

**UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA**

DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI
CORSO DI LAUREA TRIENNALE IN INGEGNERIA MECCANICA E
MECCATRONICA - CURRICULUM MECCANICO

Analisi termica e metallografica di leghe AlSi9Cu3(Fe) al variare di Fe, Mn, Cr

Relatore: Ch.mo Prof. Giulio Timelli

Correlatore: Ing. Stefano Capuzzi

Laureando: Alessandro De Mori

Matricola: 1046542

Anno Accademico 2014/2015

INDICE

SOMMARIO	v
INTRODUZIONE	vii
Capitolo 1: L'ALLUMINIO E LE SUE LEGHE	1
1.1. L'alluminio e i processi produttivi	1
1.2. Proprietà dell'alluminio e delle sue leghe	3
1.3. Elementi alliganti	4
1.4. Campi di applicazione.....	7
1.5. Classificazione delle leghe di alluminio	8
1.5.1. Leghe da deformazione plastica	8
1.5.2. Leghe da fonderia	9
1.6. Leghe Al-Si.....	10
1.7. Leghe AlSiCu	11
1.7.1. Leghe AlSi9Cu3(Fe)	11
1.8. Composti intermetallici primari ricchi in ferro (Fe)	12
1.8.1. Morfologia dei composti	12
1.8.2. Sludge Factor.....	14
1.8.3. Sludge: da problema a soluzione	15
Capitolo 2: PROCEDURA SPERIMENTALE	17
2.1. Leghe analizzate	17
2.2. Analisi termica	18
2.3. Creazione procedura di analisi	19
2.4. Preparazione dei provini	21
2.4.1. Provini "mezzeria"	24
2.4.2. Provini "superficie"	25

2.6. Analisi metallografica.....	26
Capitolo 3: PRESENTAZIONE DEI RISULTATI	29
3.1. Risultati lega A.....	30
3.1.1. Micrografie lega A “mezzeria”.....	30
3.1.2. Lega A “mezzeria”	31
3.1.3. Micrografie lega A “superficie”	35
3.1.4. Lega A “superficie”	36
3.1.5. Confronto lega A “mezzeria – superficie”.....	39
3.2. Risultati lega H.....	42
3.2.1. Micrografie lega H “mezzeria”	42
3.2.2. Lega H “mezzeria”	43
3.2.3. Micrografie lega H “superficie”	47
3.2.4. Lega H “superficie”	48
3.2.5. Confronto lega H “mezzeria – superficie”	51
3.3. Risultati lega L	54
3.3.1. Micrografie lega L “mezzeria”	54
3.3.2. Lega L “mezzeria”	55
3.3.3. Micrografie lega L “superficie”	59
3.3.4. Lega L “superficie”	60
3.3.5. Confronto lega L “mezzeria – superficie”	63
3.4. Confronto tra le leghe A – H – L.....	66
CONCLUSIONI	71
BIBLIOGRAFIA	73
APPENDICE A.....	75

SOMMARIO

Oggetto d'analisi di questo elaborato sono le leghe di alluminio da pressocolata appartenenti alla famiglia Al-Si. Lo studio viene effettuato dapprima tramite calorimetria differenziale a scansione (DSC) e, successivamente, con un'analisi al microscopio ottico. L'obiettivo proposto è quello di individuare il legame tra *sludge factor* (SF) unitamente alla velocità di raffreddamento della lega, con la precipitazione delle fasi primarie intermetalliche ricche in ferro (Fe), sia dal punto di vista morfologico che quantitativo.

L'elaborato si articola in tre capitoli principali nei quali vengono presentate le leghe di alluminio utilizzate, la procedura sperimentale di analisi ed infine i dati raccolti, opportunamente rielaborati e commentati.

Il primo capitolo affronta l'alluminio e le leghe da pressocolata tramite una panoramica generale sia dal punto di vista dei processi che delle proprietà meccaniche. Viene descritto dapprima il processo che porta all'ottenimento dell'alluminio, per poi passare ad un'analisi delle leghe e delle rispettive proprietà che portano a differenziarne i campi di applicazione. E' stata inoltre inserita la classificazione EN 1780 delle leghe di alluminio, così come una descrizione delle leghe AlSi9Cu3(Fe) per evidenziarne proprietà fisiche e campi di impiego. Infine, partendo da un'introduzione allo SF, vengono presentati i composti intermetallici che si formano in fase di solidificazione.

Nel secondo capitolo è descritta la procedura sperimentale utilizzata, cioè vengono presentate le operazioni di preparazione del campione svolte in laboratorio, la strumentazione utilizzata, i metodi di analisi dei dati e la loro procedura di elaborazione con il fine di garantire una conformità e ripetibilità di tutte le operazioni.

Nel terzo capitolo vengono riportati i risultati sperimentali ottenuti dall'analisi al microscopio dei campioni, le micrografie più significative di ogni lega analizzata e alcuni grafici che permettono di confrontare l'influenza dello SF e della velocità di raffreddamento della lega sulle fasi primarie formatesi.

INTRODUZIONE

Riduzione di emissioni inquinanti ed elevate prestazioni. Il diktat progettuale che coinvolge l'intero settore automotive è sempre più indirizzato, sia per rispettare normative nazionali ed internazionali in termini di emissioni, sia per soddisfare le crescenti aspettative del mercato, ad una produzione che converga verso questi due obiettivi principali. In particolare, i produttori di blocchi motore si stanno costantemente sforzando per migliorare la fabbricazione e ottenere così blocchi più leggeri a vantaggio di una maggiore efficienza dei motori delle automobili. Il solo blocco motore, infatti, rappresenta il 3-4% del peso totale di un veicolo medio e, per questo motivo, gioca un ruolo chiave in tutte le considerazioni di riduzione del peso.

Le leghe di alluminio come sostitute della tradizionale ghisa possono comportare una riduzione del peso nel blocco motore tra il 40 e il 55%, anche se è necessario considerare la minor resistenza dell'alluminio rispetto alla ghisa. L'applicazione di blocchi motore in alluminio è iniziata nei motori a benzina verso la fine degli anni '70, mentre nei diesel il passaggio ha avuto inizio più tardi, circa a metà degli anni '90. Successivamente, intorno al 2005, la presenza dei blocchi motore in alluminio rispetto a quelli in ghisa ha raggiunto il 50% e la penetrazione nel mercato è in crescente aumento [1].

L'utilizzo dell'alluminio per applicazioni motoristiche rappresenta certamente una sfida, in particolare quando si parla di motori diesel, perché è necessario un sistema di approccio che contempra soluzioni specifiche e affidabili in termini di rigidità, resistenza e per tutte le problematiche collaterali riguardanti il passaggio dalla ghisa all'alluminio, come le diverse risposte dei due materiali in termini di acustica. Per quanto riguarda il blocco motore, è essenziale adattare il suo design, i processi di colata, la composizione della lega e i trattamenti termici per assicurare un'accurata qualità del prodotto. Nello specifico, una delle problematiche di maggior rilievo e, allo stesso tempo, una delle più interessanti è quella relativa alle canne dei cilindri: inserimento di canne in ghisa o blocchi motore monolitici senza l'inserimento di canne?

Nel prediligere il monoblocco interamente in alluminio per le migliori prestazioni ottenibili, si presentano due ulteriori e diverse strade percorribili. Se, da una parte, per garantire direttamente la resistenza all'usura necessaria allo strato interno del cilindro si concentra l'attenzione su leghe AlSi ipereutettiche, come la lega AlSi17Cu4Mg, con processi di colata a bassa pressione e successivo trattamento T6, dall'altra si hanno come oggetto

di studio leghe ipoeutettiche, meno costose delle precedenti, come la lega AlSi9Cu3(Fe) . In questo caso verrebbe utilizzato il più economico processo di pressocolata (HPDC) che, a fronte di un ingente investimento iniziale, garantisce elevati volumi produttivi.

Questo elaborato si addentra nello studio delle leghe secondarie AlSi ipoeutettiche, in particolare, si focalizza nella caratterizzazione dal punto di vista termico e metallografico delle leghe di alluminio da fonderia AlSi9Cu3(Fe) , utilizzate in maniera cospicua nei processi di pressocolata. Queste leghe, infatti, avendo il silicio come elemento alligante principale, presentano una buona colabilità, un aumento della resistenza meccanica e, infine, non vengono penalizzate dal punto di vista della resistenza a corrosione.

Ci si è serviti della calorimetria differenziale a scansione (DSC) tramite la quale, sottoponendo un campione ad un ben preciso programma di temperatura, è possibile caratterizzare dal punto di vista delle proprietà fisiche, chimiche e termodinamiche molti tipi di materiali tra cui materiali metallici, polimerici e ceramici. In questa analisi sperimentale le potenzialità della DSC vengono sfruttate nei termini di impostazione di un programma di temperatura al provino: in particolare, sono state imposte diverse velocità di raffreddamento ad una stessa lega ($0,2^\circ\text{C}/\text{min}$, $2^\circ\text{C}/\text{min}$, $10^\circ\text{C}/\text{min}$, $20^\circ\text{C}/\text{min}$) e, dopo aver inglobato e lucidato il campione, sono state analizzate al microscopio ottico le fasi intermetalliche ricche in ferro formatesi durante la solidificazione del metallo.

Lo scopo prefissato tra i vari casi analizzati era quello di evidenziare la differenza in termini sia di morfologia che di numero di composti primari formati al variare della velocità di raffreddamento imposta. Oltre a questo, l'obiettivo era valutare come anche lo *sludge factor*, ovvero un valore che tenta di esprimere gli effetti combinati di Fe, Mn e Cr sulla precipitazione delle fasi intermetalliche primarie ricche in ferro, influisca su numero e morfologia delle particelle precipitate, con il fine ultimo di individuare le condizioni che portano ad un miglioramento della resistenza ad usura della lega e, quindi, ad un suo potenziale impiego per un blocco motore senza l'inserimento di canne in ghisa.

CAPITOLO 1

L'alluminio e le sue leghe

1.1. L'alluminio e i processi produttivi

L'alluminio (Al) è uno degli elementi metallici maggiormente presenti sulla Terra, secondo solo al ferro (Fe). In particolare, se si considera la sola crosta terrestre, l'alluminio risulta essere l'elemento con percentuale di presenza maggiore, pari a circa l'8% [2]. Attualmente l'alluminio, come conseguenza delle sue proprietà, della grande quantità di leghe che è in grado di formare e della sua completa riciclabilità, risulta essere uno dei materiali metallici più interessanti e studiati nel contesto mondiale, tuttavia la sua storia è piuttosto recente. Nonostante l'abbondante presenza di alluminio sulla Terra, infatti, a causa della sua struttura sub-atomica, l'estrazione, così come la lavorazione e l'impiego di questo materiale, si sono diffusi su larga scala soltanto dopo l'avvento dell'elettricità.

Dal punto di vista chimico l'atomo di alluminio possiede 13 elettroni, di cui 3 nell'orbitale più esterno, configurazione che lo rende particolarmente reattivo con altri elementi chimici, come l'ossigeno (O), con cui crea ossidi molto stabili. Per questo motivo non lo si può trovare in natura allo stato puro, ma solamente combinato con altri elementi sotto forma di silicati e di ossidi di alluminio (allumina Al_2O_3). Il minerale più importante, che è quello utilizzato per la produzione di alluminio, prende il nome di bauxite ed è composto per circa il 50% da allumina [3].

In base ai processi produttivi adottati, è possibile distinguere l'alluminio primario da quello secondario. L'alluminio primario deriva dalla lavorazione del minerale, cioè della bauxite, e il processo di estrazione del metallo fu messo a punto solo nel 1886. In quell'anno, infatti, l'americano Charles Martin Hall e lo scienziato francese Paul Heroult scoprirono contemporaneamente, seppur in modo del tutto indipendente, il primo processo di fusione elettrolitica per la produzione di alluminio metallico estraendolo dall'allumina contenuta nella bauxite. Il metodo Hall-Heroult venne supportato nel 1888 dalla scoperta dell'austriaco Karl Bayer il quale brevettò la tecnica per l'estrazione dell'allumina dalla bauxite [2] [4]. Nelle fasi di estrazione per prima cosa la bauxite viene sottoposta al processo Bayer, cioè viene trattata con soda caustica (NaOH) la quale, in seguito alla reazione con l'alluminio presente nel minerale, genera una soluzione di idrossialuminato di sodio $NaAl(OH)_4$, ossidi di silicio, ferro e titanio che costituiscono i

cosiddetti “fanghi rossi”, successivamente separati e scartati tramite decantazione e filtraggio. La soluzione di alluminato viene decomposta a 90°C in idrossido di alluminio $\text{Al}(\text{OH})_3$, che precipita, e NaOH che verrà riciclata e riutilizzata nel processo. Dopo opportuna filtrazione, l'idrossido di alluminio viene raffreddato e poi riscaldato per ottenere ossido di alluminio Al_2O_3 e vapore acqueo. Una volta ottenuta l'allumina viene applicato il processo Hall-Heroult per ottenere alluminio mediante riduzione elettrolitica. Questa operazione consiste nel mescolare Al_2O_3 ad alte temperature con la criolite all'interno di celle di acciaio rivestite con mattoni refrattari con il fondo in grafite (catodo). Durante il processo elettrolitico, nel bagno fuso sono inserite delle barre sempre di grafite (anodo) utilizzate per la conduzione di corrente continua tra i due poli. In queste condizioni si verifica la decomposizione dell'allumina in alluminio primario e ossigeno. L'alluminio così ottenuto può avere un grado di purezza pari a circa il 99,9%. Il processo appena descritto, ovvero quello che porta ad ottenere alluminio direttamente dal minerale, è molto dispendioso dal punto di vista energetico e, di conseguenza, risulta molto costoso. Si parla di alluminio secondario, invece, nel caso in cui esso sia ottenuto dal riciclo dei rottami. Come detto in precedenza, infatti, una delle caratteristiche dell'alluminio e delle sue leghe è l'elevata riciclabilità, ovvero si tratta di un materiale che può essere continuamente rifiuto senza apprezzabili penalizzazioni dal punto di vista della qualità e con un risparmio energetico di circa il 95% rispetto alla produzione a partire dal minerale.

I rottami utilizzati possono provenire da diverse fonti e possono essere classificati come segue: *new scrap* e *old scrap*. I rottami del primo tipo fanno riferimento a scarti di lavorazioni meccaniche, i quali non necessitano di particolari processi di pulitura e dei quali è nota la composizione chimica. Al contrario, fanno parte della categoria *old scrap* i rottami derivanti da beni giunti a fine del loro ciclo di vita e che necessitano di essere disassemblati, puliti e controllati perché potrebbero contenere impurezze. A seconda del tipo di rottame disponibile, si possono utilizzare differenti tipi di forni, tra cui: forni a riverbero per rottame pulito e non verniciato; forni a induzione per rottame finemente suddiviso (sfridi di lavorazione); forni rotativi per rottame inquinato, di bassa qualità; forni *sloping hearth* per rottame inquinato con altri metalli [3].

1.2. Proprietà dell'alluminio e delle sue leghe

La versatilità d'impiego dell'alluminio è dovuta al fatto che si tratta di un metallo con specifiche qualità tecnologiche quali [2]:

- **STRUTTURA CRISTALLINA:** cubica a facce centrate.
- **BASSA TEMPERATURA DI FUSIONE:** circa 660°C, variabile a seconda degli elementi in lega presenti. Questa proprietà limita le applicazioni dell'alluminio a temperature che, in fase di esercizio, non devono superare i 250-300°C.
- **LEGGEREZZA:** l'alluminio presenta una bassa densità ($\rho = 2,7 \text{ g/cm}^3$) pari a circa un terzo la densità dell'acciaio ($\rho = 7,83 \text{ g/cm}^3$).
- **RESISTENZA ALLA CORROSIONE:** è dovuta all'ottima affinità con l'ossigeno. La superficie, infatti, a seguito del contatto con l'aria atmosferica, si passiva e si riveste di una sottile pellicola di ossido di alluminio che protegge il materiale dalla corrosione. Anche in ambienti quali acqua marina, acqua dolce e a contatto con molti agenti chimici, l'alluminio mantiene una buona resistenza. Tuttavia, a contatto con acciai inossidabili e titanio possono verificarsi fenomeni di corrosione galvanica.
- **LAVORABILITA':** grazie alla notevole malleabilità sia l'alluminio puro che le sue leghe risultano facilmente lavorabili. Questa proprietà, dopo la leggerezza del materiale, è la più apprezzata in campo industriale.
- **RESISTENZA MECCANICA:** può oscillare tra valori compresi tra 60 e 500 MPa in base alla composizione chimica della lega. Alcune leghe possono essere quindi confrontate con degli acciai in termini di resistenza meccanica.
- **CONDUTTIVITA' ELETTRICA:** la conduttività elettrica dell'alluminio risulta essere circa il 50-60% rispetto a quella posseduta dal rame, ma trova sbocco in molte applicazioni perché il peso specifico dell'alluminio è circa un quarto di quello del rame. Alcune leghe di alluminio, invece, per effetto degli elementi alliganti presenti, possiedono un'alta resistività e questa proprietà le rende utili in altri specifici settori.
- **MAGNETISMO:** l'alluminio non è un metallo ferromagnetico.
- **ELEVATA RICICLABILITA':** come già descritto in precedenza, l'alluminio e le sue leghe possono essere facilmente sottoposti a riciclaggio senza un significativo decadimento delle proprietà.
- **ATOSSICITA':** è una caratteristica che ha reso l'alluminio molto utile come elemento nell'industria alimentare (lattine, domopak).

Confronto tra le principali caratteristiche dei materiali metallici più comuni (Tabella 1.1):

	Al	Fe	Ti
Densità ρ [kg/m ³]	2700	7730	4410
Conducibilità termica λ [W/(m·K)]	235	80	22
Carico di rottura σ_r [MPa]	70	250	540
Modulo elastico E [MPa]	67500	210000	107000

Tabella 1.1: Confronto delle caratteristiche principali dei materiali Al, Fe, Ti [4].

1.3. Elementi alliganti

Come evidenziato dalla Tabella 1.1, l'alluminio puro non presenta caratteristiche meccaniche elevate tuttavia, tramite l'introduzione di elementi in lega, le proprietà subiscono un notevole miglioramento. In base alla quantità e alla funzionalità dell'elemento introdotto, si possono distinguere:

- Alliganti maggiori (Cu, Si, Mg): elementi che vengono aggiunti in maggior quantità e che caratterizzano la lega, determinandone le caratteristiche meccaniche, fisiche e tecnologiche.
- Alliganti minori (Ni, Pb, Sn, Bi): si tratta di elementi che, insieme a quelli *modificanti*, vengono aggiunti in quantità modeste ed hanno il compito di migliorare particolari caratteristiche strutturali, fisiche o tecnologiche quali l'affinazione del grano, la neutralizzazione di alcune impurità nocive, il miglioramento della lavorabilità all'utensile e l'incremento della resistenza ad elevata temperatura.
- Elementi modificanti (Mn, Ti, B).
- Impurità (Zn, Fe, Cr): sono elementi che causano all'interno della lega fenomeni indesiderati e a volte dannosi quali l'infragilimento e la precipitazione di fasi intermetalliche dure.

Gli elementi destinati alla preparazione delle leghe possono essere aggiunti in due modi:

- 1) Introduzione diretta dell'elemento nell'alluminio fuso;
- 2) Introduzione della cosiddetta "*lega madre*".

Il primo metodo è impiegato per il silicio e per gli elementi che presentano un punto di fusione inferiore a quello dell'alluminio.

Il secondo metodo, invece, prevede l'impiego di una lega binaria contenente il legante in massima percentuale possibile ed è utilizzato per quegli elementi che presentano una

bassa velocità di dissoluzione nell'alluminio fuso. La lega madre deve presentare alcune caratteristiche essenziali per il suo impiego quali: stabilità chimica, punto di fusione prossimo a quello dell'alluminio e struttura omogenea [5] [6].

Di seguito vengono elencati i principali elementi alliganti maggiori e il rispettivo effetto nelle proprietà delle leghe di alluminio:

- RAME: all'aumentare della percentuale aumenta la resistenza meccanica e la durezza della lega, anche a caldo. La duttilità, però, ne risulta penalizzata e si pone come limite di tollerabilità un tenore di rame pari al 12%. Il principale limite del rame è il decadimento della resistenza alla corrosione che provoca nella lega, anche se presente in basse percentuali. Inoltre, tali leghe sono caratterizzate da bassa saldabilità, infatti gli elementi strutturali sono solitamente collegati mediante rivettatura. Per quanto riguarda le caratteristiche tecnologiche, il rame, se contenuto in tenori al di sotto del 2%, dà luogo ad una diminuzione della colabilità, influenza che si inverte quando il tenore di rame in lega supera il 5% [6] [7].
- SILICIO: il silicio viene solitamente aggiunto nelle leghe da fonderia poiché la caratteristica preminente legata alla presenza di questo elemento, proporzionalmente al suo tenore, è l'alta colabilità; in particolar modo, il silicio aumenta la colabilità della lega unitamente ad un sensibile abbassamento del ritiro e della fragilità a caldo. Queste proprietà risultano massime in corrispondenza della percentuale eutettica (11,7%) dove sono migliori di qualsiasi altra lega. Il silicio, tuttavia, ha effetti sfavorevoli nei confronti delle lavorazioni all'utensile in quanto si creano dei cristalli di Si piccoli e duri che comportano un danneggiamento del tagliente dell'utensile.
- MAGNESIO: l'effetto principale del magnesio è un notevole incremento della resistenza a corrosione della lega. Si è riscontrato, infatti, che le leghe Al-Mg presentano caratteristiche migliori anche dell'alluminio puro in presenza di ambienti alcalini o in ambiente marino [7]. Fino ad una concentrazione pari all'8% queste leghe, se sottoposte al trattamento termico di bonifica, danno scarsi risultati, mentre oltre tale percentuale si ottengono buone caratteristiche meccaniche. Inoltre, il magnesio aumenta la duttilità e la lavorabilità all'utensile. Per contro, però, può ossidarsi facilmente e questo provoca il fenomeno dell'evanescenza, ovvero all'interno del bagno si ha una diminuzione della concentrazione di magnesio. Ciò si verifica specialmente nel processo di rifusione.

I principali elementi minori sono:

- NICHEL: migliora la resistenza a caldo della lega.
- PIOMBO, STAGNO e BISMUTO: in quanto elementi fragilizzanti, sono usati per facilitare le lavorazioni meccaniche. Lo stagno, inoltre, è introdotto in percentuali elevate dove sono richieste caratteristiche di antifrizione.

I principali elementi modificanti sono:

- MANGANESE: nonostante renda la lega sensibile all'ingrossamento del grano durante i trattamenti termici di omogeneizzazione, solubilizzazione e ricristallizzazione, è utilizzato per migliorarne le caratteristiche meccaniche. Inoltre, è impiegato come elemento correttivo nelle leghe di alluminio per inibire l'azione del ferro. Il manganese, infatti, forma dei composti intermetallici che limitano gli effetti negativi sulla resistenza alla corrosione, ma il suo impiego è limitato dal fatto che questi composti comportano un infragilimento del materiale.
- TITANIO e BORO: elementi modificanti introdotti nella lega per favorire l'affinazione del grano.

Elementi considerati impurezze:

- ZINCO: aumenta la colabilità e la lavorabilità alle macchine utensili, ma, per contro, aumenta sia la fragilità a caldo che il coefficiente di ritiro. Insieme al magnesio, inoltre, può formare leghe con resistenza molto elevata e, in alcuni casi, leghe autotemperanti, cioè tramite un raffreddamento in aria a partire dalla temperatura di fusione si ottiene una soluzione solida.
- FERRO: il ferro è considerato un'impurezza. Di conseguenza, il suo impiego risulta limitato nonostante gli effetti positivi che comporta, come il distacco del getto dalla forma nelle leghe da pressocolata, l'affinazione del grano, l'aumento della resistenza meccanica ad alta temperatura e una riduzione della fragilità da ritiro.
- CROMO: nonostante possa essere visto come elemento modificante, il cromo è spesso considerato un'impurezza perché contribuisce alla formazione di fasi che diminuiscono la duttilità e la resistenza a trazione.

1.4. Campi di applicazione

Grazie alle innumerevoli proprietà elencate e descritte nel paragrafo precedente, le leghe di alluminio trovano ampia applicazione in un vasto numero di campi. Data l'importanza che riveste il peso strutturale nell'ambito dei trasporti, è proprio in questo settore che le leghe di alluminio riscontrano maggior interesse e hanno trovato un massiccio impiego, soprattutto negli ultimi anni. Nell'industria automobilistica se ne fa uso per la produzione di parti di telaio, blocchi motore, cilindri, così come rivestono un ruolo fondamentale sia nell'industria aerospaziale che in quella ferroviaria per la produzione di cabine.

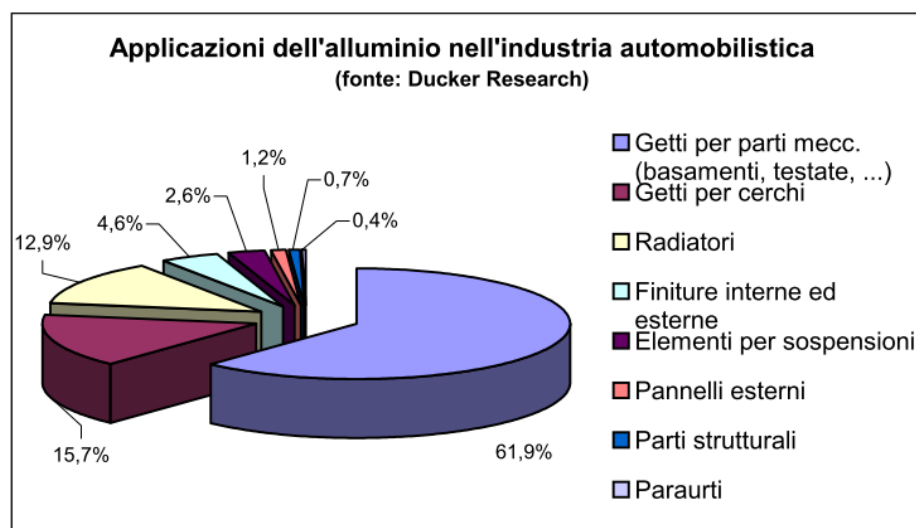


Fig. 1.1: Applicazioni dell'alluminio nell'industria automobilistica [5].

A partire dagli anni '80 si è registrato un progressivo aumento dell'utilizzo delle leghe leggere e, in particolare, delle leghe di alluminio, con conseguente alleggerimento dei mezzi di trasporto e un incremento della riciclabilità degli stessi, aspetto non trascurabile al giorno d'oggi. Tutto questo è avvenuto grazie a fattori quali miglioramento dei processi di lavorazione, riduzione dei costi dell'alluminio primario, sviluppo di leghe avanzate e maggiore conoscenza dei criteri di progettazione per componenti sotto sollecitazione.

Altri settori in cui l'utilizzo dell'alluminio è molto sviluppato sono quello alimentare per tutto ciò che concerne lo scatolame oppure lattine per le bibite; quello edilizio per la realizzazione di serramenti, coperture, serbatoi, condutture, impianti di climatizzazione ed aerazione e radiatori; quello elettrico per la fabbricazione di cavi e conduttori.

Le leghe di alluminio, inoltre, vengono utilizzate per applicazioni criogeniche, serbatoi e tubi in pressione per l'elevata duttilità che presentano anche a bassa temperatura e per la loro buona resistenza alla corrosione. In alcuni casi l'alluminio viene preferito ad altri materiali perché, anche nel caso in cui si possa verificare della corrosione nel tempo, i sali che si formano sono incolori e non alterano i liquidi o le sostanze a contatto. Per questa ragione le leghe di alluminio vengono utilizzate nell'industria dell'acido acetico sintetico, dell'acetato di cellulosa e dei solventi organici [5].

1.5. Classificazione delle leghe di alluminio

Le leghe di alluminio vengono comunemente classificate in base al processo tecnologico utilizzato per ottenerle e in base ai trattamenti che ricevono. Si possono, quindi, individuare due grandi famiglie: le leghe da deformazione plastica e le leghe da fonderia. Le prime rappresentano la frazione più importante delle leghe leggere sia in termini numerici che di applicazioni, le seconde sono leghe particolarmente adatte alla realizzazione di getti e quindi ad essere colate allo stato liquido [8].

1.5.1. Leghe da deformazione plastica

Le leghe da deformazione plastica sono leghe che vengono deformate plasticamente una volta ottenuta la billetta, con lo scopo di conferire particolari proprietà. Possono essere suddivise a seconda che si tratti di deformazione a caldo o a freddo, così come un altro tipo di suddivisione distingue tra leghe trattabili termicamente o meno, attraverso processi quali solubilizzazione, tempra e invecchiamento. Tutte le leghe vengono rappresentate da un codice di quattro cifre in base agli elementi alliganti presenti in maggior quantità: la prima cifra indica la classe della lega, la seconda lo scostamento dalla lega originaria e le ultime due specificano di che lega si tratta (Tabella 1.2).

Codice	Maggior elemento alligante
1xxx	Nessuno
2xxx	Cu
3xxx	Mn
4xxx	Si
5xxx	Mg
6xxx	Si e Mg
7xxx	Zn
8xxx	Vari

Tabella 1.2: Classificazione leghe da deformazione plastica [2].

1.5.2. Leghe da fonderia

Le leghe da fonderia si basano sulla colata dell'alluminio fuso all'interno di uno stampo per la realizzazione di un getto, che può essere ottenuto principalmente tramite colata in gravità oppure pressocolata. La colata in gravità consiste nel versare il metallo liquido all'interno di uno stampo realizzato in sabbia o, in alternativa, in metallo. In questo caso il metallo, per effetto della gravità, riempirà tutti gli interstizi all'interno dello stampo stesso. La pressocolata, invece, è un processo che si avvale di un pistone che, tramite un azionamento meccanico, genera una pressione che spinge il metallo liquido all'interno dello stampo per far sì che tutti gli spazi vuoti siano raggiunti prima che il metallo stesso solidifichi. Questa tecnica comporta vantaggi come il rapido riempimento della cavità dello stampo, l'alimentazione compensativa del ritiro di solidificazione tramite il contributo congiunto di pressione e materozza e il conferimento di una fine struttura cristallina. Le leghe da pressocolata devono possedere determinate caratteristiche tra cui: colabilità, caratteristiche meccaniche a caldo, ridotta fragilità di ritiro, tenuta alla pressione e resistenza alla corrosione. Per ottenere tali proprietà è necessario agire sugli elementi in lega, tra cui il ferro che, con concentrazione inferiore all'1% favorisce l'estrazione del getto dallo stampo, il silicio che aumenta la colabilità, il rame e lo zinco che aumentano le caratteristiche meccaniche a discapito della resistenza a corrosione e il magnesio che, se da una parte aumenta la resistenza a corrosione, dall'altra aumenta la fragilità da ritiro. Questi elementi vengono inseriti tramite pani di lega madre insieme ai rottami nel bagno di metallo fuso con lo scopo di controllare la composizione della lega.

La classificazione delle leghe da fonderia segue normative nazionali ed internazionali. La normativa europea a cui fanno riferimento queste leghe è la EN 1780, dove ogni lega presenta delle lettere e dei numeri che identificano la normativa (EN), il materiale principale (A-Alluminio), la tipologia della lega (B-Ingot, C-Casting, M-Master alloy) e un numero di cinque cifre che indica gli elementi in lega (Tabella 1.3) [2].

LEGHE DA FONDERIA	Sigla	Maggior elemento alligante
EN AB-	1XXX0	Nessuno (99%Al)
	2XXX0	Cu
	4XXX0	Si
EN AC-	5XXX0	Mg
	7XXX0	Zn
EN AM-	8XXX0	Sn
	9XXX0	Master Alloys

Tabella 1.3: Classificazione delle leghe da fonderia, normativa EN 1780. [2]

1.6. Leghe Al-Si

Nelle leghe Al-Si l'elemento in lega presente in maggior quantità è, come detto in precedenza, il silicio e questo implica un aumento della colabilità e della resistenza meccanica senza penalizzazioni della resistenza alla corrosione. Queste caratteristiche rendono queste leghe ottime per processi di fonderia quale la pressocolata.

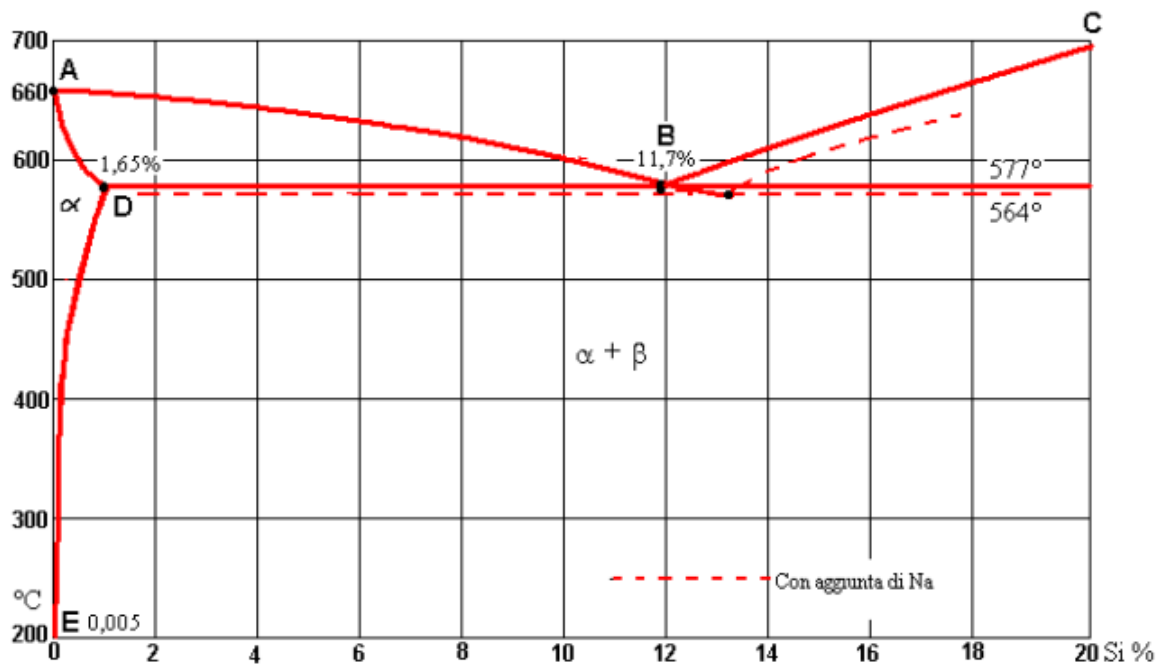


Figura 1.2: Diagramma di stato Alluminio-Silicio fino al 20% di Si [8].

Dal diagramma di stato Al-Si si nota come l'alluminio ed il silicio siano completamente miscibili allo stato liquido e come, al contrario, allo stato solido la solubilità del silicio nell'alluminio cali bruscamente al calare della temperatura (Figura 1.2).

La solubilità massima del Si nell'Al allo stato solido si registra ad una concentrazione dell'1,65% di silicio alla temperatura di 577°C. Il silicio e l'alluminio danno luogo a soluzioni solide di Si in Al(α) o di Al in Si(β) e, inoltre, formano un eutettico con struttura lamellare quando il silicio è presente in lega con una concentrazione dell'11,7% alla temperatura di 577°C.

In queste leghe si ricorre spesso all'aggiunta di una certa quantità di sodio metallico con lo scopo di affinare il grano rendendo così il getto più resistente e tenace. Questa operazione prende il nome di modificazione [9].

1.7. Leghe AlSiCu

Il processo di pressocolata (High-Pressure Die-Casting), nonostante richieda un notevole investimento iniziale, consente di aumentare la produzione, abbassare il tempo di ciclo e di realizzare getti di forma complessa con spessori sottili. Come già descritto, il processo di pressocolata comporta l'iniezione ad elevata velocità di una lega all'interno di uno stampo in acciaio, fase seguita dalla compattazione della lega stessa una volta che lo stampo è riempito. Per essere competitive sul mercato, le fonderie tendono ad aumentare la velocità di riempimento con il proposito di mantenere inalterata la qualità dei getti. Oggi tale approccio non può mai rispettare i requisiti del prodotto e un ulteriore incremento della velocità di iniezione si traduce in maggior turbolenza e intrappolamento di aria e di ossidi.

Al fine di poter utilizzare il processo di pressocolata anche per la realizzazione di componenti strutturali, saldabili e trattabili termicamente, si rende necessario conoscere le principali caratteristiche microstrutturali e le origini della loro formazione durante il processo. Una vasta gamma di leghe possono essere colate in conchiglia a gravità o per bassa pressione, ma la scelta per le leghe da pressocolata è più limitata. La maggior parte delle leghe da pressocolata, infatti, ricade nella famiglia Al-Si con aggiunte di Cu e/o Mg. Una recente indagine condotta dal Centro di Studio Pressocolata dell'Associazione Italiana di Metallurgia ha evidenziato come, a livello italiano, circa il 98% delle leghe utilizzate nella fonderia di pressocolata appartenga alla famiglia Al-Si. Quanto alle leghe di questa famiglia, si è riscontrata una certa diversificazione, con una prevalenza decisamente netta delle EN AB 46xxx, cioè delle leghe AlSi9Cu, che sono in genere quelle che meglio riuniscono le proprietà di resistenza e la colabilità necessaria per l'impiego della tecnologia di pressocolata [10].

Poiché nella procedura sperimentale l'oggetto di studio è una lega AlSi9Cu, in particolare si tratta di una lega AlSi9Cu3(Fe), di quest'ultima in seguito verranno riportate le principali proprietà e i tipici campi di applicazione.

1.7.1. Leghe AlSi9Cu3(Fe)

Per effetto della sua eccellente colabilità, buone proprietà meccaniche e convenienza economica, la lega di alluminio secondario AlSi9Cu3 trova un largo impiego per la produzione di componenti tramite colata a gravità e pressocolata. Gli elementi in lega introdotti permettono un ampio range di impiego: organi di trasmissione, coppa dell'olio, parti del motore o carter sono solo alcuni esempi applicativi nel settore automotive. A causa dei continui e numerosi sforzi per ridurre i consumi energetici e minimizzare le emissioni di CO₂ durante la produzione e l'utilizzo dei componenti, la lega AlSi9Cu3

rimane uno dei materiali preferiti per le parti colate. Tuttavia, è necessario tenere in considerazione i rischi derivanti dall'elevato limite di tolleranza degli elementi in lega perché il complesso effetto di questi può provocare significanti fluttuazioni nella colabilità della lega e nelle sue proprietà meccaniche, comportando la produzione di componenti che non si attengono alle specifiche di progetto.

1.8. Composti intermetallici primari ricchi in ferro (Fe)

Il ferro è sempre presente come impurezza nelle leghe commerciali d'alluminio secondarie. In particolare, nelle leghe Al-Si da fonderia il ferro può contribuire alla formazione di composti intermetallici fragili e deleteri per le proprietà meccaniche di un componente. Il problema relativo alla contaminazione del ferro nelle leghe d'alluminio è di grande interesse economico sia perché l'85% di tutte le leghe da fonderia è prodotto a partire da rottami (contenenti normalmente un tenore di Fe più elevato rispetto a leghe d'alluminio primarie), sia perché il tasso di riciclaggio è in continuo aumento (superiore al 72%) e il ciclo di vita medio dei componenti in alluminio è relativamente breve (circa 14 anni). Negli ultimi anni, perciò, la crescente tendenza all'utilizzo di alluminio secondario, volta a ridurre i costi di produzione, ha aumentato il livello di Fe presente nelle leghe anche fino al 2%, a causa del tenore crescente di Fe nel ciclo dei rottami [11] [12] [13].

1.8.1. Morfologia dei composti

Diverse tipologie di composti ricchi in Fe si possono formare nelle leghe Al-Si da fonderia, come le fasi β -Al₅FeSi, α -Al₁₅Fe₃Si₂ e α' -Al₈Fe₂Si. La fase β -Al₅FeSi è stabile in condizioni di equilibrio (velocità di solidificazione <20°C/s), mentre la fase α -Al₁₅Fe₃Si₂ è metastabile, cioè cristallizza a elevate velocità di raffreddamento e/o in seguito a surriscaldamento del bagno liquido. Mentre le fasi α e α' hanno una struttura cristallina cubica ed esagonale rispettivamente, e una morfologia compatta, la fase β -Al₅FeSi mostra un reticolo monoclinico e una morfologia lamellare (Figura 1.3.a), che appare come un "aghetto" nelle sezioni metallografiche (Figura 1.3.b). Su ciascuna lamella, poi, ne possono crescere molte altre, originando una rete complessa e interconnessa. Proprio a causa di questa struttura, che induce un effetto di concentrazione delle tensioni, la fase β è sicuramente la più deleteria tra le possibili fasi intermetalliche ricche in Fe. In generale, maggiori sono le dimensioni delle lamelle β -Al₅FeSi e maggiori saranno gli effetti negativi sulle proprietà della lega.

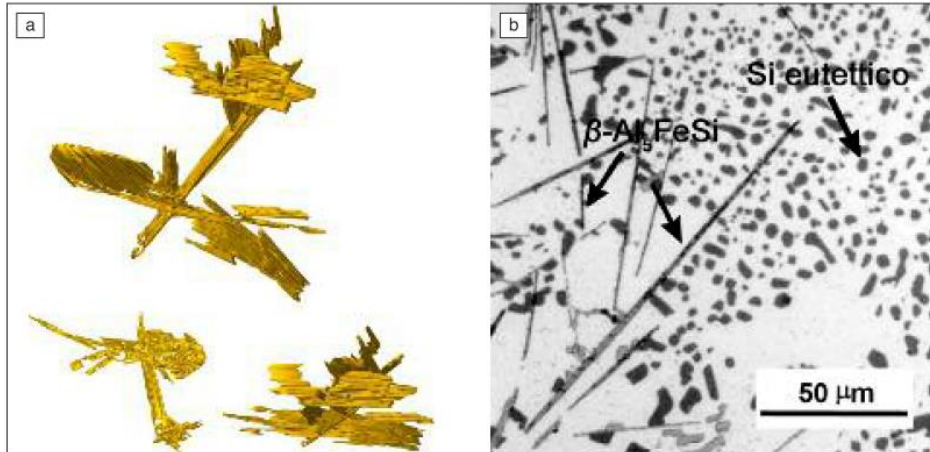


Figura 1.3: (a) Ricostruzione tridimensionale di un gruppo di lamelle β -Al₅FeSi con tre differenti orientazioni; (b) microstruttura di una sezione metallografica di una lega A319(Fe) con indicati gli "aghi" di fase β [11].

La fase β -Al₅FeSi può essere modificata in una morfologia meno dannosa e più compatta con l'aggiunta di elementi in lega quali Mn e Cr. Il manganese (Mn) è l'elemento in lega più comune per contrastare lo sviluppo di particelle aciculari poiché promuove la formazione della fase α , termodinamicamente più stabile.

Solitamente, leghe con un rapporto Fe:Mn minore di 2 sono segnalate incoraggiare la precipitazione della fase α ; tuttavia, si riporta che la formazione di aghi ricchi in Fe non è totalmente inibita anche ad alti livelli di Mn e rapporti Fe:Mn fino a 1. E' stato visto che il cromo (Cr) ha effetti simili a quelli del manganese. Questi due elementi sono normalmente presenti nelle leghe di alluminio secondario da fonderia come impurezze per via del processo di riciclaggio del rottame di alluminio. Fe, Mn e Cr possono sostituirsi a vicenda nella stessa struttura cristallina BCC (Body Centred Cubic), α -Al(Fe,Mn,Cr)Si (α -Fe), che può apparire con morfologia a *scrittura cinese* (Figura 1.4), *star-like* oppure poliedrica.

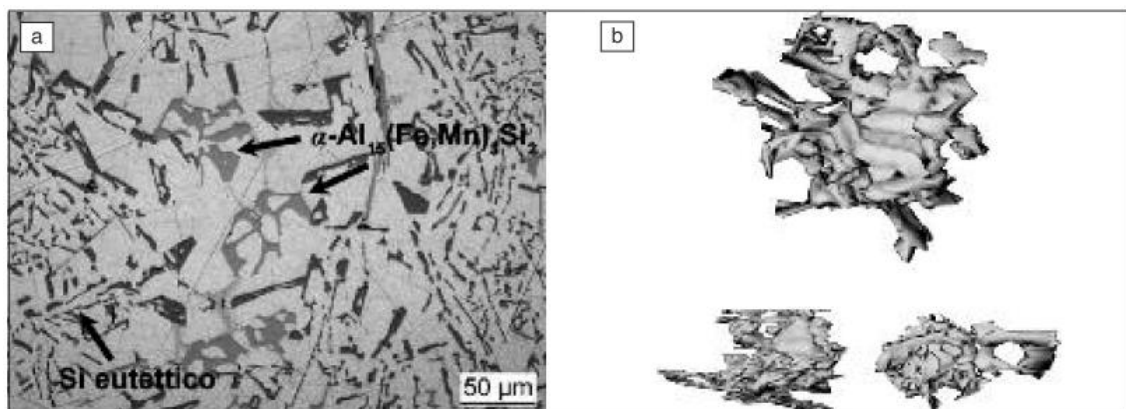


Figura 1.4: (a) Microstruttura di una sezione metallografica di una lega A380 con indicata la fase α -Fe con morfologia *Chinese script*; (b) ricostruzione tridimensionale della fase α con tre diverse orientazioni [11].

Recentemente è stato trovato che la maggior parte delle morfologie poliedriche e *star-like* derivano da un dodecaedro rombico con, potenzialmente, delle cavità su tutte le facce rombiche (Figura 1.5).

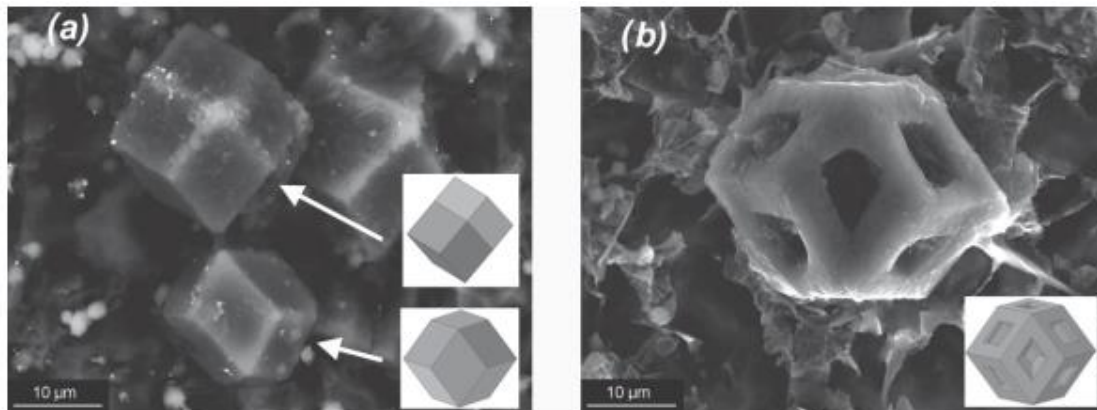


Figura 1.5: Micrografie 3-D di un campione da pressocolata al SEM in cui sono visibili le particelle α -Fe originatesi da un dodecaedro rombico con struttura regolare (a) e cava (b) [13].

Oltre alla composizione chimica, la velocità di raffreddamento contribuisce a determinare la natura delle fasi ricche in Fe per effetto della variazione dei coefficienti di diffusione e solubilità. In letteratura, inoltre, è ben descritto che la precipitazione e la sedimentazione delle particelle ricche in Fe può essere direttamente correlata alla grandezza e alla quantità dei films di ossido e alle inclusioni nell'alluminio fuso, cioè CaO e SiC. L'ossido di alluminio che copre la superficie del bagno può anch'esso agire da nucleante per le particelle.

1.8.2. *Sludge Factor*

I composti ricchi in Fe possono nucleare e crescere a temperature più alte rispetto a quelle delle dendriti di α -Al. Queste particelle primarie, descritte in precedenza, vengono comunemente chiamate *sludge*, hanno elevata densità specifica e tendono a segregare nel fondo del bagno fuso. La tendenza alla formazione di queste particelle primarie ricche in ferro in una lega Al-Si-Cu può essere prevista tramite lo *sludge factor* (SF), un valore che tenta di esprimere gli effetti combinati di Fe, Mn, Cr.

L'equazione empirica dello *sludge factor* è:

$$SF = (1 \times \text{wt. \%Fe}) + (2 \times \text{wt. \%Mn}) + (3 \times \text{wt. \%Cr})$$

Recentemente, Shabestrari ha trovato che i contenuti di iniziali di Fe, Mn e Cr così come la velocità di raffreddamento modificano significativamente la morfologia, le dimensioni e il numero di particelle di *sludge* [13].

1.8.3. Sludge: da problema a soluzione

Nelle fonderie di alluminio, specialmente nelle fonderie da pressocolata dove, per preservare lo stampo e gli utensili, le temperature di colata sono tipicamente più basse rispetto agli altri processi di fonderia, la formazione di *sludge* è spesso considerata un problema. Le particelle primarie caratterizzate da elevata densità, infatti, cambiano la composizione chimica della lega, favorendo il fenomeno della metallizzazione in seguito alla riduzione del Fe disponibile nel bagno liquido e fanno sì che, nel tempo, diminuisca la capacità del forno fusorio. Oltre a questo, lo *sludge* decrementa la fluidità della lega e la sua presenza sotto forma di punti duri ha un effetto negativo anche sulla lavorabilità alle macchine utensili, che si traduce in un incremento della potenza e delle forze di taglio necessarie. Oggetto di molti studi sono i metodi di neutralizzazione del Fe nelle leghe Al-Si da fonderia. In controtendenza, invece, questo elaborato si propone di studiare la natura dello *sludge* per promuovere la formazione di composti con una precisa morfologia, in particolare una specifica attenzione è rivolta alle particelle con morfologia poligonale, derivanti dal sezionamento di un dodecaedro rombico che può contenere delle cavità su tutte le facce rombiche. Proprio le cavità, infatti, possono giocare un ruolo chiave per la resistenza all'usura della lega ad alte temperature e, quindi, sono di particolare interesse per lo sviluppo di un blocco motore in alluminio senza l'inserimento di canne in ghisa.

CAPITOLO 2

Procedura sperimentale

2.1. Leghe analizzate

Le analisi sono state condotte su leghe EN AC 46000, tipico esempio di leghe secondarie Al-Si da fonderia, fornite da Raffineria Metalli Capra spa. Le tre leghe prese in esame hanno come elemento alligante principale il silicio (Si) e differiscono tra loro prevalentemente per le diverse combinazioni di tre elementi quali ferro, manganese e cromo. In particolare, come evidenziato dalla Tabella 2.1, la lega A contiene le minori percentuali di tutti e tre gli elementi e di conseguenza, lo SF, pari a 1,32 [-], assume un valore minimo rispetto alle altre due leghe. La lega L e la lega H si differenziano tra loro per la diversa percentuale di manganese, presente nominalmente nella lega H allo 0,25% in peso e nella lega L allo 0,55%. Lo SF risulta, per la lega H, pari a 2,11 [-], mentre per la lega L pari a 2,9 [-]. Anche i rapporti Fe : (Mn+Cr) risultano diversi nelle tre leghe analizzate: per la lega A il rapporto assume un valore di 2,61 [-], per la lega H, invece, di 4,33 [-] e, infine, per la lega L di 2,05 [-] (Tabella 2.2).

LEGHE	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Mg	Ni	Zn	Pb	Sr
46000	8,2	2,8	0,8	0,3	0,08	0,3	0,08	0,9	0,08	0,0001
46000 A	8,4	2,4	0,72	0,22	0,056	0,2	0,05	1,1	0,1	0,0001
46000 H	8,3	2,4	1,38	0,22	0,099	0,2	0,05	1,1	0,1	0,0001
46000 L	8,2	2,4	1,42	0,59	0,103	0,2	0,05	1,0	0,1	0,0001

Tabella 2.1: Elenco composizione reale in peso percentuale delle leghe analizzate.

LEGHE	S.F.	Fe : (Mn+Cr)
A	1,32	2,61
H	2,11	4,33
L	2,9	2,05

Tabella 2.2: Sludge factor reale e rapporto Fe : (Mn+Cr) reale nelle leghe analizzate.

2.2. Analisi termica

Con lo scopo di imporre una ben precisa storia termica al provino, è stata utilizzata la macchina LABSYS evo, composta principalmente da una camera, detta fornace, e attrezzata per l'analisi DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) con un componente che comprende un'asta di allumina, sensori in platino e rodio e due crogioli di allumina da 110 μl (Figura 2.1). All'interno della macchina, che può effettuare analisi fino a 1600°C, i crogioli sono posizionati in due sedi direttamente sopra ai sensori che raccolgono i dati di temperatura. La macchina, inoltre, è fornita di un sistema di raffreddamento ad acqua e da un sistema che permette di operare in atmosfera satura di argon (Flusso: 70 ml/min) per prevenire la contaminazione del campione e la sua ossidazione. Per controllare il flusso del gas immesso nella camera, viene utilizzato un flussimetro analogico collegato alla camera stessa mediante un riduttore e un tubo di gomma. Di seguito sono riportate le specifiche tecniche della macchina (Tabella 2.3). [14]

Temperature range	Ambient to 1 600 °C
Isothermal temperature accuracy	± 1 °C
Programmable temperature scanning rate (heating and cooling)	0.01 to 100 °C · min ⁻¹
Furnace cooling	32 min (1 600 °C to 50 °C)
Maximum balance capacity	20 g
weight range	± 1 000 mg; ± 200 mg
Weighting precision	± 0.01 %
TG resolution	0.2 μg ; 0.02 μg
Auto Sampler	30 samples and 6 references 4-prong gripper
DSC rod - Resolution	0.4 μW / 10 μW dependent on sensor
3D Cp rod - Cp Accuracy	< 2 %
Vacuum	< 10 ⁻¹ mbar
Evolved gas	simultaneous MS, FTIR couplings (option)
Gases	<ul style="list-style-type: none"> • Two inlets for gas scanning (inert or reactive) or • 3 carrier gases (option) (MFC from 4 to 200 ml/min) + 1 auxiliary or reactive gas (MFC from 0.3 to 16 ml/min)*
weight	55 kg / 121 lbs
Dimension (Height / Width / Depth)	56 closed, 76 opened / 53 / 58 cm (22.0 closed, 29.9 opened / 20.8 / 22.8 in)
Power requirements	230 V - 50/60 Hz

*MFC = Mass Flow Controller

Tabella 2.3: Specifiche tecniche della macchina DSC LABSYS evo [14].

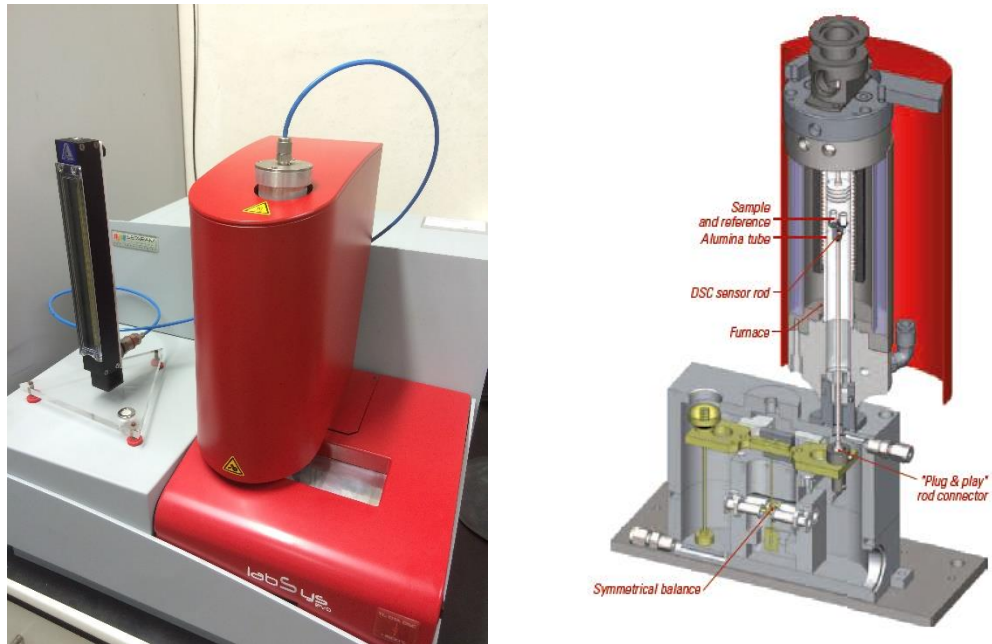


Figura 2.1: Macchina DSC a flusso di calore LABSYS evo.

2.3. Creazione procedura di analisi

Per poter imporre un ben preciso profilo di temperatura al campione durante la prova, è necessario scegliere e successivamente implementare la procedura sperimentale tramite l'ausilio di un software. La storia termica viene scelta in base agli studi che si vogliono condurre e alle esigenze di uniformazione della temperatura su tutto il campione.

Nella procedura scelta per le analisi, ogni zona è caratterizzata da una temperatura iniziale, una temperatura finale, una velocità di raffreddamento/riscaldamento (o, in alternativa, un intervallo di tempo a temperatura costante) e, infine, dall'apertura/chiusura della valvole dell'acqua e del gas. Essendo interessati ai composti che si formano durante la solidificazione del metallo, per prima cosa è necessario portare il campione a fusione, non prima, però, di una breve permanenza (10 minuti) a 20°C per portare in equilibrio tutto il campione e per permettere all'argon di pulire la camera di analisi. Si procede, quindi, impostando una rampa di riscaldamento con una velocità di 10°C/min da 20°C fino a 800°C, temperatura poi mantenuta costante per 10 minuti in modo da garantire che tutto il campione abbia raggiunto la temperatura desiderata. Dopo questa prima zona, definita "riscaldamento", segue la zona "raffreddamento", ovvero quella che viene di volta in volta modificata in base al campione in analisi. Partendo da 800°C, si

procede inserendo dapprima una rampa di raffreddamento con pendenza negativa e poi impostando la temperatura finale, pari a 430 °C. Le velocità di raffreddamento adottate nel corso degli esperimenti sono di: 0,2°C/min, 2°C/min, 10°C/min, 20°C/min. Segue, poi, la zona definita “chiusura” in cui, a prescindere dalla velocità di raffreddamento imposta in precedenza, si passa da 430°C a 20°C con una velocità di 10°C/min e questa operazione, che accorcia i tempi di utilizzo della macchina, è possibile in quanto si è certi che a 430°C il materiale sia del tutto solidificato. Per concludere, il campione permane per 10 minuti a temperatura ambiente (20°C) prima di essere estratto (Tabella 2.4) (Figura 2.2). Per evitare fenomeni di ossidazione durante le operazioni di fusione e solidificazione del metallo, è bene svolgere la prova in atmosfera controllata e, di conseguenza, nella camera di processo vi è un flusso continuo di argon.

ZONE	Temp. inizio [°C]	Temp. fine [°C]	Velocità [°C/min]	Tempo [min]
RISCALDO	20	20	0	10
	20	800	10	78
	800	800	0	10
RAFFREDDAMENTO	800	430	0,2 - 2 - 10 - 20	/
CHIUSURA	430	20	10	41
	20	20	0	10

Tabella 2.4: Procedura sperimentale utilizzata per l’acquisizione dei dati riguardanti la formazione di composti intermetallici nelle leghe a diverse velocità di raffreddamento.

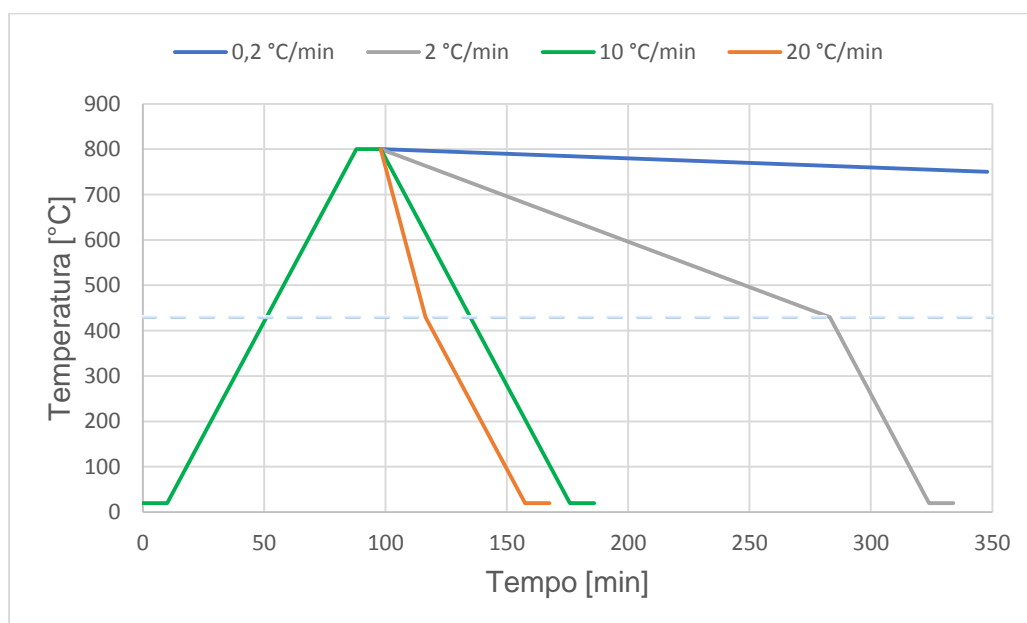


Figura 2.2: Rappresentazione grafica dei profili di temperatura a 0,2 °C/min, 2°C/min, 10°C/min e 20°C/min in funzione del tempo.

Dopo aver impostato la procedura è necessario inserire nel software di analisi altri parametri quali la massa del campione in milligrammi e il tipo di crogiolo utilizzato, nel caso in esame si tratta di un crogiolo in allumina (Al_2O_3 100 μl). Impostati i dati richiesti, si può procedere con l'apertura manuale delle saracinesche dell'acqua e del gas, situate a monte della macchina, per poi far partire la prova tramite il comando *start*. Una volta conclusa, è possibile estrarre il campione dalla macchina dopo aver chiuso, tramite il software, la valvola dell'acqua che, al contrario di quella del gas, necessita di fermo manuale.

2.4. Preparazione dei provini

Per le prove tramite DSC sono stati utilizzati campioni cilindrici ricavati da provini da tensocorrosione di diametro pari a 4mm della famiglia di leghe Al-Si da pressocolata (Figura 2.3).

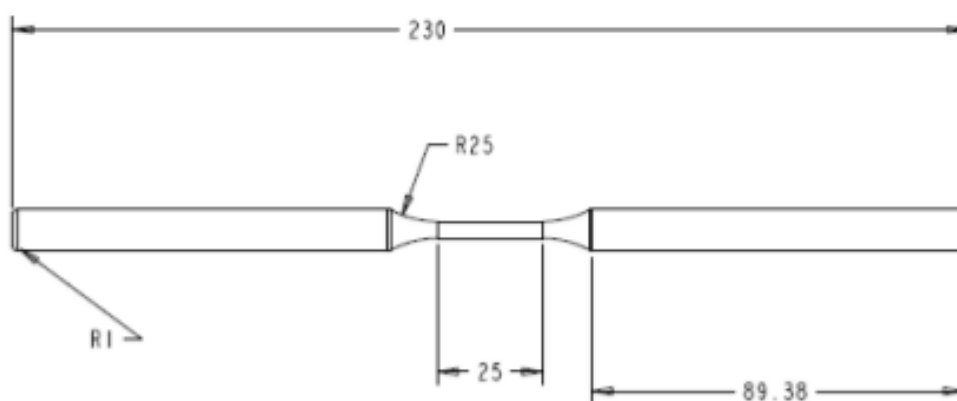


Figura 2.3: Provino da tensocorrosione da cui è stato prelevato il campione di analisi [15].

Il campione è stato ricavato servendosi di un seghetto per materiali metallici, tramite sezionamento ortogonale del suddetto provino da tensocorrosione e successivamente rifinito e portato a dimensione mediante passaggi successivi su carta abrasiva. Questa operazione è necessaria, oltre che per ottenere un provino la cui massa sia compresa tra i 30 e i 35 mg, sia per facilitare l'inserimento del provino nel crogiolo di forma cilindrica, sia per rendere le basi il più possibile piane e parallele per migliorare il contatto con crogiolo e organi di raccolta dati. Il campione è stato pesato con una bilancia digitale (precisione $\pm 0,1$ mg) e, raggiunti il peso e le dimensioni corrette, posizionato all'interno del crogiolo nella fornace, servendosi di pinzette.

Terminato il processo, è necessario preparare in maniera opportuna i provini affinché possano poi essere analizzati tramite software. L'analisi metallografica effettuata tramite microscopio ottico, infatti, è un passaggio fondamentale nella procedura sperimentale in quanto permettere di apprezzare, a vari ingrandimenti, le modifiche morfologiche dei composti primari oggetto di studio.

La preparazione prevede di inglobare i campioni, a caldo o a freddo, in una resina con lo scopo di rendere possibili le successive fasi di sgrossatura e lucidatura per facilitare l'osservazione al microscopio. L'inglobatura consiste nell'annegare il campione in un cilindretto di resina indurita lasciando in vista la parte che sarà ispezionata, appoggiandola, cioè, sul piano su cui si versa la resina in polvere o liquida. Le resine per inglobatura a freddo sono di uso più semplice poiché induriscono a temperatura ambiente e, di conseguenza, necessitano solo dei contenitori per la polimerizzazione. Quelle a caldo, al contrario, induriscono a elevata temperatura (da 150 a 300°C) e richiedono l'utilizzo di un'apposita inglobatrice in grado di pressare e scaldare la resina. Le resine a caldo hanno il vantaggio di essere più compatte e resistenti nel tempo, quindi rendono possibile un'esaminazione del campione anche dopo lungo tempo. Quelle a freddo, invece, tendono a disgregarsi lievemente, soprattutto all'interfaccia con il metallo, presentando quindi problemi di scarso contrasto ad un esame microscopico eseguito sul campione a lungo andare [15].

Terminata l'inglobatura, è necessario eseguire la lucidatura dei saggi con il fine di portarli, dopo un certo numero di passaggi, ad una lucidatura a specchio per poter successivamente effettuare l'analisi d'immagine al microscopio ottico, basato sul principio della riflessione (Figura 2.4).



Figura 2.4: Microscopio ottico utilizzato per le analisi in laboratorio.

Queste operazioni sono svolte con la lappatrice (Figura 2.5), macchinario la cui principale caratteristica costruttiva consiste in un disco rotante avente velocità regolabili e sopra il quale vengono collocati in successione diversi mezzi abrasivi necessari per le operazioni di sgrossatura, finitura e lucidatura dei campioni. La sgrossatura è eseguita con carte abrasive aventi grana via via più fine, fissate sul disco rotante.



Figura 2.5: Lappatrice utilizzata in laboratorio per la sgrossatura e finitura dei provini.

Una volta conclusa la sgrossatura dei saggi, si passa alla fase di finitura che si esegue con l'ausilio di panni montati sull'elemento rotante, sui quali viene depositata una pasta diamantata in cui sono finemente distribuite particelle di diamante artificiale con dimensioni micrometriche. In particolare, sono stati utilizzati i panni con granulometria da 6 μm e 3 μm . L'ultimo passaggio consiste nell'utilizzo di un panno su cui è versata una soluzione acquosa contenente particelle disperse di ossido di silice, della dimensione di 200 nm. La lucidatura finale avviene per l'effetto contemporaneo di un'azione abrasiva meccanica ed una chimica erosiva: la prima effettuata da parte delle particelle di ossido, la seconda per attacco chimico della soluzione [16].

Poiché diverse soluzioni adottate in termini di inglobatura dei campioni hanno comportato l'utilizzo di diverse strategie di sgrossatura e finitura, di seguito vengono descritte nei dettagli le due tipologie di provini: "mezzeria" e "superficie".

2.4.1. *Provini “mezzeria”*

Con la dicitura “mezzeria” si intendono quei provini in cui l’inglobatura è stata eseguita ponendo le facce circolari dei campioni cilindrici in maniera perpendicolare rispetto alla superficie sulla quale viene adagiata la resina, con lo scopo di ottenere via via successive sezioni rettangolari dei campioni.

Questi ultimi sono stati incollati ad una placchetta di alluminio per garantire migliore stabilità durante l’inglobatura (Figura 2.6, Figura 2.7). Le carte abrasive utilizzate per questi provini sono state, dalla più grossolana: P180, P600, P1200, P2400 e, in seguito, è stata effettuata una finitura e una lucidatura come descritto dettagliatamente in precedenza.

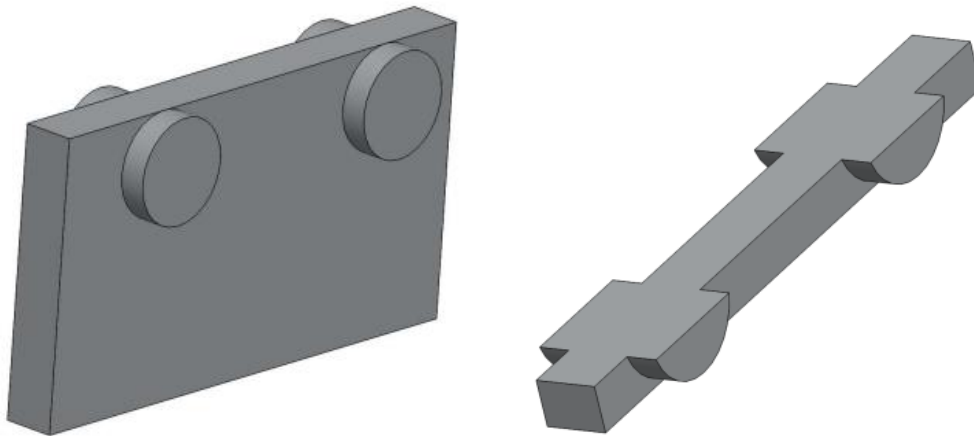


Figura 2.6: Ricostruzione dei provini “mezzeria” con i campioni integri e successivamente sezionati dopo il passaggio su carte abrasive.

Per avere dati più affidabili, ciascun campione cilindrico è stato sezionato a diverse distanze dalla superficie del provino e ciascun sezionamento è stato definito come “livello”: il passaggio da un livello al successivo prevede sempre la ripetizione pedissequa delle operazioni di sgrossatura, finitura e lucidatura descritte precedentemente.

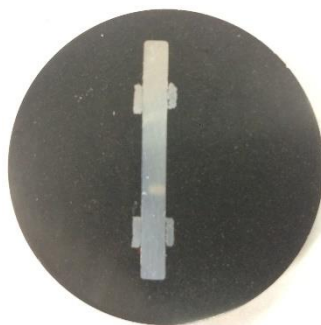


Figura 2.7: Immagine di un provino “mezzeria” dopo inglobatura.

2.4.2. Provini “superficie”

Il trattamento dei provini “superficie” è diverso da quelli “mezzeria” sia in termini di inglobatura che di passaggio sulle carte, operazione molto più delicata rispetto a quella appena descritta per i provini “mezzeria”. In questo caso, infatti, l’intento è quello di studiare le particelle di *sludge* che si formano nello strato superficiale del campione e, per comodità, per l’analisi viene scelta una delle due facce circolari del cilindro e in seguito posizionata parallelamente rispetto alla superficie sulla quale viene deposta la resina (Figura 2.8). Anche in questo caso si ricorre all’uso di una placchetta di alluminio come supporto per il campione. Dopo l’inglobatura è necessario il passaggio sulle carte abrasive: in questo caso si adotta una carta P1200 e si tiene fermo il provino esercitando una lieve pressione per 3/4 secondi, per evitare il rischio di asportare materiale in maniera eccessiva e, di conseguenza, rimuovere tutto lo *sludge* presente superficialmente. Si passa, poi, ad una carta P4000 nelle modalità descritte per la carta P1200 e, in seguito, viene effettuata la lucidatura tramite i panni da 6 μm e da 3 μm per terminare, poi, con l’ossido di silice. Nei provini “superficie” non viene effettuata l’analisi di più livelli in quanto si è interessati ad una visione d’insieme delle particelle di *sludge* sulla superficie del campione.

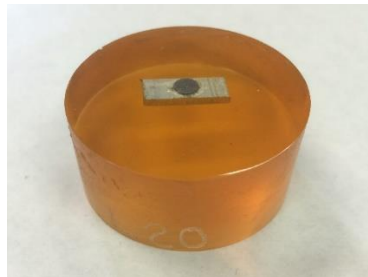


Figura 2.8: Immagine di un provino “superficie” dopo inglobatura.

2.5. Analisi metallografica

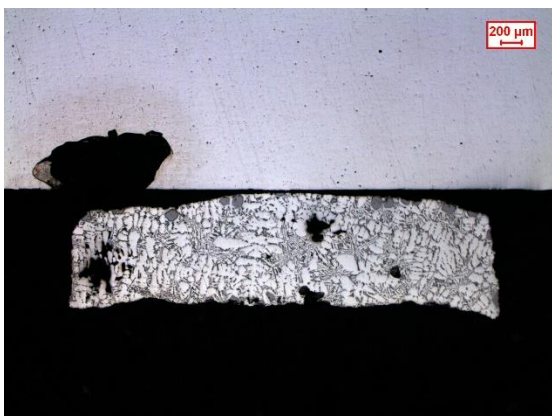
L'analisi metallografica permette, tramite l'utilizzo del microscopio ottico, di apprezzare a vari ingrandimenti la microstruttura dei campioni. In particolare, permette di studiare a fondo i composti intermetallici ricchi in ferro che si formano durante la fase di solidificazione della leghe e permette di indagare sui fattori che favoriscono la precipitazione di composti con morfologia esagonale piuttosto che aciculare o a *scrittura cinese*.

Una volta terminata la preparazione metallografica, si procede appoggiando ciascun provino su un supporto metallico con della plastilina per renderlo più facilmente in piano, per poi passare alla fase di acquisizione delle immagini. La prima parte del lavoro consiste nell'ottenere per ogni provino varie micrografie a diversi ingrandimenti, per esempio 12.5x per avere una panoramica generale di tutto il campione oppure maggiori ingrandimenti per permettere l'individuazione dei composti intermetallici e favorirne una successiva analisi più accurata.

In questa prima fase, nonostante non sia ancora stata effettuata alcuna misurazione, si riesce ad individuare, in base al tipo di lega analizzata, la differenza i composti sia in termini dimensionali che morfologici e, per una stessa lega, la differenza che sussiste con il variare della velocità di raffreddamento imposta.

La Figura 2.9 mostra due immagini di un provino "mezzeria" prese progressivamente con ingrandimenti maggiori.

a)



b)

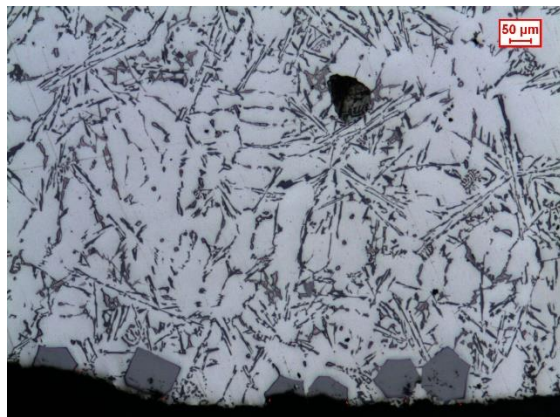


Figura 2.9: Serie di immagini prese a diversi ingrandimenti: a) 12,5x; b) 50x.

Conclusa l'operazione di acquisizione delle immagini, si passa all'analisi delle micrografie tramite un software, in dotazione in laboratorio, che permette di elaborare le immagini e ottenere come output dei dati relativi a parametri ben precisi e decisi dall'utente nella sessione di lavoro.

La procedura di elaborazione consiste nel definire manualmente il contorno del campione in analisi servendosi, tipicamente, della micrografia a 12,5x perché è quella che garantisce una migliore visione d'insieme. Da questa operazione si ottiene il dato di area totale del campione, utile per quantificare in un secondo momento la %*sludge* presente come rapporto tra la somma delle aree delle singole particelle e l'area totale analizzata. Si passa, poi, ad individuare le particelle di *sludge*, riconoscibili dalla morfologia poligonale, tralasciando i composti intermetallici a *scrittura cinese* oppure con morfologia aciculare e si contornano manualmente una per una le particelle presenti utilizzando, nella maggior parte dei casi, le micrografie a 50x.

I parametri su cui ci si è soffermati durante l'analisi sono:

- **area** delle particelle: dato principale per differenziare tra loro le particelle;
- **lunghezza** delle particelle: utile per definire un trend dimensionale in base alla velocità di raffreddamento;
- **larghezza** delle particelle: dato particolarmente di rilievo nei provini “mezzeria” e necessario se si volesse stimare la %*sludge* presente nel campione in termini volumetrici, in quanto permette di individuare la profondità media delle particelle;
- **perimetro** delle particelle: come per la lunghezza, definisce un trend dimensionale;
- **rotondità** delle particelle: contribuisce alla definizione morfologica dei composti (più il risultato tende a uno e maggiore è la rotondità della particella) ed è calcolata in automatico dal software come:

$$rotondità = \frac{(perimetro)^2}{area \times 4\pi} [-]$$

- **diametro equivalente** della particella: espresso in μm , rappresenta il diametro che avrebbe una circonferenza di uguale area a quella della particella.

Dopo aver ottenuto i valori di questi parametri, forniti in automatico dopo il contornamento di ciascuna particella, si procede unendo tutti i dati dei *frames* relativi ad uno stesso campione in modo da ottenere una panoramica più ampia e di più facile comprensione rispetto ai dati delle singole immagini.

E' possibile, infatti, ricavare:

- numero di particelle totali presenti sul campione per i provini “mezzeria”;
- densità di particelle presenti per i provini “superficie”, vista la difficoltà di mettere in rilievo contemporaneamente tutte le particelle superficiali;
- $\%sludge = \frac{\sum (area\ particelle)}{area\ totale\ analizzata}$, sia per i provini “mezzeria” che “superficie”;

Inoltre, è possibile ottenere dei valori medi dei parametri prima citati, cioè individuare l'area media delle particelle, la loro lunghezza e larghezza media, il perimetro medio così come il diametro equivalente medio ed infine la rotondità media, unitamente alla deviazione standard che fornisce lo scostamento presente per ciascuna misurazione effettuata.

CAPITOLO 3

Presentazione dei risultati

Di seguito verranno riportati i dati ottenuti dapprima tramite l'analisi al microscopio e successivamente rielaborati in maniera opportuna per essere confrontati e commentati.

Per ogni lega verrà seguita la stessa procedura di presentazione dei risultati: in primo luogo si affronteranno i provini "mezzeria", in quanto sono stati i primi ad essere studiati nel corso della sperimentazione; in secondo luogo, verranno presentati i dati dei provini "superficie".

Per quanto riguarda i provini definiti "mezzeria", dopo la presentazione di alcune micrografie ritenute significative per ciascuna velocità di raffreddamento studiata (cioè 20 °C/min, 10 °C/min, 2 °C/min e 0,2 °C/min), verrà rappresentato tramite grafici l'andamento dei parametri principali, ovvero %*sludge*, frequenza delle particelle, area media delle particelle, larghezza media, rotondità media e diametro equivalente medio. In seguito, anche per i provini "superficie" saranno presenti delle micrografie rilevanti per ciascuna velocità di raffreddamento studiata, più precisamente 20 °C/min, 2 °C/min e 0,2 °C/min. Dopo una presentazione dei valori registrati, verranno tracciati dei grafici per evidenziare l'andamento degli stessi parametri prima citati per i provini "mezzeria", eccezion fatta per il dato di larghezza media sostituito, in questo caso, da quello di lunghezza media. Infatti, quando si analizza la superficie del campione, dove sono presenti particelle su tutta l'area e non solo sulla zona di bordo a causa del sezionamento, la lunghezza è un dato più rilevante rispetto alla larghezza.

Infine, degli istogrammi hanno lo scopo di mettere a confronto lo stesso parametro in due diverse situazioni. Per ogni velocità di raffreddamento comune tra i provini "mezzeria" e "superficie", infatti, sarà presente l'andamento della lunghezza media, larghezza media, perimetro medio, diametro equivalente medio, area media e frazione di *sludge* calcolato sia in superficie che nella sezione del campione.

Per concludere, sarà presente un confronto, a parità di parametro, delle tre leghe studiate per avere una visione d'insieme più chiara su come lo *sludge factor* possa influenzare in termini quantitativi e morfologici i composti intermetallici primari ricchi in ferro.

3.1. Risultati lega A

Composizione effettiva in peso percentuale della lega A (Tabella 3.1):

Lega	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Mg	Ni	Zn	Pb	Sr
46000 A	8,4	2,4	0,72	0,22	0,056	0,2	0,05	1,1	0,1	0,0001

Tabella 3.1: Composizione in peso percentuale della lega A.

3.1.1 Micrografie Lega A “mezzeria”

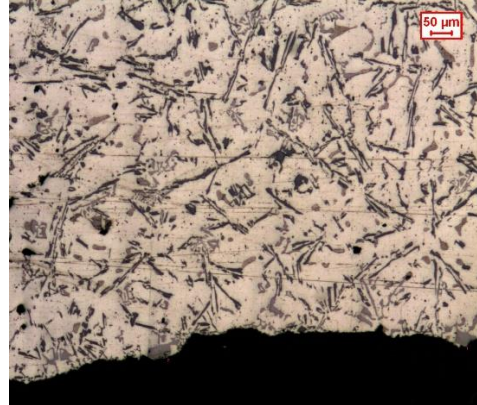
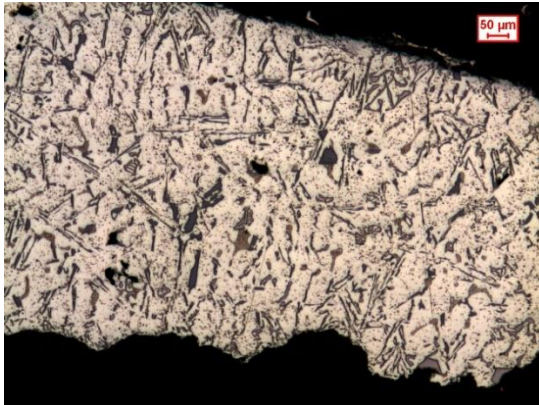


Figura 3.1: Micrografie lega A, 20 °C/min.

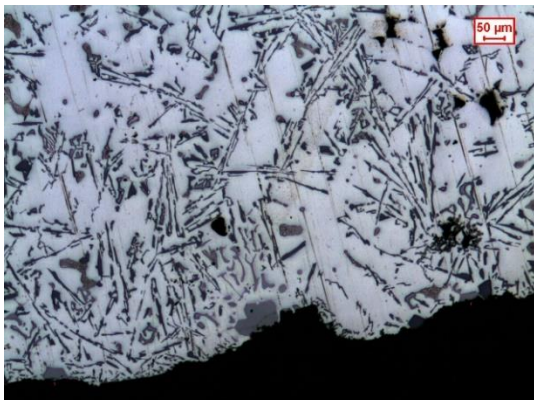


Figura 3.2: Micrografie lega A, 10 °C/min.

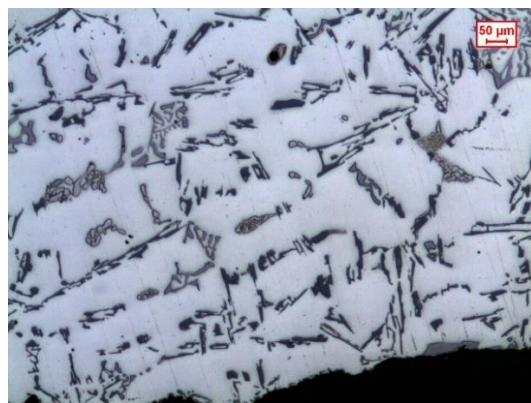
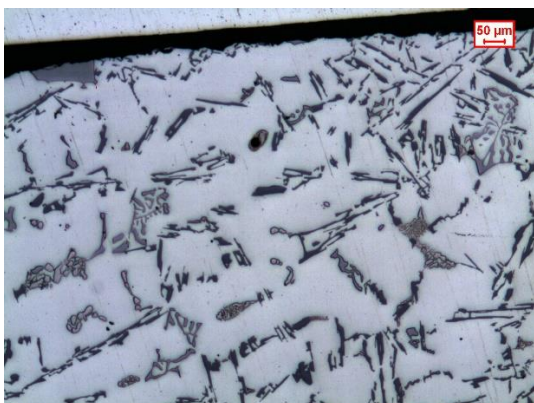


Figura 3.3: Micrografie lega A: 2 °C/min.



Figura 3.4: Micrografie lega A, 0,2 °C/min.

3.1.2. Lega A “mezzeria”

I dati sperimentali della lega A “mezzeria” 1° livello – 2° livello – 3° livello, con i valori relativi alla deviazione standard indicati tra parentesi, sono riportati dettagliatamente nell’Appendice A. Di seguito, vengono messi in evidenza tramite grafici gli andamenti dei parametri più significativi (Figura 3.5; 3.6; 3.7; 3.8; 3.9; 3.10).

La Figura 3.5 mostra come la frazione di *sludge* nei tre livelli analizzati decresca con andamento iperbolico con l’aumentare della velocità di raffreddamento. La Figura 3.6, inoltre, evidenzia come i dati relativi alla frequenza di particelle siano piuttosto vari nei tre livelli analizzati e questo fenomeno è legato sia alla procedura sperimentale utilizzata, sia ad un basso valore di SF che caratterizza la lega A. In generale, si nota come la frequenza sia crescente con l’aumentare della velocità di raffreddamento, seppur non in maniera marcata. Comportamenti simili a quello registrato per la frazione di *sludge* si registrano considerando, come rappresentato in Figura 3.7 e Figura 3.10, sia l’area media delle particelle che il loro diametro equivalente medio: in entrambi i casi l’andamento dei parametri è iperbolicamente decrescente con l’aumentare del *cooling rate*.

Per quanto riguarda la rotondità media delle particelle, la Figura 3.9 mostra come l’andamento sia decrescente con l’aumentare della velocità di raffreddamento fino a 10 °C/min per poi diventare leggermente crescente nel passaggio alla prova a 20 °C/min. Infine, la larghezza media delle particelle (Figura 3.8) decresce con l’aumentare del *cooling rate* anche se c’è da registrare una variabilità dei dati per le prove a 0,2 °C/min.

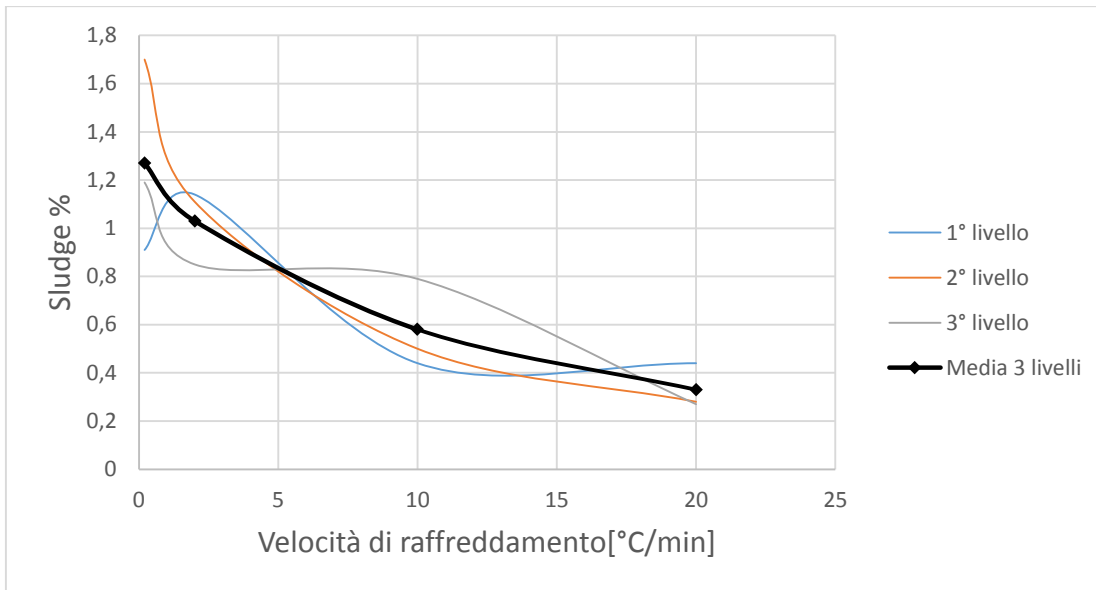


Figura 3.5: Andamento della %sludge in funzione del *cooling rate* per la lega A “mezzeria”.

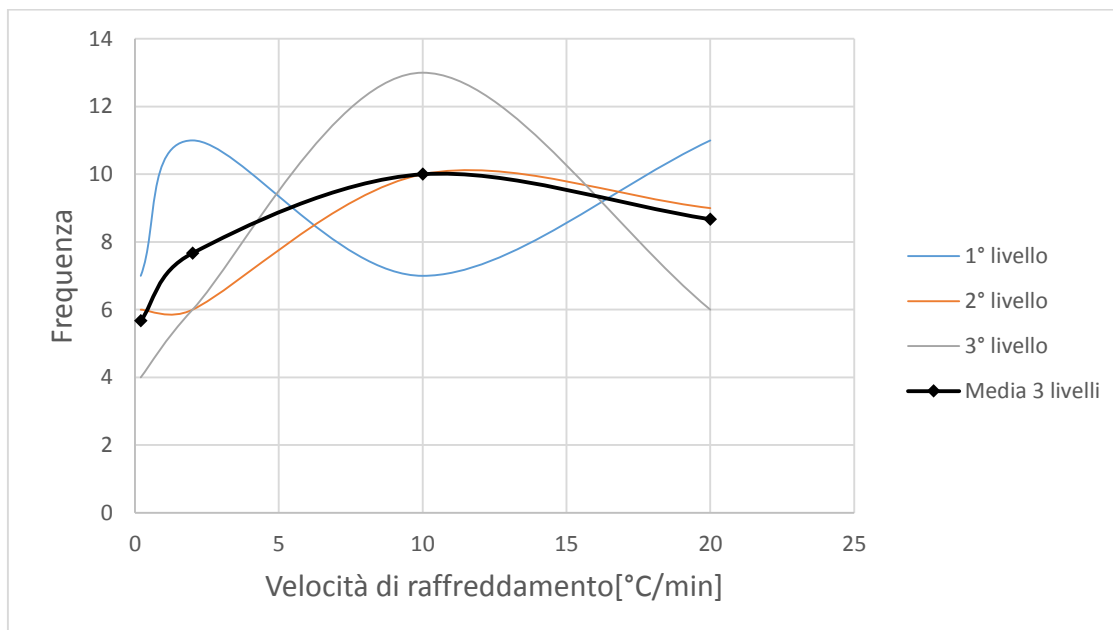


Figura 3.6: Andamento della frequenza di particelle in funzione del *cooling rate* per la lega A “mezzeria”.

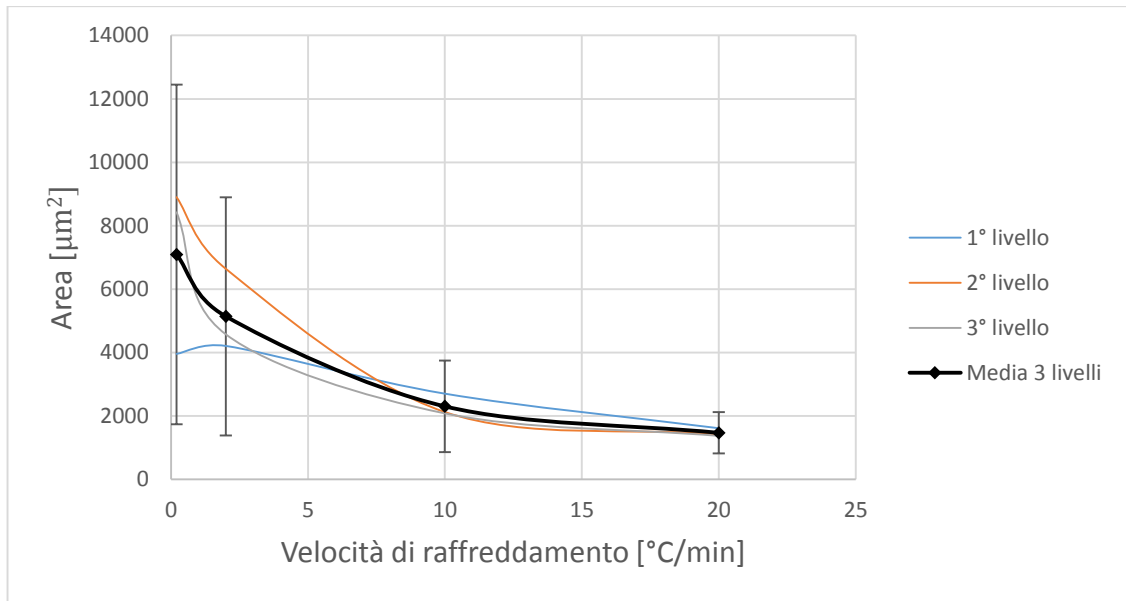


Figura 3.7: Andamento dell'area media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega A "mezzeria"

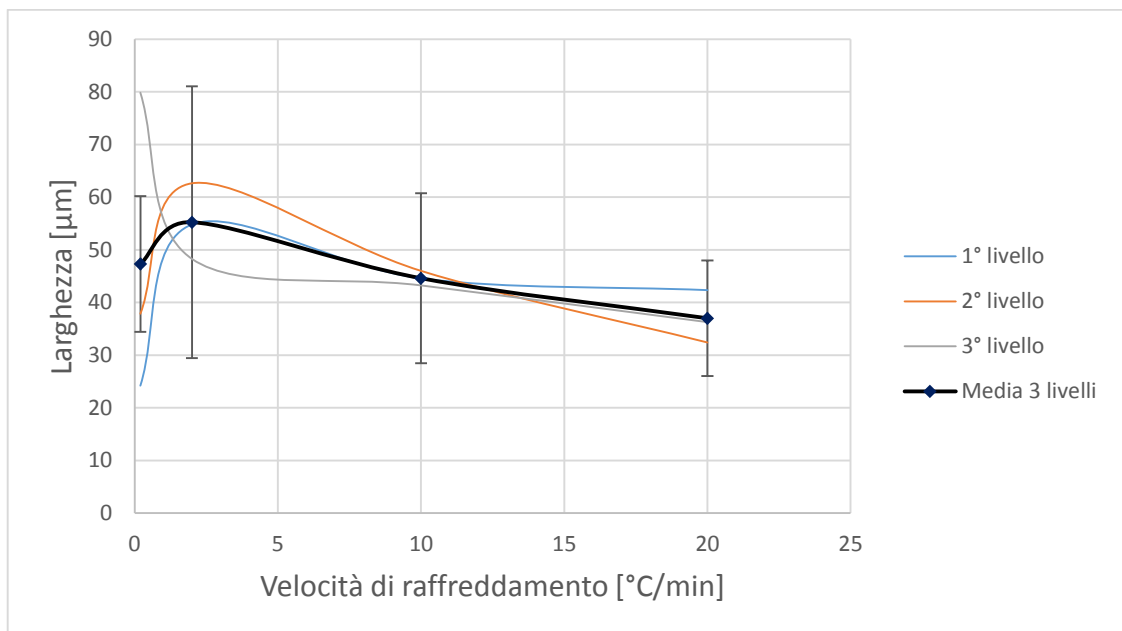


Figura 3.8: Andamento della larghezza media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega A "mezzeria".

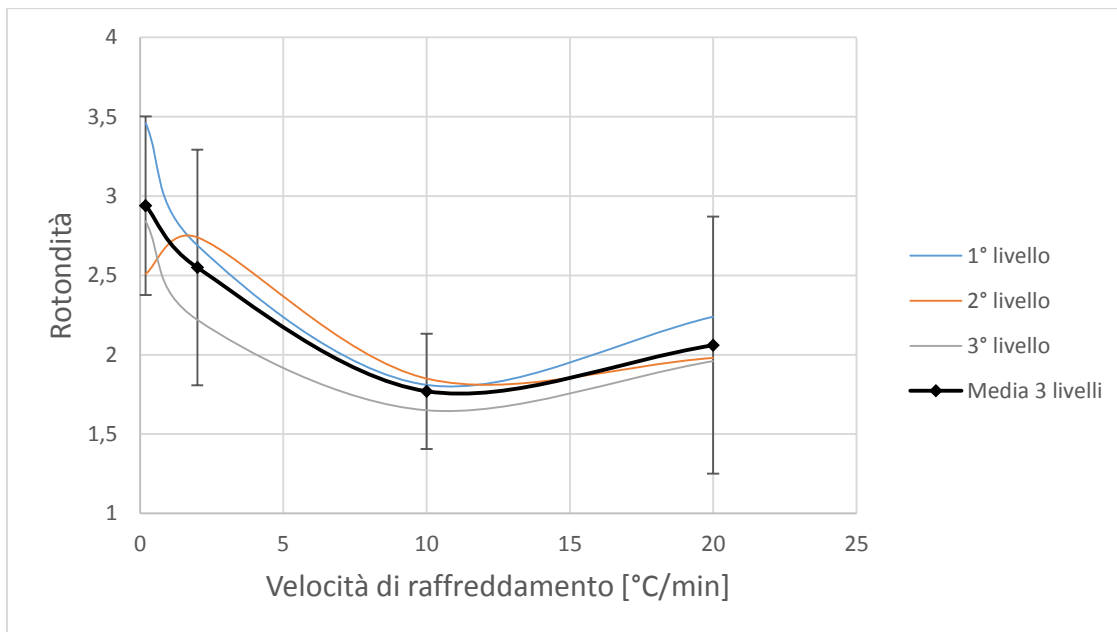


Figura 3.9: Andamento della rotondità media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega A “mezzeria”.

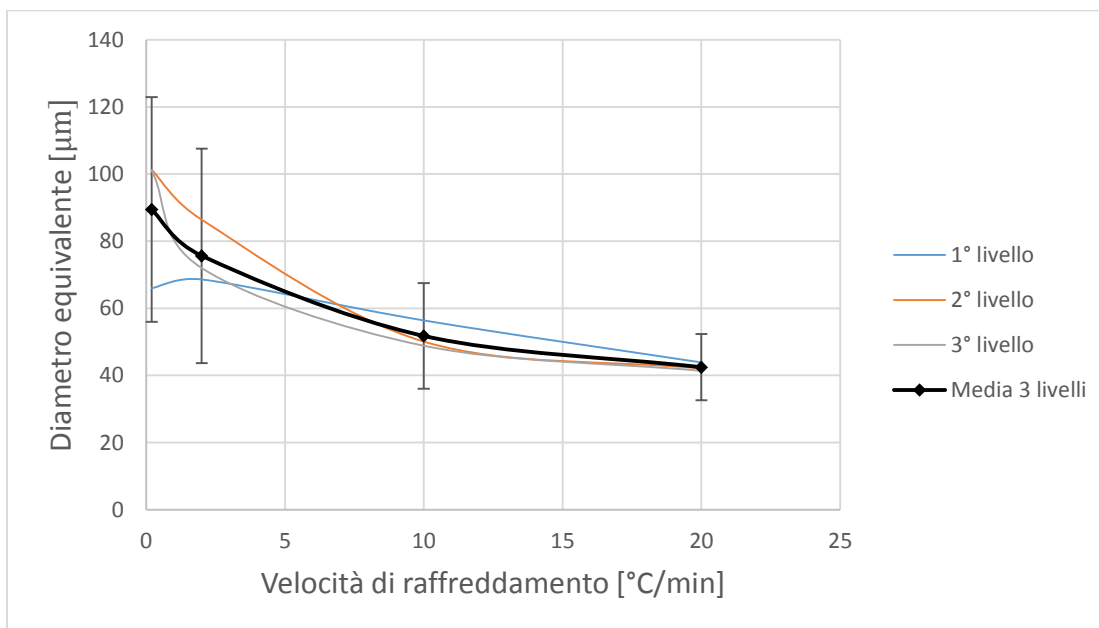


Figura 3.10: Andamento del diametro equivalente medio delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega A “mezzeria”.

3.1.3. Micrografie lega A “superficie”

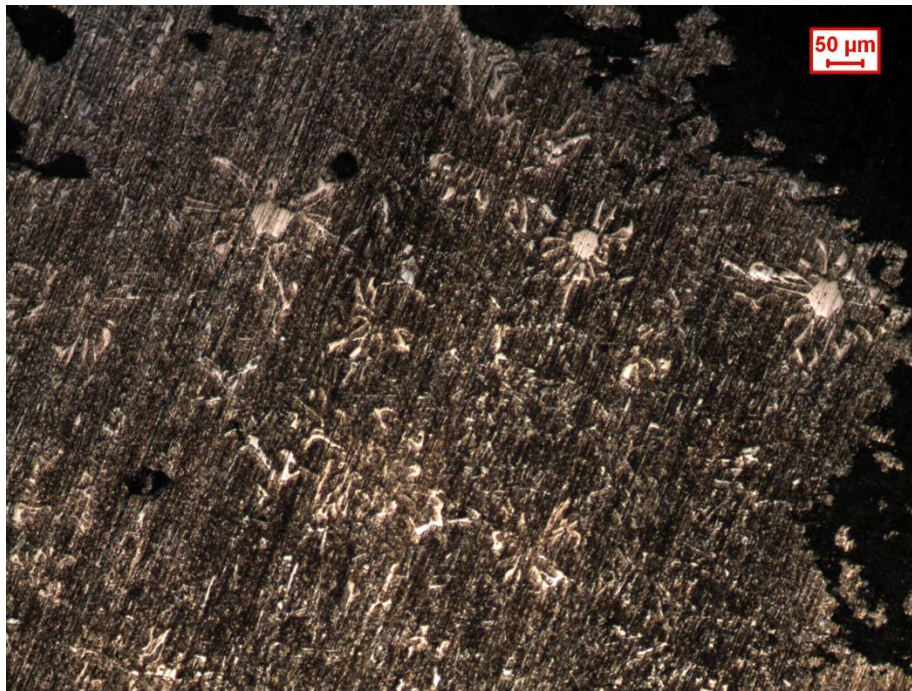


Figura 3.11: Micrografia lega A, 20 °C/min.

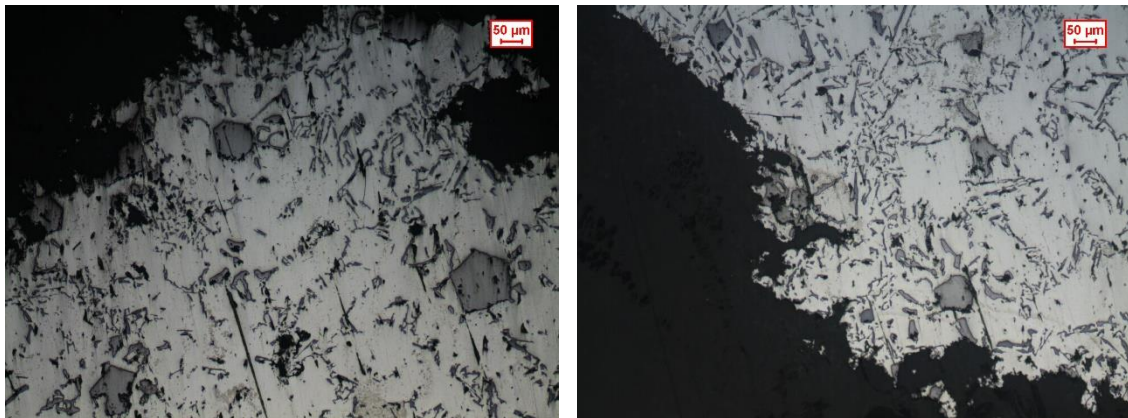


Figura 3.12: Micrografie lega A, 2 °C/min.

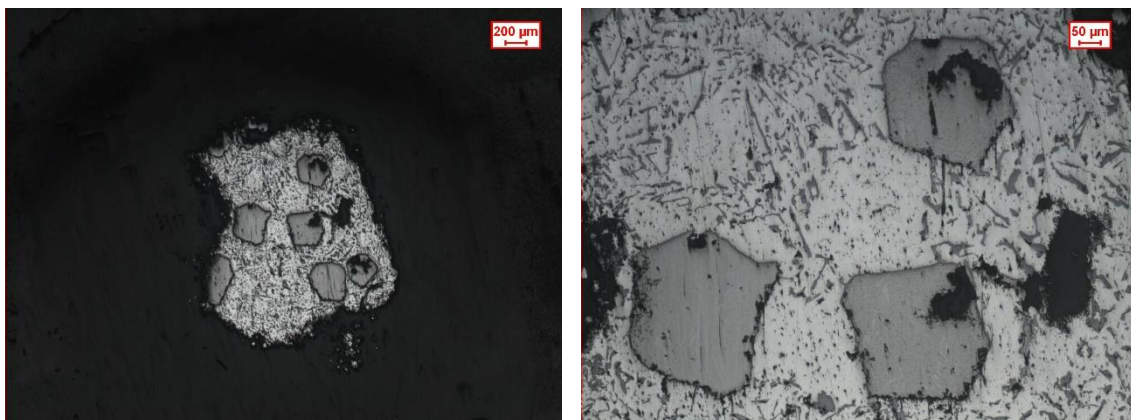


Figura 3.13: Micrografie lega A, 0,2 °C/min.

3.1.4. Lega A “superficie”

I dati sperimentali della lega A “superficie”, con i valori relativi alla deviazione standard indicati tra parentesi, sono riportati dettagliatamente nell’Appendice A. Di seguito, vengono messi in evidenza tramite grafici gli andamenti dei parametri più significativi (Figura 3.14; 3.15; 3.16; 3.17; 3.18; 3.19).

Come rilevato per i provini “mezzera”, anche dalle prove effettuate sulla superficie del campione emerge come la frazione di *sludge* presente diminuisca all’aumentare della velocità di raffreddamento con andamento iperbolico (Figura 3.14). Lo stesso comportamento si può attribuire anche all’area media delle particelle, alla lunghezza media e al diametro equivalente medio: in tutti e tre i casi, come rappresentato dalla Figura 3.16-3.17-3.19, i parametri decrescono in maniera iperbolica con l’aumentare del *cooling rate* imposto nelle prove.

Per quel che riguarda la densità di particelle presenti in funzione della velocità di raffreddamento (Figura 3.15), l’andamento è crescente nel primo intervallo a basse velocità, mentre si assesta su valori pressoché costanti passando al secondo tratto. La rotondità media delle particelle, infine, come evidenziato dalla Figura 3.18, non subisce notevoli variazioni nel corso delle prove.

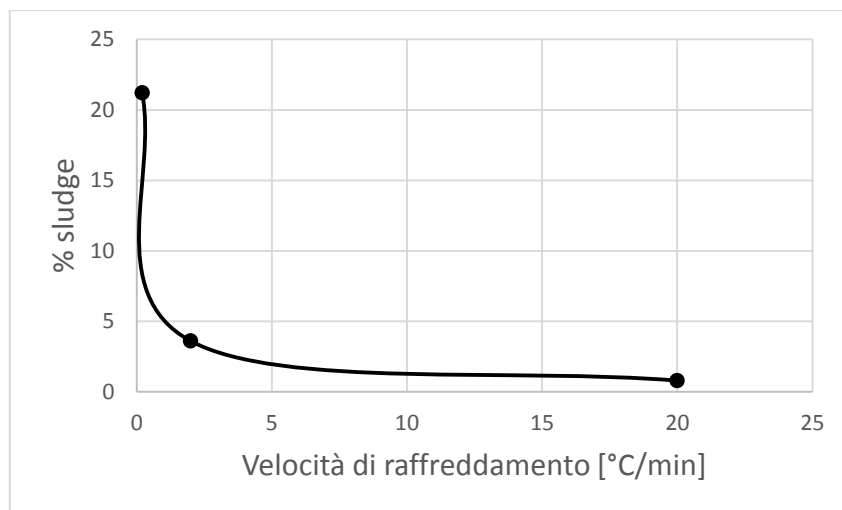


Figura 3.14: Andamento della %sludge in funzione del *cooling rate* per la lega A “superficie”.

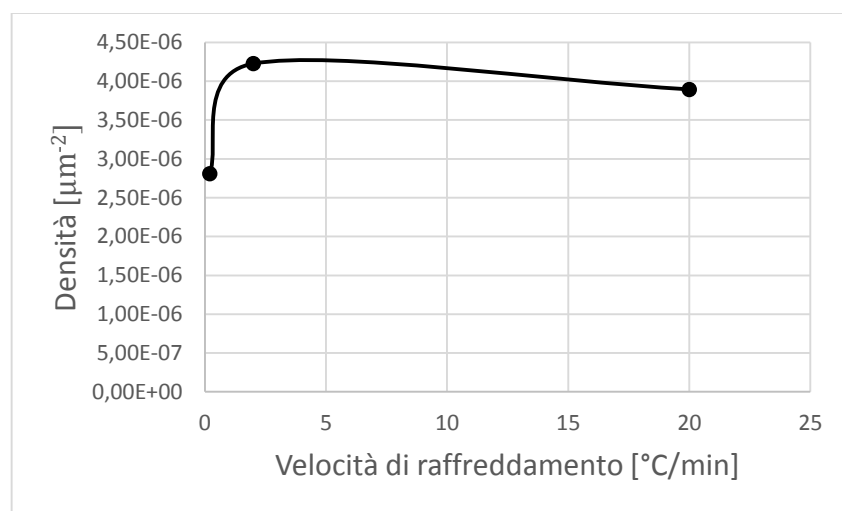


Figura 3.15: Andamento della densità di particelle in funzione del *cooling rate* per lega A “superficie”.

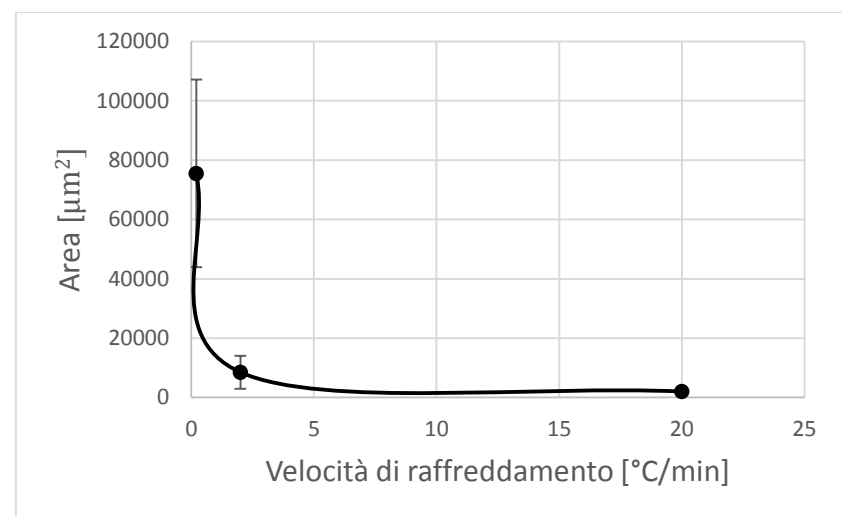


Figura 3.16: Andamento dell'area media delle particelle al variare del *cooling rate*; lega A “superficie”.

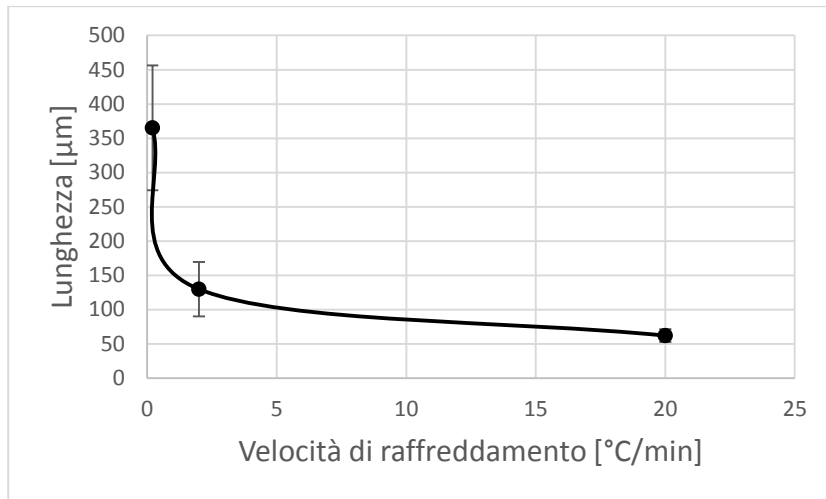


Figura 3.17: Lunghezza media delle particelle in funzione del *cooling rate*; lega A "superficie".

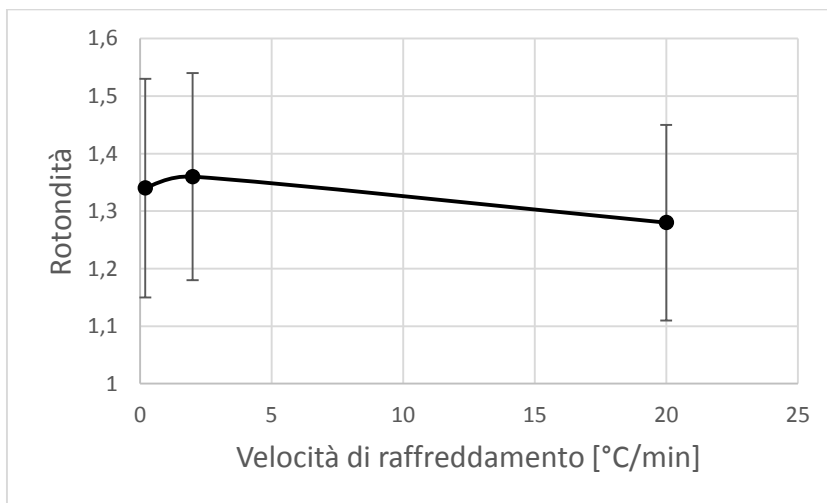


Figura 3.18: Andamento della rotondità media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega A "superficie".

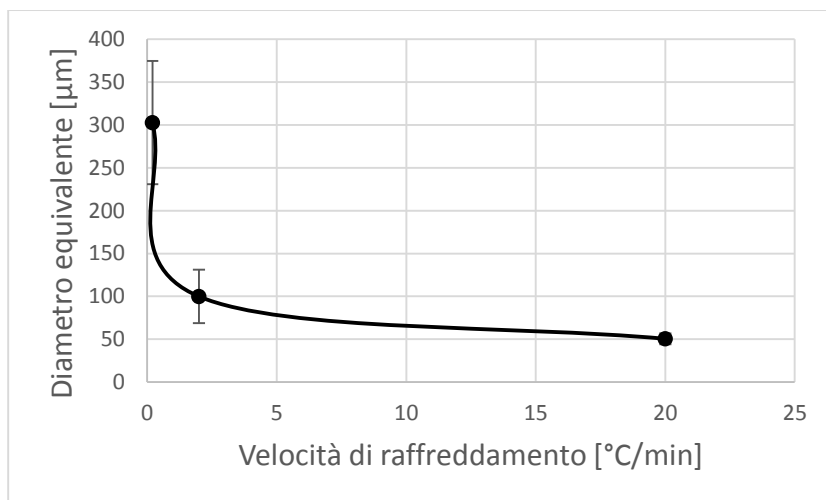


Figura 3.19: Andamento del diametro equivalente medio delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega A "superficie".

3.1.5. Confronto lega A “mezzeria – superficie”

Di seguito, viene presentato un confronto tra i dati ottenuti dalle prove “mezzeria” (con i valori medi dei 3 livelli) e quelli ottenuti dalla prova “superficie” (Figura 3.20; 3.21; 3.22). La suddivisione viene fatta in base alle diverse velocità di raffreddamento a cui sono stati sottoposti i campioni.

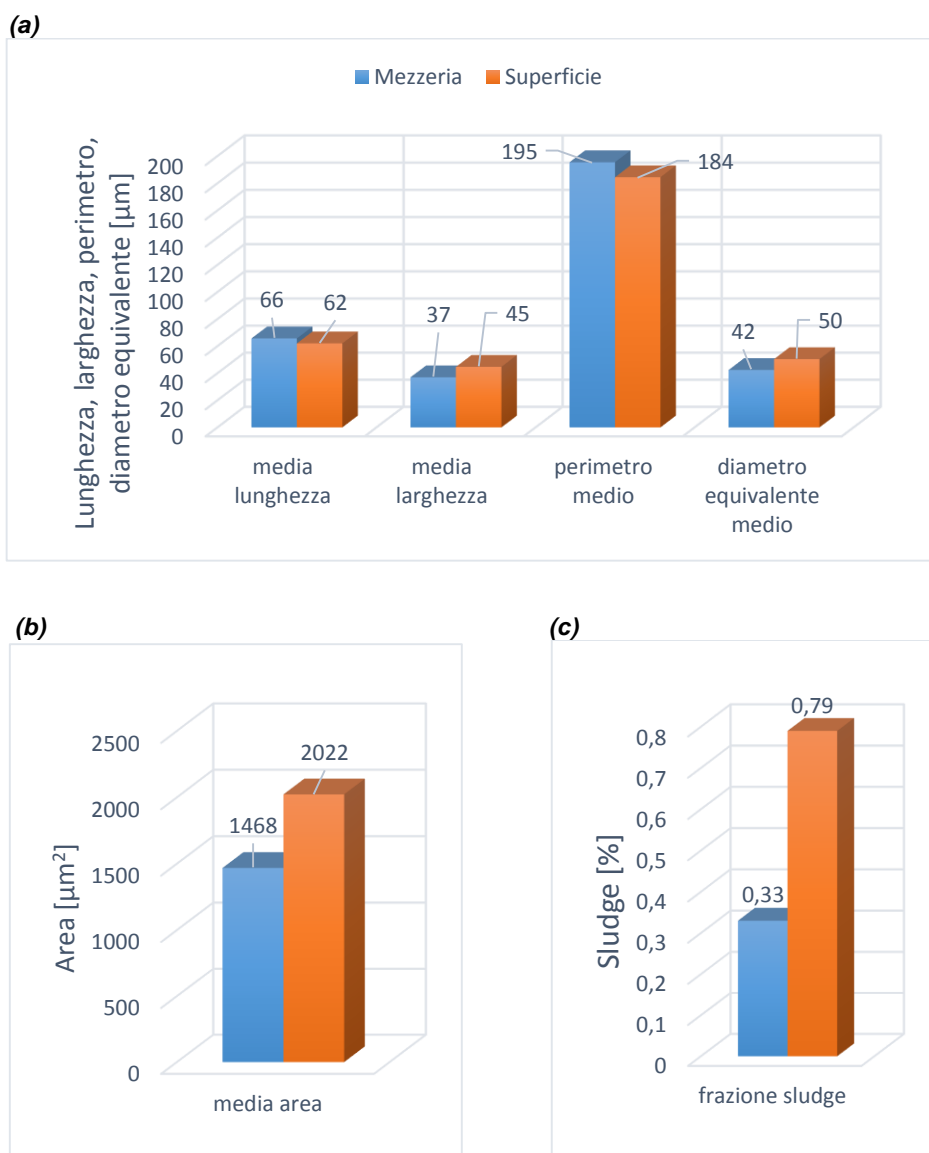


Figura 3.20: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega A ad una velocità di raffreddamento pari a 20 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.20 si nota come per i valori medi di lunghezza, larghezza, perimetro e diametro equivalente delle particelle non ci sia molto scostamento tra i dati rilevati in mezzeria e in superficie. Al contrario, considerando l’area e la %sludge i valori risultano molto differenti nei due casi per effetto dei diversi metodi di analisi dei campioni.

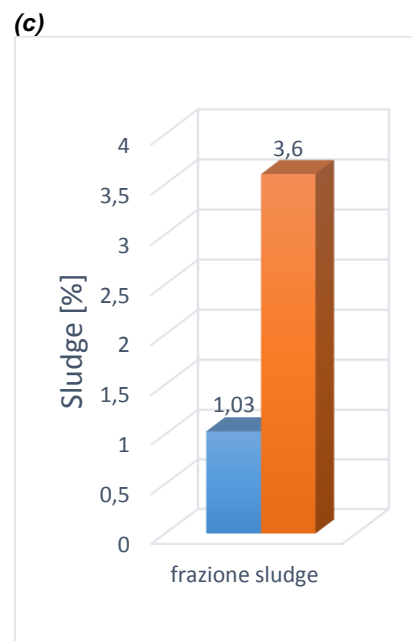
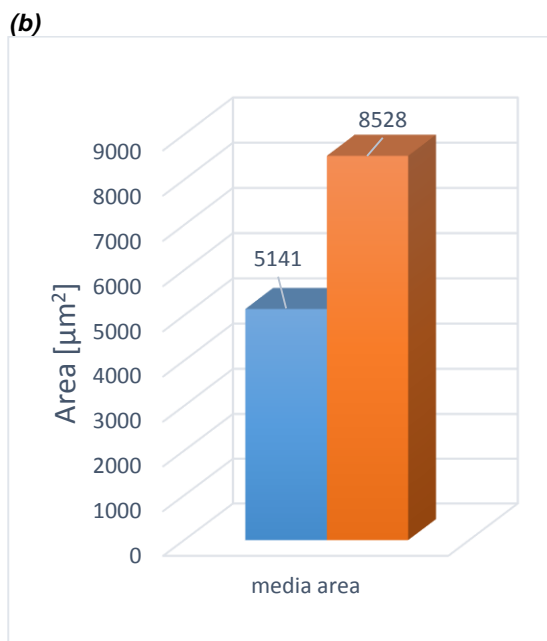
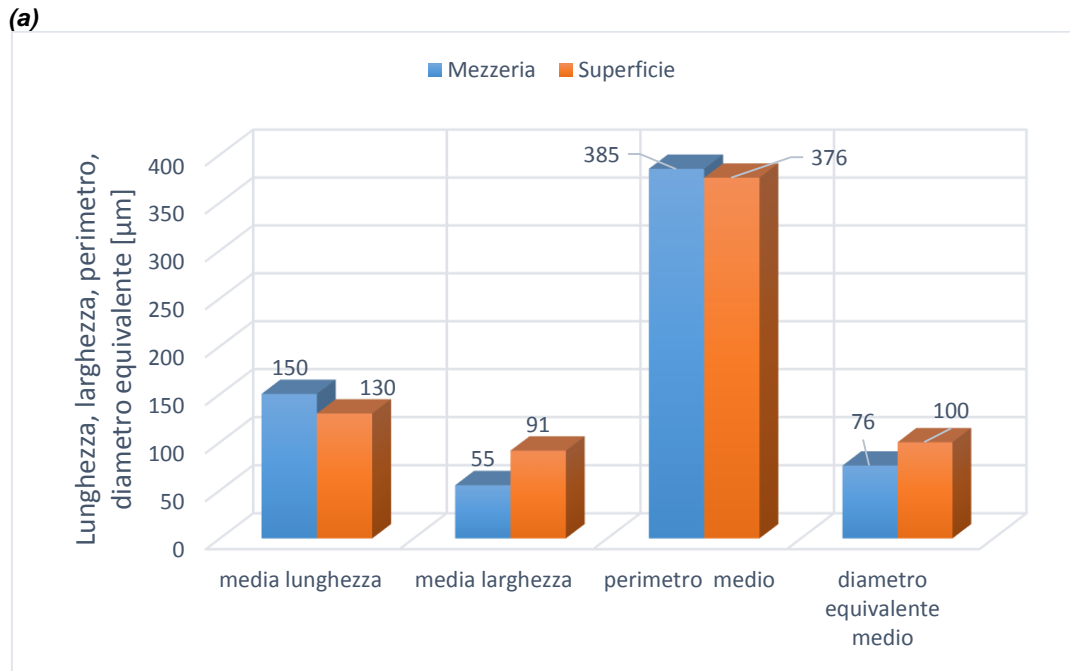


Figura 3.21: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega A ad una velocità di raffreddamento pari a 2 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.21 si può rilevare come, seppur i valori non siano molto differenti, la larghezza e il diametro equivalente, al contrario di lunghezza e perimetro, risultino maggiori nelle prove “superficie” rispetto a quelle “mezzeria”, situazione analoga a quella di Figura 3.20. Rispetto alla prova a 20 °C/min, inoltre, in questo caso si nota un maggiore scostamento tra i valori quando si analizza l’area media delle particelle e la frazione di *sludge*, con i valori più alti nella superficie del campione.

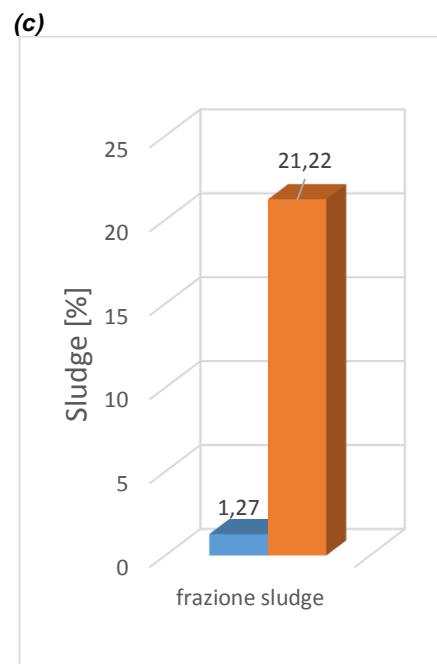
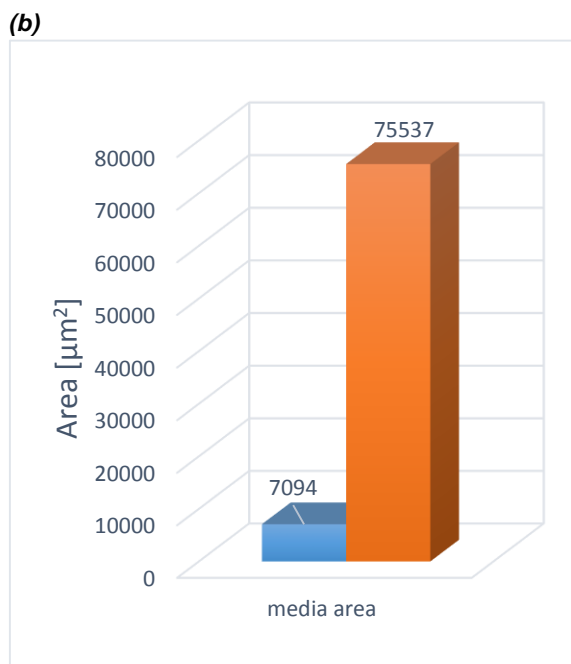
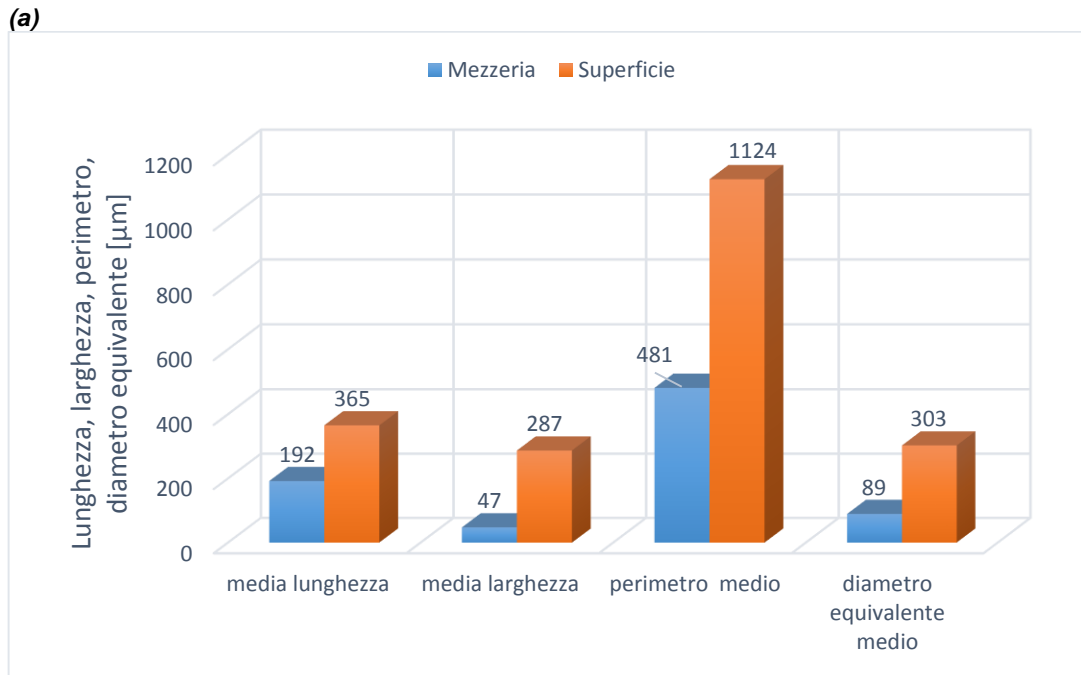


Figura 3.22: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega A ad una velocità di raffreddamento pari a 0,2 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.22 emerge come, a differenza delle prove a 20 e 2 °C/min, per tutti e sei i parametri analizzati si registrino valori di gran lunga più elevati nelle prove “superficie” rispetto a quelle “mezzeria”. In particolare, si può notare una grande diversità in termini di area a seconda di come venga analizzato il provino. Infine, l’elevata differenza in termini di frazione di *sludge* è da attribuire alla presenza di particelle grossolane che ricoprono tutta la superficie del campione.

3.2. Risultati lega H

Composizione effettiva in peso percentuale della lega A (Tabella 3.2):

Lega	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Mg	Ni	Zn	Pb	Sr
46000 H	8,3	2,4	1,38	0,22	0,099	0,2	0,05	1,1	0,1	0,0001

Tabella 3.2: Composizione in peso percentuale della lega H.

3.2.1. Micrografie lega H “mezzeria”

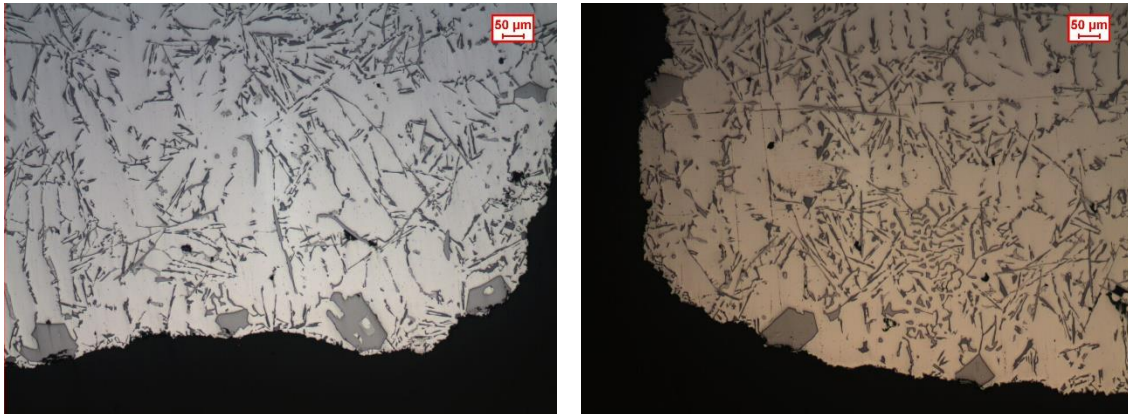


Figura 3.23: Micrografie lega H, 20 °C/min.

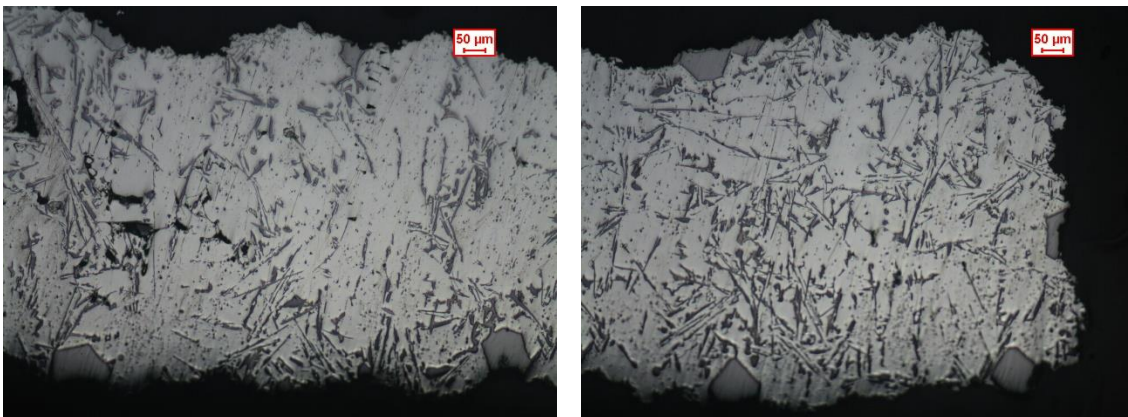


Figura 3.24: Micrografie lega H, 10 °C/min,



Figura 3.25: Micrografie lega H, 2 °C/min.

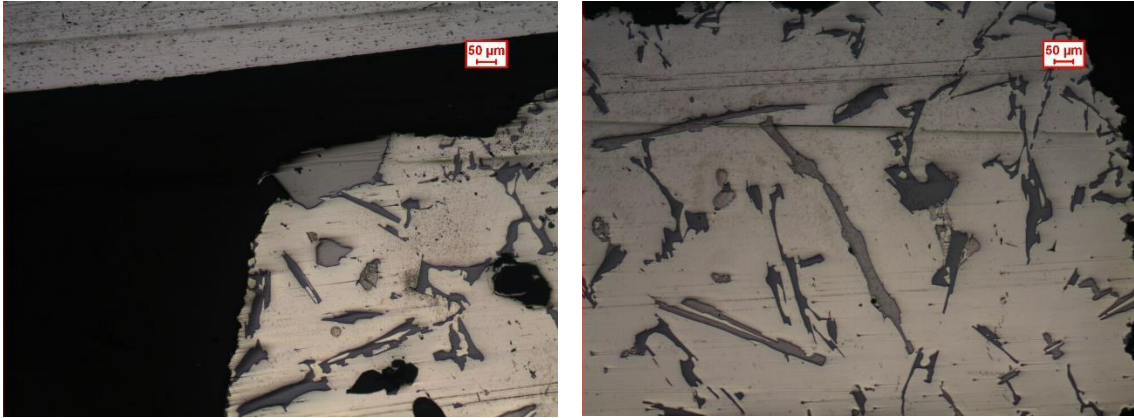


Figura 3.26: Micrografie lega H, 0,2 °C/min.

3.2.2. Lega H “mezzeria”

I dati sperimentali della lega H “mezzeria” 1° livello – 2° livello – 3° livello, con i valori relativi alla deviazione standard indicati tra parentesi, sono riportati dettagliatamente nell'Appendice A. Di seguito, vengono messi in evidenza tramite grafici gli andamenti dei parametri più significativi (Figura 3.27; 3.28; 3.29; 3.30; 3.31; 3.32).

La figura 3.27 evidenzia come la frazione di *sludge* presente nella lega in funzione della velocità di raffreddamento sia piuttosto variabile nei tre livelli considerati e mediamente decrescente con l'aumentare del *cooling rate*. Viceversa, analizzando la frequenza di particelle presenti nel campione (Figura 3.28) si nota come questa aumenti all'aumentare della velocità di raffreddamento, soprattutto nel passaggio da 10 °C/min a 20 °C/min.

Considerando, poi, l'area media delle particelle (Figura 3.29), la larghezza media (Figura 3.30) e il diametro equivalente medio (Figura 3.32) si può evidenziare come il trend per tutti i parametri sia decrescente con l'aumentare del *cooling rate*, in particolare nel passaggio tra la prova eseguita con una velocità di 2 °C/min a quella a 10 °C/min. Infine, la rotondità media delle particelle (Figura 3.31) risulta decrescere con l'aumentare della velocità di raffreddamento fino a 10 °C/min, per poi nuovamente crescere a velocità superiori.

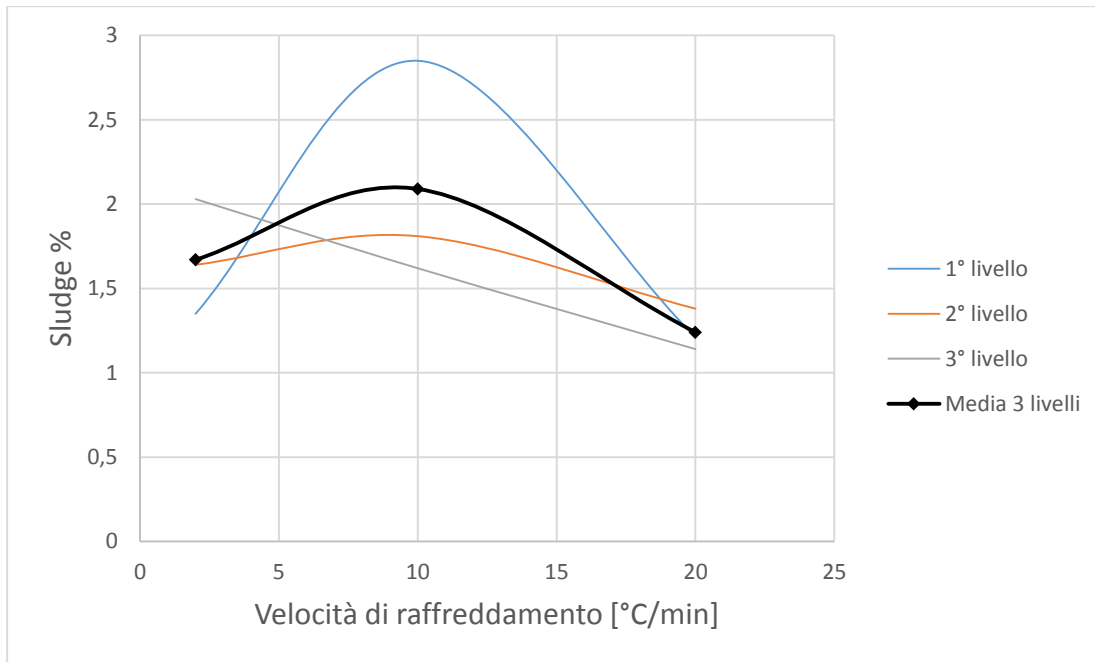


Figura 3.27: Andamento della %sludge in funzione del *cooling rate* per la lega H "mezzeria".

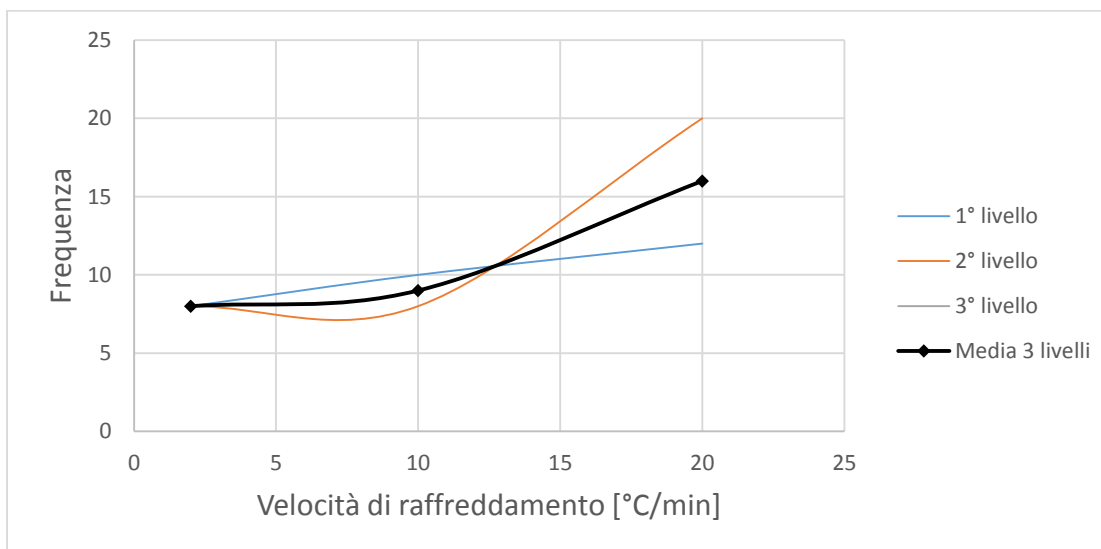


Figura 3.28: Andamento della frequenza di particelle in funzione del *cooling rate* per la lega H "mezzeria".

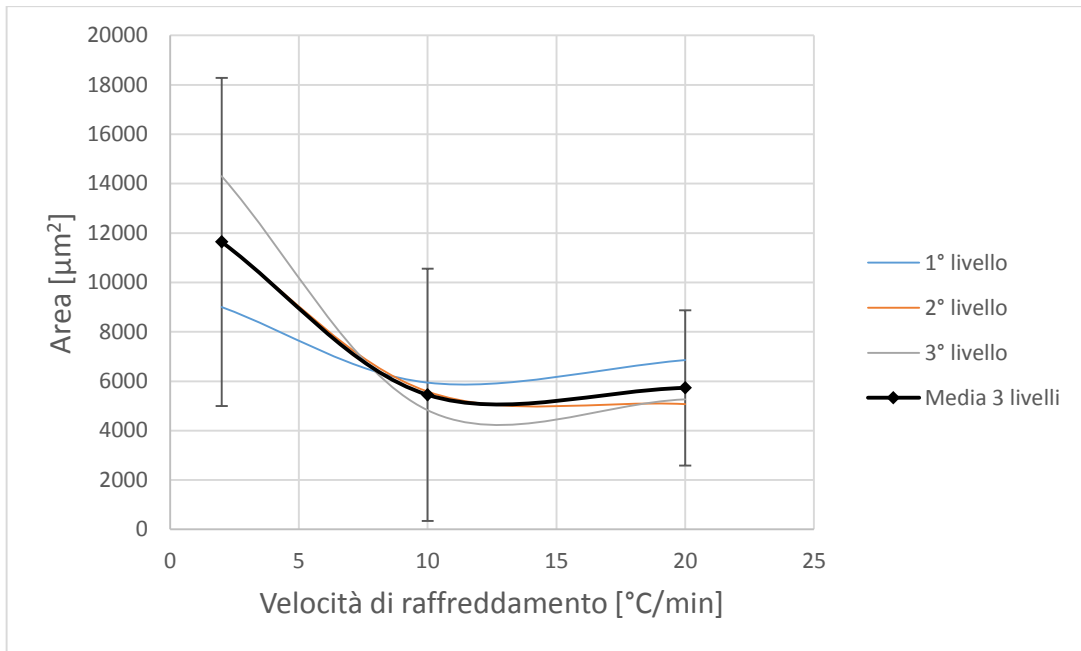


Figura 3.29: Andamento dell'area media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega H "mezzeria".

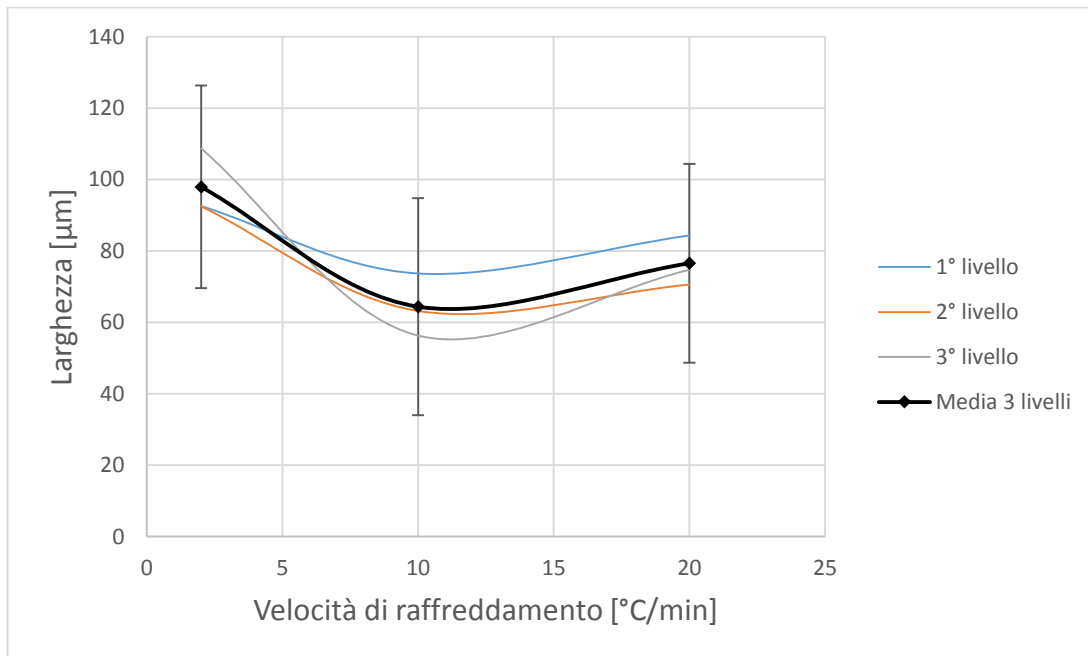


Figura 3.30: Andamento della larghezza media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega H "mezzeria".

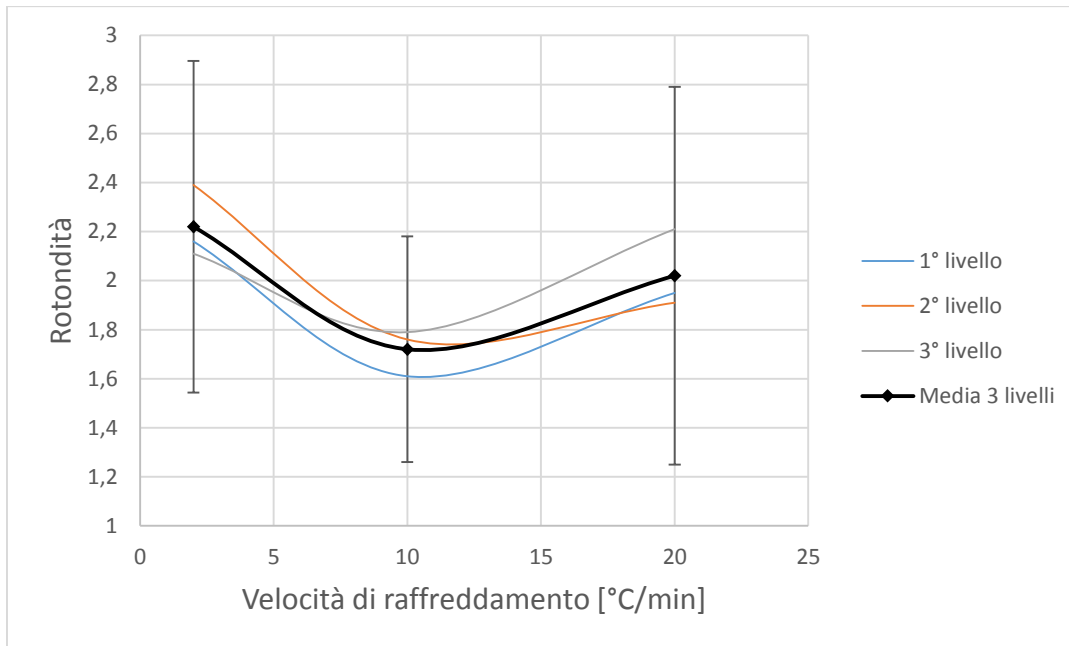


Figura 3.31: Andamento della rotondità media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega H "mezzeria".

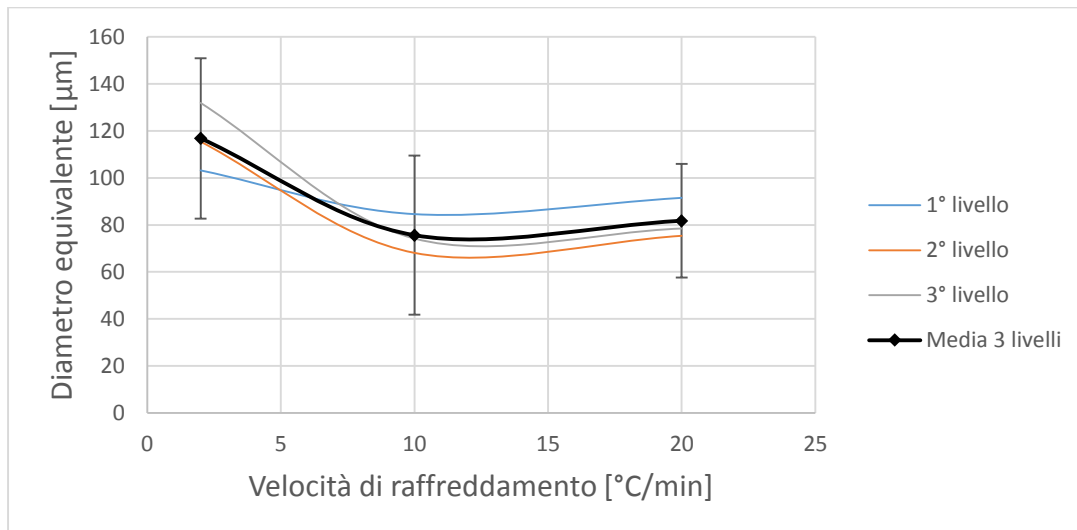


Figura 3.32: Andamento del diametro equivalente medio delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega H "mezzeria".

3.2.3. Micrografie lega H “superficie”

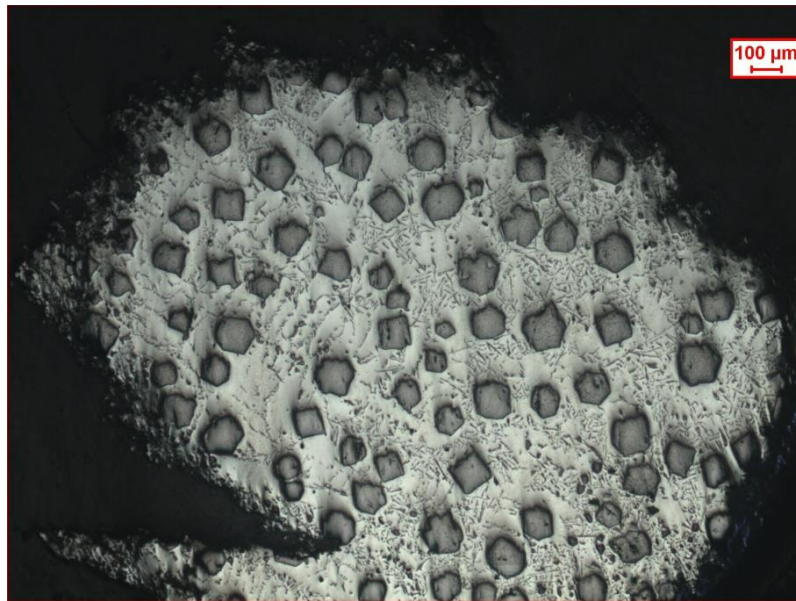


Figura 3.33: Micrografia lega H, 20 °C/min.

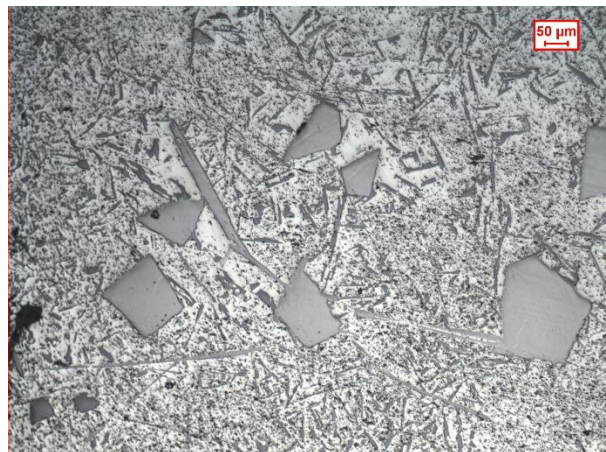


Figura 3.34: Micrografie lega H, 2 °C/min.

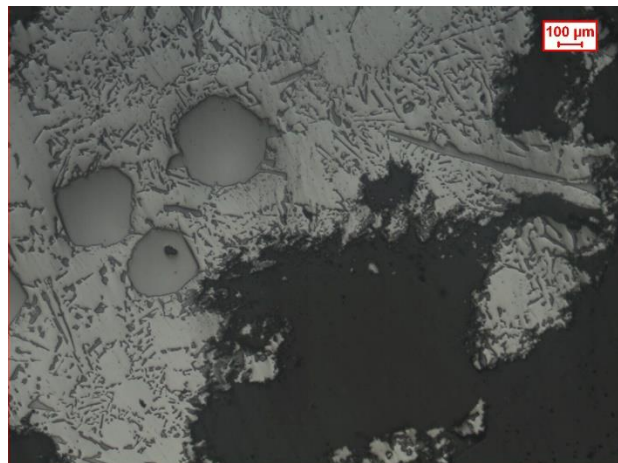
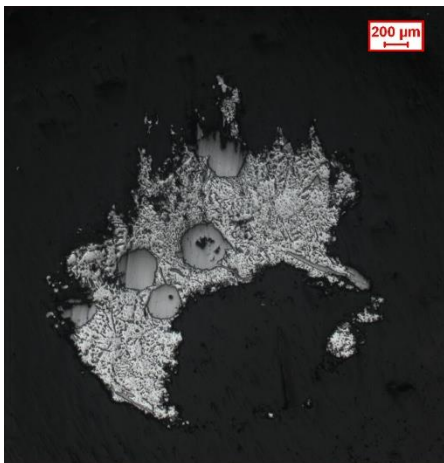


Figura 3.35: Micrografie lega H, 0,2 °C/min.

3.2.4. Lega H “superficie”

I dati sperimentali della lega H “superficie”, con i valori relativi alla deviazione standard indicati tra parentesi, sono riportati dettagliatamente nell’Appendice A. Di seguito, vengono messi in evidenza tramite grafici gli andamenti dei parametri più significativi (Figura 3.36; 3.37; 3.38; 3.39; 3.40; 3.41).

La Figura 3.36 rileva come la frazione di *sludge* sia piuttosto bassa alla minore velocità di raffreddamento, dato influenzato dalla presenza di aghi grossolani di fase β -Fe ben visibili nella Figura 3.35. Successivamente, si registra un aumento della percentuale di *sludge* nella prova a 2 °C/min e una successiva decrescita con l’aumentare della velocità di raffreddamento. Considerando la densità di particelle presenti nel campione, invece, si può notare come questa aumenti con l’aumentare del *cooling rate* (Figura 3.37).

In maniera del tutto simile a quella descritta per la lega A “superficie”, l’area media delle particelle così come la lunghezza media e il diametro equivalente medio diminuiscono con andamento iperbolico all’aumentare della velocità di raffreddamento imposta alla lega (Figura 3.38-3.39-3.41). Infine, la rotondità media delle particelle (Figura 3.40) non subisce variazioni di rilievo pur considerando diverse velocità di raffreddamento.

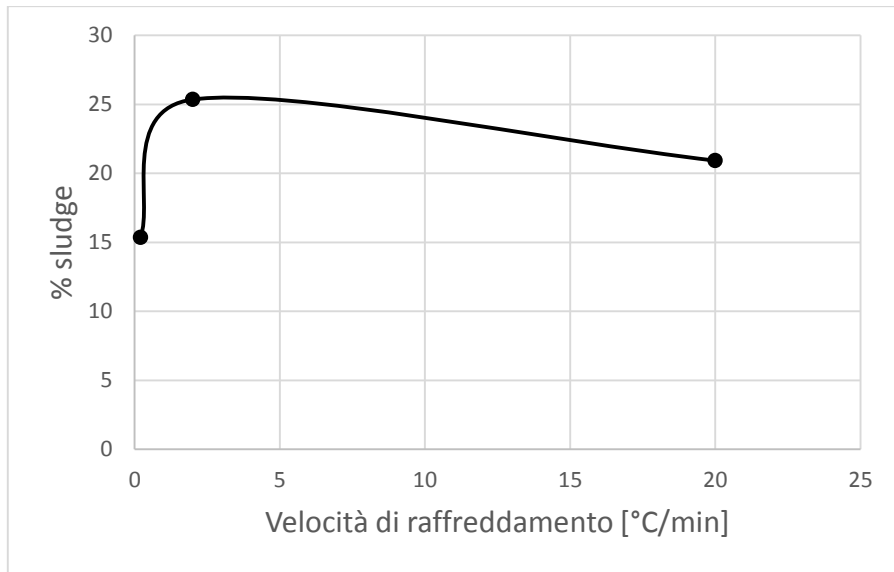


Figura 3.36: Andamento della %sludge in funzione del *cooling rate* per la lega H "superficie".

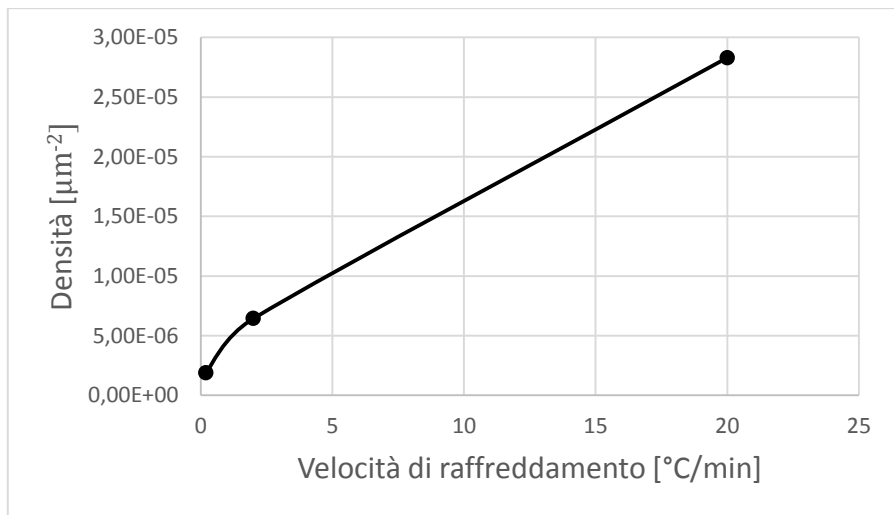


Figura 3.37: Andamento della densità di particelle in funzione del *cooling rate* per la lega H "superficie".

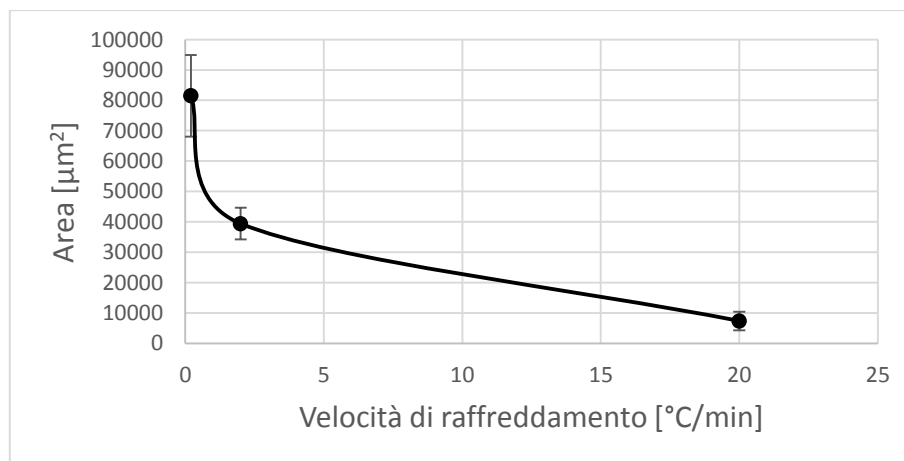


Figura 3.38: Andamento dell'area media delle particelle al variare del *cooling rate*; lega H "superficie".

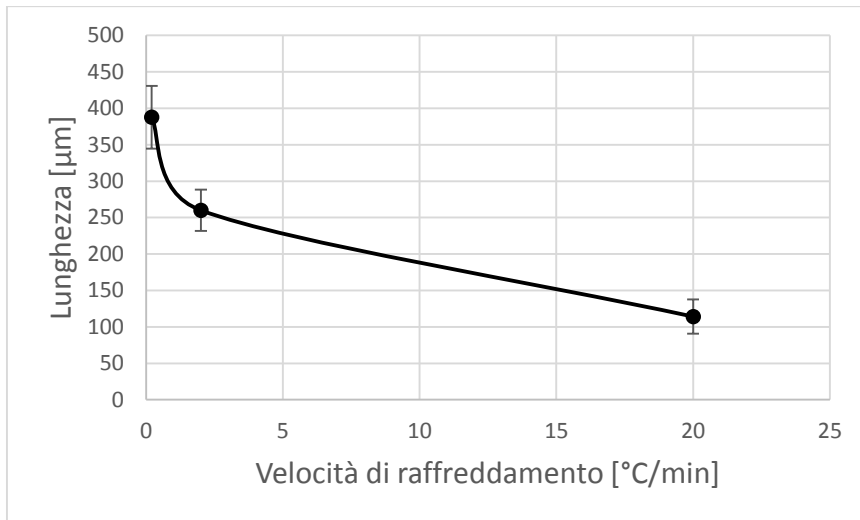


Figura 3.39: Lunghezza media delle particelle in funzione del *cooling rate*; lega H "superficie".

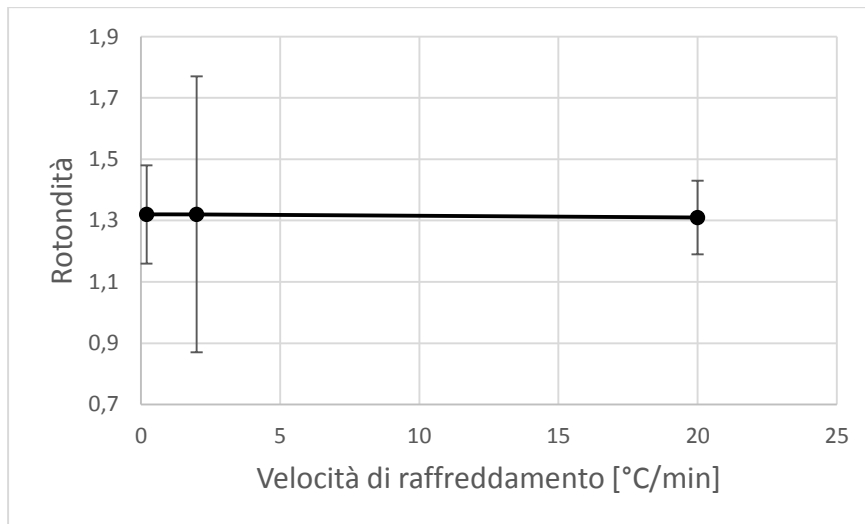


Figura 3.40: Rotondità media delle particelle in funzione del *cooling rate*; lega H "superficie".

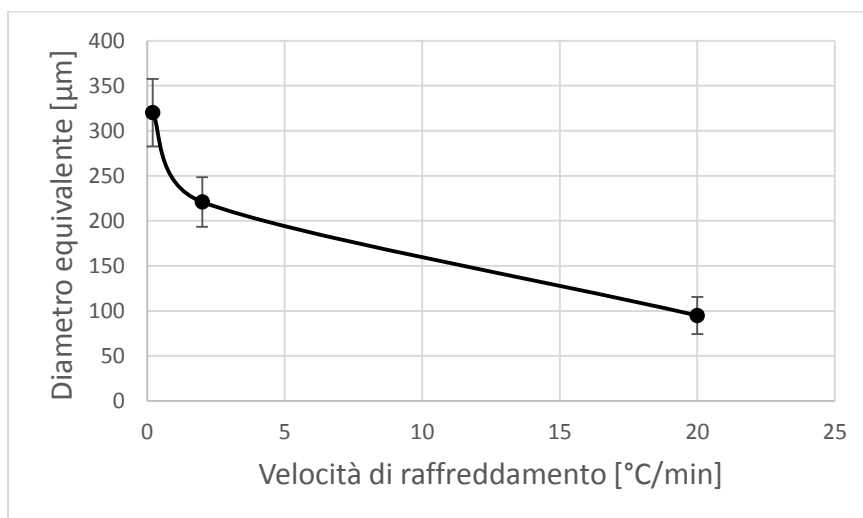


Figura 3.41: Diametro equivalente medio delle particelle in funzione del *cooling rate*; lega H "superficie".

3.2.5. Confronto lega H “mezzeria” – “superficie”

Di seguito, viene presentato un confronto tra i dati ottenuti dalle prove “mezzeria” (con i valori medi dei 3 livelli, eccezion fatta per la prova a 0,2 °C/min dove è disponibile un livello) e quelli ottenuti dalla prova “superficie” (Figura 3.42; 3.43; 3.44). La suddivisione viene fatta in base alle diverse velocità di raffreddamento a cui sono stati sottoposti i campioni.

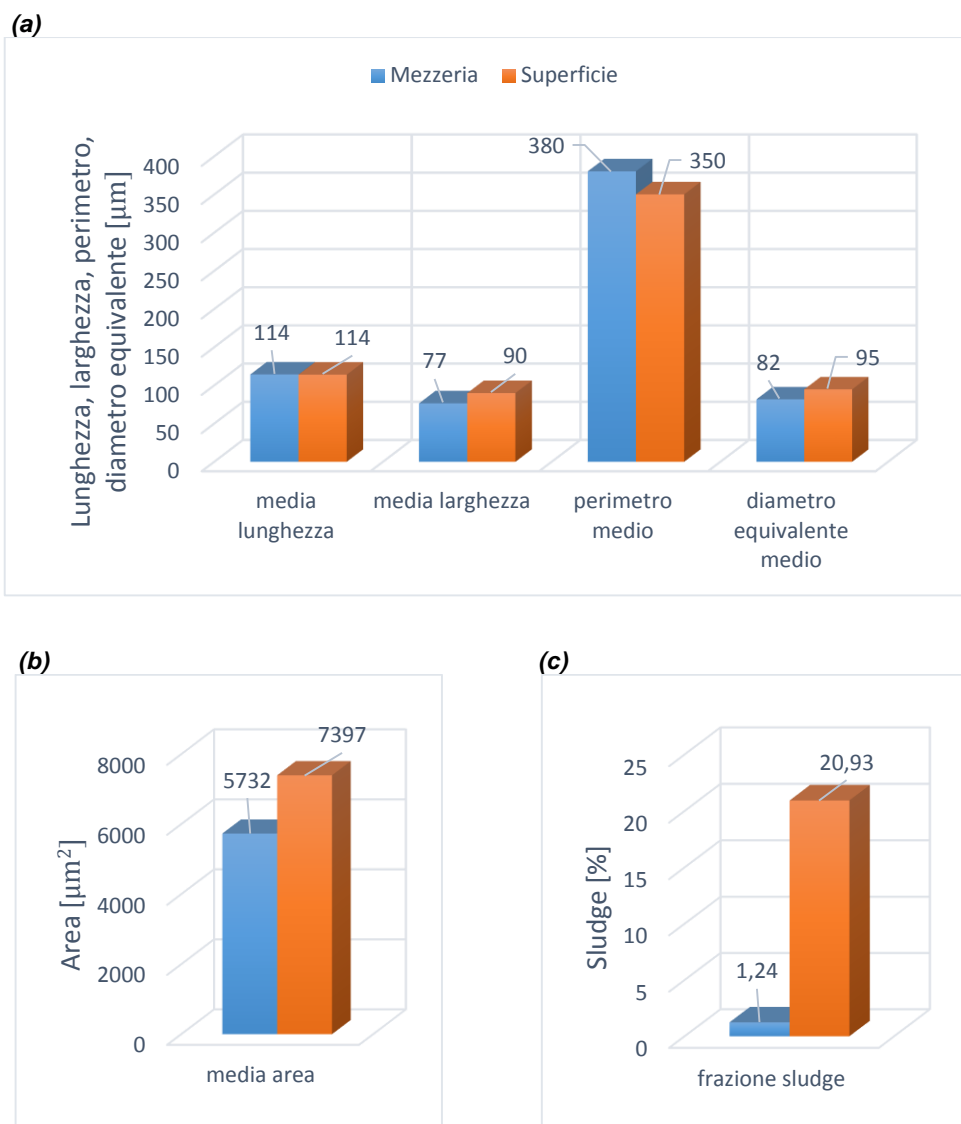


Figura 3.42: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega H ad una velocità di raffreddamento pari a 20 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.42 emerge come per i valori medi di lunghezza, larghezza, perimetro e diametro equivalente delle particelle non ci sia molto scostamento tra provini “mezzeria” e “superficie”. Il differente approccio ai campioni, invece, fa sì che siano di molto scostati i valori relativi all’area media delle particelle e alla %sludge, maggiori in superficie.

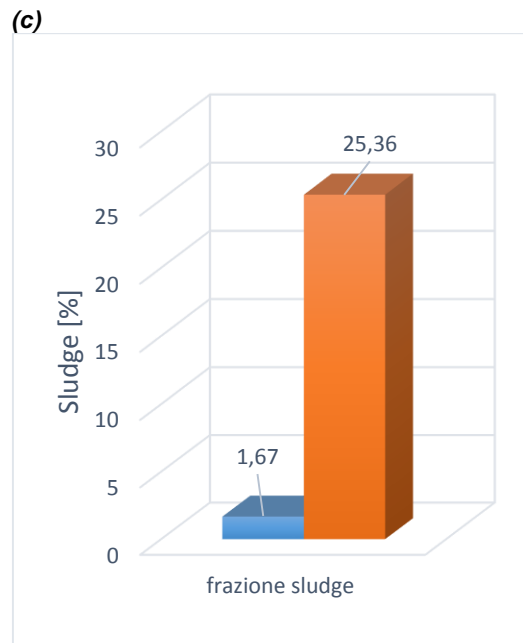
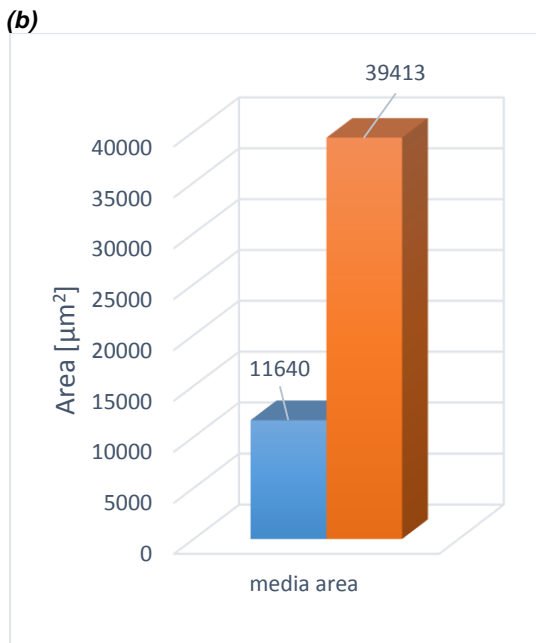
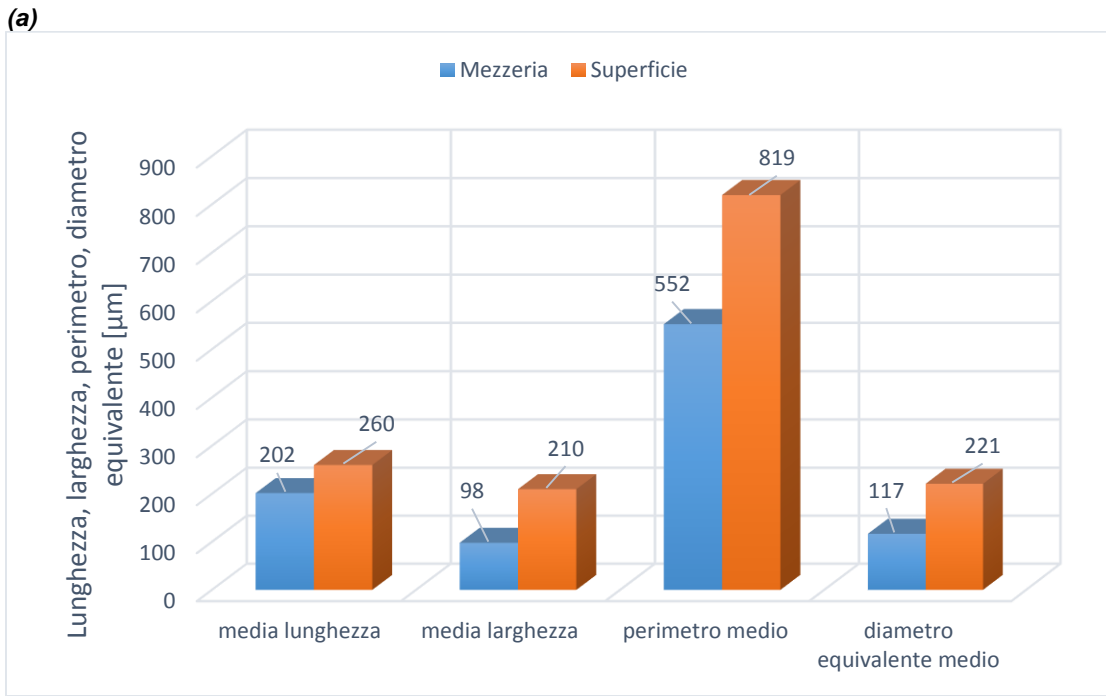


Figura 3.43: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega H ad una velocità di raffreddamento pari a 2 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.43 si può notare come per tutti i parametri analizzati si registrino valori superiori nei provini “superficie” rispetto a quelli “mezzeria”. In particolare, il divario non è alto se si considerano lunghezza, larghezza, perimetro e diametro equivalente, ma diventa consistente e superiore a quello trovato nelle prove a 20 °C/min quando si considerano l’area media delle particelle e la frazione di *sludge*.

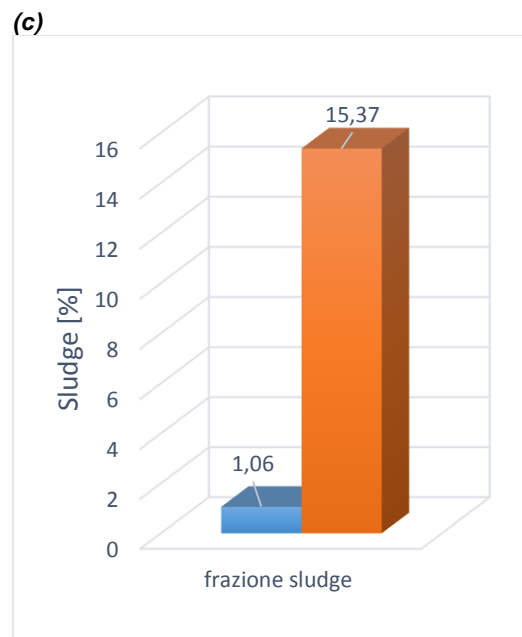
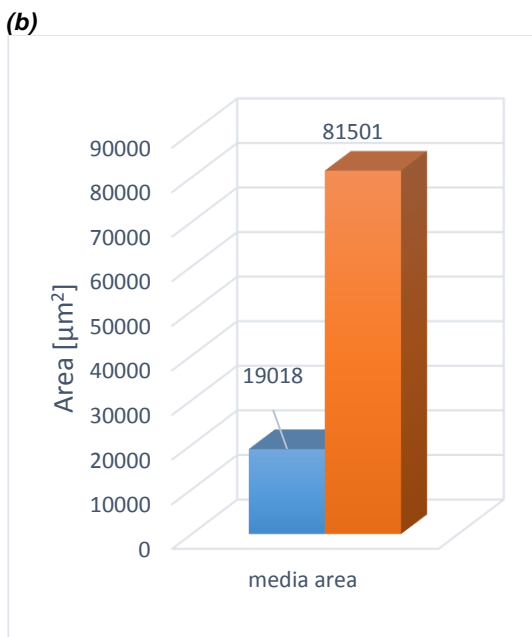
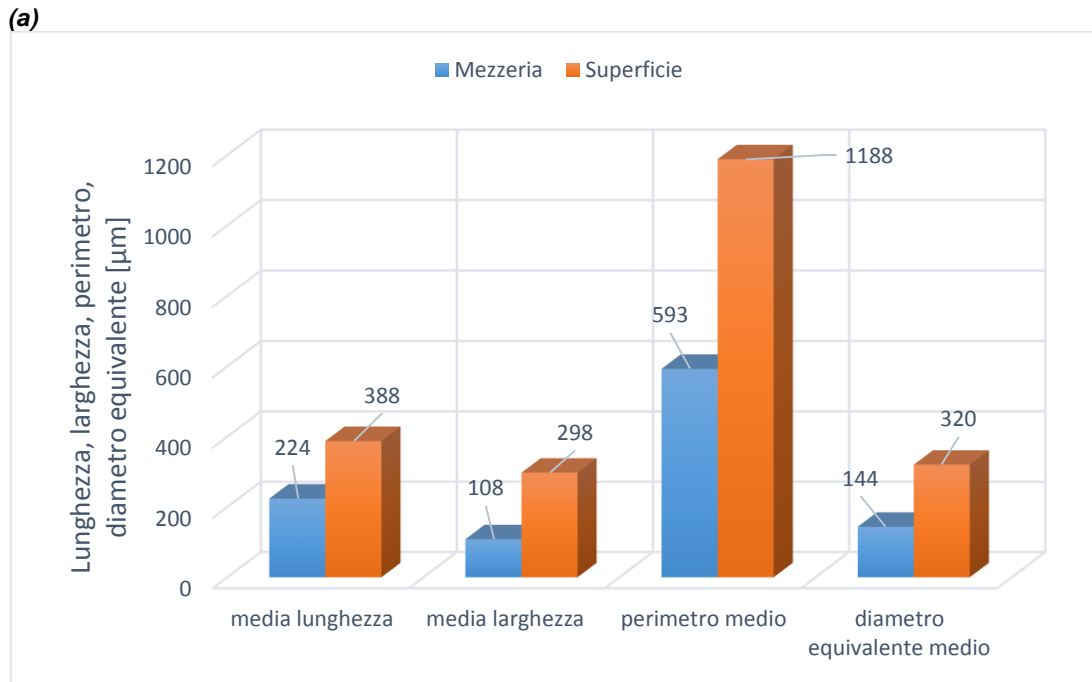


Figura 3.44: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega H ad una velocità di raffreddamento pari a 0,2 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.44 si nota come, anche in questo caso, tutti i parametri analizzati siano superiori nei provini “superficie” rispetto a quelli “mezzeria” e come aumenti ulteriormente il divario tra i due casi quando si considerano l’area media delle particelle e la frazione di *sludge*. Tuttavia, rispetto al caso 2 °C/min, per questa prova si nota anche un certo scostamento tra “superficie” e “mezzeria” in relazione al perimetro medio delle particelle.

3.3. Risultati lega L

Composizione effettiva in peso percentuale della lega A (Tabella 3.3):

Lega	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Mg	Ni	Zn	Pb	Sr
46000 L	8,2	2,4	1,42	0,59	0,103	0,2	0,05	1,0	0,1	0,0001

Tabella 3.3: Composizione in peso percentuale della lega L.

3.3.1. Micrografie lega L “mezzeria”

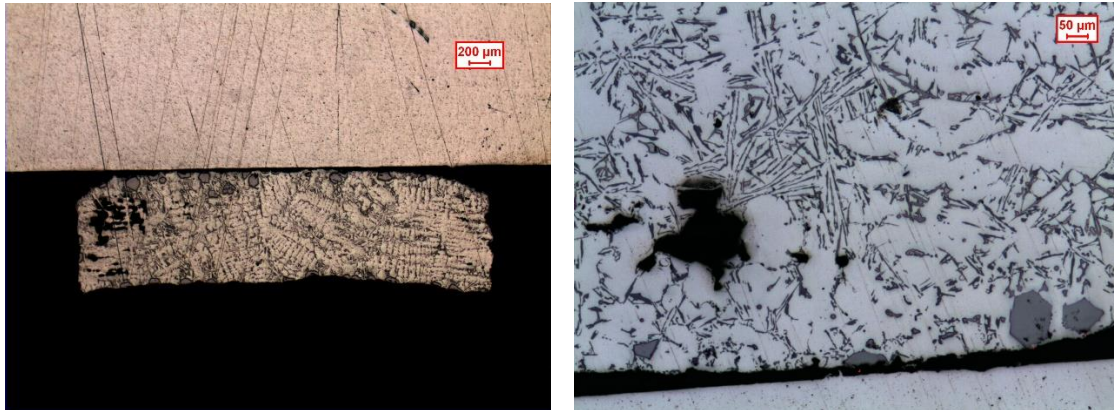


Figura 3.45: Micrografie lega L, 20 °C/min.

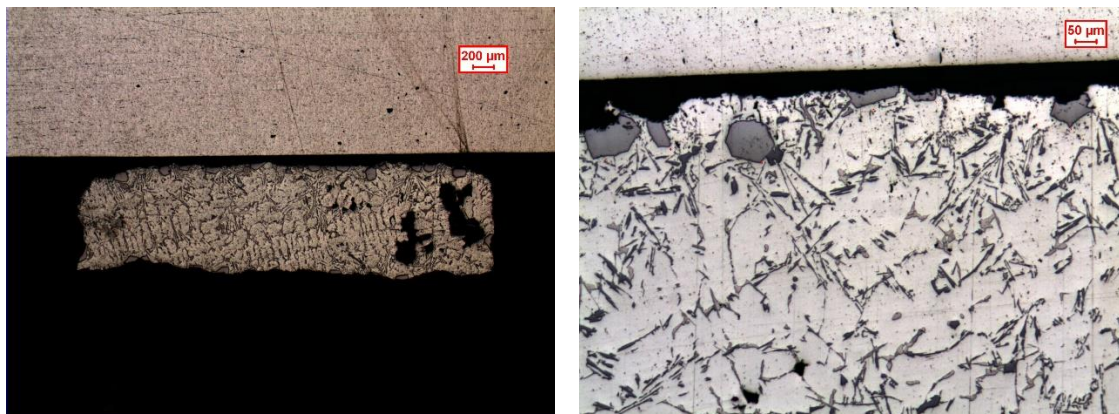


Fig. 3.46: Micrografie lega L, 10 °C/min.

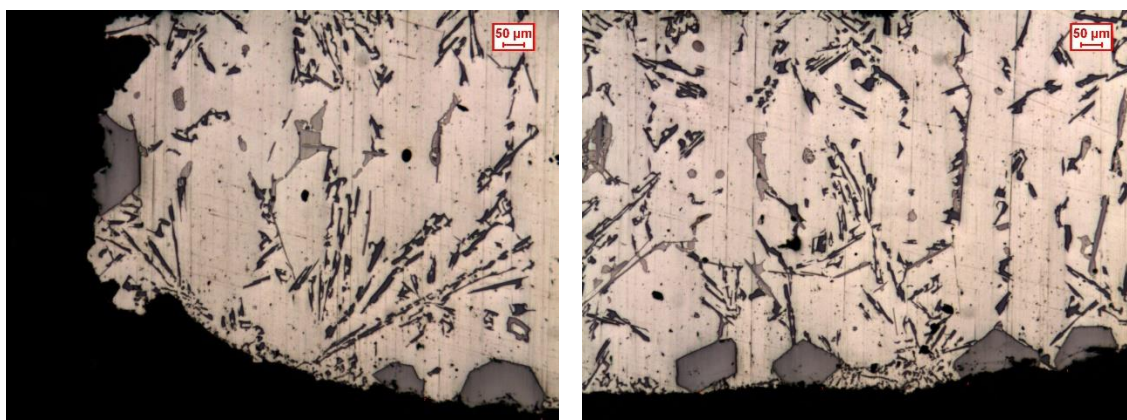


Fig. 3.47: Micrografie lega L, 2 °C/min.

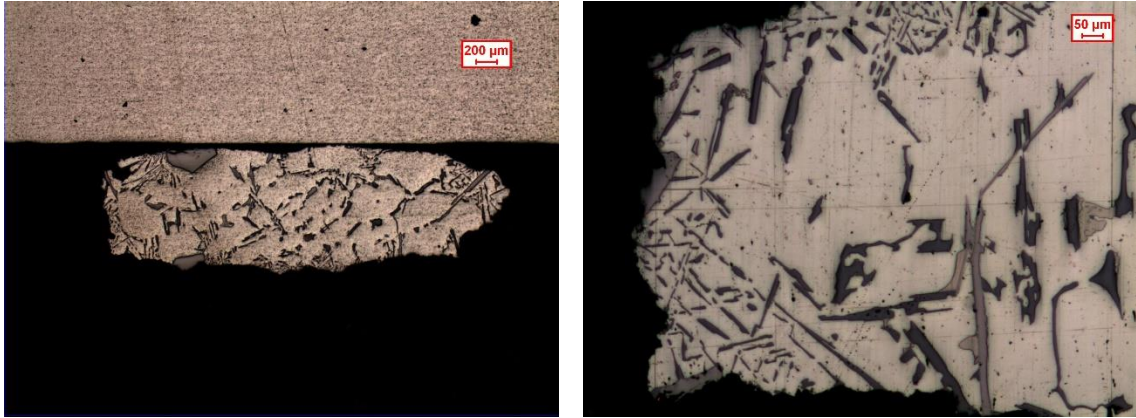


Figura 3.48: Micrografie lega L, 0,2 °C/min.

3.3.2. Lega L “mezzeria”

I dati sperimentali della lega L “mezzeria” 1° livello – 2° livello – 3° livello, con i valori relativi alla deviazione standard indicati tra parentesi, sono riportati dettagliatamente nell’Appendice A. Di seguito, vengono messi in evidenza tramite grafici gli andamenti dei parametri più significativi (Figura 3.49; 3.50; 3.51; 3.52; 3.53; 3.54).

La Figura 3.49 evidenzia come i dati relativi alla frazione di *sludge* ad una velocità di 0,2 °C/min siano piuttosto variabili e questo è dovuto alla presenza di aghi grossolani di fase β -Fe (come in Figura 3.48) che influenzano la %*sludge* del campione. Aumentando la velocità di raffreddamento, poi, si nota una tendenza dello *sludge* a decrescere, seppur non in maniera decisa. La frequenza di particelle presenti, inoltre, come rappresentato in Figura 3.50, aumenta esponenzialmente dalle più basse velocità di raffreddamento fino a 10 °C/min, per poi mantenersi pressoché costante fino a 20 °C/min.

Per quanto riguarda l’area media delle particelle, la larghezza media e il diametro equivalente medio, si osserva un andamento iperbolico decrescente all’aumentare del *cooling rate* (Figura 3.51-3.52-3.54). Infine, la Figura 3.53 mostra come anche la rotondità media delle particelle decresca all’aumentare della velocità di raffreddamento.

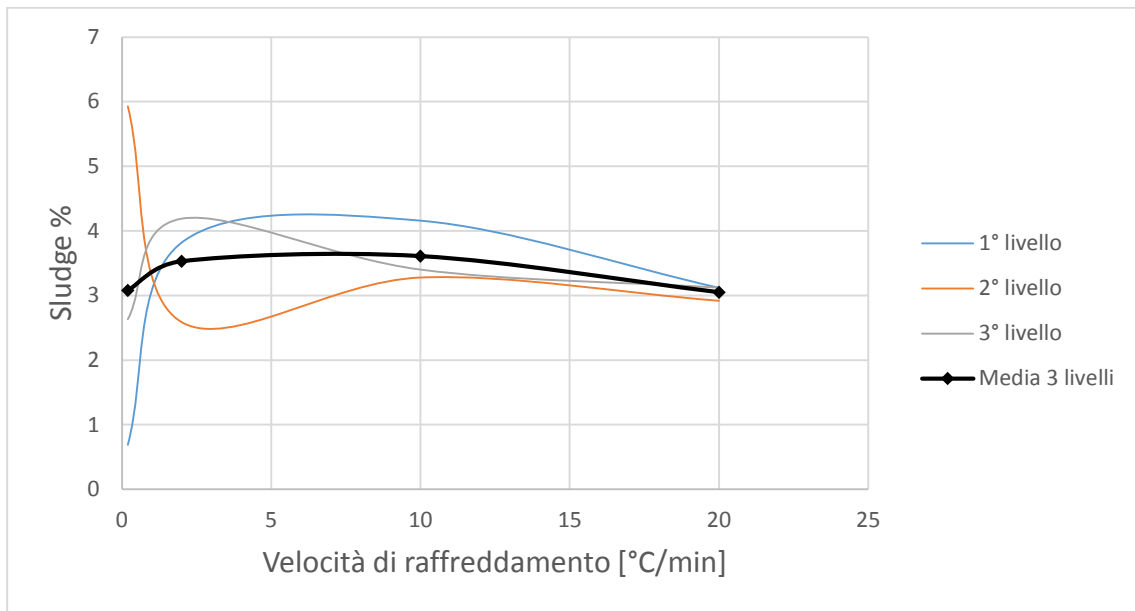


Figura 3.49: Andamento della %sludge in funzione del *cooling rate* per la lega L “mezzeria”.

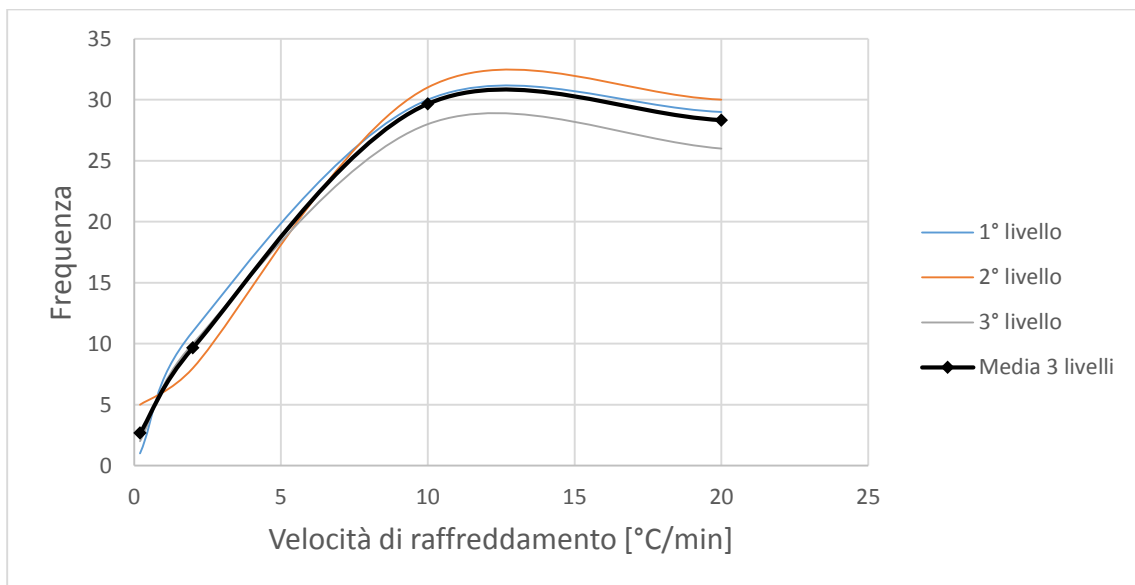


Figura 3.50: Andamento della frequenza di particelle in funzione del *cooling rate* per la lega L “mezzeria”.

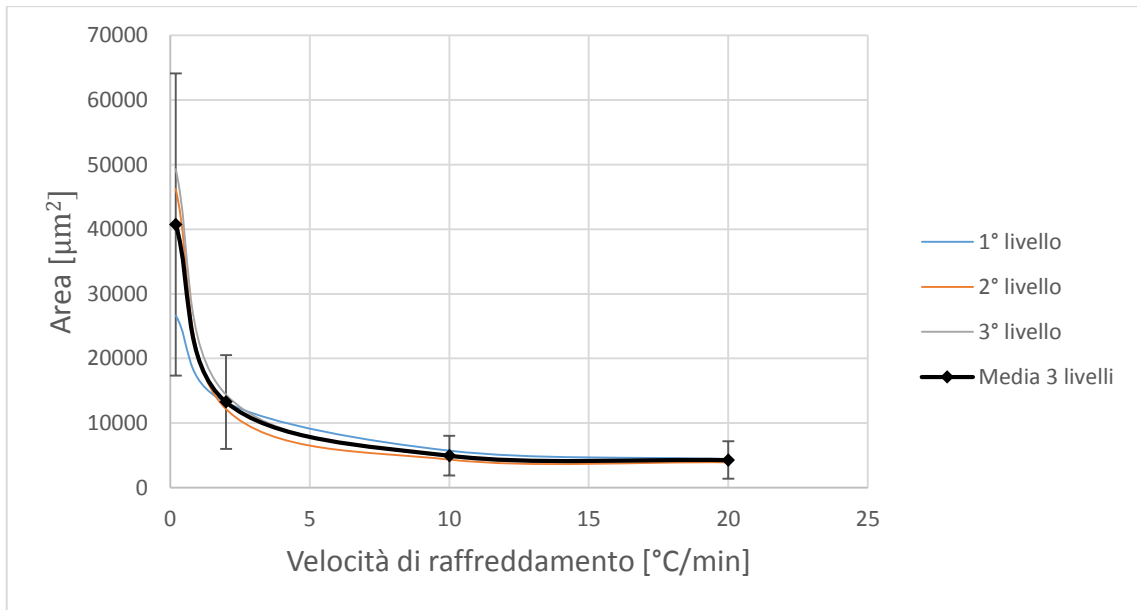


Figura 3.51: Andamento dell'area media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega L "mezzeria".

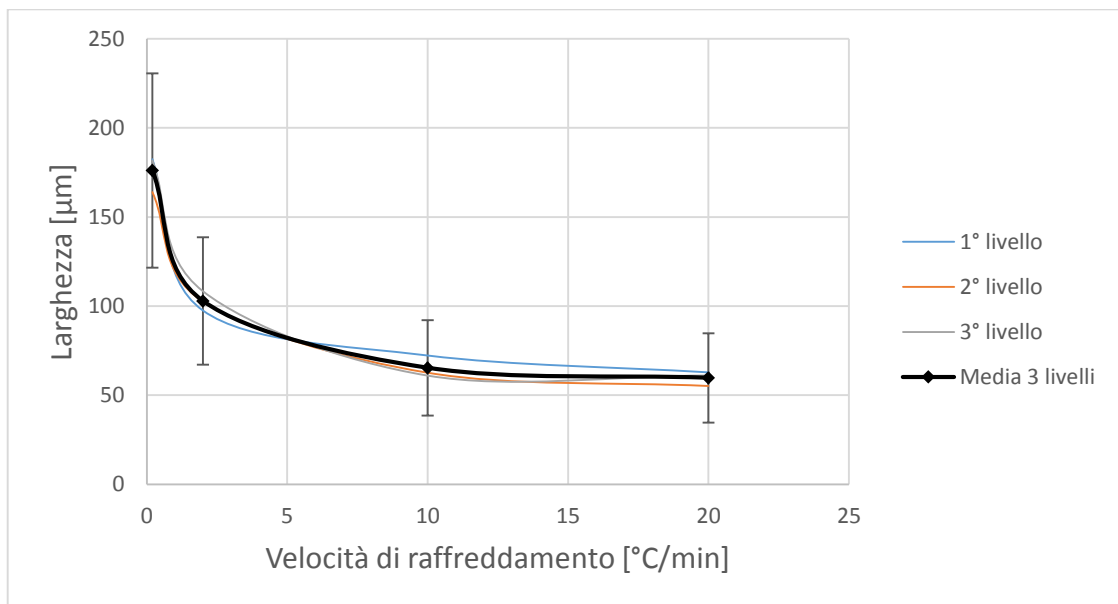


Figura 3.52: Andamento della larghezza media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega L "mezzeria".

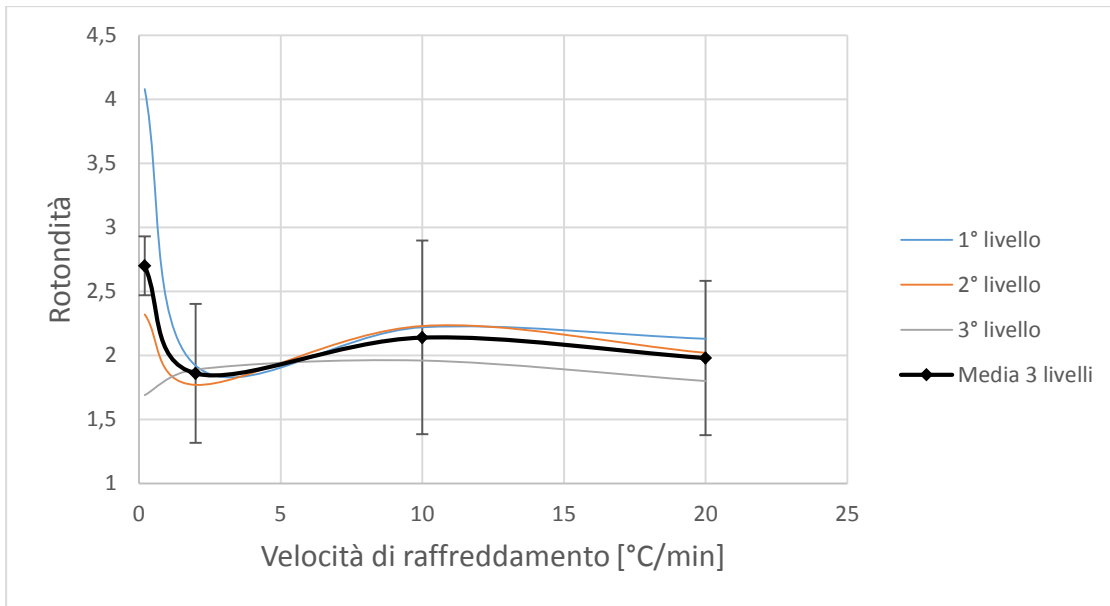


Figura 3.53: Andamento della rotondità media delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega L “mezzeria”.

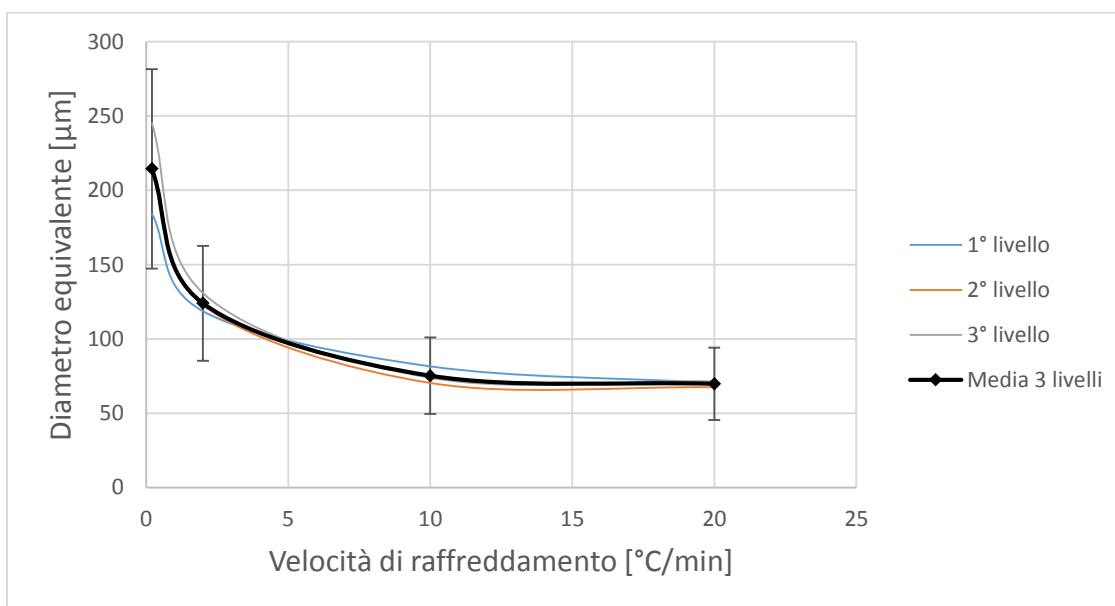


Figura 3.54: Andamento del diametro equivalente medio delle particelle in funzione del *cooling rate* per la lega L “mezzeria”.

3.3.3. Micrografie lega L “superficie”

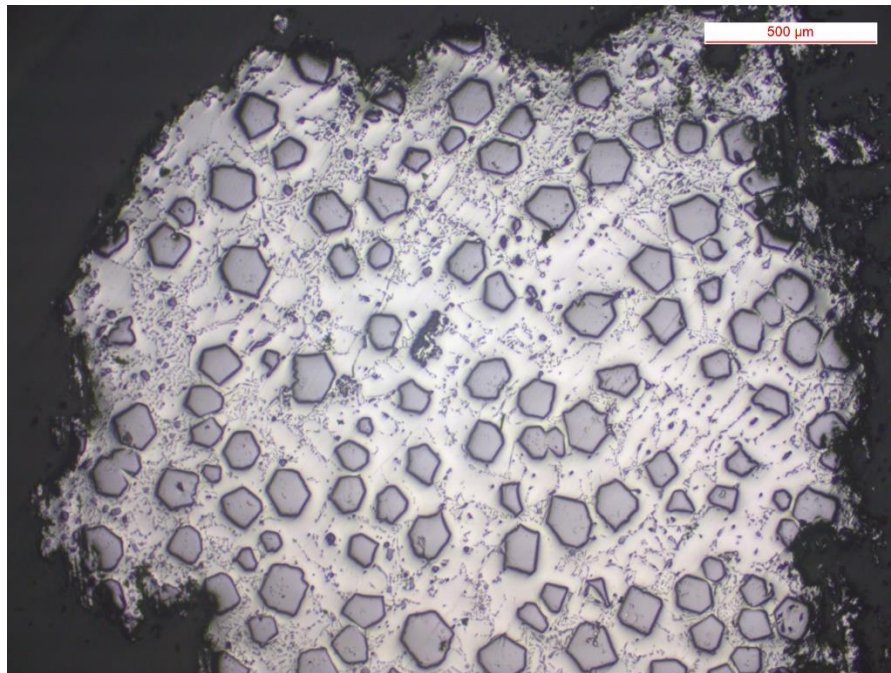


Figura 3.55: Micrografia lega L, 20 °C/min.

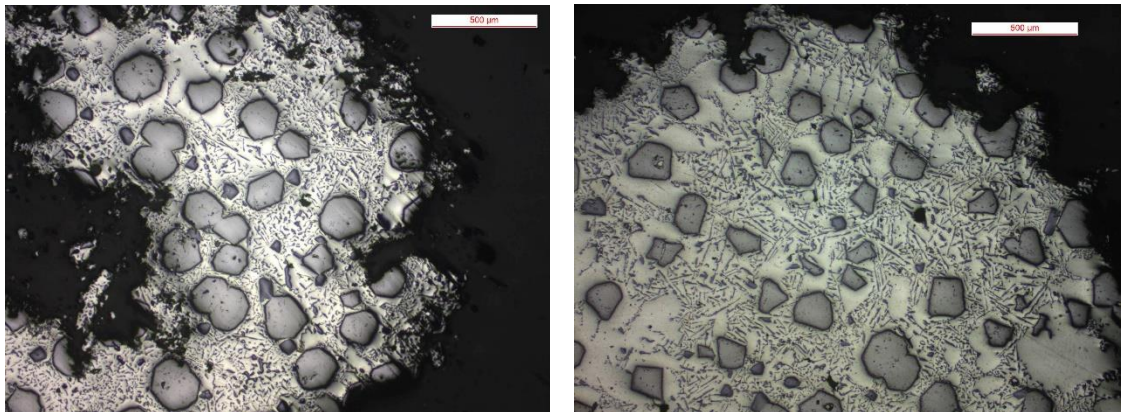


Figura 3.56: Micrografie lega L, 2 °C/min.

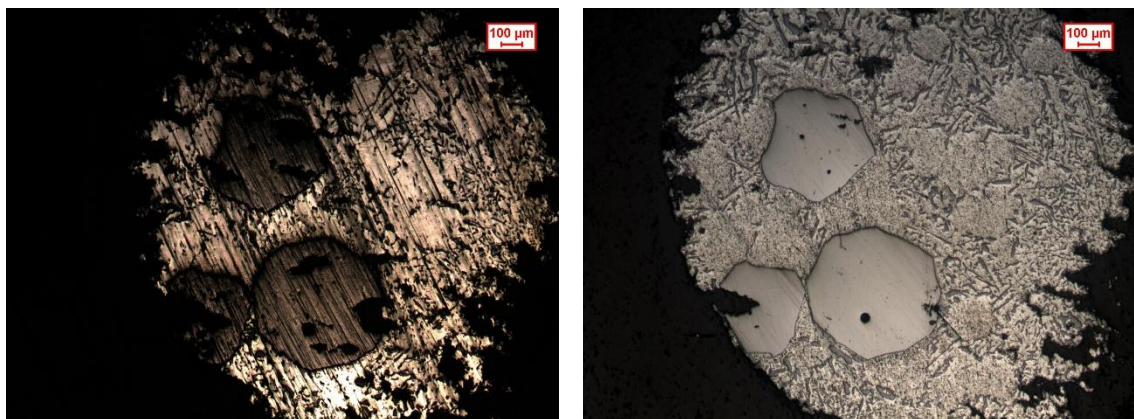


Figura 3.57: Micrografie lega L, 0,2 °C/min.

3.3.4. Lega L “superficie”

I dati sperimentali della lega L “superficie”, con i valori relativi alla deviazione standard indicati tra parentesi, sono riportati dettagliatamente nell’Appendice A. Di seguito, vengono messi in evidenza tramite grafici gli andamenti dei parametri più significativi (Figura 3.58; 3.59; 3.60; 3.61; 3.62; 3.63).

La Figura 3.58 evidenzia come la frazione di *sludge* decresca con andamento iperbolico all’aumentare della velocità di raffreddamento imposta al materiale. Considerando la densità di particelle presenti, invece, si nota come questa subisca un notevole aumento con una variazione crescente del *cooling rate* (Figura 3.59).

Con modalità del tutto simili a quelle descritte per le leghe A e H “superficie”, si può notare come l’area media delle particelle, così come la lunghezza media e il diametro equivalente medio diminuiscano con andamento iperbolico all’aumentare della velocità di raffreddamento (Figura 3.60-3.61-3.63). Per quanto riguarda la rotondità media delle particelle, infine, la Figura 3.62 evidenzia come tenda ad aumentare con il *cooling rate*.

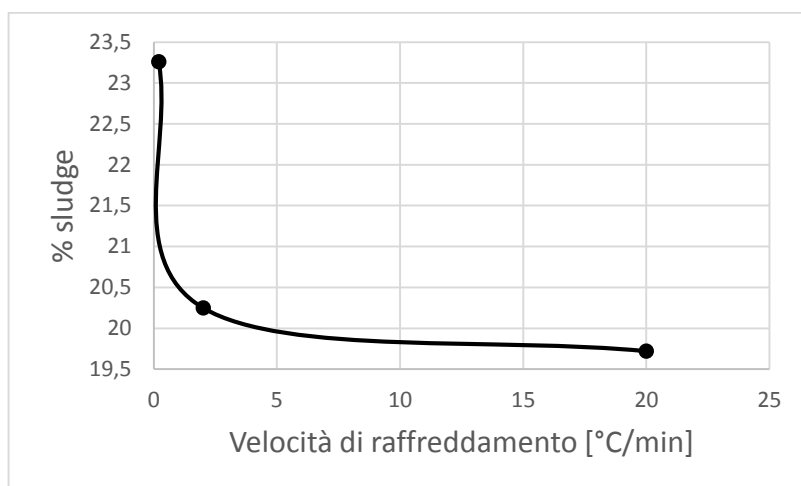


Figura 3.58: Andamento della %sludge in funzione del *cooling rate* per la lega L “superficie”.

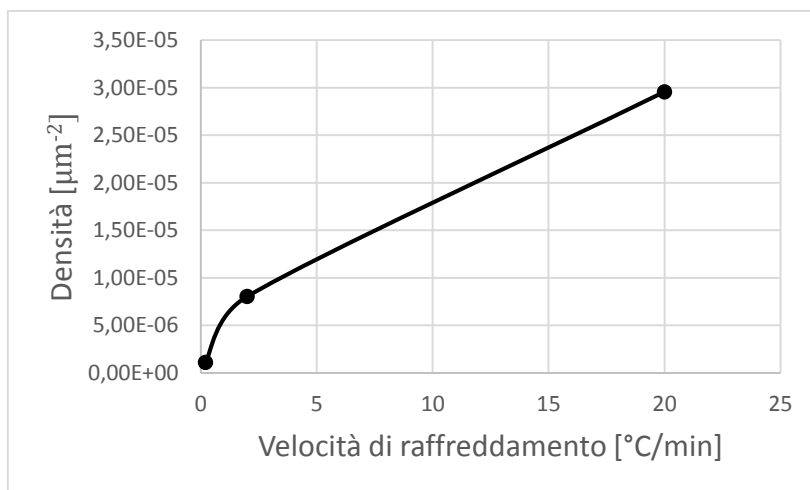


Figura 3.59: Andamento della densità di particelle in funzione del *cooling rate* per la lega L “superficie”.

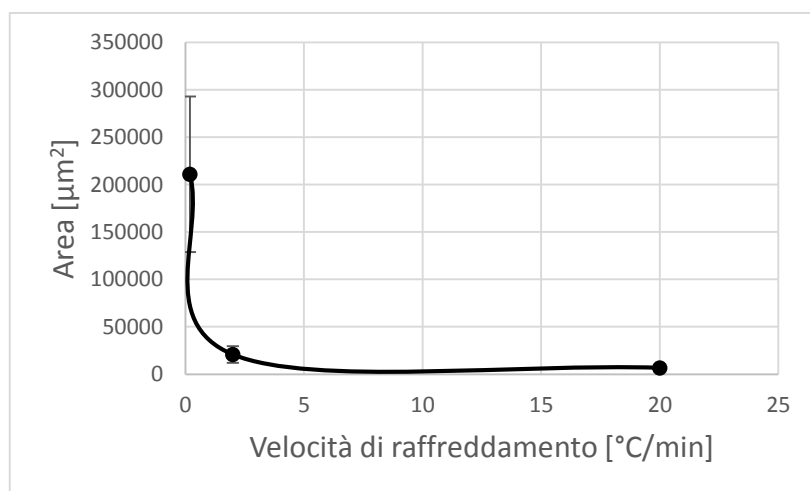


Figura 3.60: Andamento dell'area media delle particelle al variare del *cooling rate*; lega L “superficie”.

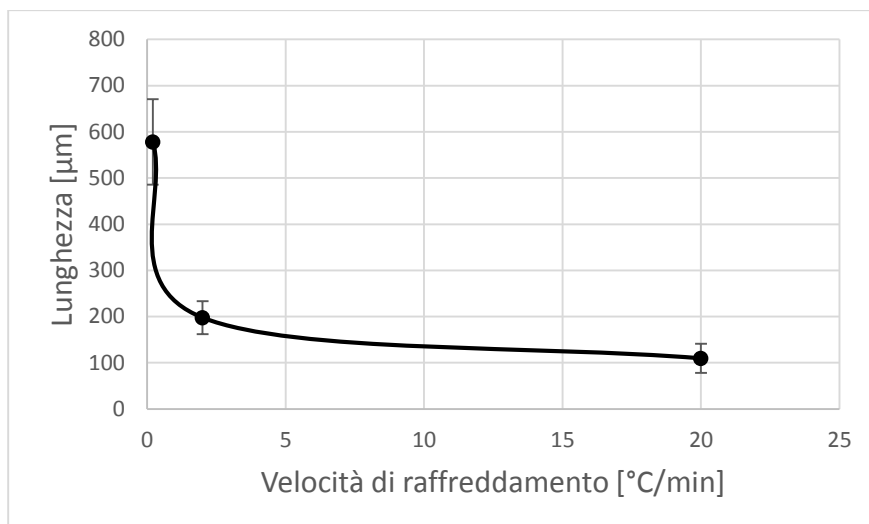


Figura 3.61: Lunghezza media delle particelle al variare del *cooling rate*; lega L “superficie”.

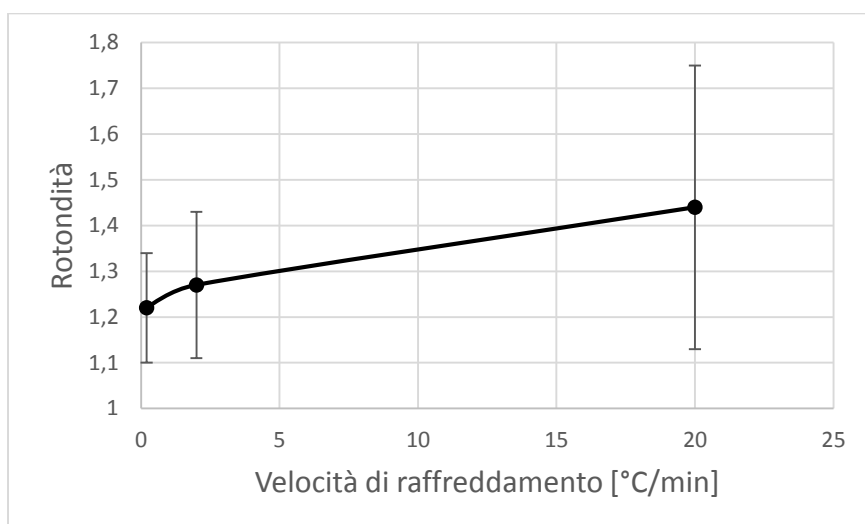


Figura 3.62: Rotondità media delle particelle in funzione del *cooling rate*; lega L “mezzeria”.

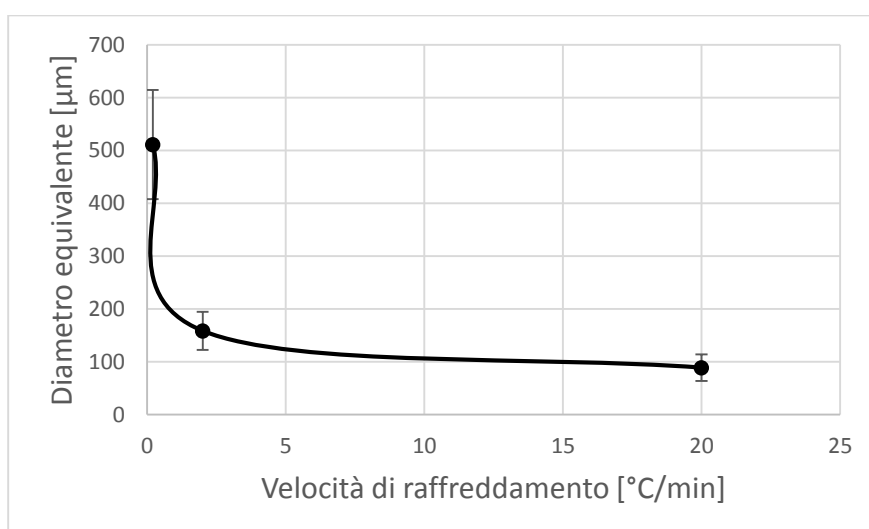


Figura 3.63: Diametro equivalente medio delle particelle in funzione del *cooling rate*; lega L “superficie”.

3.3.5. Confronto lega L “mezzeria” – “superficie”

Di seguito, viene presentato un confronto tra i dati ottenuti dalle prove “mezzeria” (con i valori medi dei 3 livelli) e quelli ottenuti dalla prova “superficie” (Figura 3.64; 3.65; 3.66). La suddivisione viene fatta in base alle diverse velocità di raffreddamento a cui sono stati sottoposti i campioni.

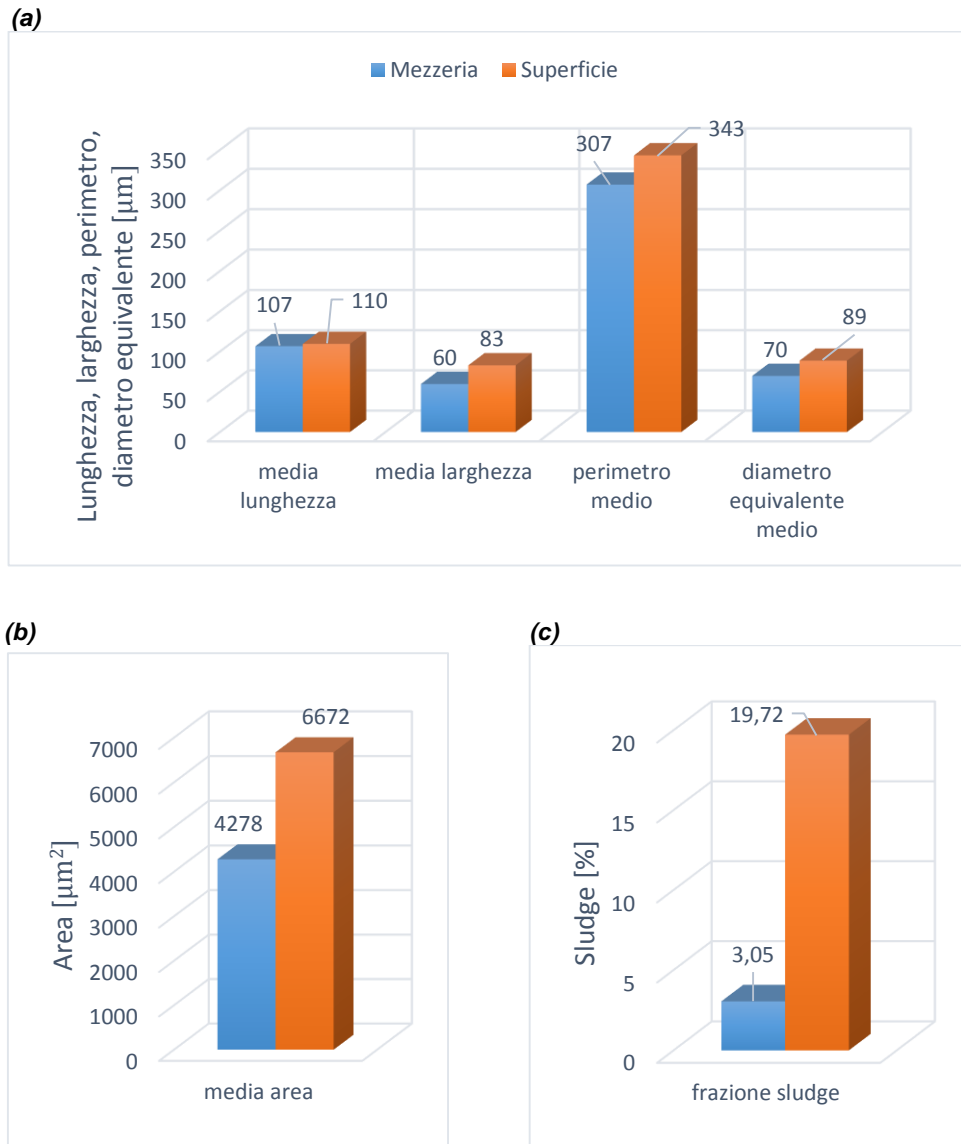


Figura 3.64: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega L ad una velocità di raffreddamento pari a 20 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.64 si nota come per i valori medi di lunghezza, larghezza, perimetro e diametro equivalente non ci sia molta differenza tra la valutazione “mezzeria” e “superficie”. Il differente approccio ai campioni, invece, fa sì che siano di molto scostati i valori relativi all’area media delle particelle e alla %sludge, maggiori in superficie.

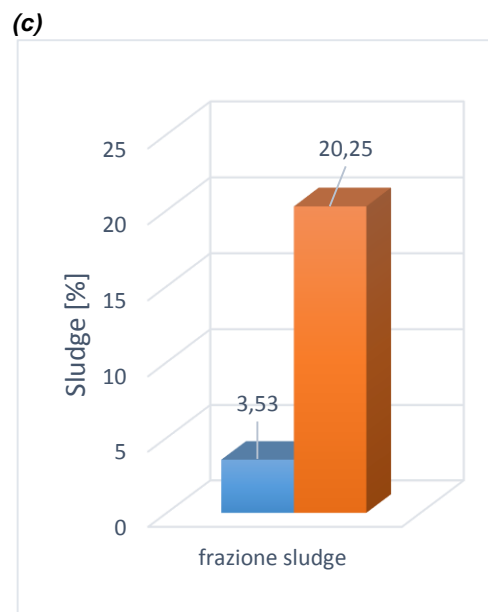
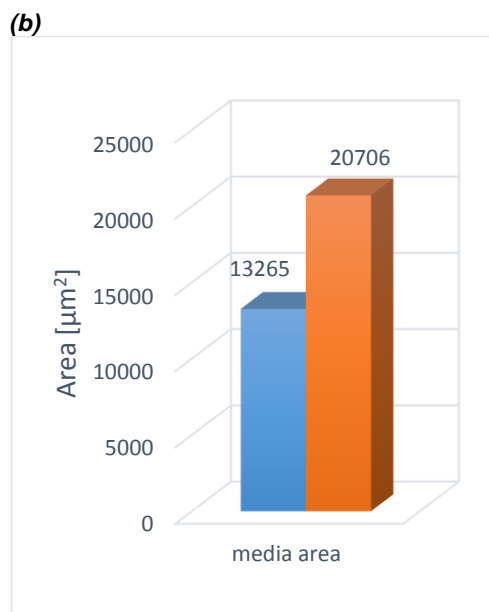
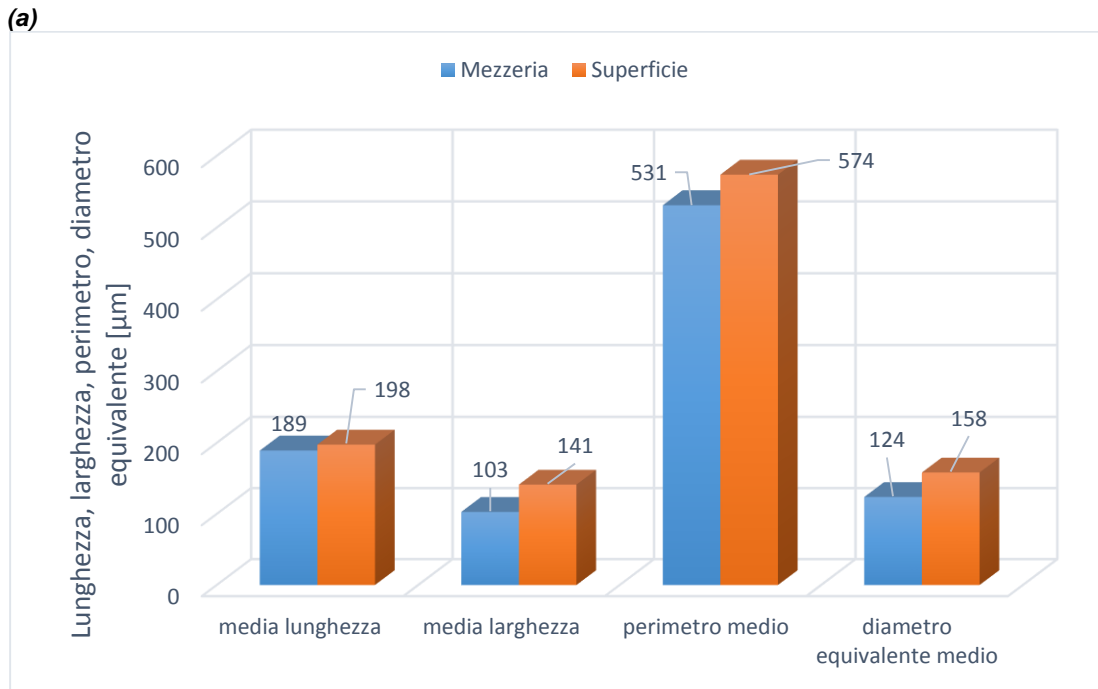


Figura 3.65: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega L ad una velocità di raffreddamento pari a 2 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.65 emerge come per tutti i parametri analizzati si registrino valori maggiori nei provini “superficie” rispetto a quelli “mezzeria”, anche se il divario in termini di lunghezza, larghezza e diametro equivalente non è marcato. Lo scostamento di area e frazione di *sludge* non è aumentato rispetto al caso precedente (Figura 3.64).

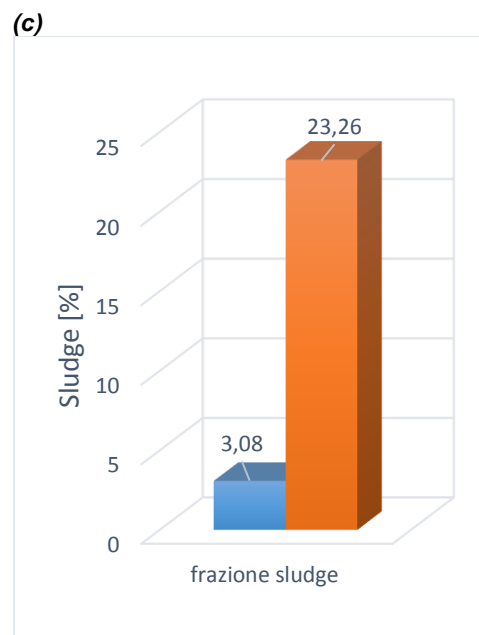
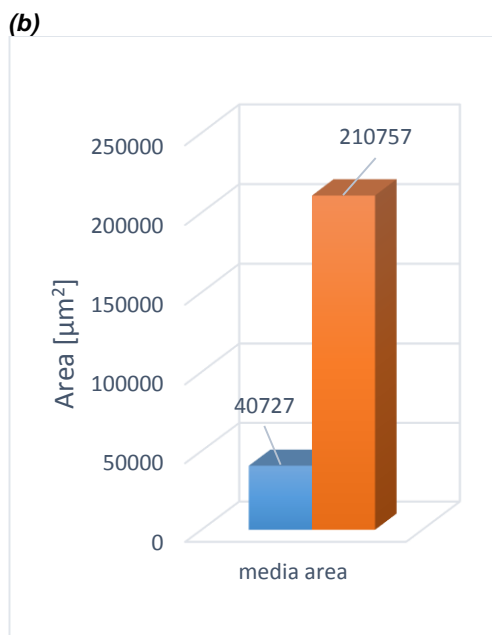
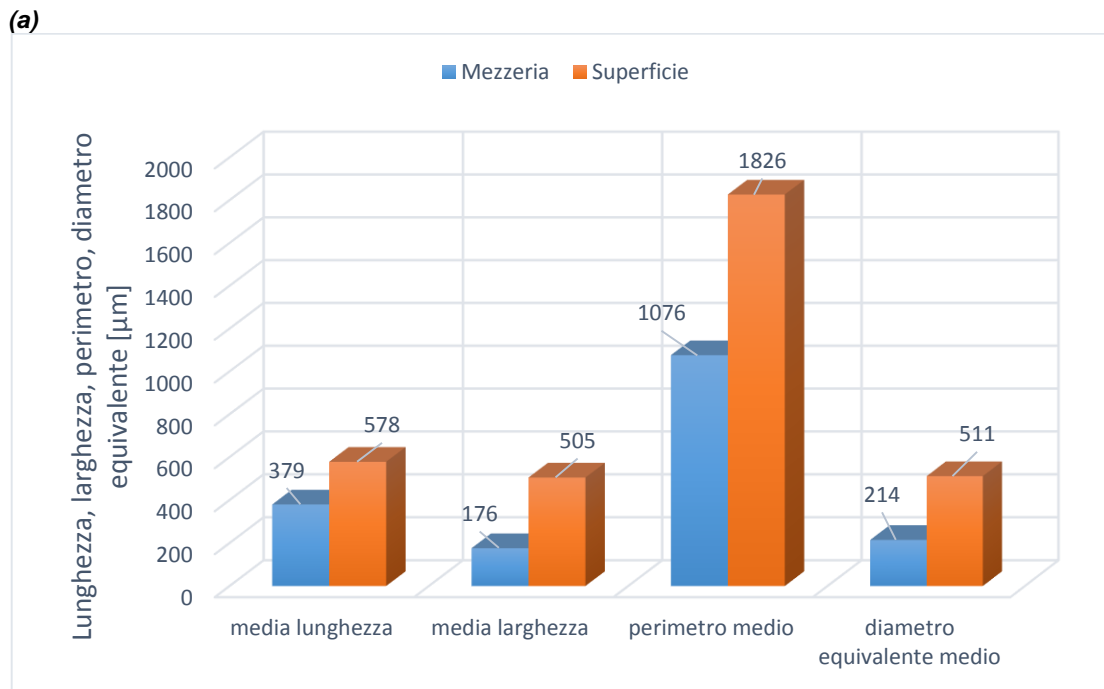


Figura 3.66: Confronto tra i valori “mezzeria” e “superficie” per la lega L ad una velocità di raffreddamento pari a 0,2 °C/min: (a) lunghezza, larghezza, perimetro, diametro equivalente; (b) area; (c) %sludge.

Dalla Figura 3.66 si nota come, anche in questo caso, tutti i parametri analizzati siano superiori nei provini “superficie” rispetto a quelli “mezzeria”. In particolare, rispetto alla prova a 2 °C/min aumenta il divario tra i due casi in relazione all’area media delle particelle. Infine, come per la lega H 0,2 °C/min (Figura 3.44), si nota un certo scostamento tra i valori in termini di perimetro medio.

3.4. Confronto tra le leghe A – H – L

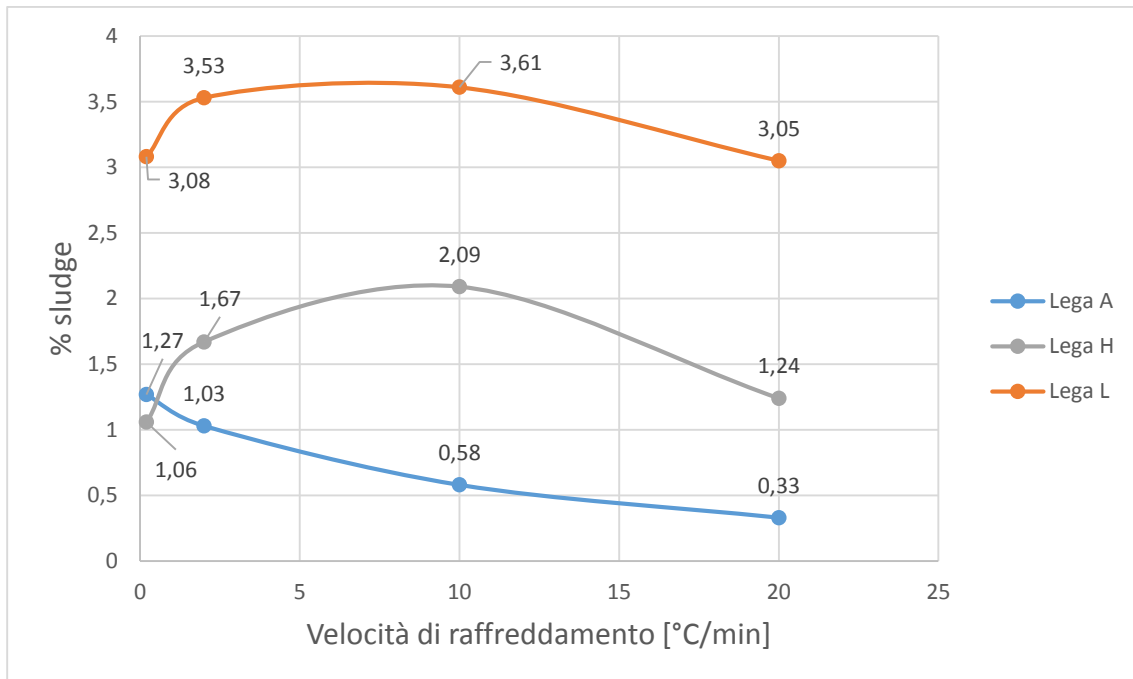


Figura 3.67: Confronto frazione *sludge* “mezzeria” tra le leghe A – H – L.

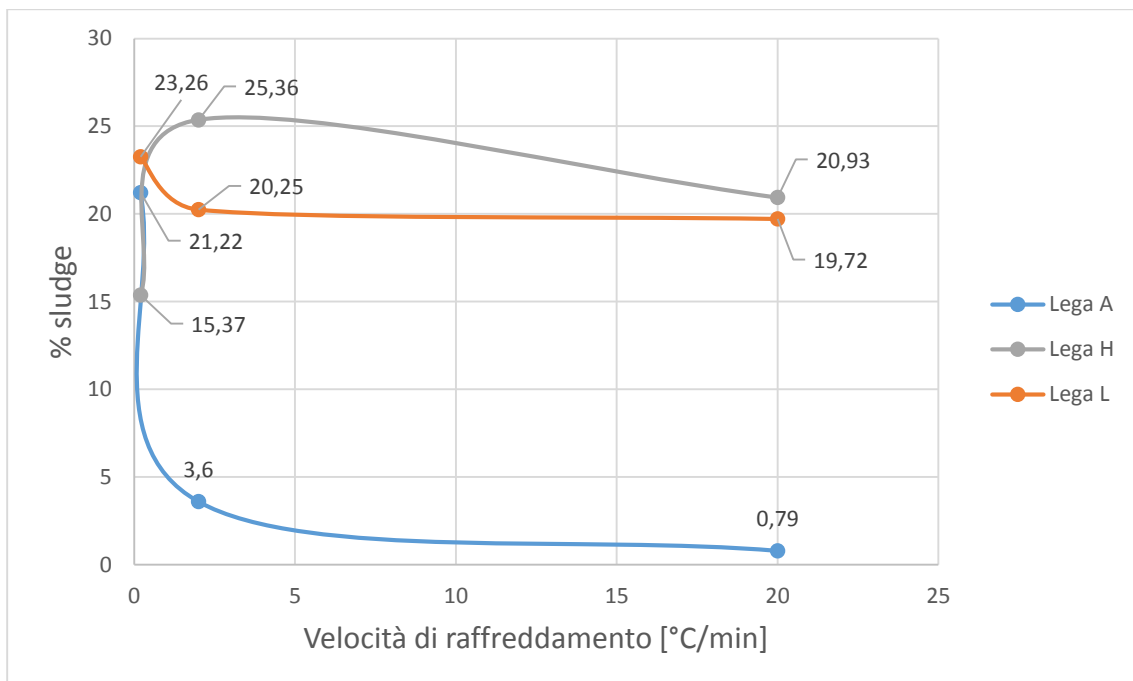


Figura 3.68: Confronto frazione *sludge* “superficie” tra le leghe A – H – L.

Per quanto riguarda la frazione di *sludge* presente nelle tre leghe, si può osservare dalla Figura 3.67 e dalla Figura 3.68 come, a livello generale, lo *sludge factor* sia effettivamente connesso con la precipitazione dei composti intermetallici primari ricchi in ferro in quanto ad un valore più elevato di SF corrisponde, a parità di velocità di raffreddamento, un frazione di *sludge* maggiore. Ciò appare lampante per i *cooling rates* considerati, eccezion fatta per la prova a 0,2 °C/min dove, per la lega H, i dati sono contrastanti rispetto a quanto detto. Tuttavia, per questa lega, che possiede il rapporto Fe : (Mn+Cr) più elevato rispetto alle altre due (4,33 a fronte di 2,61 per la lega A e 2,05 per la lega L), è bene notare che nella prova a 0,2 °C/min, come evidenziato dalla Figura 3.26, sono presenti composti β -Fe con morfologia aciculare di dimensioni notevoli. Nonostante non sia nota la natura di questa fase e non si sappia se si tratti di una fase primaria o secondaria, di certo la sua presenza fa sì che la %*sludge* ne risulti alterata. La presenza di aghi nella prova a 0,2 °C/min della lega H è, inoltre, ben rilevabile anche dalle micrografie in superficie, come quella di Figura 3.35. Da notare, come evidenziato dalla panoramica a 0,2 °C/min (Figura 3.57), come anche nella lega L siano presenti degli aghi grossolani di fase β -Fe che influenzano la %*sludge* della lega.

Per tutte e tre le leghe, inoltre, sia dalle prove “mezzeria” che “superficie” si deduce che il trend della frazione di *sludge* risulta decrescente con l'aumentare della velocità di raffreddamento.

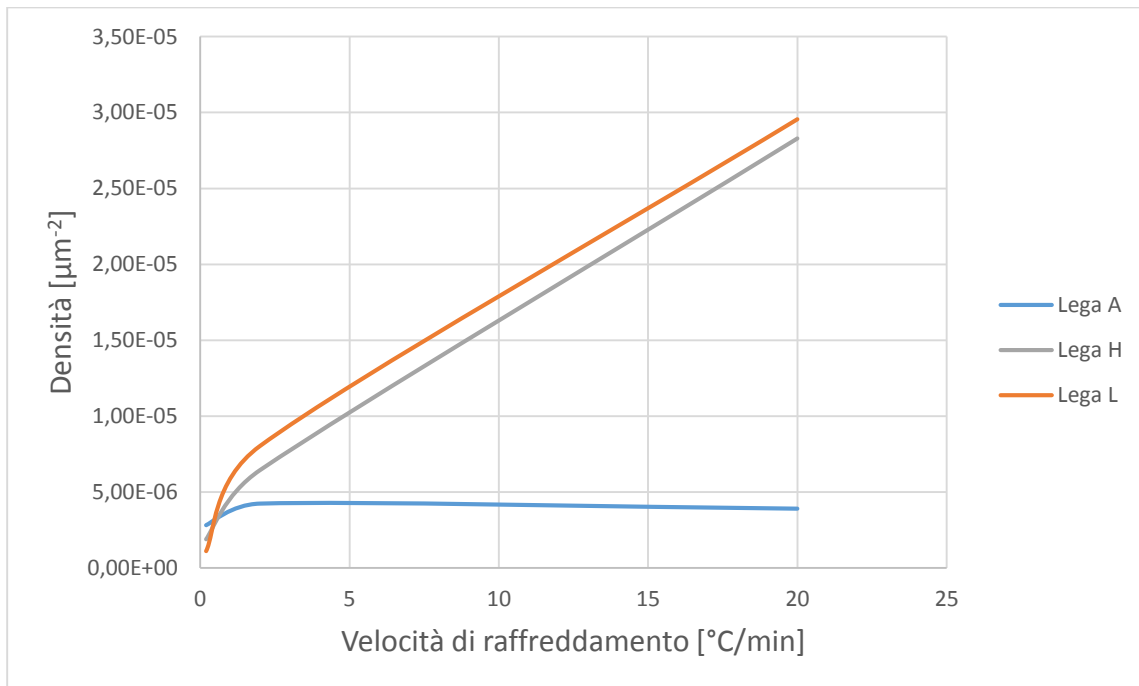
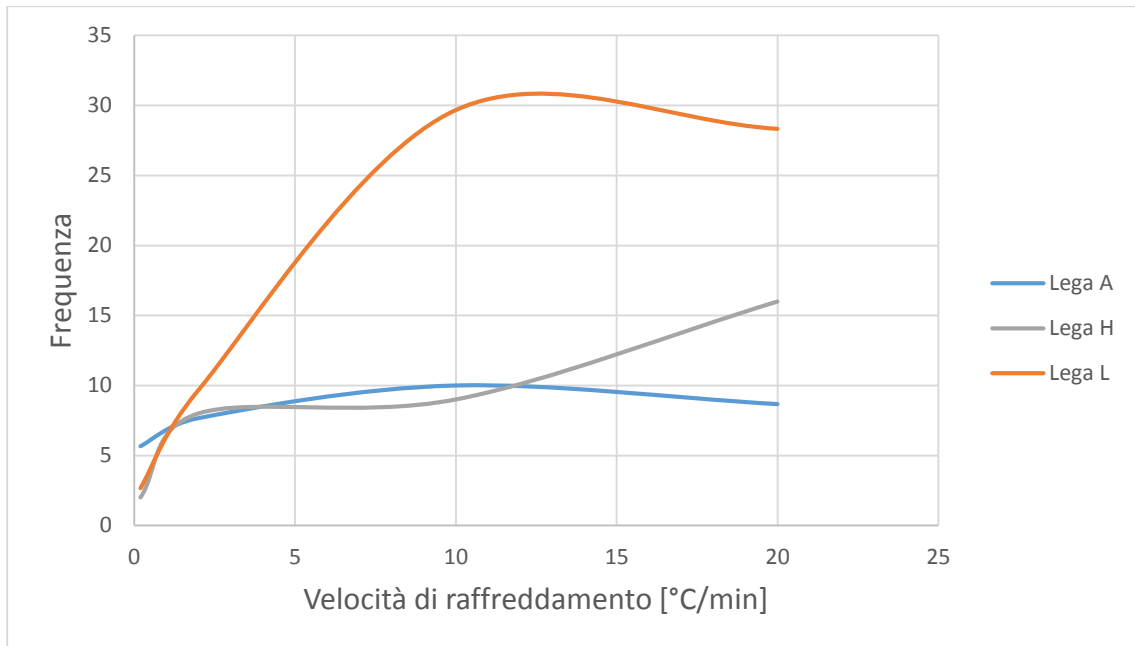


Figura 3.69: Confronto frequenza e densità particelle tra le leghe A – H – L.

Come ben evidenziato dalla Figura 3.69, sia nel caso “mezzeria” che “superficie” si può notare come, all’aumentare della velocità di raffreddamento imposta, aumenti il numero e la densità di particelle presenti. Si tratta di un aumento più marcato per le leghe H ed L, mentre è più debole per la lega A.

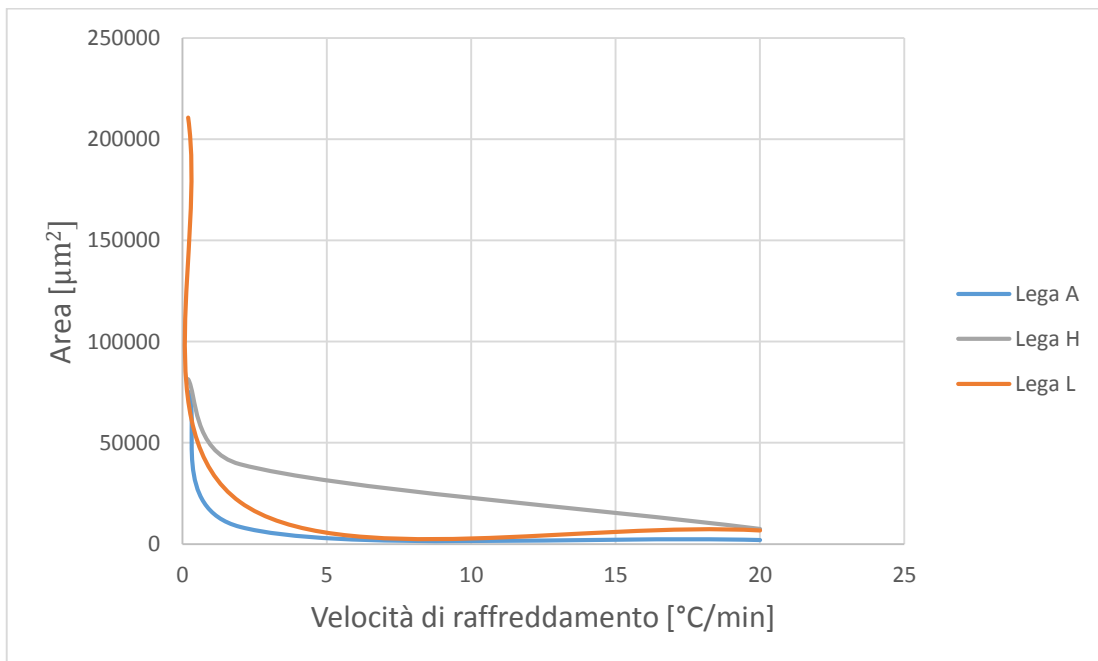
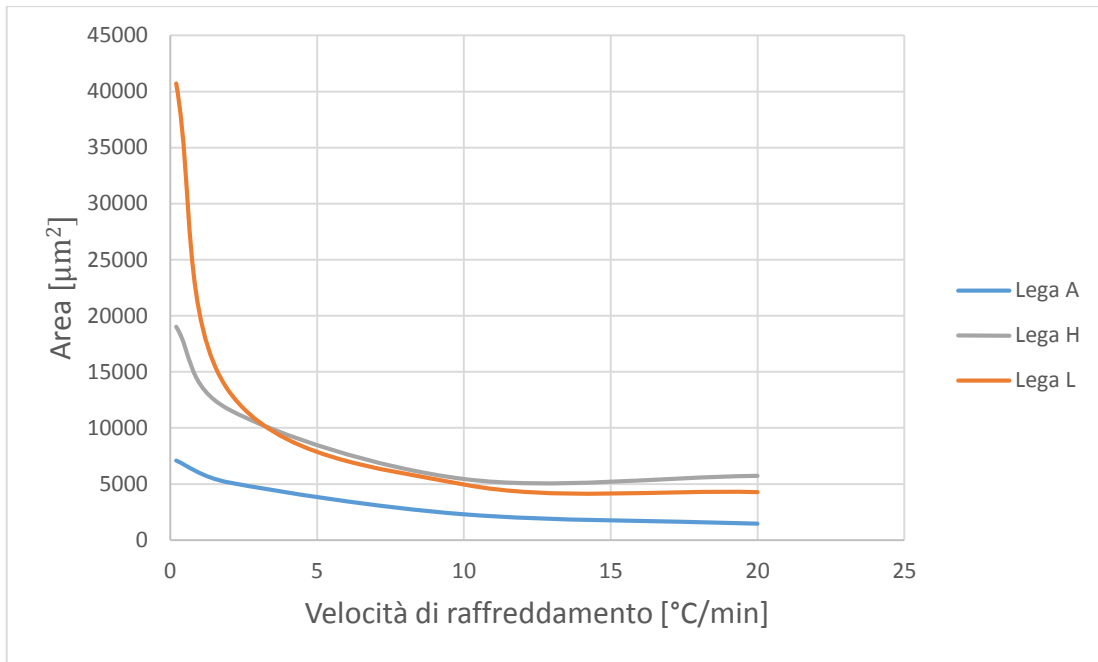


Figura 3.70: Confronto tra l'area media delle particelle "mezzeria" e "superficie" per le leghe A – H - L.

Dalla Figura 3.70 si può notare come, a prescindere dal modo in cui si osservino le particelle di *sludge*, ovvero, sia che si consideri la sezione o la superficie del campione, l'area delle particelle diminuisce all'aumentare della velocità di raffreddamento imposta. In particolare, una diminuzione più marcata si verifica per la lega L, a cui corrisponde uno SF maggiore, mentre per la lega A (SF minore), la riduzione non è così drastica. Le micrografie disponibili per ogni lega, inoltre, dimostrano come anche senza misurazioni sia individuabile la riduzione dell'area con il crescere del *cooling rate*.

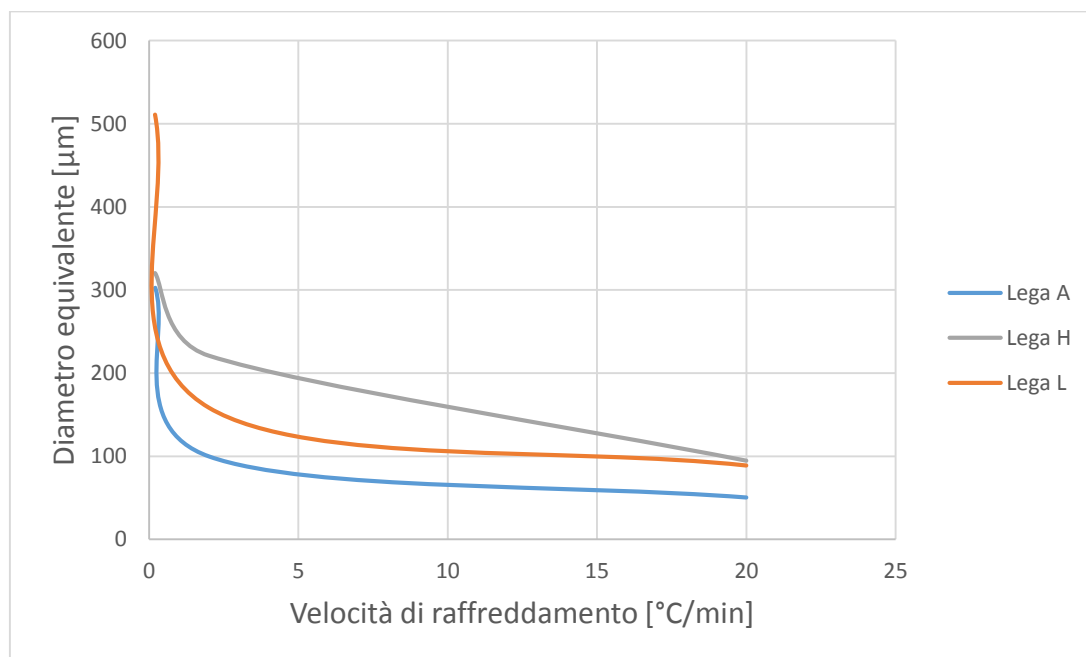
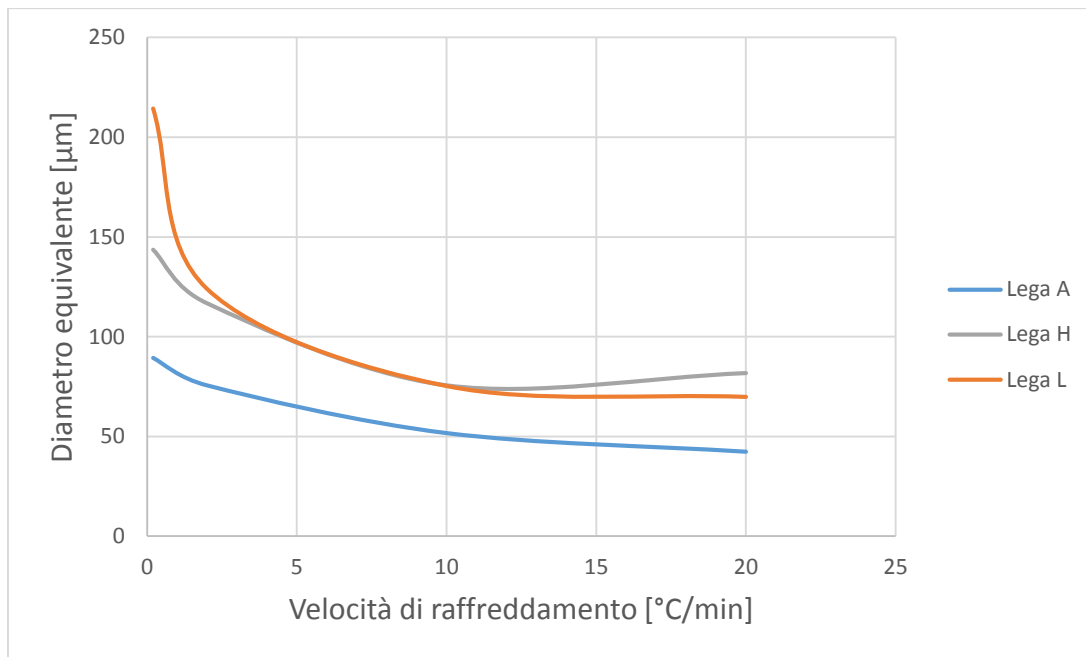


Figura 3.71: Confronto tra il diametro equivalente medio delle particelle “mezzeria” e “superficie” per le leghe A – H - L.

Come per le considerazioni fatte in precedenza riguardo l'area media delle particelle, la Figura 3.71 mette in risalto come all'aumentare della velocità di raffreddamento imposta diminuisca esponenzialmente il diametro equivalente medio dei composti intermetallici primari, sia che si tratti del provino “mezzeria” che “superficie”. La diminuzione, inoltre, risulta più netta e marcata per la lega L, piuttosto debole per la lega A e, infine, intermedia tra le due per la lega H, caratterizzata da uno SF anch'esso intermedio tra lega A ed L.

CONCLUSIONI

Lo scopo dell'elaborato era studiare le leghe di alluminio da pressocolata della famiglia Al-Si tramite calorimetria differenziale a scansione (DSC) e successiva analisi al microscopio ottico. L'obiettivo proposto era quello di individuare il legame tra la *sludge factor* e velocità di raffreddamento della lega con la precipitazione di composti intermetallici primari ricchi in ferro. Dalle prove sperimentali risulta ben evidente, in primo luogo, come la nucleazione delle particelle di *sludge* sia preponderante nello strato più esterno che riveste tutto il campione, per effetto della presenza di un film di ossido superficiale che svolge la funzione di agente nucleante. Considerando ogni lega in maniera distinta dalle altre, ovvero mantenendo fissa la variabile relativa alla composizione chimica, risulta chiaro come tutti i parametri dimensionali delle particelle (lunghezza media, larghezza media, area media, perimetro medio, diametro equivalente medio) decrescano all'aumentare della velocità di raffreddamento imposta, cioè diminuisce la scala microstrutturale dei composti. Da notare, tuttavia, che la diminuzione non è la stessa per tutte le leghe, ma è crescente con il crescere dello SF caratteristico della lega. Per la lega A (SF = 1,32), infatti, la riduzione dei parametri è sempre minore rispetto sia alla lega H (SF = 2,11) che, soprattutto, rispetto alla lega L (SF = 2,9). Anche l'analisi quantitativa dei composti primari rivela come, all'aumentare della velocità di raffreddamento, aumenti il numero di particelle presenti se si tratta del caso "mezzeria", la densità di particelle se si tratta dei provini "superficie". Anche in questo caso lo SF risulta influente sulla variazione, più netta nelle leghe contenenti maggiori tenori di Fe, Mn e Cr. Come mostrato dalle micrografie, durante la sperimentazione ci si è imbattuti in varie morfologie di composti intermetallici ricchi in Fe: poligonale, a *scrittura cinese* e aciculare. Soprattutto nelle prove eseguite a basse velocità di raffreddamento era frequente il rinvenimento all'interno del campione di aghi grossolani che diventavano sottili passando alle prove a 20 °C/min. Per quanto riguarda lo *sludge*, la forma poligonale risultava ben definita per la lega L e, in generale, anche per la lega H, mentre per la lega A, come è ben visibile dalla Figura 3.4, i poligoni tendevano ad avere delle ramificazioni a partire dagli spigoli. Con i dati a disposizione, inoltre, si è cercato di stimare la %*sludge* presente nella lega come rapporto tra area delle particelle e superficie esaminata. Dalle elaborazioni emerge come la tendenza sia quella di una diminuzione della frazione di *sludge* all'aumentare del *cooling rate*, anche se nelle prove alla più bassa velocità di raffreddamento, probabilmente per il basso numero di particelle presente, i dati non risultano essere ben chiari come alle alte velocità. Dalla

sperimentazione eseguita si è potuto dedurre, quindi, come sia lo *sludge factor* sia la velocità di raffreddamento della lega giochino un ruolo rilevante sulla precipitazione dei composti intermetallici primari. In particolare, è stato importante definire una procedura di analisi che permettesse di ottenere dati affidabili e confrontabili tra i vari casi analizzati. Un'ulteriore evoluzione per il calcolo della frazione di *sludge* che precipita potrebbe essere il passaggio da una definizione in termini di rapporto tra aree ad una in termini di rapporto volumetrico, approssimando il volume di *sludge* servendosi della densità di particelle calcolata dai provini "superficie" e dalla loro lunghezza media che emerge dalle prove "mezzeria".

BIBLIOGRAFIA

- [1] “Applications – Power train – Engine blocks”, The Aluminium Automotive Manual, pp. 2-19.
- [2] T. Gianesin, “La presenza di Zr, Ni e V in leghe di alluminio da fonderia”, Tesi di laurea, Università degli studi di Padova, 2012, pp. 1-10.
- [3] D. Carlassara, “Sistemi in vuoto o in atmosfera controllata per la fusione di metalli leggeri”, Tesi di laurea, Università degli studi di Padova, 2010, pp. 5-14.
- [4] E. Cavinato, “Sviluppo delle leghe di alluminio in campo aeronautico nel secondo dopoguerra”, Tesi di laurea, Università degli studi di Padova, 2014, pp. 12-15.
- [5] G. Franconi, S. Paoni, “L’alluminio e le sue leghe - stato dell’arte e prospettive”, Umbria innovazione – Programma VISION, 2007, pp. 34-42.
- [6] G. Sangiorgi, “Ricerca e sviluppo di tecniche integrate basate sull’analisi termofluidodinamica dei processi fusori e sull’analisi strutturale per la progettazione di componenti in alluminio ad alte prestazioni”, Tesi di laurea, Università degli studi di Bologna, 2008, pp. 1-6.
- [7] C. Pirozzi, “Ottimizzazione di processi FSW ButtJoin, Lap Joint mediante RSM”, Tesi di laurea, Università di Napoli, 2006, pp. 5-34.
- [8] D. Apelian, “Worldwide Report Aluminium Casy Alloys: Enabling Tools for Improved Performance”, NADCA, 2009, pp. 5-13.
- [9] E. Gianotti, “Alluminio e le sue leghe, classificazioni e trattamenti termici”, Trattamenti termici Ferioli e Gianotti (Torino), pp. 12.
- [10] G. Timelli, S. Ferraro, et al., “Caratterizzazione meccanica e microstrutturale di leghe di alluminio pressocolate”, La Metallurgia Italiana, n.1/2011, pp. 5-15.
- [11] G. Timelli, E. Fiorese, “Metodi di neutralizzazione del Fe in leghe Al-Si da fonderia”, La Metallurgia Italiana, n.3/2011, pp. 9-15.
- [12] A. Fabrizi, G. Timelli et al., “Evolution of Fe-rich compounds in a secondary Al-Si-Cu alloy: influence of cooling rate”, “XV International Conference on Electron Microscopy”, 15-18 September 2014, Cracow (Poland), pp. 719-723.

- [13] S. Ferraro, A. Fabrizi, G. Timelli, "Evolution of sludge particles in secondary die-cast aluminum as function of Fe, Mn and Cr contents", *Materials Chemistry and Physics* 153 (2015), pp. 168-179.
- [14] J. Dalla Barba, "Analisi termica di leghe di alluminio da pressocolata tramite calorimetria differenziale a scansione", Tesi di laurea, Università degli studi di Padova, 2015, pp. 21-22.
- [15] P. Paracchini, "Manuale di trattamenti e finiture", Tecniche Nuove, 2003, pp. 5-107/108.
- [16] E. Luari, "Sviluppo di trattamenti di solubilizzazione e tempra per sospensione colate in lega di alluminio secondario allo stato semi-solido", Tesi di laurea, Università degli studi di Padova, 2013, p. 40.

APPENDICE A

Lega A “mezzeria”

A - 1° Livello	Velocità di raffreddamento			
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	0,44	0,44	1,14	0,91
Numero particelle	11	7	11	7
Media area [μm^2]	1614 (902)	2704 (1735)	4209 (2808)	3958 (3883)
Media lunghezza [μm]	64 (20)	82 (19)	138 (60)	152 (50)
Media larghezza [μm]	42 (15)	45 (19)	55 (24)	24 (13)
Perimetro medio [μm]	211 (82)	241 (68)	366 (147)	385 (138)
Rotondità media	2,2 (1,0)	1,8 (0,4)	2,7 (0,8)	3,5 (1,0)
Diametro equivalente medio [μm]	44 (12)	56 (18)	69 (27)	66 (28)

A - 2° Livello	Velocità di raffreddamento			
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	0,28	0,5	1,11	1,7
Numero particelle	9	10	6	6
Media area [μm^2]	1419 (526)	2124 (1294)	6640 (4234)	8901 (6087)
Media lunghezza [μm]	66 (15)	72 (16)	173 (52)	205 (73)
Media larghezza [μm]	32 (9)	46 (15)	63 (27)	38 (13)
Perimetro medio [μm]	191 (38)	217 (54)	442 (142)	514 (172)
Rotondità media	2,0 (0,7)	1,9 (0,3)	2,7 (0,7)	2,5 (0,4)
Diametro equivalente medio [μm]	42 (9)	50 (15)	86 (35)	101 (36)

A - 3° Livello	Velocità di raffreddamento			
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	0,27	0,79	0,85	1,19
Numero particelle	6	13	6	4
Media area [μm^2]	1373 (417)	2082 (1488)	4574 (3285)	8423 (4633)
Media lunghezza [μm]	67 (10)	69 (22)	140 (57)	218 (44)
Media larghezza [μm]	36 (9)	43 (16)	48 (19)	80 (19)
Perimetro medio [μm]	184 (28)	201 (65)	348 (135)	543 (115)
Rotondità media	2,0 (0,6)	1,7 (0,3)	2,2 (0,2)	2,8 (0,6)
Diametro equivalente medio [μm]	41 (7)	49 (17)	72 (28)	101 (26)

Lega A “superficie”

A - superficie	Velocità di raffreddamento		
	20 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	0,79	3,6	21,22
Numero particelle/area campione [μm^2]	3,90E-06	4,23E-06	2,81E-06
Media area [μm^2]	2022 (508)	8528 (5538)	75537 (31585)
Media lunghezza [μm]	62 (9)	130 (40)	365 (91)
Media larghezza [μm]	45 (6)	91 (28)	287 (66)
Perimetro medio [μm]	184 (25)	376 (113)	1124 (241)
Rotondità media	1,3 (0,2)	1,4 (0,2)	1,3 (0,2)
Diametro equivalente medio [μm]	50 (6)	100 (31)	303 (72)

Lega H “mezzeria”

H - 1° Livello	Velocità di raffreddamento			
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	1,21	2,85	1,35	1,06
Numero particelle	12	10	8	2
Media area [μm^2]	6857	5944	9004	19018
	(2858)	(2783)	(5659)	(19077)
Media lunghezza [μm]	129	119	171	224
	(34)	(21)	(66)	(166)
Media larghezza [μm]	84	74	93	108
	(22)	(22)	(31)	(55)
Perimetro medio [μm]	416	341	489	593
	(150)	(66)	(180)	(403)
Rotondità media	2,0	1,6	2,2	1,5
	(0,8)	(0,3)	(0,8)	(0,4)
Diametro equivalente medio [μm]	92	85	103	144
	(20)	(21)	(31)	(85)

H - 2° Livello	Velocità di raffreddamento		
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min
Frazione sludge [%]	1,38	1,81	1,64
Numero particelle	20	8	8
Media area [μm^2]	5072	5581	11612
	(3653)	(9251)	(8022)
Media lunghezza [μm]	105	96	204
	(38)	(63)	(65)
Media larghezza [μm]	71	63	93
	(32)	(51)	(27)
Perimetro medio [μm]	340	278	558
	(158)	(188)	(160)
Rotondità media	1,9	1,8	2,4
	(0,6)	(0,5)	(0,6)
Diametro equivalente medio [μm]	75	68	115
	(29)	(53)	(41)

H - 3° Livello	Velocità di raffreddamento		
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min
Frazione sludge [%]	1,14	1,62	2,03
Numero particelle	16	9	8
Media area [μm^2]	5266	4825	14304
	(2921)	(3292)	(6261)
Media lunghezza [μm]	109	115	230
	(37)	(39)	(63)
Media larghezza [μm]	75	56	109
	(30)	(18)	(27)
Perimetro medio [μm]	385	318	609
	(182)	(114)	(153)
Rotondità media	2,2	1,8	2,1
	(1,0)	(0,5)	(0,7)
Diametro equivalente medio [μm]	78	74	132
	(24)	(27)	(31)

Lega H “superficie”

H - superficie	Velocità di raffreddamento		
	20 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	20,93	25,36	15,37
Numero particelle/area campione [μm^2]	2,83E-05	6,43E-06	1,89E-06
Media area [μm^2]	7397	39413	81501
	(3057)	(13426)	(20380)
Media lunghezza [μm]	114	260	388
	(24)	(43)	(53)
Media larghezza [μm]	90	210	298
	(21)	(39)	(54)
Perimetro medio [μm]	350	819	1188
	(75)	(132)	(157)
Rotondità media	1,3	1,3	1,3
	(0,1)	(0,2)	(0,2)
Diametro equivalente medio [μm]	95	221	320
	(21)	(38)	(38)

Lega L “mezzeria”

L - 1° Livello	Velocità di raffreddamento			
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	3,12	4,16	3,82	0,69
Numero particelle	29	30	11	1
Media area [μm^2]	4415	5733	13190	26643
	(3048)	(3225)	(9771)	0
Media lunghezza [μm]	105	128	180	371
	(33)	(35)	(68)	0
Media larghezza [μm]	63	72	98	182
	(24)	(28)	(49)	0
Perimetro medio [μm]	318	379	504	1205
	(111)	(109)	(198)	0
Rotondità media	2,1	2,2	1,9	4,1
	(0,9)	(0,9)	(0,7)	0
Diametro equivalente medio [μm]	70	81	119	184
	(26)	(26)	(55)	0

L - 2° Livello	Velocità di raffreddamento			
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	2,92	3,28	2,59	5,93
Numero particelle	30	31	8	5
Media area [μm^2]	3940	4366	12192	46220
	(2424)	(3004)	(4482)	(41703)
Media lunghezza [μm]	108	115	183	379
	(29)	(31)	(37)	(201)
Media larghezza [μm]	55	63	103	164
	(23)	(28)	(23)	(107)
Perimetro medio [μm]	301	328	526	990
	(82)	(104)	(111)	(530)
Rotondità media	2,0	2,2	1,8	2,3
	(0,5)	(0,7)	(0,3)	(0,7)
Diametro equivalente medio [μm]	68	70	123	214
	(22)	(25)	(23)	(128)

L - 3° Livello	Velocità di raffreddamento			
	20 °C/min	10 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	3,12	3,4	4,19	2,63
Numero particelle	26	28	10	2
Media area [μm^2]	4478	4786	14413	49320
	(3199)	(3001)	(7556)	(28424)
Media lunghezza [μm]	108	117	205	389
	(26)	(35)	(51)	(123)
Media larghezza [μm]	61	61	108	182
	(28)	(25)	(35)	(57)
Perimetro medio [μm]	302	322	563	1032
	(87)	(97)	(143)	(309)
Rotondità media	1,8	1,96	1,89	1,69
	(0,4)	(0,6)	(0,6)	(0,0)
Diametro equivalente medio [μm]	71	74	131	245
	(25)	(26)	(38)	(74)

Lega L “superficie”

L - superficie	Velocità di raffreddamento		
	20 °C/min	2 °C/min	0,2 °C/min
Frazione sludge [%]	19,72	20,25	23,26
Numero particelle/area campione [μm^2]	2,96E-05	8,02E-06	1,10E-06
Media area [μm^2]	6672	20706	210757
	(3456)	(8767)	(82079)
Media lunghezza [μm]	110	198	578
	(31)	(36)	(93)
Media larghezza [μm]	83	141	505
	(25)	(37)	(106)
Perimetro medio [μm]	343	574	1826
	(105)	(117)	(351)
Rotondità media	1,4	1,3	1,2
	(0,3)	(0,2)	(0,1)
Diametro equivalente medio [μm]	89	158	511
	(25)	(36)	(103)