706:2010 e UNI EN 1676:2010



Figura 1.11: Classificazione per le leghe di alluminio da fonderia secondo normative UNI EN 1706:2010 e UNI EN 1676:2010

1.3.2. Leghe Al-Si (EN AC-4xxxx)

Le leghe alluminio silicio sono le più importanti tra le leghe da fonderia. Comunemente si utilizzano percentuali di silicio che vanno tra il 5% e il 25% in peso e trovano applicazione soprattutto nei settori automotive ed aereospace. Il sistema binario Al-Si ha il punto di eutettico alla temperatura di 577 °C con all'incirca il 12,6% in peso di Si (Figura 1.12). Se la percentuale di Si scende sotto tale soglia si ottengono leghe dette ipoeutettiche altrimenti per percentuali maggiori si ottengono leghe ipereutettiche. L'eutettico è formato da una matrice duttile di α -Al (Si 1.65 wt.%) nella quale vi è una dispersione di lamelle di silicio. Tale conformazione, tuttavia, risulta essere relativamente fragile soprattutto a causa della morfologia del silicio e, per ovviare a tale problema, è prassi operare delle micro-aggiunte di elementi quali Na, Sb, Sr e Ca che, aggiunti singolarmente nella giusta misura, vanno a modificare il silicio eutettico rendendo le particelle più piccole e globulari, migliorandone la resistenza soprattutto a fatica. L'aggiunta di silicio è impiegata nelle leghe da fonderia poiché garantisce l'aumento della fluidità e quindi un miglioramento della colabilità e una migliore capacità di alimentazione. Inoltre, con l'aggiunta di elementi come il Mg o il Cu è possibile prevedere l'impiego di trattamenti termici per migliorare le proprietà meccaniche. Altri effetti rilevati dalla presenza del silicio sono l'aumento della resistenza ad usura, la riduzione della criccabilità a caldo, della densità e del coefficiente di espansione termica che nei processi di fonderia permette la riduzione delle cavità da ritiro e nei componenti riduce la variazione dimensionale durante l'impiego a caldo.



Figura 1.12: Diagramma di fase Al-Si con in evidenza il punto di eutettico

L'impurezza più dannosa per queste leghe è il ferro che deriva principalmente dalle materie prime utilizzate durante il processo elettrolitico nella produzione primaria di alluminio e la sua rimozione comporta costi elevati. I livelli di Fe generalmente partono dallo 0,1 wt.% per le leghe primarie e salgono anche all'1 wt.% per le leghe secondarie, infatti la solubilità del Fe in alluminio liquido è piuttosto elevata e ciò aumenta la possibilità di inquinamento durante il processo di fusione. D'altra parte, la solubilità allo stato solido del Fe è molto bassa pertanto questo si combina con altri elementi in lega come Si, Al e Mg per formare una serie di intermetallici infragilenti che influenzano la microstruttura e la cui composizione, dimensione e morfologia sono controllate dalla chimica della lega e dalla velocità di raffreddamento. Per ovviare al problema dell'infragilimento solitamente si aggiungono piccole quantità di manganese, che nei giusti rapporti Fe/Mn trasforma la morfologia da β -Fe (aciculare) in α -Fe (chinese-script) che inficia meno le proprietà meccaniche della lega [17].

1.4. Leghe Al-Si-Cu-Mg per applicazioni ad alta temperatura

Il metodo che viene utilizzato attualmente per l'impiego delle leghe di Al-Si sino a 200°C è la precipitazione di composti fini e coerenti nella matrice quali θ "-Al₂Cu e β"-Mg₂Si tramite un trattamento termico di solubilizzazione, tempra ed invecchiamento ottimizzato per tale scopo (T6, T7). La fase Al₂Cu si può presentare dopo la solidificazione della lega in forma di blocchi o come eutettico $(Al + Al_2Cu)$. Questa fase, solitamente, nuclea sulle particelle di Si eutettico o sugli aghi di β -Fe. Il trattamento di solubilizzazione, in questo frangente, ha lo scopo di dissolvere le particelle Al₂Cu frammentandole in pezzi più piccoli che sferoidizzano e poi si dissolvono nella matrice. La fase β-Fe invece si trasforma in Al₇FeCu₂ durante solubilizzazione se la lega ha un alto contenuto di rame, ciò significa che il Cu in soluzione solida viene perso con la fase Al₇FeCu₂. Le leghe che contengono Cu non possono subire trattamenti di solubilizzazione a temperature troppo elevate (500°C-530°C a seconda della percentuale di Cu) altrimenti vi è il rischio di incipiente fusione per le fasi contenenti rame [18,19]; d'altro canto, mantenere delle temperature basse in solubilizzazione non permette di ottenere una buona concentrazione di vacanze e di elementi in soluzione solida oltre a ridurre la possibilità di sferoidizzare il Si per via termica. Utilizzando, però, una solubilizzazione a doppio stadio che prevede una prima parte di trattamento eseguito a temperatura più bassa, per dissolvere le fasi ricche in



Figura 1.13: Sequenza di precipitazione di una lega Al-Cu [21]

Cu, e la seconda parte a temperatura più elevata, per omogeneizzare al meglio la lega, si riescono ad ottenere ottimi risultati [20]. La tempra ha l'obiettivo di bloccare il reticolo cristallino e la diffusività degli elementi per mantenere alla temperatura ambiente la concentrazione di soluti in soluzione solida e le vacanze create alla temperatura di solubilizzazione. Dopo la tempra si procede con l'invecchiamento artificiale durante il quale si cerca di far precipitare nella matrice delle fasi in modo fine, omogeneo e coerente. Al variare dei tempi e delle temperature di esposizione si possono ottenere diversi precipitati, più o meno coerenti con la matrice, come è possibile osservare in Figura 1.13. La sequenza inizia con la formazione di zone di Guinier-Preston (GP), dove il reticolo cristallino è distorto, a questo punto i precipitati possono nucleare in queste zone oppure su altri difetti del reticolo. I precipitati raggiungono quindi la struttura θ " che risulta metastabile, ma ancora coerente con la matrice. Questo permette di ottenere il picco di durezza e prestazioni grazie alla distorsione del reticolo (T6); in questo momento si ha l'equilibrio tra l'effetto di Friedel, che prevede il taglio dei precipitati più piccoli al passaggio delle dislocazioni, e il meccanismo di Orowan, che prevede il passaggio delle dislocazioni successivamente all'accerchiamento dei precipitati più grandi e resistenti (Figura 1.14). Infatti, la formazione di precipitati coerenti dentro una matrice causa la distorsione del reticolo, tale condizione rappresenta un forte ostacolo al moto delle dislocazioni che, per attraversare tali precipitati, devono attivare i fenomeni di Friedel e Orowan che richiedono la formazione di notevoli tensioni interne e conseguente consumo di energia meccanica. Al procedere con l'invecchiamento, per i meccanismi di Ostwald i precipitati accrescono e raggiungono la fase semicoerente θ ', da qui incomincia il sovraivecchiamento della lega (T7); infine, i precipitati diventano incoerenti con la matrice (θ) e vengono più facilmente superati dalle dislocazioni (Orwan) e questo causa una perdita di proprietà meccaniche. Tutto il processo è guidato dalla riduzione dell'energia di interfaccia che fa ingrossare i precipitati più grandi e dissolvere i più piccoli. Analogamente accade per le precipitazioni delle fasi β (Mg₂Si) in presenza di Mg. Se si ha una lega contenente sia rame che magnesio si assiste ad un comportamento simile per le fasi $\theta \in \beta$ ma con la formazione anche della fase Q" (Al₅Mg₈Si₆Cu₂), con effetto meno rafforzante. Nelle leghe Al-Si-Cu-Mg si è notata [22] la formazione di blocchi di fase 0-Al₂Cu e Q-Al₅Mg₈Si₆Cu₂, con l'accrescimento della fase Q all'aumentare del Mg. La fase β -Fe si inizia a trasformare in fase π -Fe con lo 0.35% di Mg e incrementa con l'aumento di tale elemento. I

precipitati Mg₂Si si formano sulle particelle di Si eutettico per valori di Mg sotto lo 0.5% e nelle scritture cinesi per valori sopra l'1%. Leghe con bassa concentrazione di rame, tipicamente intorno allo 0,5%, si comportano come leghe Al-Si-Mg e le fasi π -Fe e Mg₂Si si formano con tracce di fase Q e Al₂Cu.



Figura 1.14: Le dislocazioni passano i precipitati per a) effetto di Friedel o b) per il meccanismo di Orowan; c) relazione tra raggio medio dei precipitati e resistenza alle dislocazioni [22]

1.4.1. Trialluminuri Al₃-M

Il rafforzamento per precipitazione delle fasi ricche in Cu e Mg inizia a non essere più adeguato quando ci si spinge a temperature di esercizio superiori ai 170°C e diventa inefficace superando la soglia dei 200-210°C. Infatti, si assiste al deterioramento delle proprietà meccaniche causate dai meccanismi di dissoluzione e di Ostwald. Per cercare di soddisfare i requisiti meccanici anche sopra a certe temperature è necessario trovare elementi termodinamicamente stabili che, se aggiunti alla lega in opportune quantità e trattati secondo un appropriato trattamento termico, rimangano coerenti con la matrice.

Come affermato da Knipling [23] per sviluppare leghe di alluminio utilizzabili per impieghi ad alta temperatura è necessario che gli elementi alliganti aggiunti alla lega rispettino le seguenti qualità:

 Capacità di formare fasi intermetalliche rafforzanti: come accade per i precipitati γ' nelle superleghe a base nickel, così anche le leghe di alluminio dovrebbero contenere un'importante frazione in volume di una fase finemente dispersa stabile termicamente e difficile da tagliare dalle dislocazioni alla temperatura di esercizio. Queste particelle devono avere dunque una struttura cristallina simile all'α-Al con dei parametri reticolari non troppo diversi.

- Bassa solubilità allo stato solido in α-Al: tale proprietà è necessaria al fine di ritardare la diffusione alla temperatura di esercizio e prevenire la dissoluzione dei precipitati, inoltre è utile per avere un'elevata frazione in volume dispersa nella matrice.
- Bassa diffusività in α-Al: perché questi precipitati abbiano effetto contro il movimento delle dislocazioni ad alta temperatura è necessario che se ne limiti l'ingrossamento, onde evitare la decoesione dal reticolo della matrice.
- Devono essere utilizzabili con i processi convenzionali: poiché le leghe Al-Si hanno impieghi in larga scala è necessario che tali risultati siano ottenibili senza stravolgere i comuni processi di colata.

Dal primo criterio si può evincere che il sistema deve avere la capacità di formare una fine dispersione di una fase secondaria rafforzante nella matrice di α-Al, da questo si può dunque capire che gli intermetallici formati con Al sono i più promettenti. Tra i possibili intermetallici, i trialluminuri del genere Al₃M, dove M è un elemento facente parte della famiglia dei metalli di transizione, dei lantanidi e degli attinidi, dimostrano di avere delle buone caratteristiche quali: una bassa densità, un modulo elastico elevato, una buona stabilità termica e una ottima resistenza all'ossidazione. Come già osservato nelle superleghe nickel con i precipitati γ ' Ni3Al (L1₂) anche in questo caso è importante che questi dispesoidi abbiano una certa somiglianza con la struttura della matrice in cui si trovano, in modo da avere un'interfaccia coerente che minimizza l'energia superficiale conferendo stabilità alle alte temperature e minimizzando la possibilità di ingrossamento dei precipitati. Come già detto nel paragrafo 1.3, l'α-Al ha un reticolo cubico a facce centrate (CFC) e l'elemento che forma precipitati Al₃-M termodinamicamente stabili, con struttura cubica L12 molto simile alla matrice, è lo scandio (Sc), che, però, ha un'alta diffusività in α-Al oltre ad essere un elemento piuttosto costoso. Si è quindi osservato che anche la struttura tetragonale a corpo centrato (D022 o D023), caratteristica dei trialluminuri formati con gli elementi di transizione dei gruppi 3, 4 e 5 (Figura 1.15), ha parametri reticolari simili e, sebbene siano intrinsecamente fragili a causa della scarsa simmetria, ad elevate temperature possono trasformarsi in fasi con reticolo cubico L1₂, combinandosi con altri elementi. Ad esempio, Al₃Ti (D0₂₂) può trasformarsi in L1₂ con alligazioni di elementi di transizione quali Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, o Zn; analogamente accade con Al₃Zr che incrementa la propria stabilità della struttura cubica con Li, Cr, Mn, Fe, Ni e Cu.



Figura 1.15: Elementi intermetallici che, se aggiunti alla matrice di Al, formano precipitati Al3M termodinamicamente stabili, con indicata la rispettiva struttura d'equilibrio [23]

Avere piccole differenze tra i parametri dei precipitati e della matrice è essenziale per minimizzare l'energia libera di interfaccia che alimenta il meccanismo di Ostwald e per mantenere coerenti e complanari le due fasi. Comparando i parametri reticolari degli elementi che formano strutture metastabili L1₂ e stabili D0₂₂ e D0₂₃ (Figura 1.16),



Figura 1.16: Strutture cristalline L1₂ (cubica), D0₂₂ e D0₂₃ (tetragonali) [23]

si è visto che si possono ottenere reticoli con minore disomogeneità aggiungendo Ti, Hf, o V, questo si è osservato in particolar modo nei sistemi Al-Zr-V.

È richiesta un'alta solubilità alla temperatura massima dalla soluzione (C_{max}) nell'ottica di ottenere una soluzione super-satura e omogenea dopo tempra, al fine di migliorare le potenzialità di precipitazione durante l'invecchiamento. D'altro canto, è anche vero che alla temperatura di utilizzo è desiderabile ottenere una bassa solubilità $(C_{\rm T})$ allo stato solido per massimizzare nucleazione ed equilibrio della frazione in volume delle fasi precipitate ritardando i meccanismi di Ostwald che ne porterebbero all'ingrossamento. Una bassa diffusività è una richiesta fondamentale per delle leghe che vengono esposte alle alte temperature per lunghi periodi, soprattutto per le leghe di alluminio che hanno intrinsecamente una bassa frazione in volume di dispersoidi e che dunque necessitano di mantenere i precipitati finemente dispersi e bloccarne il meccanismo di accrescimento. Gli elementi di transizione, fortunatamente, hanno una lenta diffusione in α-Al caratterizzata dalla necessità di una grande richiesta entalpica per attivare il processo, soprattutto se confrontato con l'energia richiesta dall'Al per diffondersi nella matrice. Questo comportamento è ascrivibile alle interazioni repulsive tra vacanze e soluti che raggiungono il loro massimo con gli elementi del gruppo 5 della tavola periodica (V, Nb, Ta) [23]. A differenza degli elementi del gruppo 3 (Sc, Y, La) che prevedono un punto di eutettico se miscelati con l'alluminio, facendo riferimento ai diagrammi di fase binari che si possono osservare dalle



Figura 1.17: Diagrammi di stato a) Al-Zr, b) Al-V (At.%) [23]


Figura 1.18: Diagramma di stato Al-Ti (At.%) [23]

Figure 1.17 e 1.18 gli elementi del gruppo 4 e 5, dove si collocano Ti, Zr e V, esibiscono una trasformazione peritettica. Questo è uno dei motivi che determina le differenze nelle modalità di precipitazione e rafforzamento di tali composti, infatti, la concentrazione di elementi trattenuti in soluzione dopo la solidificazione è limitata e quindi il rafforzamento ottenibile per precipitazione è ridotto.

Le leghe che prevedono un diagramma con trasformazione peritettica presentano alcune sostanziali differenze rispetto ai sistemi eutettici:

- Entrambe le trasformazioni sono rappresentate da un punto ed hanno quindi varianza nulla, ma la reazione eutettica prevede la trasformazione di una fase liquida in due fasi solide differenti, mentre la reazione peritettica è la formazione di una singola fase solida dalla reazione della differente fase solida preesistente con il liquido presente.
- La temperatura di eutettico è inferiore alle temperature di fusione dei singoli elementi mentre per la reazione peritettica è l'opposto
- Mentre nella trasformazione che segue un diagramma eutettico viene trasformato in solido la fase presente con percentuali inferiori rispetto al punto a varianza nulla, per il peritettico può essere la fase più abbondante a solidificarsi per prima.
- Il coefficiente di ripartizione k₀ per la solidificazione della fase α-Al rispetto al punto di varianza nulla è più piccolo dell'unità nel sistema eutettico, invece è maggiore dell'unità in un sistema peritettico. Questo ha effetti sulla

distribuzione dei soluti nella lega e quindi ha influenza successivamente nella precipitazione delle fasi disperse durante il processo di invecchiamento. [23]

Nel caso dei trialluminuri che seguono un diagramma peritettico il primo solido che si forma è la fase ricca di soluto nella forma Al₃M e dunque viene impiegato gran parte del soluto nella prima fase di solidificazione. Operativamente, questo si traduce nella necessità di alzare le temperature del forno di rifusione per poter dissolvere completamente le fasi Al₃M, soprattutto se si considera che le singole fasi Al₃Ti e Al₃Zr hanno come punto di fusione rispettivamente 1380 °C e 1580 °C.

Come indicato in precedenza, gli elementi che formano trialluminuri L1₂ sono collocati vicino allo scandio (Ti, Zr, Hf, V, Nb, Y) che è l'unico ad avere una struttura cubica termodinamicamente stabile, mentre i restanti hanno strutture L1₂ metastabili. Sc, Zr, Ti sono gli elementi più promettenti per ottenere dispesoidi a struttura cubica durante l'invecchiamento. Infatti, gli elementi di transizione del gruppo 4 (Ti, Zr, Hf) sono estremamente lenti nella diffusione in α -Al e quindi offrono significanti potenzialità per migliorare la stabilità termica della lega, anche se la loro struttura L1₂ è metastabile a temperatura ambiente, poiché sembra essere stabile alle alte temperature. Il sistema Al-Ti sembra essere molto interessante grazie alla sua cinetica di diffusione molto lenta in α -Al e inoltre possiede il più alto valore di solubilità in fase solida pari allo 0.79 wt.% che permette di ottenere potenzialmente una importante frazione in volume dei precipitati Al₃Ti, ma, a causa di un elevato coefficiente di ripartizione, (k₀=10) durante la solidificazione convenzionale è difficile che ne rimanga una concentrazione apprezzabile, questo anche a causa della buona solubilità in fase solida del titanio alle temperatura di invecchiamento.

Diversamente, lo Zr ha una bassissima solubilità in fase solida nella matrice di α -Al alle temperature di invecchiamento e, quindi, anche delle micro-aggiunte possono produrre una risposta apprezzabile come mostrato da Hori et al. [24]. Inoltre, piccole aggiunte di zirconio sono già impiegate commercialmente nelle leghe da deformazione dove i precipitati Al₃Zr (L1₂) fungono da ostacolo alla ricristallizzazione.

1.4.2. Microstruttura leghe Al-Si-Cu-Mg con aggiunte di V e Zr

Le leghe Al-Si-Cu-Mg hanno una microstruttura piuttosto complessa che dipende dalla percentuale degli alliganti, dalla velocità di solidificazione, dai trattamenti termici applicati, dalla modifica del silicio eutettico e dalle tecniche di affinazione del grano;

l'aggiunta di altri elementi come V e Zr rende il contesto ancora più complesso. In questi ultimi anni un importante ruolo nello studio di queste leghe da fonderia lo hanno offerto S.K. Shaha et al. [25 - 30]. Nei loro studi hanno identificato le fasi che si formano e hanno osservato la ricaduta sulle proprietà meccaniche. Nello stato "ascast" la lega con aggiunte mantiene una microstruttura simile alla Al-Si-Cu-Mg, ovvero è composta dalla matrice di α-Al, Si eutettico e fasi ricche di Cu, Mg, Fe quali Al₂Cu, Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆. Le aggiunte portano alla formazione di trialluminuri con formula Al₃M con strutture L1₂, D0₂₂ stabilizzata dalla presenza di Si a discapito della D0₂₃ oltre a fasi intermetalliche come (AlSi)₃(TiZr), (AlSi)₃(TiVZr), (AlSi)₂(VZr)Fe (Figura 1.19 e relativa Tabella 1.3).



Figura 1.19: Micrografie di una lega Al-Si-Cu-Mg con 0,2 wt.% di Ti, 0,32% wt.% di V e 0,47 wt.% di Zr, le fasi identificate sono riportate in Tabella 1.3 [27]

No.	Calculated Phase	Reference Phase
#1	α-aluminum	α-aluminum
#2	eutectic silicon	eutectic silicon
#3	Al _{2.1} Cu	Al_2Cu
#4	$Al_{8.5}Si_{2.4}Cu$	Al-Al ₂ Cu-Si
#5	Al _{7.2} Si _{8.3} Cu ₂ Mg _{6.9}	$Al_5Cu_2Mg_8Si_6$
#6	Al ₁₄ Si _{7.1} FeMg _{3.3}	Al ₈ FeMg ₃ Si ₆
#7	Al _{21.4} Si _{4.1} Ti _{3.5} VZr _{3.9}	(AlSi) ₃ (TiVZr)
#8	$Al_{6.7}Si_{1.2}TiZr_{1.8}$	(AlSi) ₃ (TiZr)
#9	$Al_{2.8}Si_{3.8}V_{1.6}Zr$	(AlSi) ₂ (VZr)
#10	Al _{5.1} Si _{35.4} Ti _{1.6} Zr _{5.7} Fe	(AlSi) ₂ (TiZr)Fe

Tabella 1.3: Fasi identificate in una lega Al-Si-Cu-Mg con 0,2 wt.% Ti, 0,32% wt.% V e 0,47 wt.% Zr [27]

Si è notata invece l'assenza della fase infragilente β -Al₅FeSi. I trattamenti termici di solubilizzazione, tempra ed invecchiamento dissolvono completamente le fasi ricche in rame e parzialmente quelle in ferro portando successivamente alla formazione di fasi con rame o magnesio come ad esempio Al₉Mg₁₂Si₆Fe, AlSiCuFe e fasi π come

Al₈Si₆Mg₃Fe e Al₈Si₆CuMg₈Fe. Le fasi ricche in intermetallici durante il trattamento termico hanno un comportamento differente in base alla loro morfologia. Mentre quelle a placca resistono al trattamento termico, quelle più massive si dissolvono tanto che la frazione in volume di questi composti intermetallici diminuisce approssimativamente del 50% durante il trattamento. Questo indica che dissolto nella matrice c'è una concentrazione sufficiente di questi elementi per dare luogo al processo di precipitazione. Con trattamenti termici a doppio step di solubilizzazione a 510 °C e 525 °C le fasi θ , ricche in rame, e Q, ricche in Cu e Mg, si sono dissolte mentre le fasi π rimangono in parte non disciolte e le fasi Al-Si-Ti-V-Zr(Fe) sono stabili termicamente. Riuscire a dissolvere le particelle ricche di intermetallici incrementando la temperatura e i tempi di solubilizzazione è fondamentale perché come osservato da Elhadari et al. [31], la precipitazione di particelle nanometriche composte principalmente da Al, Si, Zr, V e Ti durante l'invecchiamento contribuisce significativamente alla resistenza alle alte temperature poiché sono più stabili termicamente rispetto a quelle basate sul Cu e Mg.

1.5. Proprietà meccaniche delle leghe Al-Si-Cu-Mg (Ti-V-Zr)

Recenti studi effettuati su diverse leghe di alluminio (riportati di seguito) sottolineano un aumento delle proprietà meccaniche statiche (YS, UTS e durezza) con una correlata riduzione dell'allungamento percentuale, a fronte di micro-aggiunte operate con elementi di transizione. È stato poi osservato che questa differenza di caratteristiche si



Figura 1.20: Andamento a) dell'UTS e b) della durezza per lega A356 e A356+0.15%Zr+0.28%V [32, 33]

mantiene anche alle alte temperature, questo perché i precipitati creati con V-Zr-Ti sono più stabili termicamente e resistenti all'accrescimento rispetto ai Mg₂Si e Al₂Cu.

Come si può vedere dalla Figura 1.20 e dalla Figura 1.21 le proprietà meccaniche delle leghe di alluminio sono piuttosto stabili fino a una temperatura di 200 °C. Dopo tale soglia si registra un drastico calo fino ad arrivare ad avere resistenze inferiori a 50 MPa a 400 °C e questo accade indipendentemente dalla quantità di rame e dal trattamento termico subito. Si può, tuttavia, osservare una maggiore durezza delle leghe con aggiunta di V e Zr fino a 275 °C.



Figura 1.21: Andamento delle proprietà statiche della lega A319 al variare della temperatura e del trattamento termico. [34]

Come mostrato dai lavori di Shaha et al. [26], Czerwinski et al. [35], Rahimian et al. [36], Elhadari et al. [31] emerge che le proprietà statiche sia delle leghe commerciali che le leghe con aggiunte di elementi di transizione tendono a decrescere con l'aumentare della temperatura di test, tuttavia l'effetto delle aggiunte di Zr e V è



Figura 1.22: Confronto dell'andamento alle diverse temperature della lega base e della lega modificata con V e Zr (chiamata "alloy C") [35]

migliorativo rispetto a tali caratteristiche sia a temperatura ambiente che, soprattutto, per impieghi alle alte temperature (Figure 1.22 e 1.23). Questo comportamento è attribuito alla formazione di precipitati ricchi di V-Zr che sono più stabili termicamente rispetto ai precipitati ricchi in rame o magnesio.



Figura 1.23: Valori di a) UTS e b) allungamento percentuale della lega base e della lega con aggiunte di V e Zr in base alle temperature di test e al trattamento termico [36]

Czerwinski et al. [37] hanno confrontato la vita a fatica della lega A380 con una Al-Si-Cu-Mg con micro-aggiunte di Zr (0.47 wt.%), V (0.3 wt.%) e Ti (0.21 wt.%) e si è visto che la vita a fatica è migliorata a tutti i livelli di deformazione imposta (Figura 1.24a), questo effetto è stato attribuito al rafforzamento dato dalla composizione chimica e dalla precipitazione di trialluminuri. Leggeri miglioramenti della vita a fatica a controllo di deformazione si possono osservare sui lavori di Shaha et al. [25] e Elhadari et al. [31] che hanno comparato la vita a fatica a temperatura ambiente di



Figura 1.24: a) Vita a fatica (R = -1) della lega A380 e della lega con micro-aggiunte di Zr (0.47%), V (0.30%) and Ti (0.2%) dopo T6 [37], b) Vita a fatica della lega A (0.11% Ti), B (0.11% Ti, 0.20% Zr), e C (0.11% Ti, 0.20% Zr e 0.25% V), R = -1 [31]

leghe Al-7%Si-1%Cu-0.5%Mg con e senza aggiunte di Ti, Zr e V (Figura 1.24b). Inoltre, si è osservato tramite immagini al SEM che avviene un tipico cedimento duttile transgranulare simile alla frattura da trazione per i provini testati allo 0,6% della deformazione totale, mentre i provini testati allo 0,2% mostrano sottili striature a fatica che sono circondate da creste generate dallo strappo del bordo grano. Un lavoro più recente di G. Liu et al. [38] ha comparato le proprietà statiche e la vita a fatica a 150 °C, 200 °C e 250 °C per le leghe AlSi7Cu0.5Mg(Ti,Sr) e AlSi9Cu0.8Mg(Ti,Zr,Sr) trattate T6. I risultati dimostrano (Figura 1.26) che la vita a fatica è considerevolmente aumentata per la lega ricca di Zr, fino a 8-10 volte all'ampiezza di tensione di 140 MPa -160 MPa per tutte le condizioni di test. Le proprietà statiche, come esposto in Figura



Figura 1.25: Risultati delle prove a fatica condotte a a) 20 °C, b) 150 °C e c) 200 °C [38]



Figura 1.26: Risultati delle prove statiche condotte a varie temperature a) sulla lega base e b) sulla lega con aggiunte di Zr [38]

1.25, vengono anch'esse migliorate dall'aggiunta di Zr che incrementa lo snervamento del 34% e la tensione di rottura del 37% a temperatura ambiente, rispettivamente del 46% e 50% a 150 °C, del 45% e 48% a 200 °C. È altresì riportato che l'aggiunta di Zr ha affinato in modo significativo la microstruttura della lega portando il grano da 0.335 μm a 0.253 μm e lo SDAS da 39 μm a 28 μm, questo probabilmente è stato causato da una nucleazione eterogenea dovuta alla presenza di fasi contenenti Zr durante la trasformazione pre-peritettica. L'affinazione del grano e dello SDAS potrebbe, però, aver contribuito modestamente a migliorare le prove statiche e soprattutto potrebbe aver contribuito in larga parte al miglioramento della vita a fatica. L'affinazione della microstruttura, però, non è una qualità strettamente legata allo Zr poiché i medesimi risultati si potrebbero raggiungere riducendo i tempi di raffreddamento o utilizzando elementi differenti come ad esempio il Ti o il B. Difatti ci sono svariati studi che associano a valori più contenuti di SDAS dei miglioramenti sulla vita a fatica, in particolare vale la pena citare i lavori di S. Gerbe [39] e di M. Leitner [40] che si concentrano proprio sulle leghe prese in esame per questo lavoro. Come riportato da S. Gerbe incrementare lo SDAS da 20 µm a 26 µm porta a ridursi il limite a fatica da 122 a 90 MPa, mentre i risultati di M. Leitner sono visibili dalla Figura 1.27 dove è evidente che passare da 28 μ m a 56 μ m di SDAS fa scendere il limite a fatica per 10⁷ cicli di 1/4 e passando a 67 µm si riduce addirittura ad 1/3 rispetto al caso migliore. Dunque, il miglioramento della vita a fatica osservato nel lavoro di G. Liu et al. [38] non è univocamente e direttamente attribuibile alle aggiunte di Zr e, soprattutto, alla formazione di precipitati Al₃Zr per quanto riguarda gli effetti ad elevate temperature.



Figura 1.27: Variazione della resistenza a fatica per la lega EN AC-45500 al variare dello SDAS (Position $#1 = 28 \ \mu m$, Position $#2 = 56 \ \mu m$, Position $#3 = 67 \ \mu m$) [40]

CAPITOLO 2:

PROCEDURA SPERIMENTALE

In questo capitolo verrà presentata la procedura messa in atto per ottenere i provini di lega AlSi7Cu0.5Mg con e senza micro-aggiunte di V e Zr, la descrizione dei metodi utilizzati durante le prove statiche e le prove a fatica, infine, i criteri impiegati per l'analisi dei dati.

2.1. Produzione dei provini

2.1.1. Processo di colata

L'analisi è stata condotta sulla lega da fonderia AlSi7Cu0.5Mg (EN AB-45500) (successivamente indicata come lega A) la cui composizione è descritta nella Tabella 2.1. Poi, partendo dalla medesima composizione chimica si sono aggiunti gli elementi di transizione, quali V e Zr, introdotti con l'obbiettivo di migliorare il comportamento alle alte temperature (indicata successivamente come lega B). In entrambe le leghe il principale elemento in alligazione è il silicio (Si), gli altri elementi rilevanti sono il rame (Cu), il magnesio (Mg) e lo stronzio (Sr), quest'ultimo introdotto per ottenere una modifica del Si eutettico. La differenza sostanziale della lega B è la presenza di vanadio (V) e zirconio (Zr) rispettivamente in percentuali teoriche dello 0.3% e dello 0.2%.

LEGA	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Ni	Ti	Sr	v	Zr
А	bal.	6,86	0,17	0,582	0,04	0,346	0,03	0,018	0,002	0,122	0,012	0,009	-
В	bal.	6,86	0,17	0,582	0,04	0,346	0,03	0,018	0,002	0,122	0,012	0,3	0,2

Tabella 2.1: Composizione teorica della lega A AlSi7Cu0.5Mg e della lega B AlSi7Cu0,5Mg(V,Zr). Valori espressi in % di peso

Per ottenere entrambe le leghe si è partiti da lingotti da 14 kg cadauno di lega A356, con la composizione riportata in Tabella 2.2, si è provveduto a tagliarli con una troncatrice a nastro in blocchi tra i 0,5 kg e gli 1,5 kg per consentirne il successivo inserimento nel crogiolo. Analogamente è stato fatto con i "waffles" di leghe madri Al

-10 wt.% V e Al-10 wt.% Zr, questi sono stati poi ulteriormente ridotti in dimensione con una troncatrice a disco da banco, arrivando ad ottenere dei cubetti che pesavano tra i 10 g e i 20 g; quest'ultimo passaggio è stato effettuato al fine di ridurre il tempo di dissoluzione delle leghe madri nel bagno fuso.

LEGA	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Ni	Ti	Sr	v	Zr
A356	bal.	6,72	0,056	0.001	-	0.279	0,005	-	0,004	0,131	-	0,011	0,003

Tabella 2.2: Composizione della lega A356 dei lingotti di partenza. Valori espressi in % di peso

Per le fasi di preriscaldo delle aggiunte, dei filtri e degli stampi è stato impiegato un forno a muffola, questa operazione ha lo scopo di ridurre i tempi per la dissoluzione dei materiali nel forno fusorio, l'eliminazione dell'umidità dalle superfici che vanno a contatto con l'alluminio liquido, la preparazione dello stampo e dei filtri alla temperatura desiderata durante la colata.

Per l'alligazione, invece, si è utilizzato un forno fusorio della Nabertherm modello K 4/13 (Figura 2.1) a resistenze elettriche con crogiuolo in SiC da 12 Kg nel quale sono state inserite le cariche di materiale, preventivamente pesate, come esposto di seguito, rimanendo sotto la massa limite di 9.6 kg per ogni carica.



Figura 2.1: Configurazione di colata, a destra il forno fusorio Nabertherm K 4/13, a sinistra gli stampi monitorati dalle termocoppie

Quantità teoriche calcolate per ogni materiale al fine di ottenere la lega A:

- 9.43 kg di lega A356
- 0.02 kg di Si puro
- 0.055 kg di Cu puro
- 0.007 kg di Mg puro
- 0.012 kg di lega madre Al 10 wt.% Sr

Quantità teoriche calcolate per ogni materiale al fine di ottenere la lega B:

- 8.98 kg di lega A356
- 0.053 kg di Si puro
- 0.056 kg di Cu puro
- 0.008 kg di Mg puro
- 0.012 kg di lega madre Al 10 wt.% Sr
- 0.028 kg di lega madre Al 10 wt.% V
- 0.019 kg di lega madre Al 10 wt.% Zr

La procedura teorica seguita per l'ottenimento della lega A è la seguente:

- inserimento nel forno fusorio dei blocchi di A356 preventivamente riscaldati nella muffola a 350 °C, si programma il forno fusorio per raggiungere la temperatura di 850 °C;
- quando il bagno raggiunge i 740°C si effettua la scorifica con una schiumarola in inox per la successiva introduzione di Mg, questo viene avvolto con un foglio di alluminio e mantenuto tramite una barra sul fondo del crogiolo per minimizzare le perdite per evanescenza;
- subito in successione si inserisce il Cu preriscaldato a 350 °C nel bagno scorificato;
- appena il fuso raggiunge la temperatura di 760 °C si introduce il Si preriscaldato e si posizionano stampi e filtri schiumati in grafite nella muffola;
- raggiunti i 775 °C, dopo il preriscaldo della lancia in grafite, questa si posiziona in modo di insufflare gas di azoto (N₂) vicino al fondo del crogiolo e si programma la temperatura del forno fusorio a 800 °C;
- dopo 40 minuti, finita la fase di degasaggio, la temperatura del bagno si attesta intorno ai 750 °C, si effettua una scorifica, si aggiunge la barretta di Al 10

wt.% Sr e si alza la temperatura del forno a 820 °C per compensare la dispersione termica durante la fase di colata;

 una volta che il bagno si stabilizza intorno ai 760 °C si estrae il primo stampo dalla muffola, una volta che raggiunge la temperatura di 250 °C si inizia il processo di colata.

La procedura teorica seguita per l'ottenimento della lega B è la seguente:

- inserimento nel forno fusorio dei blocchi di A356 preventivamente riscaldati nella muffola a 350 °C, si programma il forno fusorio per raggiungere la temperatura di 1000 °C;
- appena il fuso raggiunge la temperatura di 760 °C si scorifica con una schiumarola in inox, si introducono Cu e Si, mentre le aggiunte di Al 10 wt.%
 V e Al 10 wt.% Zr vengono poste a riscaldare nella muffola;
- raggiunti gli 840 °C si provvede ad aggiungere le leghe madri di V e Zr al bagno previa scorifica e successivamente si mescola ogni 20 minuti, si vanno inoltre a posizionare gli stampi e i filtri schiumati in grafite nella muffola;
- dopo 2 h il metallo ha raggiunto la temperatura di 900 °C, a questo punto si abbassa la temperatura impostandola a 780°C e si continua a mescolare;
- raggiunti i 790 °C nel bagno, si addiziona il Mg come già descritto precedentemente, si esegue il preriscaldo della lancia in grafite che viene posizionata, poi, in modo di insufflare gas di azoto (N₂) vicino al fondo del crogiolo e si programma la temperatura del forno fusorio a 800 °C;
- dopo 40 minuti, finita la fase di degasaggio, la temperatura del bagno si attesta intorno ai 750 °C, si effettua una scorifica, si aggiunge la barretta di Al 10 wt.% Sr e si alza la temperatura del forno a 820 °C per compensare la dispersione termica durante la fase di colata;
- una volta che il bagno si stabilizza intorno ai 760 °C si estrae il primo stampo dalla muffola, una volta che raggiunge la temperatura di 250 °C si inizia il processo di colata.

Nonostante le accortezze adoperate come tagliare le leghe madri contenenti V e Zr in piccoli blocchi, alzare la temperatura del bagno fino a 900 °C e mescolare ripetutamente il fuso, si sono riscontrate diverse difficoltà nel fondere le leghe madri,

tanto che, solitamente, nell'ultima scorifica prima di iniziare la colata se ne poteva intravedere ancora qualche piccolo granello non dissolto.

Per la realizzazione di tutti i getti, sia per la lega A sia per la B, la procedura di colata prevede:

- il preriscaldo a 350 °C degli stampi in modo da iniziare la prima colata della serie con lo stampo alla temperatura target di 250 °C;
- l'inserimento del filtro schiumato in grafite da 30 ppi nello stampo prima della sua chiusura con morse metalliche;
- il riscaldamento con fiamma ossidrica il mestolo in inox;
- la rimozione della pelle d'ossido con la schiumarola in inox prima dell'immersione del mestolo nel bagno per raccogliere il metallo fuso;
- la permanenza di 10 secondi del mestolo nel bagno e la pulizia delle nuove pelli di ossido prima della rimozione del mestolo dal crogiolo;
- subito dopo la rimozione del mestolo dal fuso si versa il metallo liquido nello stampo, che si trova in quel momento a 250 °C, facendo un movimento fluido dalla durata di 5 secondi;
- se ne attende la solidificazione e si monitora la temperatura massima raggiunta dallo stampo, nel frattempo si prepara il secondo stampo per svolgere nuovamente le operazioni di colata;
- raggiunta la temperatura massima si estrae il getto ormai solidificato visibile in Figura 2.2 e si reitera la procedura con il nuovo stampo intanto che questo raffreddandosi si riporti nuovamente alla temperatura di colata.



Figura 2.2: Getto estratto dallo stampo

Sono stati realizzati in tutto 51 getti di lega A in 4 colate differenti e 109 getti di lega B in 8 colate.



Figura 2.3: Modello geometrico del getto realizzato con il processo di colata

Per produrre i getti, come da modello riportato in Figura 2.3, è stato utilizzato uno stampo di acciaio ricoperto con un sottile stato di nitruro di boro (BN), applicato spray a 200 °C, per facilitare la rimozione dei pezzi colati e per allungare la vita degli stampi. All'interno degli stampi, prima di colare ogni getto, si è inserito un filtro schiumato in grafite da 30 ppi utile per trattenere le pelli d'ossido e ottenere, quindi, dei provini con caratteristiche più controllate e omogenee, riducendo la probabilità di avere scarti nelle successive fasi di test. Inoltre, grazie alla presenza del filtro e al design dello stampo si è potuto garantire il riempimento con un moto laminare dell'alluminio fuso così da ridurre la probabilità di trovare all'interno dei campioni ossidi, e dunque porosità, conseguenti al rimescolamento del fronte di flusso.

La geometria degli stampi prevede un'ampia materozza per intrappolare le impurezze e per far affluire metallo liquido nella zona del provino (indicata in Figura 2.3) in modo da ridurre le porosità dovute al ritiro volumetrico nel passaggio di stato tra liquido e solido. Si è prestata particolare attenzione al controllo delle temperature in fase di colata per garantire il controllo della distanza che, tra i rami secondari delle dendriti (SDAS), è influenzata principalmente dalla velocità di solidificazione come si può evincere dalle seguenti equazioni:

$$SDAS = K * t_s^m \tag{2.1}$$

dove t_s è il tempo di solidificazione misurato in secondi mentre K, m sono costanti del materiale;

$$\log\left(\frac{dT}{dt}\right) = \frac{-\left[\log(SDAS) - 2.37\right]}{0.4} \tag{2.2}$$

dove dT/dt è la velocità di raffreddamento espressa in °*C*/*s*.

Riducendo il tempo di solidificazione, dunque aumentando la velocità di raffreddamento, si limita l'accrescimento delle strutture dendritiche che quindi avranno dei valori di SDAS più bassi, questa variazione della microstruttura è fondamentale perché influenza le proprietà meccaniche della lega soprattutto per la vita a fatica, infatti più lo SDAS è contenuto e migliori saranno le proprietà del getto. Lo scopo di questa tesi è riprodurre i valori tipici delle testate motore nella zona più sollecitata a fatica termomeccanica ossia il piatto fiamma, questo si traduce nell'obiettivo di avvicinarsi a valori di SDAS vicini ai 20 µm. Per questa ragione sono state impiegate tre termocoppie, una per monitorare il fuso e le altre due collocate in ciascuno dei due stampi; quest'ultime sono state posizionate nello stampo a 2 mm dalla parete interna nella zona centrale del provino, questo garantisce un controllo ottimale delle temperature in raffreddamento e quindi la ripetibilità delle caratteristiche microstrutturali della zona di test dei campioni. Durante tutte le procedure di colata le temperature si sono mantenute rispettivamente nei seguenti range: T_{bagno}=760±10 °C e T_{stampo}=250±5 °C; questi valori sono accettabili per l'obiettivo prefissato di mantenere omogenee le caratteristiche microstutturali dei provini. La temperatura massima raggiunta dagli stampi dopo la colata è stata sempre compresa tra i 330 °C e i 370 °C. Al fine di ridurre la quantità di idrogeno disciolto nel fuso durante la preparazione di entrambe le leghe si è insufflato gas di azoto (N₂) per 40 minuti, tramite una lancia in grafite.

A valle di tale procedura, presso il laboratorio di metallurgia dell'Università di Padova, si è utilizzato uno spettrometro di massa per analizzare la composizione chimica dei campioni appositamente versati all'inizio e alla fine di ogni colata. Ogni campione è stato preparato all'analisi con carta abrasiva all'ossido di zirconio per effettuare sulla superfice così trattata tre analisi chimiche. Sui tre dati così ottenuti si è calcolata la composizione media del singolo provino, successivamente si sono calcolati i valori medi per ogni colata utilizzando i provini versati a inizio e fine. Questa operazione è stata effettuata per le 4 colate della lega A e le 8 della B, mettendo insieme questi dati si è calcolata la composizione chimica media dei campioni su cui si sono eseguite le successive prove (Tabella 2.4). Non è stato possibile quantificare l'esatta presenza di vanadio perché lo spettrometro di massa utilizzato non permetteva di rilevare quantità superiori a 0,145% in peso.

	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Ni	Ti	Sr	V	Zr
Lega A	bal.	7,14	0,073	0,59	0,001	0,387	0,0032	0,0047	0,0056	0,118	0,0132	0,0097	0,0026
Lega B	bal.	7,19	0,190	0,62	0,003	0,344	0,0032	0,0355	0,0226	0,114	0,0125	>0,145 (0,3)*	0,2248

* lo spettrometro di massa utilizzato non permette di rilevare quantità superiori allo 0,145 wt.%, tra parentesi è indicata la quantità teorica attesa nella lega secondo le aggiunte effettuate

Tabella 2.3: Composizione effettiva della lega A e della lega B. Valori espressi in % di peso

2.1.2. Trattamenti termici

Per la fase di solubilizzazione si è utilizzato un forno elettrico a muffola, mentre per l'invecchiamento si è impiegato un forno elettrico a circolazione forzata di aria calda. Le temperature durante tutto il processo di trattamento termico sono state tenute strettamente sotto controllo utilizzando delle termocoppie posizionate in prossimità dei campioni e il tempo indicato comprende sempre le rampe di riscaldamento dei provini. Dopo le operazioni di rimozione della materozza e taglio del canale di colata, 51 grezzi cilindrici (Figura 2.4) per la lega A e 53 per la lega B, da cui si ricavano i provini, hanno subito un trattamento termico T7 [48] secondo il seguente schema:

- Solubilizzazione a 510 ±5°C per 5 h
- Tempra in acqua a 80±5 °C
- Invecchiamento a 210 ±5°C per 5 h

Altre 56 barre cilindriche (Figura 2.4) di lega B sono state, invece, sottoposte a un differente trattamento termico che prevede un doppio step di temperatura sia in solubilizzazione che in invecchiamento, il tempo totale del trattamento è stato

mantenuto uguale a quello precedentemente descritto avendo come idea di non stravolgere le comuni procedure utilizzate:

- Solubilizzazione a 510±5 °C per 3 h e successivamente a 530±5 °C per 2 h
- Tempra in acqua a 80±5 °C
- Invecchiamento a 180±5 °C per 3 h e successivamente a 210±5 °C per 2 h

Per semplicità, da ora in poi ci si riferirà ai due diversi trattamenti termici applicati utilizzando la dicitura "B" per identificare la lega rafforzata con gli elementi di transizione e il trattamento termico standard analogo a quello applicato alla lega A, mentre si utilizzerà la dicitura "B2" per identificare i provini sempre costituiti dalla lega con micro-aggiunte di V e Zr, ma che hanno subito il trattamento termico con doppio step di temperatura sia in solubilizzazione che in invecchiamento. Per maggiore chiarezza si rimanda alla Tabella 2.5.

		Solubilizz	zazione	Tem	pra	Invecchi	amento
Scenario	Lega	T [°C]	t [h]	Mezzo	T [°C]	T [°C]	t [h]
Α	AlSi7Cu0.5Mg + 0.1%Ti	510 ± 5	5	Acqua	80 ± 5	210	5
В	AlSi7MgCu0.5 + 0.1%Ti + 0.3%V + 0.2%Zr	510 ± 5	5	Acqua	80 ± 5	210	5
Da		510 ± 5	3			180	3
B2	B2 AlSi7MgCu0.5 + 0.1%Ti + 0.3%V + 0.2%Zr		2	Acqua	80 ± 5	210	2

Tabella 2.4: Schema delle leghe e dei trattamenti termici analizzati



Figura 2.4: Provino grezzo a) prima e b) dopo trattamento termico

2.1.3. Specifiche provini

Si sono quindi effettuate le lavorazioni meccaniche per asportazione di truciolo compiute con una macchina a controllo numerico ottenendo così sia la geometria utilizzata per le prove statiche ad alta temperatura (Figure 2.5 e 2.7a), che quella per le prove statiche a temperatura ambiente e per i test a fatica (Figure 2.6 e 2.7b); la prima ha gli afferraggi filettati M12 e diametro del tratto utile di 8 mm al centro, mentre

la seconda ha gli afferraggi lisci di diametro 12 mm e la sezione del tratto utile di diametro 8,5 mm al centro, entrambe le tipologie di provette sono lunghe 175 mm e hanno un tratto utile di 55,8 mm. La rugosità superficiale è stata misurata lungo l'asse del campione con un profilometro superficiale Taylor-Hobson® Surtronic 3+ con una risoluzione di 0,01 μ m. In generale, i campioni utilizzati per i test a fatica hanno esibito un valore Ra (la media aritmetica dei valori assoluti delle deviazioni dell'altezza del profilo dalla linea media) di 0,74 ± 0,08 μ m.



Figura 2.5: Disegno della geometria per i provini sottoposti a prove statiche a 200 e 250 °C (misure in mm)



Figura 2.6: Disegno della geometria per i provini sottoposti a prove a fatica (misure in mm)



Figura 2.7: Provini lavorati a) per le prove a trazione a caldo, b) per le prove a fatica e a trazione a temperatura ambiente

2.2. Caratterizzazione meccanica

2.2.1. Prove statiche

Il piano sperimentale per i test statici prevede l'utilizzo di 42 provini, divisi in gruppi di 14 per ogni scenario (A, B, B2). Per ognuno di essi, 4 campioni sono testati a temperatura ambiente e i 10 rimanenti divisi equamente tra le prove condotte a 200 °C e 250 °C, tutto ciò è riassunto nella Tabella 2.6.

			Тетр	eratura di te	st [°C]
			20	200*	250*
		Provini totali	Numero di	provini per	condizione
Lega A	AlSi7Cu0.5Mg + Ti	14	4	5	5
Lega B	AlSi7Cu0.5Mg + Ti + V + Zr	14	4	5	5
Lega B2	AlSi7Cu0.5Mg + Ti + V + Zr	14	4	5	5

* Test effettuati dopo la permanenza per 20 min alla temperatura di test

Tabella 2.5: Piano sperimentale per le prove statiche

Per effettuare le prove statiche a temperatura ambiente si sono utilizzati i provini con afferraggi lisci (Figura 2.7a) inseriti nella macchina per prove assiali MTS da 50 kN equipaggiata con morse idrauliche, ponendo sul provino un estensometro con apertura iniziale di 25 mm il quale è stato mantenuto sul pezzo per tutta la durata della prova. I test sono stati eseguiti imponendo una velocità di deformazione costante di 1 mm/min.

I test statici alle temperature di 200 °C e 250 °C sono stati eseguiti con una Zwick Roell z100 THW da 100 kN equipaggiata con forno a tre zone che può operare fino a 1200°C e 3 termocoppie a contatto che misurano la temperatura del provino ai due estremi e al centro della zona utile (tolleranza ± 3 °C), aspetto fondamentale per garantire l'uniformità della temperatura sul provino testato. Per evitare il rischio di scivolamento dagli afferraggi durante la fase di test, questa macchina è equipaggiata con teste filettate che hanno imposto una geometria differente dei provini nella zona degli afferraggi (Figura 2.7b). In questo caso è stato applicato un estensometro a contatto in ceramico adatto alle prove a caldo fino a 1500 °C con apertura iniziale di 50 mm (Figura 2.8). Per effettuare i test ad alta temperatura il provino veniva inserito nella macchina di prova e portato, in circa 30 minuti, a 200 °C o 250 °C. Dal raggiungimento della temperatura target del test si faceva partire il mantenimento per 20 minuti prima di iniziare il test effettivo, questo tempo è consigliato da normativa al fine di portare la temperatura del campione ad uniformarsi sia in superficie sia a cuore e dunque ottenere delle condizioni controllate. Questi test sono stati condotti, rispettando la normativa ASTM E21-17, con una velocità di deformazione costante pari a 0,00025 1/s e ponendo sul provino un estensometro con apertura iniziale di 50 mm. Durante la prova l'estensometro rimaneva a contatto con il campione fino ad un allungamento pari all'1,1 %, da quel momento in poi veniva ritratto e la macchina commutava la lettura degli spostamenti con i valori provenienti dal sensore della traversa mobile. Per questo motivo gli allungamenti finali a rottura sono stati calcolati accostando il provino nella zona di rottura e andando a misurare la distanza tra due marker disegnati prima della prova sul tratto utile del provino a una distanza di 50mm.



Figura 2.8: Provino collocato nella Zwick Roell z100 THW prima della prova di trazione ad alta temperatura

Svolte le prove e ottenuti i valori di spostamento, forza e deformazione per ogni provino si applicano le definizioni ingegneristiche di sforzo e deformazione, da questa

elaborazione si possono estrapolare i valori utili alla caratterizzazione del materiale: il modulo di Young (E), la tensione di snervamento calcolata come carico unitario di scostamento dalla proporzionalità allo 0,2% ($\sigma_{p0.2}$), la tensione di rottura (σ_R) e l'allungamento percentuale a rottura (E%).

2.2.2. Prove a fatica

Le prove a fatica si sono svolte al "laboratorio di fatica, frattura e caratterizzazione meccanica" presso il "Dipartimento di Ingegneria Meccanica e Industriale" della Norwegian University of Science and Technology (NTNU) – Trondheim.

Le prove sono state realizzate con la macchina servoidraulica MTS 370 Landmark Servohydraulic Test System (Figura 2.9) con attuatore integrato nella base,



Figura 2.9: MTS 370 Landmark Servohydraulic Test System equipaggiata con una camera climatica MTS 651.06E-03

equipaggiata con una cella di carico MTS 661.20H-02 da 50kN e delle morse idrauliche MTS 647.10A. Il provino è così ancorato ad una testa statica superiore e una testa mobile inferiore. Per eseguire le prove a caldo è stato necessario attrezzare la macchina di prova con una camera climatica MTS 651.06E-03 capace di operare tra i -129°C e i 316°C.

Tutti i campioni, sia per le prove a temperatura ambiente sia per quelle ad alta temperatura, sono stati sottoposti alle prove di fatica a trazione assiale in controllo di forza, secondo un ciclo sinusoidale con rapporto di carico R = 0.01 (Figura 2.10) e frequenza impostata a 20 Hz in modo da eseguire correttamente l'andamento del carico applicato. Il rapporto di carico R si definisce come rapporto tra la tensione minima e la tensione massima applicata durante un ciclo ($R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$). Si è scelto R=0.01 rispetto al più comune R=1 perché risulta essere il più gravoso e permette di avere il provino sempre in trazione prevenendo problemi di buckling.



Figura 2.10: Rappresentazione cicli ad ampiezza costante con rapporto di carico R=0.01

Il piano sperimentale per i test a fatica prevede l'utilizzo di 108 provini che si dividono in 36 per ogni lega (A, B, B2), divisi equamente tra le 3 diverse temperature di prova (20 °C, 200 °C, 250 °C), come riassunto nella Tabella 2.7.

			Temp	eratura di te	st [°C]
			20	200*	250*
		Provini totali	Numero di	i provini per	condizione
Lega A	AlSi7Cu0.5Mg + Ti	36	12	12	12
Lega B	AlSi7Cu0.5Mg + Ti + V + Zr	36	12	12	12
Lega B2	AlSi7Cu0.5Mg + Ti + V + Zr	36	12	12	12

^{*} Test effettuati dopo la permanenza per 0.5h alla temperatura di test

Tabella 2.6: Piano sperimentale per le prove a fatica

Idealmente per tracciare le curve a fatica si è cercato di scegliere 4 livelli di carico e ripetere 3 prove per ognuno di questi al fine di ottenere un buon livello di ripetibilità dei test a fatica, come mostrato in Figura 2.11.



Figura 2.11: Simulazione di una curva a fatica ricavata dai dati sperimentali

La macchina è stata preparata inizialmente fissando sulle teste, tramite delle molle, le morse per provini tondi di diametro compreso nel range 10,92 mm - 16,51 mm, avendo cura di applicare sul retro degli afferraggi del lubrificante solido a base di bisolfuro di molibdeno per proteggere gli afferraggi da usura e ossidazione anche durante le prove ad alta temperatura. Si è proceduto fissando poco per volta il provino sulle morse idrauliche della macchina verificando di volta in volta che venisse mantenuto l'allineamento e cambiando l'impostazione della macchina da controllo di spostamento in controllo di forza nel momento in cui ambo le morse vanno in presa, imponendo quindi alla cella di carico di rispettare il vincolo di forza nulla per non trasferire carichi al campione.

Le prove a tempertatura ambiente si sono svolte in aria libera con una temperatura intorno ai 20 °C, mentre per le prove a 200 °C e a 250 °C si è posizionata sulla macchina di prova la camera climatica che, utilizzando il sistema a circolo forzato di aria calda (Figura 2.12), permette al provino di raggiungere la temperatura desiderata rapidamente ed uniformemente, mantenendo stabile la temperatura impostata all'interno della camera. Per i test ad alta temperatura si sono aspettati 30 minuti dal momento di inserimento del campione nella camera climatica, già portata alla temperatura target, al momento di avvio del test.



Figura 2.12: Schema camera climatica MTS 651.06E-03

Per avviare la prova si sono inseriti nel software Multipurpose Elite MTS FlexTest 40 i valori di carico massimo e minimo da applicare al provino e la frequenza di svolgimento della prova. I valori di carico F_{max} e F_{min} da inserire come input alla macchina di prova (espressi in N) si calcolano dall'ampiezza di sollecitazione (σ_a) a cui si vuole sottoporre il provino, dal rapporto di ciclo fissato a R = 0,01 e dalla sezione nel tratto utile del provino (A), secondo le seguenti equazioni:

$$\sigma_a = \frac{F_a}{A} \tag{2.3}$$

$$F_a = \frac{F_{max} - F_{min}}{2} \tag{2.4}$$

$$R = \frac{F_{min}}{F_{max}} \tag{2.5}$$

La prova termina quando avviene la rottura del pezzo (Figura 2.13) o quando si superano i $2 \cdot 10^6$ cicli senza che il provino si rompa, in tal caso si ottiene un "runout" e si interrompe manualmente la prova perché oltre tale limite la pendenza della curva di fatica varia significativamente entrando nel campo VHCF (Very High Cycle Fatigue) e dunque tale risultato non sarebbe utilizzabile per la costruzione delle curve di fatica HCF. Tutte le prove a fatica, da quando è iniziata l'applicazione del ciclo sinusoidale, hanno avuto una durata compresa tra i 500 s (circa 8 min) e i 100'000 s

(circa 28 h), rispettivamente per i campioni che hanno ceduto a 10'000 cicli e per i runout che sono sopravvissuti a $2 \cdot 10^6$ cicli.



Figura 2.13: Dettaglio provino arrivato a rottura

I risultati dei test a fatica sono espressi come una curva σ_a -N che interpola i dati sperimentali tracciati in opportune coordinate, solitamente logaritmiche. Si è proceduto con il creare il diagramma di Wöhler che esprime il comportamento della vita a fatica del materiale testato. Le prove a fatica mostrano una certa dispersione statistica, infatti si è reso necessario testare una sufficiente quantità di provini affinché i valori delle proprietà determinate si avvicinino significativamente al reale comportamento del materiale.

La dispersione dei dati scaturisce da diversi fattori, tra i quali:

- la modalità di preparazione dei provini che include le varie operazioni: dalla colata negli stampi, alla lavorazione meccanica passando per i trattamenti termici;
- l'eterogeneità del materiale: associata alla sua struttura, alla composizione chimica, alla presenza di fasi secondarie, segregazioni o impurità;

- l'incertezza nel carico applicato, nel montaggio dei provini sulla macchina di prova, nella frequenza dei cicli, ecc.
- l'influenza della variabilità delle condizioni al contorno sia durante le fasi di produzione dei provini che durante le fasi di test.

Dunque, la vita di un materiale ad una determinata ampiezza di sollecitazione non può essere raffigurata da un punto, bensì da una distribuzione statistica rispetto al numero di cicli a rottura N. Infatti, ciò che si andrà a descrivere non è una semplice curva ma una famiglia di curve a probabilità di sopravvivenza (PS) costante, come si può osservare in Figura 2.14.



Figura 2.14: curve di Wöhler al 90%, 50% e 10% di sopravvivenza in scala doppio logaritmica

Per analizzare i dati ricavati dalle prove sperimentali è quindi necessaria una stima statistica che possa studiare la loro dispersione. Per fare ciò è stata utilizzata la procedura secondo normativa BS ISO 12107:2003.

Per la costruzione del tratto inclinato della curva di Wöhler media per una serie di provini si è usato come modello matematico un'equazione lineare della forma:

$$x = b - ay \tag{2.6}$$

Dove:

$$x = logN \tag{2.7}$$

$$y = \log \sigma_a \tag{2.8}$$

mentre *a*, *b* sono costanti ricavabili rispettivamente da:

$$a = -\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^{n} (y_i - \bar{y})^2}$$
(2.9)

$$b = \bar{x} + a\bar{y} \tag{2.10}$$

Con:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i \tag{2.11}$$

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} y_i$$
 (2.12)

Dove x_i e y_i indicano rispettivamente il numero di cicli a rottura e l'ampiezza di sollecitazione del provino i-esimo testato e n è in numero di provini.

La costante *a* rappresenta la pendenza inversa della retta ovvero il tratto inclinato della curva di Wöhler, espressa in letteratura dalla lettera k.

La dispersione dei dati intorno alla retta trovata viene espressa dalla deviazione standard, che risulta:

$$\hat{\sigma}_{x} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} [x_{i} - (b - ay_{i})]^{2}}{n - 2}}$$
(2.13)

 $\operatorname{con} n - 2 = \nu$ gradi di libertà.

Una volta che si conosce l'equazione della retta è possibile trovare l'ampiezza di tensione a rottura ad un determinato numero di cicli o il numero di cicli a rottura ad una determinata ampiezza di sollecitazione, si può quindi esaminare il comportamento a fatica del materiale.

Tali valori si riferiscono però ad una probabilità di sopravvivenza del 50%, risulta dunque necessaria la costruzione delle rette a probabilità di sopravvivenza del 10% e 90% per la realizzazione del diagramma di Wöhler completo. La normativa utilizzata

permette di individuare il numero di cicli a rottura per una determinata sollecitazione ad una probabilità di sopravvivenza del 10% e 90% tramite la seguente equazione:

$$\hat{X}_{(P,1-\alpha,n-2)} = b - ay \pm k_{(P,1-\alpha,n-2)} \hat{\sigma}_x \sqrt{1 + \frac{1}{n} \pm \frac{(y-\bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} \quad (2.14)$$

Dove $k_{(P,1-\alpha,n-2)}$ è il coefficiente per il limite di tolleranza unilaterale per una normale distribuzione di probabilità. Tale valore è dato dalla Tabella 2.8 in funzione della probabilità di rottura P%, del livello di confidenza 1- α (%) che in questo caso è stato considerato a 95% e del numero di gradi di libertà v considerato. Alla radice che compare nel terzo termine si attribuisce valore unitario poiché, a causa del termine in y², se si interpola un determinato numero di punti si giunge ad una curva piuttosto che ad una retta. L'equazione dunque assume la seguente forma:

$$\hat{X}_{(P,1-\alpha,n-2)} = b - ay \pm k_{(P,1-\alpha,n-2)}\hat{\sigma}_x$$
(2.15)

Dove si considera il segno positivo al terzo termine per una probabilità di sopravvivenza del 10% e il segno negativo per una probabilità del 90%.

Number of				Probabil	ity, P (%)			
degrees of	1	0		5	1	I	0,	,1
freedom			С	onfidence le	evel, 1 – α(%	6)		
v	90	95	90	95	90	95	90	95
2	4,258	6,158	5,310	7,655	7,340	10,55	9,651	13,86
3	3,187	4,163	3,957	5,145	5,437	7,042	7,128	9,215
4	2,742	3,407	3,400	4,202	4,666	5,741	6,112	7,501
5	2,494	3,006	3,091	3,707	4,242	5,062	5,556	6,612
6	2,333	2,755	2,894	3,399	3,972	4,641	5,301	6,061
7	2,219	2,582	2,755	3,188	3,783	4,353	4,955	5,686
8	2,133	2,454	2,649	3,031	3,641	4,143	4,772	5,414
9	2,065	2,355	2,568	2,911	3,532	3,981	4,629	5,203
10	2,012	2,275	2,503	2,815	3,444	3,852	4,515	5,036
11	1,966	2,210	2,448	2,736	3,370	3,747	4,420	4,900
12	1,928	2,155	2,403	2,670	3,310	3,659	4,341	4,787
13	1,895	2,108	2,363	2,614	3,257	3,585	4,274	4,690
14	1,866	2,068	2,329	2,566	3,212	3,520	4,215	4,607
15	1,842	2,032	2,299	2,523	3,172	3,463	4,164	4,534

Tabella 2.7: Coefficiente $k_{(P, 1-\alpha, n-2)}$ per il limite di tolleranza unilaterale per una distribuzione normale di probabilità [41]

Una volta trovati per una data ampiezza di tensione il numero di cicli con probabilità di sopravvivenza a 10% e 90%, è possibile determinare il coefficiente di dispersione in vita T_scome:

$$T_N = \frac{N_{10\%}}{N_{90\%}} \tag{2.16}$$

e il coefficiente di dispersione in tensione T_{σ} come:

$$T_{\sigma} = T_N^{1/k} \tag{2.17}$$

Quest'ultima equazione si ricava dalla definizione di To:

$$T_{\sigma} = \frac{\sigma_{10\%}}{\sigma_{90\%}} \tag{2.18}$$

in cui $\sigma_{10\%}$ e $\sigma_{90\%}$ rappresentano rispettivamente il limite di fatica ad una probabilità di sopravvivenza del 10% e 90%.

Secondo la procedura riportata si sono tracciati tutti i diagrammi di Wöhler consultabili nel capitolo successivo.

2.3. Analisi microstrutturale

L'analisi microstrutturale è stata condotta sui provini dei test a fatica per le leghe A, B e B2, per ognuna di queste si è andato ad analizzare un provino testato a 20 °C e arrivato a rottura tra i 700'000 e gli 800'000 cicli. Sempre per ognuna delle tre le leghe in esame, sono stati analizzati due campioni che hanno ceduto durante le prove di fatica a 200°C, uno che è sopravvissuto tra i 45'000 e i 65'000 cicli, ossia che è rimasto alla temperatura di prova per circa 1 h, e un secondo che è ceduto intorno ad $1 \cdot 10^6$ di cicli, cioè che è rimasto alla temperatura di test per circa 15 h (quindi in totale sono stati presi in esami 6 provini precedentemente testati a 200°C). Lo stesso metodo di selezione è stata operato per la scelta dei 6 provini da analizzare che erano stati testati a 250 °C.

I provini selezionati sono stati tagliati a circa 10mm dalla zona di cedimento e ne sono state accostate le estremità per osservarne le superfici di frattura, come mostrato in Figura 2.15. Si è poi estratta una sezione trasversale lontano della zona di frattura per eseguire le indagini metallografiche e i test meccanici dopo essere stati inglobati a caldo in resina epossidica. A seguito di tale operazione si è provveduto, tramite asportazione di materiale con carta abrasiva P180, a raggiungere la sezione a metà del

diametro del provino per osservare la zona di innesco della cricca e la zona di rottura statica che erano state preventivamente riconosciute e opportunamente orientate nel piatto dell'inglobatrice.



Figura 2.15: Provino con indicate le zone di prelievo utilizzate per le analisi

Per operare successivamente le osservazioni microstrutturali si è effettuata una sgrossatura iniziale con le carte abrasive (SiC) seguendo numeri di granulometria crescente (P180, P600, P1200, P2400), successivamente si è passati alla finitura con la pasta diamantata da 6 μ m e per concludere si è arrivati alla lucidatura a specchio con una sospensione di ossido di silice colloidale.

La microstruttura è stata, quindi, analizzata con un microscopio ottico dotato di un opportuno software Leica per condurre analisi di immagine. Si è misurata la spaziatura tra i rami secondari delle dendriti (SDAS) determinata con la media ottenuta da 40 misurazioni per ogni campione.

Le micrografie per l'analisi del Si eutettico sono state modificate digitalmente convertendole in scala di grigi prima di esaminarle con il software. Sono state poi vagliate selezionando un'opportuna soglia di grigio al fine di andare ad individuare solo il silicio, si è impostata la soglia minima di campionamento a 50 pixel (con

calibrazione di 1 pixel = $0,058 \ \mu m$) e si è ridotta l'area di indagine per non comprendere la barra di misura, come è visibile nella Figura 2.16. Sono stati così acquisiti i dati di diametro equivalente e rapporto di aspetto delle particelle di silicio eutettico, questi valori sono stati determinati su 1000 particelle per campione.



Figura 2.16: a) una micrografia della lega A in scala di grigi a 500x, b) la stessa micrografia dopo l'elaborazione software

Visto che tali dati non seguono una distribuzione normale si sono analizzati con il software di analisi statistica Minitab secondo la distribuzione lognormale a tre parametri che rispetta la seguente equazione di densità:

$$f(x) = \frac{1}{(x-\tau)\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(\ln(x-\tau)-\mu)^2}{2\sigma^2}\right]$$
(2.19)

dove τ è il parametro di soglia, σ quello di forma e μ è la scala. Si noti che la soglia, τ , per l'analisi di diametro equivalente è pari a zero, riducendo l'equazione a una distribuzione lognormale a due parametri. Si è dunque potuto calcolare la media per una distribuzione lognormale a tre parametri come:

$$\bar{x} = \tau + \exp\left[\mu + \frac{\sigma^2}{2}\right]$$
(2.20)

I campioni, dopo essere stati rilucidati fino agli ossidi di silice colloidale, sono stati sottoposti all'attacco elettrochimico denominato "Barker", questo è stato effettuato utilizzando una soluzione con 5 ml di acido tetrafluoroborico (HBF₄) concentrato al 50% in 100 ml di acqua in cui si immergeva il campione che veniva sottoposto a una tensione di 20 V per 20 s. Questo attacco viene utilizzato per mettere in risalto i grani tramite luce polarizzata e ha consentito, quindi, di calcolare la misura media dei grani con il metodo dei segmenti, tale procedimento consiste nel tracciare delle linee di lunghezza nota sulle micrografie analizzate e dividere questa misura per il numero di

grani intercettati meno uno. Con lo stesso attacco si sono messi in risalto i grani anche sulle zone di frattura al fine di determinare se queste fossero intergranulari o transgranulari.

Sono stati eseguite delle prove di durezza sui campioni estratti da zone lontane dalle superfici di frattura, operando su di essi dei test Brinell usando un carico di 62.5 kgf e un penetratore sferico in acciaio temprato da 2.5 mm di diametro, lasciando il carico per 10 secondi al fine di evitare ritorno elastico (HBS 2.5/62.5/10). Per ogni provino sono state effettuate 3 misure e se ne è calcolata la media.

Si sono eseguite anche prove di microdurezza Vickers sulla matrice utilizzando un carico da 5 g e aspettando 15 secondi per la fase di mantenimento del carico (HV 5/15). Per ogni campione si sono eseguite 10 misure e se ne è calcolata la media.

Infine, i campioni testati a fatica a 20 °C e 250 °C delle leghe A, B e B2 sono stati osservati con gli elettroni retrodiffusi (BSE) al microscopio elettronico a scansione (SEM) per poterne mappare le fasi e avere informazioni sulla composizione chimica tramite la spettroscopia in dispersione di energia (EDS).

Con gli elettroni secondari (SE) si sono analizzate le superfici di frattura per osservare le cause di innesco della cricca e la sua propagazione. Per poter osservare i precipitati all'interno della matrice nei campioni, estratti da zone lontane dalla zona di cedimento, delle leghe A, B e B2 testati a fatica sia a 20 °C sia a 250 °C, questi sono stati attaccati chimicamente immergendoli per 10 s in una soluzione a 70 °C composta da 10 g di idrossido di sodio (NaOH) sciolti in 90 ml di acqua. L'attacco corrodendo leggermente la matrice ha permesso di mettere in risalto i precipitati e osservarli al SEM tramite gli elettroni secondari.

CAPITOLO 3:

CARATTERIZZAZIONE MECCANICA

In questo capitolo si andranno ad esporre i risultati ottenuti dalle prove sperimentali che hanno permesso la caratterizzazione meccanica delle leghe in analisi. Per tale esposizione si seguirà uno schema comune per i tre scenari presentati: esposizione dell'analisi chimica risultante dalla procedura di fusione e colata, presentazione dei risultati delle prove statiche e successivamente dei test a fatica. Durante i test i provini sono stati ridistribuiti rispetto al piano precedentemente descritto per ottimizzare l'indagine condotta con il numero di provini a disposizione, in modo da avere maggiori informazioni dove la possibilità di dispersione statistica aumenta. Dei risultati scartati, la maggior parte non sono stati considerati validi perché la rottura è avvenuta in campo oligociclico e quindi sono dati non utilizzabili per la determinazione delle curve di fatica ad alto numero di cicli. Al contrario, un minor numero di provini è stato scartato a causa di difetti osservati sulla superficie di frattura. Per consultare le tabelle delle prove statiche si rimanda all'appendice A, invece per i valori numerici relativi ai diagrammi di Wöhler si rimanda all'appendice B.

3.1. Lega A (AlSi7Cu0.5Mg + Ti)

Nella Tabella 3.1 si può osservare la composizione chimica risultante per la lega A calcolata come media di 4 colate, per ognuna di queste sono state compiute 6 misurazioni allo spettrometro di massa di cui 3 sul campione di inizio e 3 sul campione di fine colata.

	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Ni	Ti	Sr	V	Zr
Media	bal.	7,14	0,073	0,59	0,001	0,387	0,0032	0,0047	0,0056	0,118	0,0132	0,0097	0,0026
Dev. St.	-	0,13	0,005	0,02	0,001	0,010	0,0024	0,0013	0,0007	0,003	0,0009	0,0013	0,0012

Tabella 3.1: Composizione chimica della lega A (wt.%)

Rispetto alle prove pianificate due provini sono stati scartati a causa di un'eccessiva deformazione avvenuta durante il processo di tempra, si è quindi ridotto in numero complessivo di campioni dedicato alle prove statiche.

La Tabella 3.2 riporta i risultati delle prove statiche a trazione per la lega A. Da questa si può notare che il valore di UTS passa da 298 MPa per la prova a temperatura ambiente ai 203 MPa e ai 167 MPa rispettivamente per le prove a 200 °C e 250 °C, mentre YS ha una riduzione proporzionalmente inferiore, da 247 MPa delle prove a 20° C ai 196 MPa e 163 MPa rispettivamente per i 200 °C e i 250 °C. Questo comportamento insieme al valore dell'indice di incrudimento (n), che diminuisce in modo sostanziale all'aumentare della temperatura, sottolinea come il materiale perda capacità di incrudire facendo registrare una risposta più plastica quando si sale di temperatura. L'allungamento percentuale vede il suo punto di massimo a 200 °C, indicando la temperatura dove il materiale è più duttile, arrivando a 250 °C, invece, si nota come il materiale sia al limite delle sue caratteristiche poiché perde sia in resistenza meccanica che in duttilità.

		YS [MPa]	UTS [MPa]	El%	E [MPa]	K [MPa]	n
20°C	Media	247	298	8,5	71758	396	0,080
-• •	Dev. St.	5	4	0,9	176	5	0,001
200°C	Media	196	203	12	65576	233	0,030
200 0	Dev. St.	2	2	1,6	1257	5	0,005
250°C	Media	163	167	9,6	63074	186	0,021
-00 C	Dev. St.	1	2	1,9	364	1	0,002

Tabella 3.2: Risultati delle prove statiche effettuate sulla lega A a 20 °C, 200 °C e 250 °C

Si riporta per i test a fatica la Tabella 3.3 riassuntiva delle prove compiute. Come si può notare sono stati scartati 5 risultati, 4 di questi non sono stati considerati buoni perché contenevano al loro interno macro-difetti che hanno influito significativamente sul comportamento a fatica, mentre 1 è stato testato a una tensione troppo elevata e dunque la prova era da considerarsi a LCF e non rappresentativa della sollecitazione tipica dei test HCF. Come conseguenza due dei provini dedicati alle prove a temperatura ambiente sono stati invece utilizzati per ridurre la dispersione statistica sui test a 200 °C e a 250 °C, dove maggiormente si concentra l'interesse di questo lavoro. Nella serie a 200 °C tra le prove valide è stato individuato anche un runout.

Temperatura	Provini	Provini	Risultati	Prove	Runout
di prova	pianificati	testati	scartati	valide	
20°C	12	10	1	9	0
200°C	12	13	2	11	1
250°C	12	13	2	11	0

Tabella 3.3: Quadro riassuntivo delle prove effettuate per la lega A

Si riportano nelle Figure 3.1, 3.2 e 3.3 i diagrammi con i risultati ottenuti; come è osservabile all'aumentare dell'ampiezza di tensione la vita a fatica diminuisce. La dispersione statistica in tensione (T_{σ}) ricavata come rapporto tra lo stress alla probabilità di sopravvivenza (PS) del 10% e del 90% è pari a 1,42 per i test a temperatura ambiente e 1,34 per le prove a 200 °C e 250 °C, questi valori sono comuni ed accettabili per la tipologia di prove condotte. La dispersione statistica è leggermente più elevata nella serie a 20 °C in virtù del fatto che si è ridotto il numero di provini testati a favore dei test ad alta temperatura.

La pendenza inversa della curva (k) passa da 4,77, a 6,78, a 7,28 aumentando progressivamente la temperatura, questo, di conseguenza, fa aumentare il limite dell'ampiezza di tensione ai $2 \cdot 10^6$ cicli per la curva a PS 50% passando dai 51 MPa della temperatura ambiente ai 60 MPa a 200 °C e ai 54 MPa a 250 °C. Questo è principalmente dovuto alla maggiore duttilità del materiale alle alte temperature che porta a una ridistribuzione su un'area più grande della tensione di picco elastico. Nel passaggio tra i risultati a 200 °C e a 250 °C non si nota una sostanziale differenza della pendenza inversa della curva (k), piuttosto si può assistere a una traslazione verso il basso della retta alla PS 50%, indice di una generale perdita di prestazioni del materiale tra le due temperature in esame.



Figura 3.1: Diagramma di Wöhler per la lega A testata a 20 °C



Figura 3.2: Diagramma di Wöhler per la lega A testata a 200 °C


Figura 3.3: Diagramma di Wöhler per la lega A testata a 250 °C

3.2. Lega B (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)

Nella Tabella 3.4 si può osservare la composizione chimica risultante per la lega B calcolata come media di 8 colate, per ognuna di queste sono state compiute 6 misurazioni allo spettrometro di massa di cui 3 sul campione di inizio e 3 sul campione di fine colata. Come è possibile osservare, rispetto alla lega A, le differenze significative sono da imputarsi alle micro-aggiunte di V e Zr rispettivamente nelle quantità di 0,3 wt.% e 0,225 wt.%.

	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Ni	Ti	Sr	V	Zr
Media	bal.	7,19	0,190	0,62	0,003	0,344	0,0032	0,0355	0,0226	0,114	0,0125	0,3	0,2248
Dev. St	-	0,11	0,036	0,02	0,001	0,013	0,0008	0,0097	0,0075	0,002	0,0012	-	0,0241

Tabella 3.4: Composizione chimica della lega B (wt.%)

La Tabella 3.5 riporta i risultati delle prove statiche a trazione per la lega B. Da questa si può notare che il valore di UTS passa da 307 MPa per la prova a temperatura ambiente ai 209 MPa e ai 170 MPa rispettivamente per le prove a 200 °C e 250 °C, mentre YS ha una riduzione proporzionalmente inferiore, da 252 MPa delle prove a 20° C ai 200 MPa e 161 MPa rispettivamente per i 200 °C e i 250 °C. Come già descritto per la lega A, insieme al valore dell'indice di incrudimento (n), che

diminuisce in modo sostanziale all'aumentare della temperatura, sottolinea come il materiale perda capacità di incrudire facendo registrare una risposta più plastica quando si sale di temperatura. Al diminuire della resistenza del materiale vi è un incremento dell'allungamento percentuale, questo indica che all'aumentare della temperatura il materiale esibisce un comportamento più duttile. L'aumento della dispersione nei risultati potrebbe essere dovuto alla maggiore incidenza dei difetti dovuti dalla presenza di V e Zr, che portano più facilmente all'ossidazione della lega.

		YS [MPa]	UTS [MPa]	El%	E [MPa]	K [MPa]	n
20°C	Media	252	307	6,8	72186	406	0,079
20 C	Dev. St.	1	5	3,6	1123	10	0,006
200°C	Media	200	209	7,5	66170	242	0,030
	Dev. St.	5	4	2,0	1767	4	0,002
250°C	Media	161	170	10,9	62702	182	0,016
200 0	Dev. St.	4	5	1,5	322	5	0,008

Tabella 3.5: Risultati delle prove statiche effettuate sulla lega B a 20 °C, 200 °C e 250 °C

Si riporta per i test a fatica la Tabella 3.6 riassuntiva delle prove compiute. Come si può notare sono stati scartati 4 risultati, 2 di questi non sono stati considerati buoni perché contenevano al loro interno macro-difetti che hanno influito significativamente sul comportamento a fatica, mentre altri 2 sono stati testati a una tensione troppo elevata e dunque si è entrati nel campo LCF. Un provino dedicato alle prove a temperatura ambiente e altri tre colati in eccedenza sono stati utilizzati per ridurre la dispersione statistica sui test a 200 °C e a 250 °C, dove maggiormente si concentra l'interesse di questo lavoro. Nelle serie a 200 °C e a 250 °C sono stati individuati tra le prove valide anche 2 e 1 runout, rispettivamente.

Temperatura	Provini	Provini	Risultati	Prove	Runout
di prova	pianificati	testati	scartati	valide	
20°C	12	11	-	11	0
200°C	12	14	3	11	2
250°C	12	14	1	13	1

Tabella 3.6: Quadro riassuntivo delle prove effettuate per la lega B

Si riportano nelle Figure 3.4, 3.5 e 3.6 i diagrammi con i risultati ottenuti; come già osservato per la lega A all'aumentare dell'ampiezza di tensione la vita a fatica

diminuisce. La dispersione statistica in tensione (T_{σ}) è pari a 1,55 per i test a temperatura ambiente e 1,31 per le prove a 200 °C e 1,26 a 250 °C, questi valori sono comuni ed accettabili per la tipologia di prove condotte. La dispersione statistica è leggermente più elevata nella serie a 20 °C in virtù del fatto che una prova testata a 80 MPa ha mostrato una vita a fatica particolarmente elevata.

La pendenza inversa della curva (k) passa da 4,77, a 6,78, a 7,28 aumentando progressivamente la temperatura, questo, di conseguenza, fa aumentare il limite dell'ampiezza di tensione ai $2 \cdot 10^6$ cicli per la curva a PS 50% passando dai 50 MPa della temperatura ambiente ai 59 MPa a 200 °C e ritornando a 50 MPa a 250 °C. Sia questo andamento, sia la traslazione verso il basso delle rette tra i 200 °C e i 250 °C si spiegano in modo analogo a quanto già descritto per la lega A.



Figura 3.4: Diagramma di Wöhler per la lega B testata a 20 °C



Figura 3.5: Diagramma di Wöhler per la lega B testata a 200 °C



Figura 3.6: Diagramma di Wöhler per la lega B testata a 250 °C

3.3. Lega B2 (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)

Poiché la lega B2 differisce dalla B solo per il trattamento termico e non per la composizione chimica si rimanda alla Tabella 3.4 e quanto descritto in precedenza.

La Tabella 3.7 riporta i risultati delle prove statiche a trazione per la lega B2. Da questa si può notare che il valore di UTS passa da 329 MPa per la prova a temperatura ambiente ai 228 MPa e ai 176 MPa rispettivamente per le prove a 200 °C e 250 °C, mentre YS ha una riduzione proporzionalmente inferiore, da 269 MPa delle prove a 20° C ai 215 MPa e 172 MPa rispettivamente per i 200 °C e i 250 °C. Gli andamenti relativi alle diverse temperature sono analoghi alla lega B e dunque si rimanda a quanto già osservato precedentemente, nel paragrafo 3.4.1 invece si confrontano i comportamenti delle tre leghe alle tre temperature di prova.

		YS [MPa]	UTS [MPa]	El%	E [MPa]	K [MPa]	n
20°C	Media	269	329	5,4	73942	442	0,081
20 C	Dev. St.	2	3	1,6	1087	6	0,003
200°C	Media	215	228	7,8	63326	271	0,036
	Dev. St.	2	3	0,9	1035	4	0,01
250°C	Media	172	176	9,3	63154	193	0,018
-00 0	Dev. St.	3	4	0,6	318	4	0,001

Tabella 3.7: Risultati delle prove statiche effettuate sulla lega B2 a 20 °C, 200 °C e 250 °C

Si riporta per i test a fatica la Tabella 3.8 riassuntiva delle prove compiute. Come si può notare sono stati scartati 12 risultati, tutti causati da difetti riscontrati sulla superficie di frattura dei provini, si è quindi assistito ad un incremento dell'incidenza delle anomalie presenti. Ad ogni modo si sono riuscite a compiere un numero sufficiente di prove grazie all'abbondante numero di provini preparati per questa lega. Delle prove valide a 20 °C e a 200 °C si è riscontrato un runout per condizione.

Nella serie di dati B2 a 250°C si è utilizzato, come fosse un normale provino rotto, il dato di un test che è arrivato a frattura superando di poco il limite dei $2 \cdot 10^6$ cicli, questo è stato fatto seguendo il buon senso e la naturale incertezza dei dati sperimentali.

Temperatura	Provini	Provini	Risultati	Prove	Runout
di prova	pianificati	testati	scartati	valide	
20°C	12	14	4	10	1
200°C	12	14	4	10	1
250°C	12	14	4	10	-

Tabella 3.8: Quadro riassuntivo delle prove effettuate per la lega B

Si riportano nelle Figure 3.7, 3.8 e 3.9 i diagrammi con i risultati ottenuti; come già osservato per le altre leghe all'aumentare dell'ampiezza di tensione la vita a fatica diminuisce. La dispersione statistica in tensione (T_{σ}) è pari a 1,43 per i test a temperatura ambiente e 1,31 per le prove a 200 °C e 1,30 a 250 °C, questi valori sono comuni ed accettabili per la tipologia di prove condotte.

La pendenza inversa della curva (k) passa da 4,25, a 6,93, a 7,40 aumentando progressivamente la temperatura, questo, di conseguenza, fa aumentare il limite dell'ampiezza di tensione ai $2 \cdot 10^6$ cicli per la curva a PS 50% passando dai 48 MPa della temperatura ambiente ai 63 MPa a 200 °C e ai 56 MPa a 250 °C. Sia questo andamento, sia la traslazione verso il basso delle rette tra i 200 °C e i 250 °C si spiegano in modo analogo a quanto già descritto per le altre leghe.



Figura 3.7: Diagramma di Wöhler per la lega B2 testata a 20 °C



Figura 3.8: Diagramma di Wöhler per la lega B2 testata a 200 °C



Figura 3.9: Diagramma di Wöhler per la lega B2 testata a 250 °C

3.4. Confronto

3.4.1. Prove statiche

Per la caratterizzazione meccanica si sono condotte le prove di trazione a 20 °C, a 200 °C e a 250 °C, i valori di snervamento e rottura confermano sia il miglioramento atteso dalle aggiunte di V e Zr, sia quello dovuto al trattamento termico a doppia temperatura di solubilizzazione (510 °C - 3 h + 530 °C - 2 h) e di invecchiamento (180 °C - 3 h + 210 °C - 2 h) Inoltre questo avviene sia a temperatura ambiente, sia a 200 °C, che a 250 °C. La Figura 3.10 mostra che i valori di YS e UTS sono migliori in ogni condizione per la lega modificata rispetto la lega base e questo risulta essere ancora più marcato se si considera la lega B2 con il trattamento termico ottimizzato. Infatti, in questo ultimo caso, YS passa da 247 MPa a 269 MPa a temperatura ambiente, da 196 MPa a 215 MPa a 200 °C e da 163 MPa a 172 MPa a 250 °C, analogamente l'UTS va da 298 MPa a 329 MPa, da 203 MPa a 228 MPa e da 167 a176 MPa rispettivamente a 20 °C, 200 °C e 250 °C. Questo miglioramento va a discapito dell'allungamento sia a temperatura ambiente dove scende da 8,5% a 5,4% che a 200 °C dove passa da 12% della lega base al 7,8% della lega B2. A 250 °C invece le leghe con microaggiunte di V e Zr si portano a pari allungamento rispetto alla lega base. Questo mette alla luce



Figura 3.10: Riepilogo dei parametri di YS, UTS, El%, n delle prove statiche effettuate per le tre leghe in esame testate a 20°C, 200°C e 250°C

come l'aggiunta di elementi di transizione abbia reso il materiale, testato a 20 °C e a 200 °C, più resistente ma meno duttile. Il modulo elastico (E) ha registrato una caduta di circa 10 GPa per tutte e tre le configurazioni nel passare da temperatura ambiente ai 250 °C. L'indice di incrudimento (n) dei tre materiali ha un crollo vertiginoso nel passaggio tra i 20 °C e le alte temperature, questo comporta una sensibile riduzione del divario tra i valori di tensione di snervamento e di rottura.

La Figura 3.11 mostra le curve ingegneristiche σ - ϵ che caratterizzano le tre leghe in esame alle temperature di 20 °C, 200 °C e 250 °C. Si sono anche riportate con delle croci i valori al momento del cedimento per tutti i provini testati, questo è utile per comprendere la dispersione statistica delle prove. Questa informazione permette di osservare, confrontando la Figura 3.11a, b, come le microaggiunte nella lega B abbiano portato all'aumento della dispersione dei dati, soprattutto a 20 °C e a 200 °C, dovuta probabilmente a una maggiore presenza di difetti nei provini. Dalle Figure 3.11b, c è possibile osservare come l'allungamento a rottura aumenti progressivamente con l'aumentare della temperatura, questo è un indice della maggiore duttilità delle leghe a caldo. Invece, nella Figura 3.11a la lega base mostra il massimo allungamento a 200 °C, mentre a 250 °C decrescono sia i valori di resistenza che di deformazione, questo è un indicatore di come il materiale abbia raggiunto le condizioni limite. Confrontando tra di loro i tre grafici di Figura 3.11 è altresì possibile notare come la pendenza della parte plastica della curva, specialmente a 20 °C, aumenti passando dalla lega A alla B e dalla B alla B2. Questo sottolinea come la presenza di precipitati di V e Zr nella matrice, per la le leghe B e B2, abbia aumentato la capacità di incrudimento del materiale. Osservando ancora Figura 3.11 si può affermare che, per tutte le leghe, all'aumentare della temperatura di prova l'innesco del collo di strizione, ossia il punto di massimo della curva, si sposti verso sinistra. Quindi mentre a temperatura ambiente la maggior parte del tempo è spesa in deformazione uniforme del tratto di prova a 250 °C il provino spende la maggior parte del tempo nella deformazione del collo di strizione, indice del passaggio da una tipologia di frattura più fragile a 20 °C a una più duttile alle alte temperature.



Figura 3.11: Grafici σ - ε ingegneristici delle prove a trazione per la lega a) A, b) B e c) B2 testate a 20 °C, 200 °C e 250 °C. Le croci indicano tensione e allungamento a rottura per tutti i campioni testati

3.4.2. Prove a fatica

Nella Figura 3.12 sono stati riportati i dati sperimentali ricavati dalle leghe A, B e B2 a 20 °C ponendo, in un diagramma doppio logaritmico, sull'asse delle ascisse il numero di cicli a rottura e in ordinata l'ampiezza di tensione a cui è stato sottoposto il provino. L'andamento generale vede, come atteso, la riduzione della vita a fatica con l'aumentare della sollecitazione applicata. Ai punti sperimentali si sono sovrapposte le curve a fatica per PS 10%, PS 50% e PS 90% calcolate, secondo normativa, tramite la procedura descritta nel paragrafo 2.2.2. Da queste è stato possibile ricavare le ampiezze di tensione a 10⁴ cicli per PS 50% che risultano essere di 134 MPa, 129 MPa e 135 MPa rispettivamente per la lega A, B e B2. Analogamente si riportano i valori al limite di fatica per 2.10⁶ cicli che sono risultati essere rispettivamente di 60 MPa, 59 MPa e 63 MPa. Per le tre leghe si sono osservati valori analoghi per la pendenza inversa (k) delle rette di fatica che si attestano rispettivamente a 4,77 per la A, 4,93 per la B e 4,25 per la B2. L'insieme dei valori registrati fa si che le curve di fatica a 20 °C siano sostanzialmente sovrapponibili, con valori per lo più compresi nelle reciproche bande di dispersione. I tre indici T_{σ} sono compresi tra 1,42 e 1,55 questo indica una certa uniformità della dispersione dei dati attorno alla curva media.



Figura 3.12: Confronto dei risultati per i test a fatica a 20 °C

Il discostamento più evidente è dato dalla lega B2 per i provini con una vita media intorno ai 10⁴ cicli che registra un incremento di circa il 10% rispetto alla lega base,

questo incremento trova correlazione anche con quanto già osservato con le prove statiche dove la lega B2 mostra tensioni di rottura e snervamento più elevate rispetto alla lega base e alla lega con le microaggiunte di V e Zr e trattamento termico standard. Questo comportamento può essere attribuito alla presenza dei precipitati rafforzanti nella matrice che rallentano il moto delle dislocazioni. Gli altri discostamenti tra le tre leghe testate a 20 °C non possono essere considerati significativi anche alla luce della dispersione statistica insita nelle prove di fatica.

Nella Figura 3.13, che espone i risultati ottenuti alla temperatura di 200 °C, si può vedere come la pendenza della retta di fatica sia diminuita rispetto alle prove eseguite a temperatura ambiente. Infatti, il parametro k è aumentato sensibilmente per tutte e tre le leghe passando a 6,78 per il caso A, 6,75 per B e 6,93 per B2, questo a comportato un aumento del limite di fatica a $2 \cdot 10^6$ cicli che si attesta rispettivamente a 60 MPa, 59 MPa e 63 MPa. Questo comportamento è in linea con l'elaborazione dati effettuata, secondo normativa BS ISO 12107:2003, sui risultati numerici derivati dalle osservazioni sperimentali eseguite durante il lavoro di tesi magistrale di A. De Mori [42] che ha analizzato il comportamento a fatica delle leghe secondarie con >3 wt.% di rame della serie AlSi7Cu3Mg (EN AB-46300) con micro-aggiunte di V e Zr. Come si è visto nelle prove statiche a 200 °C anche a fatica si nota che le differenze di performances tra le tre leghe si sono ulteriormente ridotte rispetto alla temperatura ambiente.



Figura 3.13: Confronto dei risultati per i test a fatica a 200 °C

Ad ogni modo, la lega con prestazioni migliori in tutto il range delle prove HCF è la B2 con un incremento rispetto alla lega base che va dal 2 % al 4 %, differenze così modeste possono essere considerate significative.

Nella Figura 3.14 sono stati riportati i dati sperimentali ricavati dalle leghe A, B e B2 a 250 °C, rispetto a quanto osservato nel passaggio tra i 20 °C e i 200 °C in questo caso la pendenza inversa della retta rimane sostanzialmente invariata rispetto ai 200 °C, i valori di k si attestano a 7,28 per la lega A, 6,4 per la B e 7,4 per la B2. Dunque, rispetto ai 200 °C si osserva una traslazione rigida verso il basso delle tre curve di fatica che evidenzia un calo generale delle proprietà meccaniche a fatica dovuto all'aumento di temperatura. L'ampiezza di tensione al limite a fatica per $2 \cdot 10^6$ cicli quindi si riduce a 54 MPa, 50 MPa e 56 MPa rispettivamente per le tre leghe in esame, questo riporta tali limiti vicino ai valori osservati a temperatura ambiente. Invece, per valori di sollecitazione più elevata si nota una netta riduzione della vita a fatica rispetto alle prove condotte a 20 °C. Le tre leghe a 250° C mostrano comportamenti analoghi sia in termini di vita a fatica che di dispersione statistica attorno alla linea media osservabile dai valori di T_{σ} compresi tra 1,26 e 1,34. Il discostamento maggiore dalla lega base è a carico della lega B che al limite di fatica a $2 \cdot 10^6$ cicli 4 MPa, questo è probabilmente dovuto ad un aumento dei difetti nella lega a causa delle aggiunte di V e Zr. I discostamenti generali comunque non sono tali da essere considerati siglificativi e la maggior parte dei valori rientrano per lo più nelle reciproche bande di dispersione.



Figura 3.14: Confronto dei risultati per i test a fatica a 250°C

CAPITOLO 4:

CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURALE

4.1. Misura dello SDAS

La Figura 4.1 mostra le micrografie al microscopio ottico per la misurazione dello SDAS effettuata sui provini della lega A, B e B2 sottoposti alle prove a fatica, avendo cura di estrarre i campioni lontano dalla zona di frattura. Per eseguire tali misurazioni ci si è avvalsi del software di analisi delle immagini Leica che ha permesso di tracciare manualmente i segmenti quotati dai quali, dopo aver operato 40 misurazioni per campione, si è calcolata la media. I risultati numerici ottenuti dalle osservazioni sono esposti nella Tabella 4.1



Figura 4.1: Micrografie rappresentative della a) lega A, b) lega B e della c) lega B2 testate a 20 °C con "etichette" delle misurazioni effettuate per valutare lo SDAS

			SI	DAS
Lega	Temperatura [°C]	Tempo di permanenza [h]	Media [µm]	Dev. std. [µm]
	20	-	19	2
	200	1	19	3
Α	200	15	17	2
	250	1	18	3
	250	15	19	3
	20	-	15	2
	200	1	19	2
В	200	15	19	3
	250	1	16	2
	250	15	16	2
	20	-	19	2
	200	1	19	2
B2	200	15	19	3
	250	1	19	2
	250	15	19	3

Tabella 4.1: Misure dello SDAS per le leghe A, B, B2 alle varie temperature di test

È possibile notare che i valori medi di SDAS misurati per tutte e tre le leghe non si discostano più di 3 μ m e rientrano tutti all'interno della naturale dispersione statistica delle prove sperimentali, questo risultato garantisce che la microstruttura è uniforme per tutti i campioni. Come riportato in letteratura per le leghe Al-Si da fonderia con SDAS già piuttosto fine (sotto i 30 μ m), non si sono osservate variazioni rilevanti nella microstruttura dovute dall'aggiunta di V e Zr [31, 43] rispetto a quello che è stato osservato da Liu et al. [38] su leghe analoghe ma con SDAS più elevato (~40 μ m). Come atteso, nemmeno variazioni del trattamento termico o della temperatura di prova hanno cambiato la dimensione dello SDAS. Quindi, si può affermare che il grado di ripetibilità del processo di colata è molto buono e, di conseguenza, i risultati derivanti dai test meccanici non sono condizionati da apprezzabili variazioni dello SDAS. Poiché questo è un parametro critico sia per la solubilizzazione degli elementi alliganti [44] sia per la vita a fatica [39, 40], il risultato è soddisfacente se confrontato con i tipici parametri di SDAS rilevati sulla zona presa in esame per questo lavoro, ovvero il piatto fiamma, nel quale lo SDAS si attesta tra i 20 μ m e i 26 μ m [39, 45].

4.2. Morfologia delle particelle di Si

4.2.1. Lega A (AlSi7Cu0.5Mg + Ti)

In Tabella 4.2 sono riportati i risultati ottenuti dall'analisi statistica sul rapporto d'aspetto e il diametro equivalente delle particelle di Si eutettico della lega A osservate tramite microscopio ottico. Tramite un software di analisi d'immagine della Leica si sono ricavati i valori di rapporto d'aspetto e il diametro equivalente su almeno 1000 particelle per campione. Questi valori sono stati poi importati nel software di analisi statistica Minitab e li si è esaminati secondo una distribuzione lognormale a tre parametri. Si è impostato come parametro di soglia $\tau = 0,999$ per l'analisi del rapporto d'aspetto visto che questo è definito come rapporto tra lunghezza e larghezza della particella e dunque i valori che può assumere sono sempre maggiori dell'unità. Per il diametro equivalente, definito come rapporto tra perimetro e sezione della particella, è stato impostato come parametro di soglia $\tau = 0$, visto che non si possono avere diametri negativi, così facendo ci si riconduce ad un'analisi lognormale a due parametri. Si sono così ottenuti, mediante Minitab, i valori di forma (σ) e di scala (μ) che hanno permesso il calcolo della media di una distribuzione lognormale a tre parametri secondo l'equazione 2.20 presentata in precedenza. Raffrontando i valori della Tabella 4.2 e la Figura 4.2 si può osservare che sia il rapporto di forma sia il diametro equivalente delle particelle di Si non hanno variazioni significative, per la lega A, alle diverse temperature di prova. Il valore del rapporto d'aspetto che si attesta tra 1,6 e 1,7 dimostra come sia avvenuta completamente la modifica del Si eutettico grazie all'aggiunta di Sr e al trattamento termico operato.

		Lega A					
		20°C	200°C 1h	200°C 15h	250°C 1h	250°C 15h	
	μ	-0,6361	-0,6199	-0,8052	-0,7675	-0,6853	
	σ	0,6882	0,6763	0,6897	0,7019	0,7112	
Rapporto d'espetto	τ	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	
u aspetto	Media	1,7	1,7	1,6	1,6	1,6	
	\mathbb{R}^2	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	
	μ	0,4157	0,4597	0,4389	0,4000	0,4961	
D '	σ	0,5557	0,5826	0,5281	0,5331	0,5502	
Diametro	τ [µm]	0	0	0	0	0	
cyurvalente	Media [µm]	1,8	1,9	1,8	1,7	1,9	
	\mathbb{R}^2	0,994	0,991	0,994	0,995	0,994	

Tabella 4.2: Parametri stimati della distribuzione lognormale per il rapporto d'aspetto e il diametro equivalente delle particelle di Si della lega A



Figura 4.2: Micrografie della lega A testata a fatica a a) 20 °C b) 200 °C per 15 h e c) 250 °C per 15 h al fine di valutare la morfologia del Si

Dalle micrografie di Figura 4.2 è possibile notare la microstruttura della lega A, questa è caratterizzata da una matrice di α -Al, da particelle tondeggianti di Si eutettico e dalla presenza di intermetallici nelle zone interdendritiche. Dalla Figura 4.2c è possibile osservare nella matrice di α -Al la presenza di una dispersione fine, questa è dovuta alla coalescenza dei precipitati causata dal mantenimento alla temperatura di 250 °C per 15 h. Infine, si sottolinea che il coefficiente di determinazione (R²) riportato in Tabella 4.2 è sempre molto vicino all'unità, questo conferma che le regressioni statistiche utilizzate sono rappresentative dei dati analizzati.

4.2.2. Lega B (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)

Analogamente a quanto già spiegato nel paragrafo precedente per la lega A si sono riportati in Tabella 4.3 i valori di rapporto d'aspetto e diametro equivalente per la lega B. Anche in questo caso raffrontando le micrografie di Figura 4.3 con i valori di Tabella 4.3 si può constatare che non ci sono variazioni significative della morfologia delle particelle di Si eutettico al variare della temperatura di prova. I valori del rapporto d'aspetto sottolineano come sia avvenuta con successo la modifica delle particelle di Si ad opera dello Sr e del trattamento termico.

			Lega B				
		20°C	200°C 1h	200°C 15h	250°C 1h	250°C 15h	
	μ	-0,6226	-0,6270	-0,7110	-0,6888	-0,7099	
Democrate	σ	0,6763	0,6923	0,6999	0,6780	0,6470	
Rapporto d'aspetto	τ	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	
u aspetto	Media	1,7	1,7	1,6	1,6	1,6	
	\mathbb{R}^2	0,999	0,999	0,999	0,998	0,999	
	μ	0,4583	0,4557	0,5254	0,4821	0,4856	
D: (σ	0,5594	0,5566	0,5467	0,5186	0,5014	
Diametro	τ [μm]	0	0	0	0	0	
equivalente	Media [µm]	1,8	1,8	2,0	1,9	1,8	
	\mathbb{R}^2	0,992	0,994	0,994	0,994	0,996	

 Tabella 4.3: Parametri stimati della distribuzione lognormale per il rapporto d'aspetto e il diametro equivalente delle particelle di Si della lega B



Figura 4.3: Micrografie della lega B testata a fatica a a) 20 °C b) 200 °C per 15 h e c) 250 °C per 15 h al fine di valutare la morfologia del Si

La microstruttura osservata nella lega B (Figura 4.3) è composta da una matrice di α -Al con la presenza di particelle di Si eutettico come già visto per la lega A. Però, differenza di quest'ultima si sono osservati più intermetallici nelle zone interdendritiche a causa della presenza di V e Zr. Nella Figura 4.3c sottoposta a 250 °C per 15h è osservabile la comparsa, nella matrice, di una dispersione fine causata dalla coalescenza dei precipitati avvenuta a causa dell'esposizione prolungata a temperature elevate. Come per la lega A, anche in questo caso il coefficiente di determinazione (R²) riportato in Tabella 4.3 è in tutti i casi molto vicino all'unità.

4.2.3. Lega B2 (AlSi7Cu0.5Mg + Ti,V,Zr)

Analogamente a quanto già spiegato nei paragrafi precedenti per le leghe A e B si sono riportati in Tabella 4.4 i valori di rapporto d'aspetto e diametro equivalente per la lega B2. Anche in questo caso raffrontando le micrografie di Figura 4.4 con i valori di Tabella 4.4 si può constatare che non ci sono variazioni significative della morfologia delle particelle di Si eutettico al variare della temperatura di prova e che il coefficiente di determinazione (R²) è prossimo all'unità. Si può altresì notare come per la lega B2 rispetto alle altre leghe il valore medio del diametro equivalente sia leggermente aumentato, questo aspetto è discusso più approfonditamente nel paragrafo 4.2.4 dove verranno confrontate tra loro le tre leghe. Analogamente a quanto già riportato per la lega B in Figura 4.4 è possibile notare la maggiore presenza di intermetallici nelle zone interdendritiche rispetto alla lega base. Anche in questo caso è visibile nella matrice della lega testata a 250 °C per 15 h (Figura 4.4c) la presenza di precipitati ingrossati a causa della lunga esposizione alla temperatura di prova.

		Lega B2					
		20°C	200°C 1h	200°C 15h	250°C 1h	250°C 15h	
	μ	-0,7128	-0,6375	-0,6862	-0,6291	-0,7512	
Dannauta	σ	0,7207	0,7153	0,6703	0,7117	0,7153	
Kapporto d'espetto	τ	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	
u aspetto	Media	1,6	1,7	1,6	1,7	1,6	
	\mathbb{R}^2	0,999	0,999	0,999	1,000	0,999	
	μ	0,5975	0,5015	0,5276	0,5092	0,5796	
D . (σ	0,5369	0,5661	0,5456	0,5516	0,5235	
Diametro	τ [μm]	0	0	0	0	0	
equivalente	Media [µm]	2,1	1,9	2,0	1,9	2,0	
	\mathbb{R}^2	0,995	0,993	0,995	0,995	0,995	

Tabella 4.4: Parametri stimati della distribuzione lognormale per il rapporto d'aspetto e il diametro equivalente delle particelle di Si della lega B2



Figura 4.4: Micrografie della lega B2 testata a fatica a a) 20 °C b) 200 °C per 15 h e c) 250 °C per 15 h al fine di valutare la morfologia del Si

4.3. Comparazione dei risultati delle analisi sul Si eutettico

L'andamento tipico ottenuto dall'analisi statistica effettuata con Minitab è lognormale come osservabile, ad esempio, nella Figura 4.5 nella quale si può notare riportato



Figura 4.5: Istogramma esemplificativo del rapporto d'aspetto (in particolare si può osservare l'andamento per la lega B a 200 °C)

sull'asse delle ascisse il rapporto di forma e sulle ordinate la frequenza percentuale di osservazione per ogni range di valori. Come indicato in precedenza la soglia imposta è $\tau = 0,999$, difatti i valori dell'aspetto di forma partono dell'unità e ne hanno il picco di frequenza a ridosso, per poi andare a calare più gradualmente al crescere del rapporto. Si riportano in Figura 4.6 i grafici comparativi delle medie calcolate con l'analisi lognormale tramite l'equazione 2.20. Il rapporto di forma medio (Figura 4.6a) per tutte le leghe in esame oscilla tra 1,5 e 1,7, questo indica che la modifica del Si eutettico è completamente avvenuta ad opera delle micro-aggiunte di Sr (140 ppm) e del trattamento termico. Lo scarto inferiore a 0,2 punti indica che non vi è una sostanziale differenza dovuta ai parametri chimici, termici o meccanici che caratterizzano la storia dei diversi campioni.



Figura 4.6: Valori medi secondo l'analisi lognormale a tre parametri per il a) rapporto d'aspetto e b) diametro equivalente

L'andamento più evidente che si può notare è l'aumento sistematico del diametro circolare equivalente nella condizione B2 rispetto alle altre 2 (Figura 4.6b). Questo suggerisce che incrementando la temperatura di solubilizzazione da 510 °C per 5 h a 510 °C per 3 h + 530 °C per 2 h le fasi più sottili contenenti Si, nelle vicinanze della zona di eutettico, si dissolvano nella matrice e scompaiono mentre le particelle più grandi crescano ulteriormente. Questo fenomeno potrebbe essere spiegato usando la teoria della maturazione di Ostwald, e quindi il diametro medio è aumentato con l'aumentare della temperatura che ha agito sulla diffusività degli atomi secondo l'equazione:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{4.1}$$

dove D è il coefficiente di diffusione, D₀ è il coefficiente di diffusione massimo (a temperatura infinita), Q è l'energia di attivazione per auto-diffusione, T è la temperatura e R è la costante universale dei gas. Questo comportamento è in linea con ciò che ci si aspettava visto il lavoro di Shaha et al. [46] circa gli effetti del trattamento



Figura 4.7: Variazione del diametro circolare equivalente per le particelle di Si eutettico tra la a) lega A e la b) lega B2

termico sulla microstruttura delle leghe Al-Si-Cu-Mg ed il lavoro di Tiryakioglu [47] sulla dimensione e il rapporto di forma delle particelle di Si in una lega Al-Si-Mg. Osservando gli andamenti rappresentativi di tale fenomeno negli istogrammi della lega A (Figura 4.7a) e della lega B2 (Figura 4.7b), si può notare come nella distribuzione statistica il punto di estremo della curva si sposti verso valori più elevati e che anche la frequenza percentuale cali nell'intorno del massimo e cresca sulla coda destra della curva. Per poter osservare tutti gli istogrammi che riportano il diametro equivalente e il rapporto di forma relativi a tutte le condizioni analizzate si rimanda il lettore all'appendice C.

4.4. Prove di durezza e microdurezza

Nella Figura 4.8 e nella Figura 4.9 sono rispettivamente schematizzati gli andamenti delle prove di durezza Brinell (HBS 2,5/62,5/10) e di microdurezza Vickers (HV 5/15), queste ultime effettuate sulla matrice. Le prove di durezza e microdurezza sono state svolte sulla lega A, B e B2 nelle 5 condizioni significative di test: 20 °C, 1 h a 200 °C, 15 h a 250 °C. Si può notare come a temperatura ambiente i risultati delle prove di durezza e microdurezza confermino lo stesso incremento di prestazioni meccaniche riscontrato con le prove a trazione tra le leghe A, B e B2.



Figura 4.8: Durezza Brinell HBS 2,5/62,5/10 sulle leghe esaminate alle differenti condizioni

Le leghe con micro-aggiunte di V-Zr mostrano fino a 200 °C una durezza significativamente più elevata rispetto alla lega base e si può affermare che il processo di doppia solubilizzazione e doppio invecchiamento, che caratterizza la lega B2, ha

avuto dei risultati positivi. Infatti, si passa dalla durezza compresa tra i 98 HB e i 107 HB della lega base testata a fatica a 20 °C e 200 °C, ai 103 - 110 HB della lega B, finanche i 107 - 111 HB della B2 sottoposte alle medesime condizioni della lega base. Si osserva, tuttavia, che il parametro dominante che comanda la durezza è la temperatura a cui sono esposti i campioni. Difatti, se a 200 °C le performances dopo 15 h continuano ad essere costanti per la lega B2 e si incrementano per le altre due leghe, quando si raggiungono i 250 °C si evidenzia una drammatica caduta di prestazione per tutti i casi in analisi a causa della coalescenza dei precipitati osservabili anche dalle micrografie effettuate al microscopio ottico (Figure 4.2c, 4.3c, 4.4c). La riduzione di durezza potrebbe anche essere imputata al Si, tuttavia le successive analisi di microdurezza che non considerano il contributo dato dal Si eutettico (Figura 4.9) confermano l'ipotesi dell'ingrossamento dei precipitati rafforzanti all'interno della matrice. Difatti, l'andamento generale delle prove di microdurezza eseguite sulla matrice è pressoché analogo alle prove di durezza e mostra un forte decadimento delle prestazioni del materiale a 250 °C. Per la microdurezza si passa da valori compresi tra i 95 HV e i 104 HV per le prove effettuate sulle tre leghe rimaste a 200 °C per 15 h a valori tra i 72 HV e gli 81 HV quando i provini permangono 250 °C per 15 h. Tuttavia, si può osservare che nella matrice inizia una modesta riduzione della durezza (mediamente 4 HV) dopo la permanenza per lunghi periodi a 200°C rispetto a ciò che avviene dopo 1h alla medesima temperatura.



Figura 4.9: Durezza Brinell HV 5/15 sulle leghe esaminate alle differenti condizioni

4.5. Identificazione delle fasi

Di seguito si possono osservare delle micrografie ottenute con gli elettroni retrodiffusi (BSE) in un microscopio elettronico a scansione (SEM) utili ad indagare la morfologia e la chimica delle fasi presenti nei campioni testati, L'analisi delle fasi prende in esame i campioni di lega A e B testati a fatica a temperatura ambiente, per la B2 testata a 20 °C e per tutte e tre le leghe testate a 250 °C non si sono rilevate differenze degne di nota, ci si può quindi ricondurre alle analisi esposte. Per osservare delle differenze tra i campioni precedentemente citati è stato necessario eseguire un attacco chimico al fine di osservarne la precipitazione, questo aspetto è stato trattato nel paragrafo 4.5.1.

Dalla Figura 4.10 è possibile osservare la microstruttura della lega A testata a fatica a 20 °C. Si possono apprezzare le dendriti di matrice α -Al (1), la presenza delle zone di



Figura 4.10: Miscrostruttura osservata al SEM su un campione di lega A testato a fatica a 20 °C. a) Panoramica generale, b) c) d) esempi di tipici intermetallici nella lega in esame

eutettico dove si intravedono le particelle di Si (2) che, avendo peso atomico simile all'alluminio, risultano avere quasi la stessa gradazione di grigio. Risultano, invece, ben contrastate e più luminose le fasi contenenti atomi più pesanti di Al e Si.

Tramite la spettroscopia EDS (Energy Dispersive X-ray Spectrometry), che sfrutta l'emissione di raggi X generati dal fascio di elettroni incidente sul campione, si sono indagate le fasi intermetalliche presenti. Nella lega A è stata trovata la presenza di fase π -Al₈FeMg₃Si₆ (3) (Figura 4.11) sia in forma di "Chinese Script" che in forma più compatta; di fasi contenenti Fe (4) (Figura 4.12) come Al₇Cu₂Fe, β-Al₅FeSi con tracce di Cu o α-Fe con impurità di Ni, Cr, Mn, Cu che presentano una forma globulare fine solitamente formate in vicinanza della fase π . Ad esempio lo spettro (Figura 4.12) evidenzia la presenza nell'area esaminata di Al, Si, Fe, e Cu, confrontando con la letteratura [22] si è appreso come per leghe a basso contenuto di Cu possano verificarsi contaminazioni in rame nelle fasi contenenti ferro. Pertanto, è possibile identificare il composto con la fase α -Fe.



Figura 4.11: Spettro di emissione della fase π -Al₈FeMg₃Si₆ (3)

Sono state trovate anche particelle fini ed isolate contenenti delle impurezze quali Ca, Bi e particelle poligonali di composti intermetallici ternari Al₂Si₂Sr. Non è emersa la presenza della fase Q, già penalizzata dalla scarsa presenza di Cu e probabilmente dissolta completamente durante la solubilizzazione.



Figura 4.12: Spettro di emissione delle fasi contenenti Fe (4) come Al₇Cu₂Fe

Per la lega B (Figura 4.14) testata a 20 °C si può osservare una maggiore presenza di fasi intermetalliche. Le fasi α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂, α -Al₅FeSi con presenza di elementi contaminanti quali V-Cr-Cu-Mn-Ni (5) (Figura 4.13) con aspetto di blocchi grossolani. Lo Zr si può trovare in intermetallici a forma di bacchetta (6) o in forma globulare insieme ad Al, Si e alle volte anche con V, Ti (7) formando fasi riconducibili



Figura 4.13: Spettro di emissione delle fasi contenenti α-Fe con presenza di elementi contaminanti (5)



Figura 4.14: Miscrostruttura osservata al SEM su un campione di lega B testato a fatica a 20 °C. a) Panoramica generale, b) c) d) e) f) esempi di tipici intermetallici nella lega in esame

ai sistemi (AlSi)₃(TiVZr), (AlSi)₃(TiZr), ε -(Al-Si-Zr) e ε -(Al-Si-Zr-Ti). Anche nella lega B vi è la presenza di α -Fe con impurità di Ni, Cr, Mn, Cu (4) che si formano nelle vicinanze di π -Al₈FeMg₃Si₆ (3) e intermetallici ricchi di Zr. Nelle zone eutettiche e, in particolare, sulle particelle di silicio, si può osservare (Figura 4.14f) una dispersione fine di particelle ricche in Zr (8) e fase α -Al₅FeSi con elementi contaminanti Cr-V-Fe-Cu (9), per riuscire a comprendere gli elementi che compongono queste particelle si è confrontato lo spettro rilevato su una di queste rispetto all'emissione del materiale circostante, come si può osservare dalla Figura 4.15.



Figura 4.15: a) Spettro di emissione della particella di α-Al5FeSi con elementi contaminanti Cr-V-Fe-Cu (9), b) spettro di emissione del materiale attorno alla fase in analisi; facendo la differenza tra i due spettri si può capire la composizione della fase (9)

4.5.1. Analisi della precipitazione

Per poter apprezzare i precipitati micrometrici, la matrice è stata attaccata chimicamente immergendo i campioni per 10 s in una soluzione portata a 70 °C composta da 10 g di idrossido di sodio (NaOH) sciolti in 90 ml di acqua. La Figura 4.16a mostra che la precipitazione presente nella matrice della lega A testata a fatica a 20 °C è molto fine e distribuita omogeneamente, diversamente la Figura 4.16b mostra che nella stessa lega i precipitati sono diventati più grossolani dopo l'esposizione per 15 h a 250 °C, inoltre si può apprezzare come i precipitati siano disposti su due piani ortogonali tra loro. Conoscendo la composizione chimica della lega A si può concludere che la precipitazione in essa presente è composta principalmente da fasi ricche in Cu, Si e Mg. Nella Figura 4.17a si osserva che la precipitazione nella lega B testata a temperatura ambiente è molto più importante rispetto alla lega A. Ad ogni modo in questa condizione la precipitazione risulta essere comunque finemente distribuita nella matrice, invece nella Figura 4.17b si nota nettamente che, dopo il mantenimento a 250 °C per 15h, avviene la coalescenza dei precipitati rafforzanti e un notevole ampliamento delle "precipitate free zones" (zone libere da precipitati) vicino alle regioni eutettiche. Questo avviene a causa del meccanismo di Ostwald alimentato dall'accrescimento della mobilità degli elementi nella matrice dovuto all'aumento della temperatura. Dunque, le regioni intorno all'eutettico risultano svuotate di precipitati perché questi tendono a essere richiamati dalla presenza di zone fortemente eterogenee nell'eutettico. Nella lega B2 si ripropone in modo ancora più marcato quanto si è osservato nella lega B. Difatti, la lega B2 testata a fatica a temperatura ambiente (Figura 4.18a) mostra già la comparsa delle zone libere da precipitati e, dopo la permanenza a 250 °C per 15 h (Figura 4.18b), esibisce una ancor più netta coalescenza dei precipitati rispetto alla lega B. Questo è dovuto al trattamento termico a doppio stadio di temperatura che caratterizza la lega B2, infatti, tale operazione ha incrementato la precipitazione tramite l'aumento delle temperature. Conoscendo la chimica delle leghe B e B2 si può affermare che la precipitazione nella matrice è incrementata perché essa è composta anche da Zr e V oltre a Cu, Mg e Si. Quanto visto in queste micrografie (Figure 4.16, 4.17 e 4.18) conferma che la diminuzione di prestazioni meccaniche osservate a 250 °C, in particolar modo nei test di durezza e microdurezza, sono imputabili ad un accrescimento eccessivo dei precipitati rafforzanti nella matrice e alla comparsa delle "precipitate free zones".



Figura 4.16: Micrografie della lega A testata a fatica a) a 20°C e b) a 250°C per 15h osservate al SEM dopo l'attacco chimico con la soluzione di NaOH



Figura 4.17: Micrografie della lega B testata a fatica a) a 20°C e b) a 250°C per 15h osservate al SEM dopo l'attacco chimico con la soluzione di NaOH



Figura 4.18: Micrografie della lega B2 testata a fatica a) a 20°C e b) a 250°C per 15h osservate al SEM dopo l'attacco chimico con la soluzione di NaOH

4.6. Profili di frattura

Nelle Figura 4.19 è possibile osservare le superfici di frattura dei campioni sottoposti alle prove di fatica. È chiaramente visibile come le superfici di frattura siano più lineari nelle zone vicine all'innesco della frattura (Figure 4.19a, c, e), mentre nella zona di cedimento statico la superficie è frastagliata (Figure 4.19b, d, f). Tuttavia, è importante notare che, man mano che le temperature crescono e in particolar modo quando si raggiungono i 250 °C, le superfici di frattura indicano una transizione di



Figura 4.19: Micrografie delle superfici di frattura della lega A a) b) testata a 20 °C, c) d) testata a 200 °C e e) f) testata a 250 °C. Le superfici a) c) e) sono riferite alla zona di innesco della cricca mentre le superfici b) d) f) alla zona di cedimento statico

comportamento da fragile a duttile. In generale, infatti, si nota che il profilo della frattura cambia mostrando, soprattutto in cedimento statico, un angolo di ~45° rispetto alla sezione del campione. Come atteso, l'innesco della cricca si è verificato sempre vicino alla superficie del provino, a causa di micro-difetti che agiscono come concentratori di tensione. Successivamente, grazie all'attacco elettrochimico Barker e all'osservazione tramite luce polarizzata, è stato possibile determinare con il metodo dei segmenti la dimensione media del grano (Figura 4.20) che è risultata essere di $410\pm77 \,\mu\text{m}$, analogo per le tre leghe e per le tre temperature a cui sono stati eseguititi test. Dalla Figura 4.21 è possibile osservare a sinistra l'interezza dei profili di frattura per le tre leghe a testate a 20 °C, la zona di innesco della cricca è stata sempre posizionata verso l'alto, difatti in quella zona il profilo è più lineare rispetto alla zona statica dove è più frastagliato. Si può, altresì, notare come la frattura sia tendenzialmente fragile. Nella stessa figura, le micrografie di sinistra riportano un ingrandimento dello stesso provino dove è possibile distinguere chiaramente i grani. Analogamente si può vedere nella Figura 4.22 i profili di frattura delle 3 leghe a sottoposte a fatica a 200 °C, si può notare come la frattura sia più duttile rispetto a temperatura ambiente. Infine, a 250 °C la frattura mostra un comportamento estremamente più duttile (Figura 4.23). Si può, quindi, osservare dalle micrografie a più alti ingrandimenti che la frattura ha un comportamento prevalentemente transgranulare per tutte le leghe in tutte le condizioni di test, di conseguenza, la temperatura di prova e la composizione chimica non hanno influenzato il meccanismo di frattura.



Figura 4.20: Micrografia effettuata con luce polarizzata dopo attacco Barker, sono presenti i segmenti tracciati per il calcolo della dimensione media del grano.



Figura 4.21: Superfici di frattura dei provini testati a fatica a 20 °C per la a) lega A, c) B e e) B2 con in risalto i grani grazie all'attacco Barker, nelle immagini b) d) f) si può osservare a più alti ingrandimenti il carattere transgranulare della frattura



Figura 4.22: Superfici di frattura dei provini testati a fatica a 200 °C per la a) lega A, c) B e e) B2 con in risalto i grani grazie all'attacco Barker, nelle immagini b) d) f) si può osservare a più alti ingrandimenti il carattere transgranulare della frattura


Figura 4.23: Superfici di frattura dei provini testati a 250 °C per la a) lega A, b) B e c) B2 con esaltati i grani grazie all'attacco Barker, nelle immagini d) e) f) si può osservare a più alti ingrandimenti la caratteristica transgranulare della frattura

4.7. Superfici di frattura

Nelle Figure 4.24 e 4.25 si possono osservare delle micrografie ottenute con gli elettroni secondari (SE) in un microscopio elettronico a scansione (SEM) utili ad indagare la morfologia delle superfici di frattura; sulle micrografie sono state individuate le zone di innesco della cricca a fatica (FCI) e le zone di propagazione della cricca (FCG).

La presenza di difetti, come porosità (causate dall'ossidazione) oppure inclusioni, all'interno dei campioni, hanno un effetto determinante sulla vita a fatica HCF soprattutto quando si presentano vicino alla superficie poiché causano un effetto di concentrazione delle tensioni. Questo è ben visibile dalle superfici di frattura mostrate nelle Figure 4.24 e 4.25 dove la cricca si innesca esclusivamente da porosità causate dagli ossidi e/o da inclusioni.



Figura 4.24: Micrografie al SEM delle superfici di frattura della lega A testata a a) b) 20 °C e c) d) 200 °C; a destra si possono osservare gli ingrandimenti delle zone d'innesco delle fratture



Figura 4.25: Micrografie al SEM delle superfici di frattura della lega B testata a a) b) 20 °C e c) d) 200 °C; a destra si possono osservare gli ingrandimenti delle zone d'innesco delle fratture

CONCLUSIONI

Il punto focale di questo studio è la caratterizzazione meccanica e microstrutturale della lega da fonderia AlSi7Cu0.5Mg trattata termicamente T7 ("lega A") e della lega innovativa AlSi7Cu0.5Mg(Zr,V,Ti), analizzando, di quest'ultima, il comportamento a seguito di un classico T7 ("lega B") e un trattamento termico di ottimizzazione caratterizzato da due step di temperatura in solubilizzazione e in invecchiamento ("lega B2).

Per la caratterizzazione meccanica si sono condotte le prove di trazione a temperatura ambiente, a 200 °C e a 250 °C. Si è osservato come le aggiunte di V e Zr abbiano in ogni condizione aumentato le tensioni di snervamento e rottura rispetto alla lega base riducendone però l'allungamento a 20 °C e a 200 °C. Il trattamento termico ottimizzato ha effettivamente migliorato ulteriormente le proprietà meccaniche rispetto alla lega con le microaggiunte. Dalle curve di trazione si è inoltre potuto osservare come sia aumentata la capacità di incrudimento delle leghe innovative. Si sono condotte le prove a fatica HCF a 20 °C, 200 °C e 250 °C per i 3 scenari precedentemente citati, si sono analizzati i dati secondo normativa e si sono ottenuti i diagrammi di Wöhler con le relative bande di dispersione. A temperatura ambiente si nota che la lega B2 ha un comportamento migliore di circa il 9% per la vita a fatica a 10⁴ cicli, questo conferma il dato statico verso il quale tende la coda sinistra della curva di fatica. I modesti miglioramenti visti nelle prove a trazione a caldo si sono rivelati insufficienti per notare degli effettivi benefici a fatica, anche a causa della dispersione statistica insita in questo genere di prove, tali dati sono quindi sostanzialmente sovrapponibili. Generalmente i tre materiali hanno un comportamento analogo, nel passaggio tra 20 °C e 200 °C si assiste a una riduzione della pendenza delle rette di fatica (aumento della pendenza inversa k) che comporta un leggero aumento del limite a fatica a $2 \cdot 10^6$ cicli. Nel passaggio tra i 200 °C e i 250 °C non varia k, ma si assiste ad una traslazione rigida della retta verso il basso e quindi la vita a fatica, in generale, si riduce. Dalla caratterizzazione microstutturale si può osservare che lo SDAS per le tre leghe è analogo (~18 µm, un parametro molto vicino a quelli riscontrati sul piatto fiamma), questo dato conferma l'indipendenza dei test da questo parametro. Inoltre, rivela che l'aggiunta di Zr non ha alcun effetto affinante per lo SDAS, almeno per una spaziatura di partenza già abbastanza fine. La morfologia delle particelle di Si eutettico risulta avere un rapporto d'aspetto relativamente vicino all'unità, ciò dimostra che lo Sr ha avuto un ottimo effetto di modifica insieme al trattamento termico. La fase di solubilizzazione della lega B2 è responsabile di un aumento sistematico del diametro equivalente delle particelle di Si, fenomeno spiegabile con la teoria della maturazione di Ostwald. Le prove di durezza e di microdurezza mostrano a 20 °C e a 200 °C un miglioramento sia con l'aggiunta di V e Zr sia con l'ottimizzazione del trattamento termico, confermando i risultati ottenuti con le prove di trazione. A 250 °C le prove di micro e macro-durezza mostrano la perdita di prestazione del materiale, probabilmente correlato all'aumento delle dimensioni dei precipitati nella matrice che, diventati incoerenti, non offrono più un rafforzamento del materiale. Questa ipotesi è stata confermata dalle analisi chimiche e morfologiche delle fasi presenti nelle leghe condotta al SEM. Si è infatti osservato che i precipitati presenti nella matrice ingrossano con l'esposizione alla temperatura di 250 °C e si creano delle zone prive di precipitati nelle vicinanze dell'eutettico. I profili di frattura analizzati rivelano che le superfici sono più lineari nelle vicinanze dell'innesco della cricca a fatica, mentre sono più frastagliate dove è avvenuto il cedimento statico. Man mano che le temperature aumentano la frattura tende a diventare più duttile. Si è anche osservato che la rottura è principalmente transgranulare. Dalle superfici di frattura visionate al SEM si può affermare che il motivo scatenante la comparsa della cricca che comanda il danneggiamento è la presenza di difetti come inclusioni e porosità vicino alla superficie. Le aggiunte di V e Zr non hanno mostrato evidenti miglioramenti sulla vita a fatica a caldo, considerando l'aumento dei costi derivanti dall'applicazione di leghe così modificate non si ritiene consigliabile l'impiego per le testate motore. Si consiglia tuttavia di osservare la precipitazione più in dettaglio tramite un microscopio elettronico a trasmissione (TEM) e, se necessario, di provare a modificare il trattamento termico per cercare di ottenere degli incrementi significativi della vita a fatica sia a temperatura ambiente che ad alta temperatura. Inoltre, sarebbe utile poter osservare il comportamento a fatica riducendo l'influenza dei difetti di colata (applicando il processo di pressatura isostatica a caldo - HIP) e di lavorazione (portando le superfici alla lappatura) al fine di testare il materiale nominale senza che sia affetto da evidenti vizi di processo, nonostante che questa strada non potrà avere un immediato risvolto pratico nella realtà industriale.

BIBLIOGRAFIA

- "Application Power Train Cylinder head", The Aluminum Automotive Manual, 2011
- [2] F. Czerwinski, W. Kasprzak, D. Sediako, D. Emadi and S. Shaha, "Hightemperature aluminum alloys for automotive powertrains", Advanced Materials & Processes, 03 - 2016,
- [3] M. Javidani, D. Larouche, "Application of Al-Si Alloys in Internal Combustion Engine Components", International materials reviews, 04 - 2014
- [4] Inventory of U.S. Greenhouse Gas Emissions and Sinks: 1990-2017, United States Environmental Protection Agency, 2019
- [5] Morita, "Aluminium alloys for automobile applications", Aluminium Alloys, vol. 1, 1998
- [6] Lightweight potential of an aluminium intensive vehicle, Forschungsgesellschaft Kraftfahrwesen GmbH Aachen report, 2002
- [7] E. Cassetta, U. Monarca, C. Pozzi, D. Quaglione, A. Sarra, "The European union aluminium industry, the impact of the EU trade measures on the competitiveness of downstream activities", LUISS, 06 - 2019
- [8] Aluminum: The corrosion resistant automotive material, European Aluminum Association, Publication AT 7, 05 - 2001
- [9] Aluminum content in european passenger cars, european-aluminium, Public Summary, 10 - 2019
- [10] Aluminium in cars, European Aluminium Association, 2007
- [11] M. Beranger, JM. Fiard, K. Ammar, G. Cailletaud, "A new fatigue model including thermal ageing for low copper aluminium-silicon alloys", Procedia Engineering, 2018
- [12] S. Thalmair, J. Thiele and A. Fischersworring-Bunk, R. Ehart, M. Guillou, "Cylinder Heads for High Power Gasoline Engines -Thermomechanical Fatigue Life Prediction", SAE technical paper, 2006
- [13]"Global Material Flow Model 2017" http://www.worldaluminium.org/publications, 2018
- [14]U.S. Department of the Interior, U.S. Geological Survey, "Mineral Commodity Summaries 2019 report", USGS, 01 - 2019

- [15] R. U. Ayres, J. Holmberg, B. Andersson, "Materials and the global environment: Waste mining in the 21st century", MRS Bull., 2001
- [16] Treatise on Process Metallurgy, Volume 3, CHAPTER 2.5: Aluminum Production, Alton T. Tabereaux and Ray D. Peterson, 2014 Elsevier Ltd
- [17] John A. Taylor, "The Effect of Iron in Al-Si Casting Alloys", 35th Australian Foundry Institute National Conference, 10 - 2004
- [18] A.M. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, F.H. Samuel, "Defects related to incipient melting in Al-Si-Cu-Mg alloys, Materials and design, 52, 2013
- [19] A.M.A Mohamed, F.H. Samuel, S. Al kahtani, "Influence of Mg and solution heat treatment on the occurrence of incipient melting in Al-Si-Cu-Mg cast alloys", Material science and engineering A, 543, 2012
- [20] I.A. Luna, H.M. Molinar, M.J.C. Roman, J.C.E. Bocardo, M.H. Trejo, "Improvement of tensile properties of an Al-Si-Cu-Mg aluminium industrial alloy by using multi stage solution heat treatments", Material Science and engineering, 2013
- [21] "Invecchiamento artificiale leghe di alluminio alto-resistenziali", SlidePlayer, slide 53. https://slideplayer.it/slide/957450/
- [22] E. Sjolander, S. Seifeddine,"The heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys", Journal of Materials Processing Technology, 2010
- [23]K. Knipling, "Development of a Nanoscale Precipitation-Strengthned Creep-Resistant Aluminum Alloy Containing Trialuminide Precipitates", Northwestern University, Evanston, Illinois, 2006
- [24] S. Hori, S. Saji, and T. Kobayashi, "Prolonged Aging of a Subperitectic Al-Zr Alloy," Technology Reports of the Osaka University, 28, 1978
- [25] S. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman and D. Chen, "Monotonic and cyclic deformation behavior of the Al-Si-Cu-Mg cast alloy with micro-additions of Ti, V and Zr", International Journal of Fatigue, vol. 70, 2015
- [26] S. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman and D. Chen, "Ageing characteristic and high-temperature tensile properties of Al-Cu-Mg alloys with micro-addition of Cr, Ti and Zr", Materials Science & Engineering A, vol. 652, 2016
- [27] S. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman and D. Chen, "Improving high-temperature tensile and low-cycle fatigue behavior of Al-Si-Cu-Mg alloys

through micro-additions of Ti, V and Zr", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 46A, 07 - 2015

- [28] S. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman and D. Chen, "Effect of Cr, Ti, V, and Zr micro-additions on microstructure and mechanical properties of the Al-Si-Cu-Mg cast alloy", Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 47, 05 - 2016
- [29] S. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman and D. Chen, "Thermal stability of (AlSi)x(ZrVTi) intermetallic phases in the Al–Si–Cu–Mg cast alloy with additions of Ti, V and Zr", Thermochimica Acta, 595, 2014
- [30] S. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman and D. Chen, "Interaction between nano-precipitates and dislocations during high temperature deformation of Al-Si alloys", Journal of Alloys and Compounds, vol. 712, 03 - 2017
- [31]H.A. Elhadari, H.A. Patel, D.L.Chen, W.Kasprzak, "Tensile and fatigue properties of a cast aluminum alloy with Ti, Zr, and V additions", Materials Science and Engineering A 528, 2011
- [32] W. Kasprzak, B.S. Amirkhiz, M. Niewczas; "Structure and properties of cast Al-Si based alloy with Zr-V-Ti additions and its evaluation of high temperature performance", Journal of Alloy and Compounds, 2014
- [33] R. Jovid, T. Giulio, B. Franco "The Effect of Transition Elements on High-Temperature Mechanical Properties of Al-Si Foundry Alloys-A Review", Advanced Engineering Materials, 2016
- [34] E. Rincon, H. Lopez, M. Cisneros and H. Mancha, "Temperature effects on thetensile properties of cast and heat treated aluminum alloy A319", Materials Scienceand Engineering A, vol. 519, 2009
- [35] Czerwinski F., Shaha S.K., Kasprzak W., Friedman J., Chen D.L., "Effect of Transition Metals on Thermal Stability of Al–Si Cast Alloys", Frontiers in Materials Processing, Applications, Research and Technology, Springer, Singapore, 2018
- [36] M. Rahimian, S. Amirkhanlou, P. Blake, S. Ji, "Nanoscale Zr-containing precipitates; a solution for significant improvement of high-temperature strength in Al-Si-Cu-Mg alloys", Materials science and engineering A, 721, 2018
- [37]F. Czerwinski, W. Kasprzak, D. Sediako, D. Emadi and S. Shaha, "Hightemperature aluminum alloys for automotive powertrains", Advanced Materials & Processes, 03 - 2016

- [38]G. Liu, P. Blake, S. Ji, "Effect of Zr on the high cycle fatigue and mechanical properties of Al–Si–Cu–Mg alloys at elevated temperatures", Journal of Alloys and Compound,s Volume 809, 11 2019
- [39] S. Gerbe, U. Krupp, W. Michels, "Influence of secondary dendrite arm spacing (SDAS) on the fatigue properties of different conventional automotive aluminium cast alloy, Frattura ed integrità strutturale, 48, 2019
- [40] M. Leitner, C. Grab, H. Remes, M. Stoschaka, "Microporosity and statistical effect on fatigue strength af cast aluminium alloys EN AC-45500 and 46200, Materials science and engineering, 2017
- [41]BS ISO 12107:2003 "Metallic materials, Fatigue testing, Statistical planning and analysis of data"
- [42] A. De Mori, J. Rakhmonov, "Development and characterisation of secondary AlSi7Cu3Mg foundry alloys for high-temperature applications", Master thesis, 2017
- [43] R. Mahmudi, P. Sepehrband, H. M. Ghasemi, "Improved properties of A319 aluminum casting alloy modified with Zr", Materials Letters Volume 60, Issues 21–22, 09 - 2006,
- [44]E. Kilinc, Y. Birol, "Optimizing the T6 heat treatment for gravity cast AlSi7MgCu0.5 alloy V8 Cylinder heads", International journal of Cast Metal Research, 02 - 2017
- [45]G. Timelli, G. Camicia, S. Ferraro, R. Molina, "Effects of Grain Refinement on the Microstructure, Mechanical Properties and Reliability of AlSi7Cu3Mg Gravity Die Cast Cylinder Heads", Metals and Materials International, Volume 20, Issue 4, 07 - 2014
- [46] S. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, J. Friedman and D. Chen, "Effect of treatment on microstructure and mechanical properties of cast Al-Si-Cu-Mg alloy with micro additions of Zr-Ti-V", the conference of metallurgists, Toronto, 2015
- [47] M. Tiryakioglu, "Si particle size and aspect ratio distribution in an Al-7%Si-0.6%Mg alloy during solution treatment", Material Science and Engineering A, 473, 2008
- [48] M. Pantano, "Studio del trattamento termico di invecchiamento artificiale per la lega AlSi7Cu0.5Mg", Bachelor thesis, 2019

APPENDICE A – PROVE A TRAZIONE

Dati ricavati dall'analisi delle prove di trazione eseguite sulle tre leghe alle temperature di 20 °C, 200 °C e 250 °C (a causa di alcuni problemi alla macchina di prova non è stato possibile effettuare le analisi complete su tutti i dati, di conseguenza alcune caselle sono state lasciate vuote).

LEGA A – 20 °C					
YS	UTS	El	Е	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
252	300	8,56%	71563	0,07582	395
242	293	10,36%	71806	0,0733	379
247	300	8,99%	71906	0,06868	379

LEGA B – 20 °C					
YS	UTS	El	Е	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
251	311	10,34%	73342	0,07716	402
251	310	11,37%	71189	0,0814	410
252	302	4,24%	72821	0,07807	404
252	303	4,40%	71392	0,07853	408

LEGA B2 – 20 °C					
YS	UTS	El	Ε	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
267	327	4,75%	73631	0,08228	444
269	326	5,19%	72574	0,07803	434
268	332	8,55%	75074	0,08455	447
271	332	5,74%	74487	0,07963	442

	LEGA A – 200 °C				
YS	UTS	El	Е	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
194	201	10,0	67022	0,027182	229
197	-	13,8	64952	0,025883	229
199	204	11,6	64753	0,036658	240
195	204	12,7	-	0,029877	233

	LEGA B – 200 °C				
YS	UTS	El	Ε	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
196	207	10,5	65891	0,029960	823
195	205	6,3	68060	0,033066	239
204	213	6,3	64560	0,031215	247
204	212	6,9	-	0,027237	240

	LEGA B2 – 200 °C				
YS	UTS	El	Ε	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
217	231	6,8	63608	0,037400	274
212	224	8,6	62088	0,036800	266
216	229	7,1	63038	0,036000	271
216	229	8,5	64568	0,035400	273

	LEGA A – 250 °C				
YS	UTS	El	Е	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
-	169	11,2	-	-	-
163	166	6,5	62816	0,019914	185
-	169	9,6	-	-	-
163	167	9,4	63331	0,022205	186
-	164	11,3	-	-	-

LEGA B – 250 °C					
YS	UTS	El	Е	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
163	167	10,1	62930	0,010397	178
158	167	12,6	-	0,022196	185
146	176	9,9	62474	0,017508	194

	LEGA B2 – 250 °C				
YS	UTS	El	Е	n	K
(MPa)	(MPa)	%	(MPa)		(MPa)
174	178	8,9	62929	0,018569	196
170	176	9,8	63379	0,017022	190
-	179	8,0	-	0,018205	-
-	-	13,9	-	_	_
-	-	10,7	-	_	_

APPENDICE B – PROVE A FATICA

Tutte le prove sono state condotte alla frequenza di 20Hz con rapporto di ciclo R=0,01

Lega A – 20 °C				
σ _a [Mpa]	Cicli (N)			
130	18382			
130	13358			
115	53996			
114	57357			
88	209688			
88	150776			
65	604103			
57	1169624			
57	776774			

Lega B – 20 °C				
Cicli (N)				
14736				
18696				
69488				
70340				
37546				
148310				
230724				
511736				
734882				
1835428				
1014295				

Lega A – 200 °C			
σ _a [Mpa]	Cicli (N)		
114	24227		
114	22280		
102	55948		
100	48251		
100	45750		
90	233883		
89	215585		
89	235559		
65	1455932		
64	750084		
Runout			
65	>2520817		

Lega B – 200 °C	
σ _a [Mpa]	Cicli (N)
105	27244
105	33519
100	65934
90	109811
90	234224
75	395840
75	255072
68	788652
68	780482
Runout	
67	>2010108
66	>2474835

Lega B – 250 °C

Cicli (N)

>2048332

σ_a [Mpa]

Runout

Lega B2 – 20 °C	
σ _a [Mpa]	Cicli (N)
130	26408
125	36164
105	82090
100	123800
100	49660
80	280270
75	288042
60	904146
57	767418
Runout	
55	>2017482

Lega B2 – 200 °C	
σ _a [Mpa]	Cicli (N)
120	11374
115	30646
110	63686
105	91074
90	150534
75	615322
75	377966
68	1128516
67	1440916
Runout	
65	>2055012

Lega B2 – 250 °C	
σ _a [Mpa]	Cicli (N)
100	29028
95	50942
95	20661
80	156510
80	261400
70	369398
70	458838
60	1356050
57	2159485
57	1323278

Lega A – 250 °C	
σ _a [Mpa]	Cicli (N)
105	13839
90	63306
90	36020
80	78826
80	136331
70	720542
70	457682
61	420036
60	1055796
60	832872
57	1331318

APPENDICE C – ANALISI DEL SILICIO EUTETTICO

Di seguito sono esposti gli istogrammi risultanti dall'analisi dell'aspetto di forma e del diametro equivalente per le particelle di silicio eutettico delle tre leghe in esame.











This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 250°C 15h Alloy A aspect ratio 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 20°C Alloy A equivalent diameter 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.





This estimated historical parameter is used in the calculations.



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 250°C 1h Alloy A equivalent diameter 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.









This estimated historical parameter is used in the calculations.



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 200°C 15h alloy B aspect ratio 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 250°C 1h alloy B aspect ratio 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.



This estimated historical parameter is used in the calculations.



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 200°C_B 1h alloy B equivalent diameter 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 200°C 15h alloy B equivalent diameter 3-Parameter Lognormal











This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 20°C alloy B2 aspect ratio 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 200°C 1h alloy B2 aspect ratio 3-Parameter Lognormal









This estimated historical parameter is used in the calculations.



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 250°C 15h alloy B2 aspect ratio 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 20°C alloy B2 equivalent diameter 3-Parameter Lognormal



This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 200°C 1h alloy B2 equivalent diameter 3-Parameter Lognormal





This estimated historical parameter is used in the calculations.

Histogram of 250°C 1h alloy B2 equivalent diameter 3-Parameter Lognormal



Histogram of 250°C 15h alloy B2 equivalent diameter 3-Parameter Lognormal



