



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE

**TESI DI LAUREA IN
INGEGNERIA DEI PROCESSI INDUSTRIALI E MATERIALI**
(Laurea triennale DM 270/04 – indirizzo Materiali)

**CARATTERIZZAZIONE DELL'INTERFACCIA Mo/Cu E
VALUTAZIONE DEGLI EFFETTI DELLA FATICA
TERMICA SU CAMPIONI REALIZZATI MEDIANTE LA
TECNICA DI "EXPLOSION BONDING"**

*Relatori: Ch.mo Prof. Piergiorgio Sonato
Ch.mo Prof. Andrea Zambon*

*Correlatori: Dott. Ing. Mauro Pavei
Dott. Ing. Enrico Miorin*

Laureando: Matteo Cavasin

ANNO ACCADEMICO 2011 – 2012

Riassunto

Il *Plasma Driver Plate* è un componente dell'esperimento MITICA, che si inserisce all'interno del progetto PRIMA, nella realizzazione di un importante test facility per il reattore termonucleare ITER. In particolare MITICA sarà il prototipo in scala reale dei *Neutral Beam Injectors* che saranno installati in ITER.

Il Plasma Driver Plate costituisce la parete posteriore interna della sorgente di ioni dell'iniettore e la sua funzione è assorbire e dissipare la potenza termica trasportata dai *Back Streaming positive Ions* che si vengono a generare all'interno della macchina. Questi ioni altamente energetici provocano una intensa erosione per sputtering della struttura in rame che, pertanto, deve essere rivestita con uno strato protettivo di adeguato spessore in molibdeno.

Per raggiungere l'accoppiamento tra rame e molibdeno, mantenendo elevate le prestazioni di conduzione termica, si è applicata la tecnica di saldatura allo stato solido dell'*Explosion Bonding*. Tale tecnica permette di unire lastre di metalli differenti sfruttando l'energia dell'onda d'urto generata da un'esplosione controllata.

L'interfaccia di saldatura che è stata ottenuta presenta caratteristiche ottimali che consentono la sinergia tra le proprietà tipiche dei due metalli. Tale interfaccia è stata ampiamente caratterizzata sia dal punto di vista morfologico-strutturale, sia da quello delle proprietà meccaniche. Particolare attenzione è stata rivolta alla microstruttura del rame nella zona adiacente all'interfaccia, nel tentativo di determinare la qualità della saldatura ottenuta e di verificare gli effetti che si producono in seguito all'applicazione di uno stress termico ripetuto nel tempo. Quest'ultima valutazione è di fondamentale importanza per determinare la vita utile in esercizio del Plasma Driver Plate.

Abstract

The *Plasma Driver Plate* is a component of the MITICA experiment, which is part of the PRIMA project, a test facility for ITER fusion reactor. In particular, MITICA is the full scale prototype of the Neutral Beam Injectors that will be installed in ITER.

The Plasma Driver Plate is the rear wall of the plasma source chamber of the injector and its function is to absorb and exhaust the thermal power transported by the *Back Streaming positive Ions* generated inside the machine. These highly energetic ions cause intense erosion by sputtering of the copper structure which, therefore, must be coated with a protective layer, of suitable thickness, in molybdenum.

The technique of solid state welding *Explosion Bonding* is applied to achieve the required coupling between copper and molybdenum, keeping high the thermal conduction. This technique allows joining sheets of different metals using the energy of the shock wave generated by a controlled explosion.

The obtained welding interface has characteristics that allow the optimal synergy between the typical properties of the two metals. This interface has been extensively characterized both from the morphological-structural point of view, and with regard to the mechanical properties. Particular attention was paid to the copper microstructure in the area adjacent to the interface, aiming to define the quality of the weld and to verify the effects produced by applying cyclic thermal stresses. This latter evaluation is of primary importance for determining the useful life, during operation in the injector, of the Plasma Driver Plate.

Indice

Introduzione	1
Capitolo 1: La fusione nucleare e ITER	5
Capitolo 2: I Neutral Beam Injectors	9
Capitolo 3: Il Plasma Driver Plate	11
3.1 Descrizione e caratteristiche principali del Plasma Driver Plate	11
3.2 Tecnica dell'Explosion Bonding	13
3.3 Attività R&D su EB	15
3.4 Proprietà previste dell'interfaccia	16
Capitolo 4: Realizzazione e preparazione dei provini	19
Capitolo 5: Analisi di diffrazione a raggi X.....	27
5.1 La tecnica.....	27
5.2 Le analisi.....	28
Capitolo 6: Analisi metallografica.....	37
6.1 La tecnica.....	37
6.2 L'attacco chimico e le analisi	38
Capitolo 7: Analisi di microscopia elettronica.....	49
7.1 La tecnica.....	49
7.2 Le analisi.....	50
Capitolo 8: Prove di microdurezza	57
Capitolo 9: Risultati delle analisi e relative considerazioni	63
Conclusioni	67
Riferimenti bibliografici.....	69

Introduzione

Il seguente lavoro di Tesi è la relazione sulla mia attività di Tirocinio svoltasi presso il Consorzio RFX, situato all'interno dell'Area di Ricerca del CNR di Padova, e presso il Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università degli Studi di Padova.

Il Consorzio RFX è un centro di ricerca, sorto nel 1996, con partecipazione privata, in cui si studiano le interazioni dei plasmi da fusione termonucleare nell'esperimento RFX-mod. Collaborando con ITER, l'organizzazione internazionale il cui scopo è la costruzione del primo reattore a fusione termonucleare controllata, è impegnato nella progettazione dei *Neutral Beam Injectors*, uno dei componenti principali che andranno a comporre il reattore.

Dall'Aprile 2012 è in costruzione, presso l'Area della Ricerca, la *test facility* PRIMA, che ospiterà l'esperimento MITICA, un prototipo in scala reale di *Neutral Beam Injector*.

Durante il Tirocinio, mi sono occupato della caratterizzazione di saldature ottenute per *Explosion Bonding* che saranno impiegate nella produzione del *Plasma Driver Plate*, uno dei componenti degli iniettori. L'applicazione di questo tipo di tecnologia per la realizzazione di saldature tra metalli con proprietà così dissimili è ancora poco studiata. In particolare, è necessaria una maggiore conoscenza della sua resistenza a fatica termo-meccanica. Questo componente, nel corso della sua vita d'esercizio, dovrà infatti essere sottoposto all'applicazione di severi carichi termici per un elevatissimo numero di cicli (nell'ordine di $5 \cdot 10^5$ cicli). Pertanto, la morfologia cristallina dei materiali in prossimità dell'interfaccia è di fondamentale importanza in quanto è proprio in questa zona che si svilupperanno le tensioni maggiori, a causa della dilatazione termica differenziale tra i due metalli.

L'attività sperimentale svolta rientra nel processo di sviluppo ingegneristico del componente presso il Consorzio RFX. Sono stati analizzati dei provini prodotti nel corso di precedenti attività ed altri provini sono stati appositamente realizzati durante il periodo del Tirocinio.

Le caratterizzazioni preliminari già svolte sui provini esistenti sono state mirate alla verifica della tenuta meccanica dell'interfaccia. I risultati ottenuti sembrano promettenti, essendo stata osservata una buona resistenza a trazione e a fatica termica. Per avvallare

queste prime indicazioni, però, si rende necessaria un'analisi di tipo microstrutturale che dia informazioni sulla conformazione dei grani, in particolare nella zona adiacente all'interfaccia, ed escluda la presenza di difettosità che potrebbero provocare un cedimento precoce del componente.

Dunque, l'obiettivo primario di questo lavoro è la caratterizzazione microstrutturale dell'interfaccia Mo-Cu, ottenuta tramite il procedimento di saldatura. In particolare, lo studio è stato focalizzato sulla microstruttura del rame, che essendo il materiale con proprietà di resistenza meccaniche inferiori, sarà quello sottoposto alle maggiori deformazioni.

Sono state studiate due differenti tipologie di campioni. Una prima tipologia è costituita da provini ricavati da pezzi che non hanno subito ulteriori sollecitazioni dopo il processo di saldatura per Explosion Bonding; una seconda tipologia da provini precedentemente sottoposti a prove di fatica termica. La comparazione delle due microstrutture osservate darà indicazioni su come si evolve la microstruttura del rame in seguito a queste sollecitazioni. Nei provini sottoposti alla prova di fatica, inoltre, si sono formate delle cricche in corrispondenza del punto di massima trasmissione del calore sulla superficie esposta del molibdeno: indagheremo sull'entità di tale danno.

In letteratura non sono stati rintracciati molti lavori inerenti tale tipologia di interfaccia,, quindi si dovrà confrontarla con interfacce simili per poterne predire il comportamento, con un certo margine di errore. L'analisi delle difettosità presenti all'interfaccia è fondamentale per una successiva valutazione della tecnologia di saldatura, in funzione della longevità prevista del componente, che auspicabilmente dovrebbe essere maggiore della durata operativa dell'esperimento MITICA.

Al fine di valutare nella maniera più esauriente possibile tale interfaccia, abbiamo eseguito differenti tipologie di analisi, dalla diffrazione a raggi X, alla microscopia, alle prove di durezza, avvalendoci delle collaborazioni con l'Istituto di Chimica Inorganica e delle Superfici (ICIS) e l'Istituto per l'Energetica e le Interfasi (IENI), situati sempre all'interno dell'Area di Ricerca. Le misure di durezza sono , invece, state eseguite presso l'ex Dipartimento di Processi Chimici dell'Ingegneria e già dell'ex Dipartimento di Innovazione Meccanica e Gestionale, ora conferiti al Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università degli Studi di Padova, nei laboratori di Metallografia.

La seguente Tesi è stata scritta seguendo un ordine logico (prima presentando il contesto e le problematiche, poi addentrandosi nelle tecniche e possibili soluzioni) e cronologico (le diverse tipologie di analisi sono state impiegate nella stessa sequenza in cui vengono qui riproposte); il corpo della Tesi è così suddiviso:

nel **Primo Capitolo** viene presentato il progetto di ITER e gli scenari che hanno portato alla sua necessaria costruzione;

nel **Secondo Capitolo** viene brevemente descritto il funzionamento e la struttura dei *Neutral Beam Injectors*;

nel **Terzo Capitolo** viene illustrata la struttura del Plasma Driver Plate, la tecnica dell'*Explosion Bonding* e i risultati delle precedenti attività svolte su prototipi, a cui si allaccia il presente lavoro;

nel **Quarto Capitolo** si riportano le modalità di preparazione dei provini;

nel **Quinto Capitolo** si descrive la tecnica di diffrattometria a raggi X e si presentano i risultati ottenuti;

nel **Sesto Capitolo** si espone la procedura con cui è stata eseguita l'analisi metallografica, a partire dalle modalità di attacco chimico e presentando le micrografie ottenute;

nel **Settimo Capitolo** si descrivono le tecniche di microscopia elettronica, con le relative immagini ottenute;

nell'**Ottavo Capitolo** si riportano i risultati ottenuti nella prova di micro durezza;

nel **Nono Capitolo** si riassumono i risultati di tutte le analisi in un quadro complessivo, e si presenta un giudizio finale sull'idoneità dell'interfaccia per l'applicazione richiesta.

Capitolo 1: La fusione nucleare e ITER

Una delle più grandi sfide dei nostri tempi è la ricerca di nuove fonti di energia che possano soddisfare la sempre crescente domanda nella nostra società ma che al contempo siano rispettose dell'ambiente e di facile approvvigionamento. L'abuso dei combustibili fossili sta causando danni sempre più irreparabili all'ecosistema globale e le scoperte di nuovi giacimenti sfruttabili continuano a diminuire, mentre la richiesta cresce in modo costante, generando problemi di natura economica e politica, che in futuro potrebbero portare a scenari di grande instabilità.

Ciò ha indotto le maggiori potenze mondiali a investire in uno dei più avveniristici progetti di ricerca scientifica e ingegneristica dei nostri tempi, che potrebbe cambiare le prospettive di sviluppo del mondo industrializzato: la realizzazione della fusione nucleare per la produzione di energia elettrica.

Nel 2006, l'Unione Europea, gli Stati Uniti d'America, la Federazione Russa, il Giappone, la Repubblica di Corea, la Repubblica Popolare Cinese e l'India hanno deciso di finanziare *ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor)*, il primo prototipo di reattore nucleare a fusione che produrrà più energia di quanta ne sia necessaria per farlo funzionare (l'obiettivo di ITER è di raggiungere un rapporto energia prodotta/ energia consumata $Q \geq 10$). ITER dovrà dimostrare la realizzabilità tecnologica di tale tipologia di reattori, che potrà essere sfruttata per la costruzione di una nuova generazione di centrali di grande potenza le quali in futuro soddisferanno la richiesta energetica di zone a forte urbanizzazione e industrializzazione avanzata. Il sito sarà situato a Cadarache, in Francia, dove sono cominciati i lavori di costruzione dal 2010. Si prevede che il reattore sarà pronto per l'attività entro il 2019; il suo costo complessivo a oggi si stima che sarà attorno ai 13 miliardi di € [1].

I vantaggi della fusione nucleare sono numerosi:

Facilità di approvvigionamento dei combustibili: gli isotopi dell'idrogeno necessari per la reazione di fusione si ricavano dall'acqua, mediante distillazione, e dal litio, metallo relativamente abbondante e uniformemente distribuito nella crosta terrestre, attraverso una reazione nucleare all'interno dello stesso reattore.

Ottima eco-sostenibilità: l'unico prodotto della reazione è elio; nessun gas serra o altre sostanze contaminanti. Il trizio, elemento radio-attivo necessario alla fusione, sarà confinato, stoccato e comunque prodotto in quantità minime.

Scarsa produzione di materiale radioattivo, legata all'irraggiamento neutronico della struttura del reattore stesso, che dovrà quindi essere smantellato a fine ciclo.

Sicurezza: la reazione non è a catena; in caso di instabilità non controllata la reazione terminerebbe in pochi secondi. Le probabilità di fall-out nucleare sono da ritenersi remote.

Tutti questi elementi giustificano le grandi aspettative e l'impegno posto in questo ambito di ricerca.

La fusione nucleare, già realizzata nelle bombe atomiche H (a idrogeno) e in via sperimentale, si basa sulla trasformazione di una piccolissima frazione di massa in energia, secondo l'equazione di Einstein, durante la fusione dei nuclei di 2 atomi a formare un nuovo nucleo di natura diversa. La naturale repulsione dei nuclei, dovuta all'interazione coulombiana, può essere vinta solamente nell'urto tra particelle ad altissime energie: questo significa portare il materiale combustibile, nel qual caso miscela di deuterio e trizio, a temperature dell'ordine di 150 milioni di K. Queste condizioni estreme sono raggiunte nei nuclei delle stelle, dove la materia è ad altissima densità, a causa dell'intensa gravità generata dalla loro enorme massa. ITER tenterà di generare un plasma di isotopi di idrogeno in condizioni tali da innescare la reazione di fusione per tempi prolungati (nell'ordine di un ora), attraverso un confinamento magnetico generato da bobine superconduttrici all'interno di un *tokamak*, un reattore che consiste in una camera da vuoto di forma toroidale.

Attraverso la variazione del campo magnetico poloidale del tokamak, è possibile accelerare la particelle cariche dentro la camera da vuoto, generando degli intensi flussi di corrente nel plasma stesso, e gli urti che ne seguono provocano un riscaldamento nel plasma per effetto Joule, detto riscaldamento ohmico: all'aumentare della temperatura, però, a differenza dei conduttori solidi ordinari, la "resistenza" del mezzo diminuisce, mentre aumentano le perdite di energia per radiazione elettromagnetica e dispersione di particelle; quindi i livelli di temperature raggiungibili attraverso il solo riscaldamento ohmico risultano limitati e molto inferiori dell'intervallo utile per innescare il processo di fusione termo-nucleare.

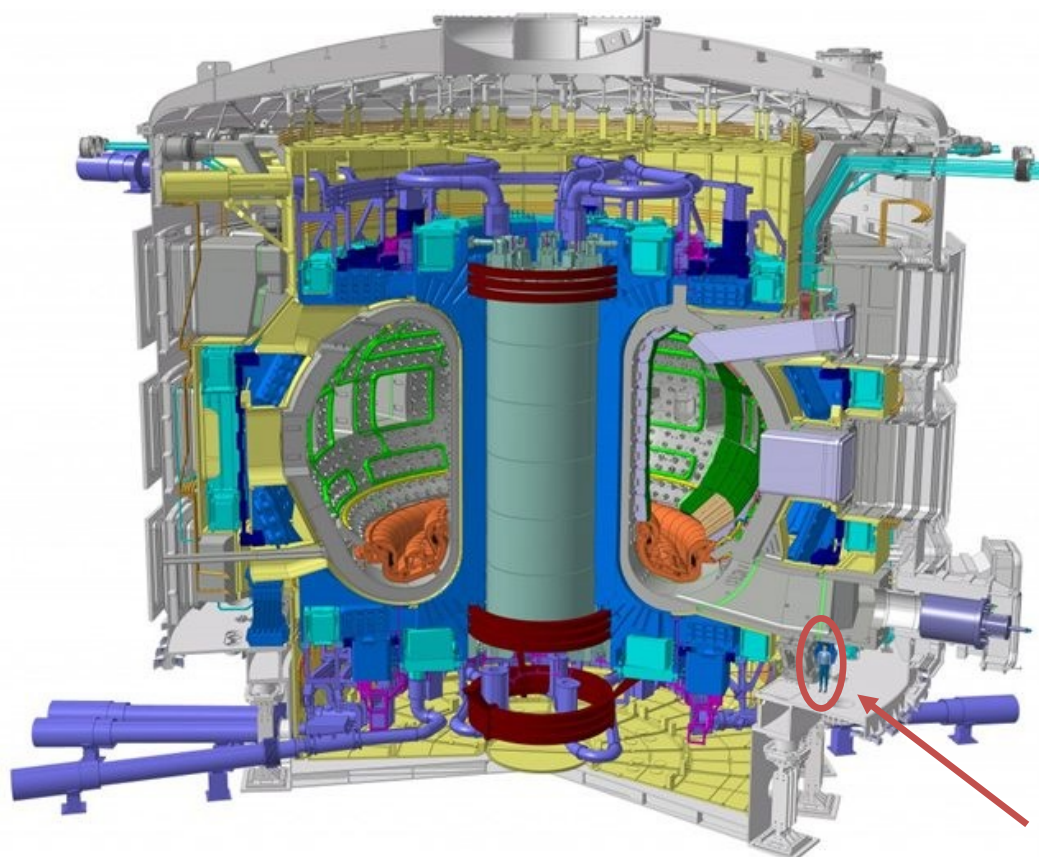


Figura 1: sezione del reattore ITER (notare il raffronto con le dimensioni di un uomo)

Sono stati quindi progettati dei sistemi ausiliari che possano fornire ulteriore energia al plasma fino alla sua accensione e lo mantengano nelle condizioni di maggiore stabilità possibile, al fine di ottenere scariche prolungate nel tempo. Questi sistemi, denominati *Heating & Current Drive systems*, sono di varia natura e sfruttano sia sorgenti di onde elettromagnetiche ad alta energia che acceleratori di particelle: tra quest'ultimi sono di nostro particolare interesse i *Neutral Beam Injectors*.

Capitolo 2: I Neutral Beam Injectors

I *Neutral Beam Injectors* (NBI) sono uno dei sistemi ausiliari di riscaldamento e controllo del plasma (H&CD systems) che saranno utilizzati all'interno di ITER, fondamentali per raggiungere le condizioni di operatività del reattore.

Il loro prototipo in scala reale verrà costruito nell'esperimento *MITICA* (*Megavolt ITER Injectors & Concept Advancement*) all'interno della *test facility PRIMA* (*Padova Research on Injector Megavolt Accelerated*). I lavori di costruzione di PRIMA sono stati inaugurati ad Aprile 2012 nell'Area della Ricerca di Padova del CNR: lo scopo dell'esperimento è di risolvere problematiche costruttive e di ottimizzare i parametri di funzionamento di una macchina così complessa, unica nel suo genere per dimensioni, parametri operativi e potenza. Il sito sorgerà di fianco a una sotto-stazione da 400 kV della rete elettrica nazionale, che ne fornirà l'alimentazione, e all'Istituto Gas Ionizzati (IGI), sede del Consorzio RFX, che ne ha direttamente eseguito gran parte della progettazione.

Secondo i progetti, ITER sarà dotato di 2 NBI, che forniranno al plasma una potenza complessiva di 33 MW [2], più un ulteriore NBI per scopi di diagnostica: il concetto che sta alla base di questi iniettori è quello che l'energia cinetica di atomi neutri accelerati può essere trasferita agli ioni del plasma attraverso urti successivi.

Gli atomi accelerati dovranno essere necessariamente neutri poiché, in caso contrario, gli eventuali ioni accelerati verrebbero inevitabilmente deflessi dallo stesso campo magnetico che confina il plasma, nel momento in cui tentassero di penetrarvi; d'altro canto non si conoscono metodi applicabili per accelerare fasci di neutri alle energie richieste. Negli NBI si è pensato quindi di produrre ioni da accelerare attraverso campi elettrostatici (vedi Figura 2), che vengano successivamente neutralizzati, a scapito di una certa perdita di flusso, prima di essere iniettati nel plasma: la neutralizzazione viene eseguita facendo fluire gli ioni in un gas della stessa sostanza ma non carico. Data la natura del plasma e la scarsa elettronegatività degli isotopi di idrogeno, si è deciso di utilizzare ioni negativi di deuterio¹, che possono essere neutralizzati con efficacia anche ad alte energie.

¹ In realtà in MITICA si opererà con atmosfera di idrogeno o miscele idrogeno-deuterio.

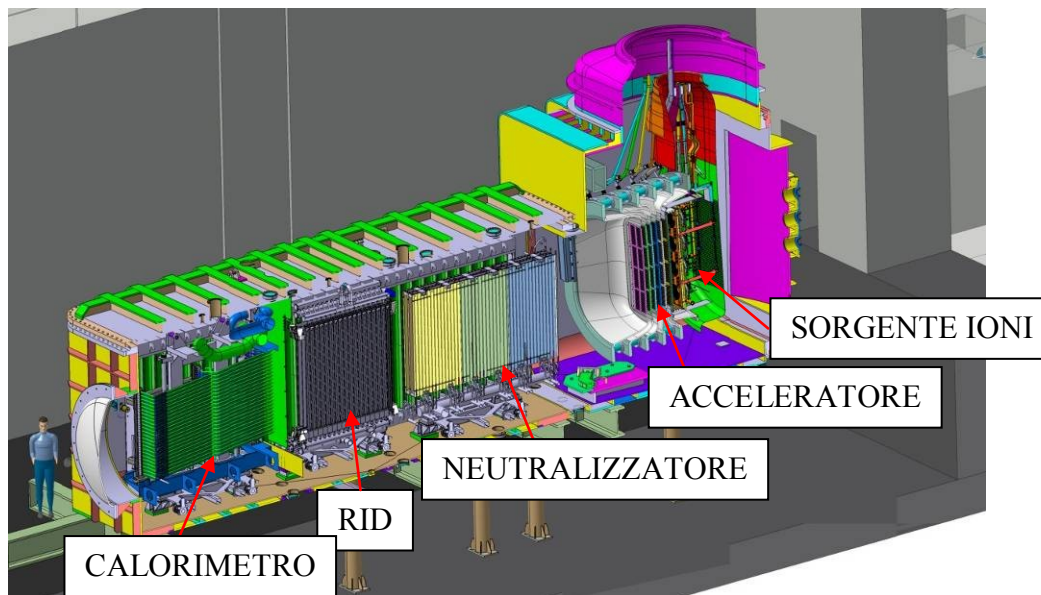


Figura 2: sezione dell'esperimento MITICA

Gli ioni che sfuggono alla neutralizzazione, vengono deflessi da campi elettrostatici nel *Residual Ions Dumper* (RID); la sezione finale, che nei NIB si interfacerà con la camera da vuoto del reattore, ospita un calorimetro, attraverso il quale sarà possibile valutare la potenza e l'efficienza dell'iniettore.

Gli urti che avvengono tra atomi neutri e ioni D^-/D_2^- , in particolare all'interno dell'acceleratore, possono portare alla formazione di ioni D^+/D_2^+ , in seguito al fenomeno di *stripping* (ovvero di perdita di elettroni nelle interazioni); data la loro carica, questi vengono accelerati dal campo elettrostatico verso il fondo dell'iniettore, generando un flusso di cosiddetti *Back Streaming positive Ions* (BSI+).

Il flusso retro-accelerato di BSI+ sarà alquanto intenso, dell'ordine $7 \cdot 10^{20}$ ioni/m²·s [2], ed è stato stimato essere tale da provocare una intensa erosione per *sputtering* delle superfici della parete posteriore della sorgente di ioni, arrivando a provocare fenomeni di contaminazione del plasma inaccettabili per gli standard di ITER: la soluzione per ridurre tale effetto ha portato alla progettazione del *Plasma Driver Plate* (PDP).

In questi anni, la progettazione del PDP e di molti altri componenti dell'esperimento MITICA sono state eseguite dal personale afferente al Consorzio RFX.

Capitolo 3: Il Plasma Driver Plate

3.1 Descrizione e caratteristiche principali del Plasma Driver Plate

Il *Plasma Driver Plate* (PDP) è il componente cosiddetto *plasma facing*, ovvero a diretto contatto con il plasma prodotto nelle sorgenti a radio-frequenze del NBI, ed è una lastra metallica, disegnata con particolari cavità in cui sono collocati i *drivers*, ovvero i generatori del plasma. Il PDP sarà realizzato in 4 quarti (*quarters*) speculari, per praticità realizzativa, e in totale avrà dimensioni di 893×1793 mm.

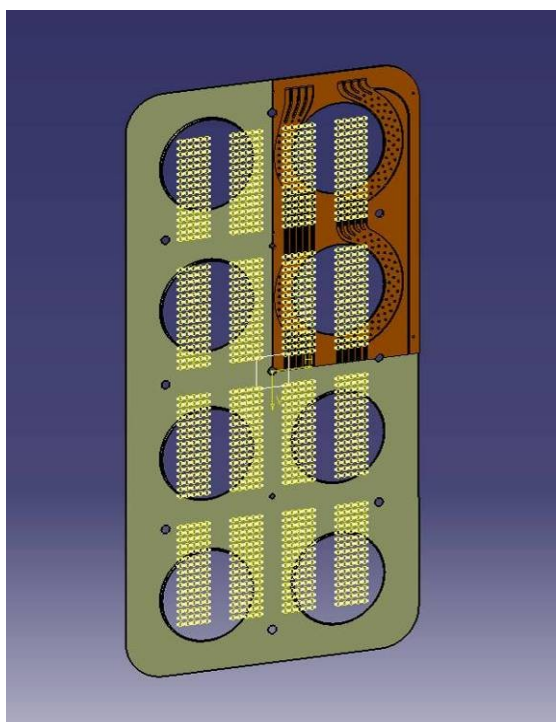


Figura 4: rappresentazione del PDP con indicazione dei punti di incidenza dei BSI+.

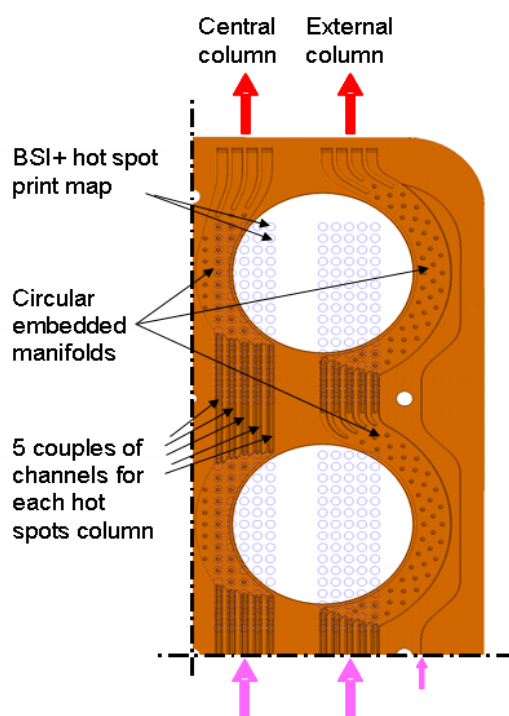


Figura 3: rappresentazione del circuito di raffreddamento interno del PDP quarter

La sua funzione sarà quella di confinare le particelle ionizzate ed asportare il calore convogliato dal flusso dei BSI+, dell'ordine di 1 MW. Per questo motivo è dotato di un impianto di raffreddamento attivo ad acqua costituito da canali ricavati internamente al componente mediante lavorazione meccanica e richiuse per elettrodeposizione di rame.

Nella fase iniziale di progettazione si pensava si realizzasse le lastre in lega CuCrZr. Analisi successive più accurate circa l'energia e il flusso dei fasci di BSI+ hanno posto delle serie

problematiche di erosione da sputtering nell'utilizzo di un materiale così dolce come una lega a base di rame: si è pensato quindi di ricoprire lastre di rame OFHC con un *armor layer* spesso in un metallo che offrisse una maggior resistenza a tale fenomeno e non pregiudicasse l'asportazione della potenza termica dalla superficie.

Avendo dovuto scartare il tungsteno, a causa della sua scarsissima malleabilità, la scelta è caduta sul molibdeno, metallo che abbina alla grande durezza una conducibilità termica dello stesso ordine di grandezza di quella del rame ($\lambda_{\text{Mo}} = 139 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ contro $\lambda_{\text{Cu}} = 390 \text{ W/m}\cdot\text{K}$). Da ricerche fatte in letteratura circa il comportamento di tale metallo al bombardamento di atomi di deuterio dell'energia media di 200 keV, è stato calcolato che, per una durata utile di 5500 ore di funzionamento previsto dell'iniettore, si avrà l'erosione di uno spessore di 0,4 mm dello strato protettivo: per ottenere un fattore di sicurezza 2, si è deciso che lo spessore del layer sarà di 1 mm [2].

La realizzabilità di tale layer, però, è tutt'altro che scontata: il molibdeno, per la sua fragilità a temperatura ambiente, risulta molto difficile da lavorare meccanicamente, possiede un punto di fusione più che doppio rispetto al rame puro e i due metalli non risultano miscibili neppure allo stato liquido. Per garantire una conduzione del calore ottimale, al fine di mantenere più bassa possibile la temperatura dei plates è necessario produrre un intimo legame metallico tra molibdeno e rame. Per questa serie di ragioni, le tecniche classiche di saldatura sono inapplicabili. Sono state vagliate 2 tecniche tipicamente usate nella produzione di layer, per realizzare di prototipi del PDP:

- il **Plasma Spray**, una tecnica che utilizza polveri metalliche che vengono accelerate e riscaldate ad alte temperature, mediante una torcia al plasma, sulla superficie da ricoprire.
- l'**Explosion Bonding (EB)**, che utilizza le onde d'urto prodotte da esplosioni controllate per unire lastre di materiali con caratteristiche anche molto diverse.

Il Plasma Spray è stato realizzato dalla Sulzer Metco AG (Svizzera) ma dai test eseguiti sui prototipi è risultato che il layer prodotto ha una scarsa resistenza all'interfaccia di saldatura (circa 30 MPa) ed è poroso. Tale struttura causa elevati valori di gas rilasciati durante le operazioni in vuoto, che possono causare contaminazioni del plasma: la tecnica è stata quindi valutata non idonea e si è deciso di utilizzare l'EB, che ha dato risultati migliori, per la realizzazione del PDP.

3.2 Tecnica dell'Explosion Bonding

L'Explosion Bonding (EB, detta anche *explosion welding* o *cladding*) è una tecnica di saldatura allo stato solido che venne scoperta casualmente sui campi di battaglia della I Guerra Mondiale, quando i soldati notarono che, in alcuni casi, schegge e rottami metallici risultavano essere saldati in seguito alle esplosioni che avevano subito. Solo nel 1964 la DuPont registrerà il primo brevetto che descriveva un metodo pratico per l'utilizzo di tale tecnica [3].

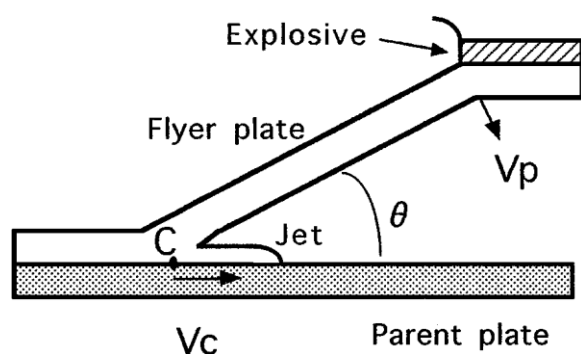


Figura 5: dinamica di saldatura per EB

Essenzialmente, il processo prevede di porre parallelamente (in altri casi in direzioni concorrenti) le due (o più) lastre metalliche da saldare: la lastra che poggia su un basamento sottostante, solitamente quella dallo spessore maggiore, è detta *backer* o *parent plate*; l'altra, detta *cladder* o *flyer*, la quale subisce il maggior stress

meccanico, è appoggiata al di sopra per mezzo di piccoli distanziatori che mantengono un'intercapedine, detto *stand-off gap*, che influisce sulla qualità della saldatura, in quanto essa determinerà l'angolo d'impatto tra le 2 superfici durante il processo. Una quantità ben precisa di esplosivo in polvere viene distribuita in maniera uniforme al di sopra del flyer e verrà poi fatta detonare in maniera progressiva, in modo da generare un fronte d'onda tale da sviluppare una compressione dell'ordine dei MPa, forzando le due lastre al punto da formare un intimo legame metallico.

L'equazione cinematica che lega la velocità d'avanzamento dell'onda d'urto con la velocità d'impatto tra le superfici, facendo alcune semplici considerazioni geometriche, è:

$$V_c = V_p \cos \theta \quad (1)$$

dove V_c è la velocità d'avanzamento del fronte d'onda, V_p è la velocità d'impatto dei piatti e θ è l'angolo d'impatto, funzione del gap iniziale. La pressione all'impatto tra le superfici, considerandolo urto completamente anelastico, è data dalla conservazione della quantità di moto del flyer, spinto dal fronte dell'esplosione, secondo l'equazione:

$$P = \rho_{Mo} V_p U_{Mo} / [1 + (\rho_{Mo} U_{Mo} / \rho_{Cu} U_{Cu})] \quad (2)$$

Dove ρ è la densità del materiale e U è la velocità del suono nel materiale [4].

Negli anni poi la tecnica è andata diffondendosi, perché presenta alcune caratteristiche davvero vantaggiose:

- possibilità di unire metalli con proprietà chimico-fisiche molto diverse, ottenendo materiali che hanno prestazioni complementari, analogamente ai compositi.
- riduzione al minimo delle zone termicamente alterate (HAZ, *heat affected zone*) e di fenomeni diffusivi, prevenendo la formazione di fasi intermetalliche o di precipitati che possono compromettere le prestazioni della saldatura (nel nostro caso la cosa è comunque poco rilevante data la non miscibilità dei metalli).
- ottima qualità ed uniformità della saldatura, che risulta almeno più resistente del metallo più cedevole e solitamente è la zona più dura di tutto il pezzo, se viene eseguita utilizzando i parametri ottimali.

D'altro canto questa tecnica risulta essere molto più onerosa rispetto a tecniche più tradizionali: infatti, la lavorazione è rischiosa, richiede tempi più lunghi e non si presta a produzioni in serie; inoltre, la saldatura è applicabile limitatamente a superfici piane o cilindriche, che in ogni caso richiedono operazioni di spianatura e rettifica a posteriori, a volte anche trattamenti di rilassamento delle tensioni residue. Infine, è di difficile applicazione a materiali fragili, come può esserlo il molibdeno in condizioni di shock meccanico a temperatura ambiente.

Non è ancora stato spiegato completamente il meccanismo fisico che sta alla base di tale tecnica, essendo anche molto difficile monitorare un processo così energico e rapido: sembra comunque che in corrispondenza del punto di collisione tra le lastre, la compressione adiabatica dell'aria provochi la formazione di un *jet*, un flusso viscoso incandescente che coinvolge anche le superfici dei metalli affacciati, il quale permette di rimuovere completamente eventuali ossidi ed impurità presenti sulle superfici, esponendo il metallo nativo, e la rapida e intensa compressione induce un'interazione tra i primi strati atomici, se non una vera e propria compenetrazione delle strutture cristalline, creando un legame metallico attraverso gli elettroni di conduzione dei 2 materiali [5]. Il calore generato dalla frizione delle 2 superfici in seguito alla collisione, unitamente allo stato di tensione, può portare a fenomeni di ricristallizzazione dinamica, se si raggiungono temperature sufficientemente elevate [6].

Molti in realtà sono i fattori che influenzano la saldatura ottenuta, in particolare la velocità d'avanzamento del fronte d'onda e l'angolo d'impatto tra le superficie, determinano la formazione del *jet*, che sembra essere condizione discriminante per il successo del

processo, e la morfologia della linea di saldatura, che può presentarsi approssimativamente rettilinea o ondulata fino alla formazione periodica di vortici,



Figura 6: diverse tipologie di interfacce di saldatura.

analoghi a quelli creati da flussi fluidi (non è stato ancora univocamente determinato quale morfologia porti i maggiori vantaggi rispetto alla resistenza a trazione o alla fatica).

Questa tecnica viene largamente usata nel campo della chimica, per la protezione di impianti che coinvolgono l'uso di sostanze aggressive, dell'elettronica e dell'elettrotecnica di potenza, per la realizzazione di contatti ad alta resistenza [7].

3.3 Attività R&D su EB

I prototipi di saldatura EB sono stati realizzati dall'azienda olandese EXPLOFORM B.V. (ora 3D Metal Forming B.V.) in 2 lotti differenti:

- il primo lotto, risalente al 2010, è stato realizzato per verificare la fattibilità della saldatura Mo-Cu e delle successive lavorazioni meccaniche necessarie per la realizzazione del PDP, come da specifiche di progetto. Sono stati ottenuti con successo 4 piatti di dimensioni 300×300 mm dai quali sono stati ricavati alcuni campioni sui quali sono stati eseguiti dei test allo scopo di indagare la qualità dell'interfaccia Mo-Cu. Prove a trazione e *chisel test* (test dello scalpello, con cui si valuta quale sia la zona meno resistente della saldatura, cercando di delaminarla) sono stati superati, confermando la resistenza dell'interfaccia; inoltre, sono stati eseguiti dei test a shock e fatica termica, fondamentali per conoscere il comportamento del componente una volta in opera. È stata utilizzata una torcia da saldatura *Tungsten Inert Gas* (TIG) per simulare il carico termico ciclico e molto concentrato dato dai BSI+, all'interno di un esperimento ICE (*Isolated Cooled Experiment*), in cui i provini venivano sottoposti a cicli di scariche in atmosfera

controllata e raffreddati attivamente, al fine di sollecitare il materiale e verificarne la tenuta in tali condizioni.

- il secondo lotto, risalente al 2011, è stato realizzato per ottimizzare la geometria del pezzo e le lavorazioni meccaniche successive all'EB.

I materiali utilizzati in entrambi i casi sono stati:

- ✚ Molibdeno al 99,97% w. sinterizzato e laminato a caldo in fogli da 1 mm;
- ✚ Rame al 99,7% w., designazione di lega *M2 soft* secondo la normativa GOST 859-2003, equivalente alla UNS C12500, laminato in lastre dello spessore di 8 mm.

I risultati di queste prime fasi di sperimentazione sono promettenti e i prototipi hanno superato le principali prove meccaniche (resistenza a trazione $UTS \geq 100$ MPa) e termiche [2].

Resta ancora da scoprire come evolveranno le proprietà dell'interfaccia Mo-Cu in seguito alle sollecitazioni dovute alla fatica termica: nelle durata dell'esperimento MITICA sono previsti 50000 cicli di accensione e spegnimento dell'iniettore e, date le alte tensioni nell'acceleratore, sono previsti 450000 eventi di *break-down* (corto-circuito), per un totale di 500000 cicli di riscaldamento e raffreddamento del PDP, per effetto del flusso di BSI+. Dati i diversi coefficienti di dilatazione termica ($\alpha_{Mo} = 5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ vs. $\alpha_{Cu} = 16,8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), lo stress indotto dalle deformazioni potrebbe causare la nascita di cricche all'interfaccia di saldatura che, propagandosi nei materiali, causerebbero la rottura del componente.

La prova a fatica termica effettuata sui provini è stata limitata a 15000 cicli e il superamento del test non può garantire la resistenza del pezzo per un numero di sollecitazioni di un ordine di grandezza più grande. Solamente un'accurata analisi della microstruttura del materiale può darci indicazioni su come si comporterà nel lungo periodo l'interfaccia di saldatura o se addirittura ha già formato difetti microscopici dopo un periodo di stress relativamente modesto.

3.4 Proprietà previste dell'interfaccia

Dal punto di vista micro-strutturale, questa specifica tipologia di interfaccia è stata raramente caratterizzata, infatti abbiamo trovato un unico articolo in letteratura che la tratti espressamente, in cui sono state eseguite analisi al TEM [4].

In tale pubblicazione si evidenzia come in tutto lo spessore dei campioni vi sia una grande concentrazione di dislocazioni, dell'ordine dei $5 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$, dovuta all'evidente shock meccanico causato dall'EB: si dichiara che la saldatura è stata eseguita nel tentativo di minimizzare lo stress subito dal molibdeno e ciò è testimoniato dal fatto che l'interfaccia ha una geometria essenzialmente planare, se non per le irregolarità dovute alla rugosità originale del molibdeno, che solitamente si ottiene per saldature a basse velocità di avanzamento del fronte d'onda.

La microstruttura del molibdeno ne risulta praticamente indeformata, mostrando ancora la presenza di grani allungati paralleli alla direzione di saldatura, prodotti dalla laminazione a caldo, eseguita nella produzione del foglio.

All'interfaccia di saldatura si evidenzia la presenza di un *bond layer* dello spessore di circa $10 \mu\text{m}$, che risulta essere più chimicamente attivo, e in cui vi è un cambiamento repentino di composizione, a conferma della mancanza di fenomeni diffusivi.

I grani di rame all'interfaccia, invece, risultano mal definiti e di dimensioni sub-micrometriche, con occasionali grani maggiormente accresciuti: da ciò si deduce che il flusso viscoso, il *jet*, sia avvenuto unicamente nel rame (per cui nella collisione è stata ampiamente superata la sua pressione idrostatica critica) e ciò ha permesso la saldatura ottimale. Infatti le basse energie utilizzate hanno permesso da un lato di non sollecitare eccessivamente il Mo, il quale altrimenti rischia di andare incontro alla formazione di cricche, e dall'altro di non provocare la fusione di Cu, ma solamente di deformarlo plasticamente. Il calore che viene generato dalla frizione tra le due superfici nel momento della collisione non è eccessivo, essendo i due metalli incompatibili (metalli compatibili hanno coefficienti di frizione maggiori) e inoltre ottimi conduttori, ma ha provocato l'accrescimento di alcuni dei sub-grani di Cu, formando i grani eccessivamente ingrossati, individuati nelle micrografie: questo fenomeno può essere negativo per la durata utile della saldatura.

Nei nostri campioni confidiamo di ritrovare una struttura di questo tipo, o perlomeno confrontabile, e di verificare come e in che proporzioni gli effetti della fatica termica la modifichino.

Capitolo 4: Realizzazione e preparazione dei provini

I provini metallografici devono essere realizzati con cura e precisione per ottenere risultati dalle analisi veritieri e confrontabili: tale fase realizzativa ha impegnato buona parte del tirocinio e ha richiesto accurate ricerche in letteratura, al fine di seguire una procedura rigorosa e ripetibile.

Le analisi sono state svolte su 8 diversi campioni, ottenuti dai piatti saldati mediante EB ma che hanno avuto storie diverse:

- 3 provini, designati come I.x, sono stati ricavati da 3 diversi piatti appartenenti al primo lotto di esplosioni;
- 3 provini, designati come II.x, sono stati ricavati da 3 diversi piatti appartenenti al secondo lotto;
- 2 provini, designati come .5 e .6, originariamente ottenuti dal piatto del primo lotto da cui proviene anche I.3, e sottoposti alle prove di fatica termica.

Inoltre, durante la fase di preparazione all'analisi metallografica, sono stati realizzati 2 campioni di "prova", denominati A e B, ottenuti da sfridi prodotti durante la fase di taglio, su cui sono state testate alcune soluzioni pratiche per la lucidatura e l'attacco chimico, al fine di identificare la procedura da applicare sui campioni da analizzare.

Nel prosieguo, i provini designati I.x e II.x verranno complessivamente indicati come "esplosi", mentre .5 e .6 come "affaticati".

I provini sono stati prelevati dai bordi laterali dei piatti: la saldatura dovrebbe risultare omogenea in tutti i pezzi al di fuori della zona centrale di innesco, e quindi ci aspettiamo un interfaccia molto simile nei provini delle serie I.x e II.x, a meno di una variazione, a noi non riferita, nei parametri del processo.

I provini I.x e II.x sono stati ricavati prelevando dei pezzetti di dimensioni 10×20×300 mm dai loro piatti madre con una sega circolare, da cui successivamente sono state ricavate delle porzioni sottili 10×20×3 mm con una troncitrice metallografica, utilizzando un disco abrasivo per acciai dolci e metalli non ferrosi.

I provini .5 e .6 erano stati precedentemente realizzati per le prove di fatica termica: utilizzando la troncitrice metallografica, sono stati sezionati trasversalmente in corrispondenza del punto di incidenza della scarica della torcia TIG, per poter analizzare l'interfaccia sottostante, nel punto in cui, da simulazioni effettuate precedentemente, si suppone che si sia sperimentata la maggior fatica termica.

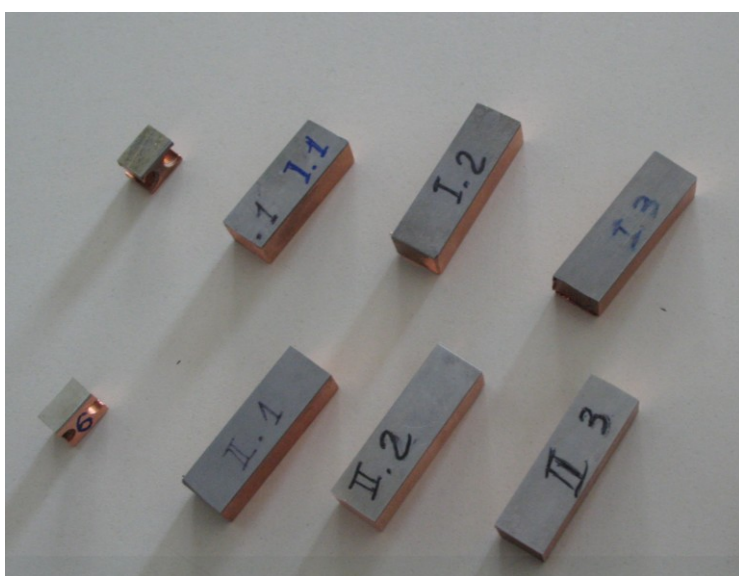


Figura 8: Porzioni dei piatti esplosi da cui sono stati ricavati i provini

Una volta tagliati, i provini .5 e .6 sono stati fotografati in corrispondenza delle cricche da fatica termica con una macchina fotografica NIKON D80 reflex digitale utilizzando un obiettivo da 85 mm con una prolunga artigianale a soffietto che, aumentando la distanza focale, ha permesso di ottenere alcuni ingrandimenti dei particolari, permettendo una

prima analisi qualitativa del danno subito durante la prova a fatica e dell'aspetto delle cricche formatesi.

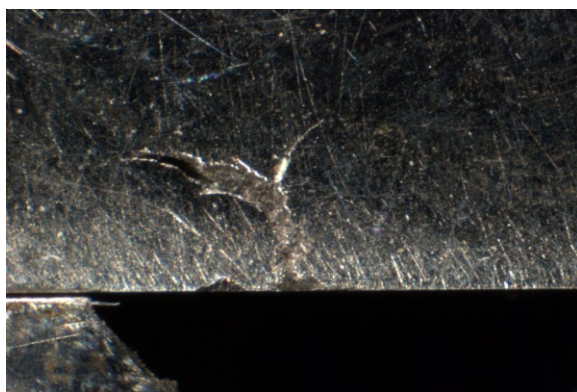


Figura 7: cricca superficiale nel campione .5

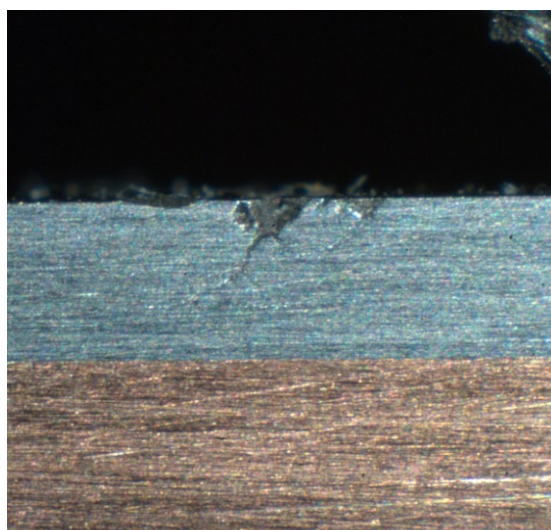
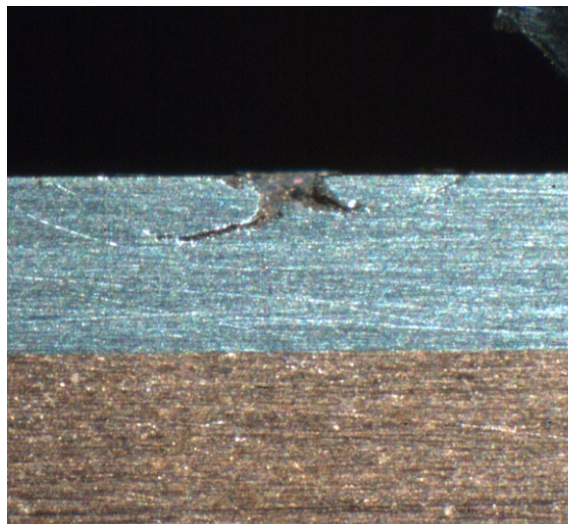




Figura 9: cricca superficiale nel provino .6



Prima della preparazione, in realtà si è proceduto direttamente con la diffrazione a raggi X (XRD), essendo un'analisi che risente poco del grado di preparazione superficiale.

Concluse tali analisi, si è proceduto alla fase di preparazione vera e propria: ai fini di poter eseguire delle analisi efficaci e riproducibili, è indispensabile porre molta attenzione alla preparazione metallografica dei provini e alla loro conservazione, come noi stessi abbiamo verificato. Data la naturale reattività e duttilità comune ai metalli, molto spesso è difficile individuare la reale micro-struttura interna poiché essa viene fortemente alterata dalle interazioni con l'ambiente.

Inoltre, la struttura tale e quale è troppo uniforme e, di conseguenza, è difficile fare delle valutazioni oggettive, se non per quanto riguarda la morfologia della linea di saldatura vera e propria, che in questo sistema è particolarmente evidente: a questo scopo sono state sviluppate tecniche appropriate che sfruttano fenomeni di natura chimico-fisica, in questo caso la reazione con sostanze acide specifiche, per mettere in risalto le caratteristiche del materiale.

Le tecniche di preparazione metallografica sono procedure specifiche e normate [8], data l'importanza delle conclusioni che se ne traggono nei risvolti applicativi, ma in realtà non ne esiste una specifica per questo tipo di interfaccia così peculiare: sono state presi come riferimenti procedure di preparazione utilizzate da aziende specializzate e modificate per le nostre esigenze, procedendo per tentativi successivi nell'ottimizzarle [9].

In questo caso abbiamo posto maggior attenzione nella preparazione dell'interfaccia nel lato del Cu, la cui micro-struttura siamo maggiormente interessati a caratterizzare, anche

perché procedure ed attacchi per i due metalli sono diversi e non completamente compatibili.

Abbiamo effettuato un primo tentativo di lucidatura dei provini senza inglobarli in resina, ma realizzando un supporto in plastica rigida in cui alloggiare il provino per mantenerlo fisso durante i passaggi con gli abrasivi; la sequenza prevedeva prima una levigatura progressiva con carte al carburo di silicio a grana decrescente, seguita da una lucidatura su

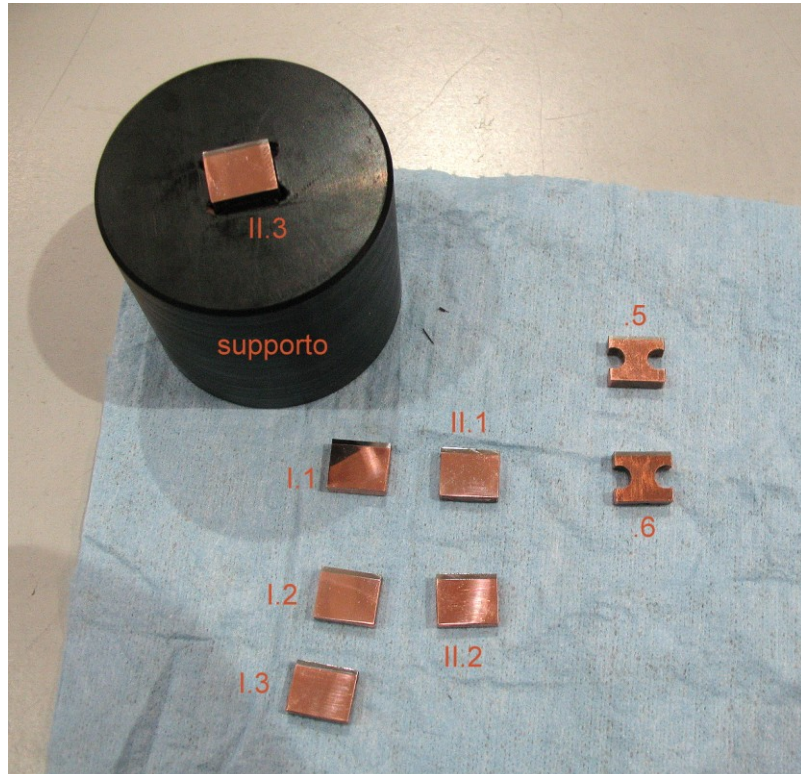


Figura 10: provini dopo prima preparazione

panno morbido con paste diamantate.

Questo procedimento si è rivelato essere troppo approssimativo e la finitura ottenuta non era soddisfacente: infatti il supporto realizzato non permetteva di mantenere una buona planarità, generando un evidente dislivello all'interfaccia Mo-Cu, che avendo durezze così differenti, vengono abrasi con velocità diverse. Inoltre, essendo il diamante molto più duro del rame, esaminando i provini al microscopio ottico, abbiamo ritrovato grani di diamante incastonati nel rame, cosa non desiderabile.

Abbiamo quindi ripetuto la procedura di lucidatura sui campioni, dopo averli inglobati: si è optato per un inglobamento a freddo con resina epossidica Epoxicure Resin® Buehler, che permette di ottenere un inglobamento rigido (le resine epossidiche sviluppano durezze attorno agli 80 Shore D), semitrasparente e con basso ritiro, adatto a fissare saldamente un provino come il nostro ed evitare fenomeni come lo smussamento dei bordi.

Per la preparazione si procede mescolando il componente epossidico con un agente indurente (una diammina) in rapporti di peso di 4:1 all'interno di uno stampino; è

conveniente utilizzare una bilancia di precisione nel dosaggio dei reagenti, poiché ciò influisce sulla velocità di polimerizzazione e sulla durezza dell'inglobamento.

Una volta ottenuta una miscela omogenea trasparente, vi si spinge sul fondo dello stampo il provino e si pone il tutto sottovuoto in una campana di degasaggio per alcuni minuti, al fine di evitare la successiva formazione di bolle; quindi l'inglobo è riscaldato in stufa a circa 50° C per alcune ore, per accelerarne l'indurimento.

I risultati dell'operazione sono stati buoni, anche se alcuni provini hanno sviluppato difetti: in particolare, il provino II.1 ha polimerizzato velocemente, sviluppando numerose bolle all'interno dell'inglobamento.

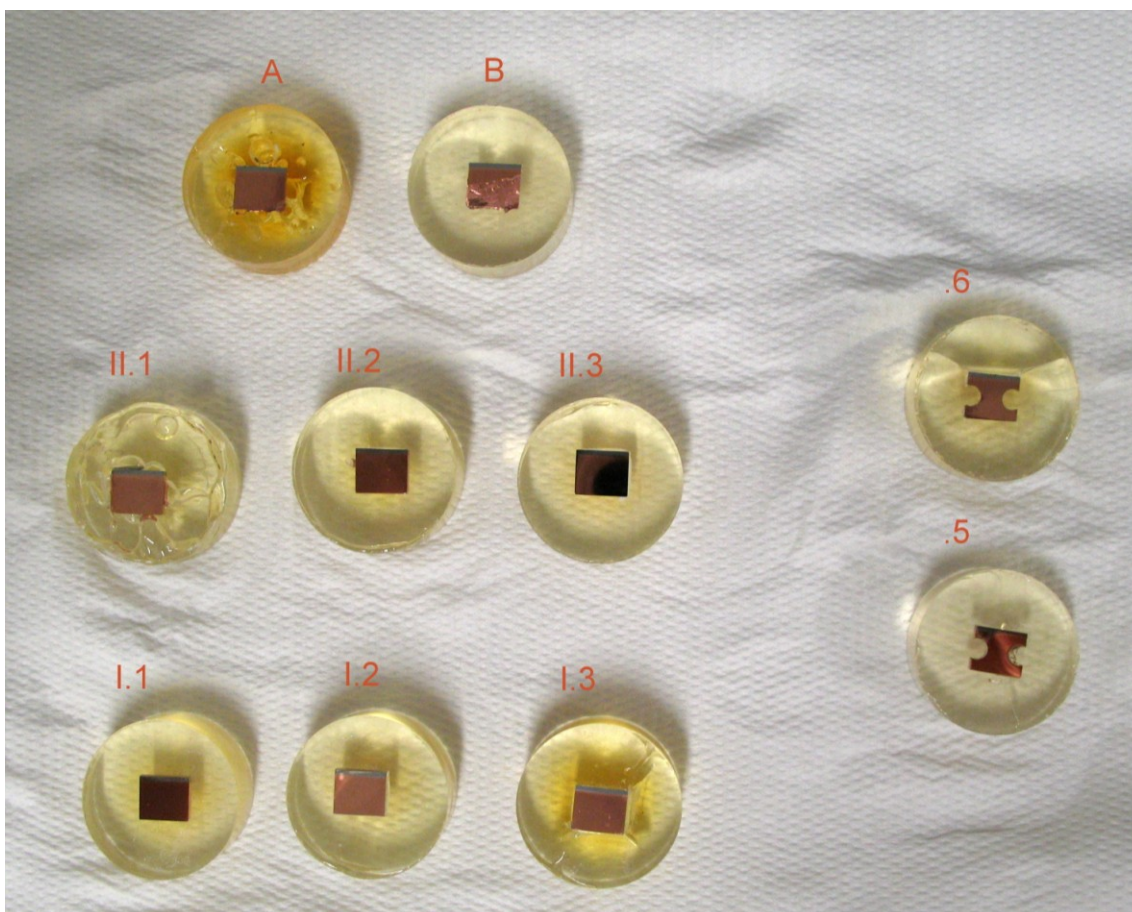










Figura 11: provini dopo inglobamento e seconda preparazione








Ottenuto l'inglobo, la superficie dei provini è stata lavorata fino ad una finitura “a specchio”, per ottenere la massima planarità possibile: ciò si ricerca al fine che, nella successiva fase di attacco chimico, non si creino siti di erosione preferenziale, alterando la microstruttura reale del metallo, e, soprattutto, sia possibile mettere completamente a fuoco la superficie osservata, data la limitatezza della profondità di campo al microscopio ottico

per forti ingrandimenti. La procedura di levigatura e lucidatura utilizzata è stata la seguente:

▪ Levigatura

 Passaggio	 Spianatura	 Levigatura grossolana	 Levigatura fine
 Abrasivo	Carta abrasiva al SiC P800	Carta abrasiva al SiC P1200	Carta abrasiva al SiC P2500
 Lubrificante	Acqua	Acqua	Acqua
 Velocità [RPM]	300	300	300
 Tempo [min]	1	1	2

▪ Lucidatura

 Passaggio	 Lucidatura grossolana	 Lucidatura fine
 Panno	Polilap (morbido)	Polilap (morbido)
 Abrasivo	Allumina 5 μm (sospensione)	Allumina 1 μm (sospensione)
 Velocità [RPM]	150	150
 Tempo [min]	5	2

La preparazione è stata eseguita a mano, con una lucidatrice rotante Buehler, procedendo dopo aver verificato che ogni abrasivo rimuovesse i segni fatti dall'abrasivo precedente; dopo ogni passaggio, i provini sono stati lavati e puliti con ultrasuoni in acetone, per assicurare la rimozione completa di sporco e truciolo, che altrimenti pregiudicherebbero il passaggio successivo, e il risultato è stato verificato al microscopio ottico. Anche panni e carte abrasive sono state ripetutamente lavati per rimuovere il più possibile i residui, che degraderebbero la superficie. La sospensione di allumina è stata preparata utilizzando un agitatore magnetico (*stirrer*), per ottenere una miglior dispersione della polvere ed evitare la formazione di grossi agglomerati.

Una volta raggiunto il livello di finitura desiderato, il provino è pronto per l'analisi metallografica e si può procedere ad eseguire l'attacco chimico più adeguato.

Prima di ciò, sono state prese immagini al microscopio ottico al fine di valutare la qualità della saldatura, andando a ricercare eventuali difetti all'interfaccia.

Capitolo 5: Analisi di diffrazione a raggi X

5.1 La tecnica

Una delle tecniche più diffuse e efficace di caratterizzazione composizionale e strutturale dei materiali è la diffrattometria a raggi X (XRD, *X-Ray Diffraction*). L'XRD è una tecnica che sfrutta i fenomeni di interazione delle onde elettromagnetiche con le strutture cristalline della materia: infatti la struttura ordinata dei reticoli cristallini fa sì che lo scattering coerente (effetto Compton), che si origina in seguito all'interazione delle onde con gli elettroni degli atomi, possa propagarsi con interferenza costruttiva solo lungo determinate e precise direzioni, dovute alle caratteristiche geometriche di tali reticoli. In prima approssimazione il fenomeno di diffrazione avviene quando sono rispettate le condizioni della **legge di Bragg**:

$$n\lambda = 2d_{(hkl)} \cdot \sin \theta \quad (3)$$

da questa equazione (dove n è un numero naturale) si vede che, conoscendo la lunghezza d'onda λ della radiazione monocromatica incidente e misurando l'angolo di rifrazione θ , è possibile risalire alla distanza interplanare d che intercorre tra i piani cristallografici con una specifica giacitura in direzione (hkl) : tale distanza dipende sia dalla sua natura chimica che dal suo stato tensionale del materiale.

I moderni diffrattometri XRD utilizzano tubi Coolidge per la produzione di raggi X, che vengono filtrati da monocromatori e collimati per ridurre la divergenza, che influenzerebbe negativamente lo spettro che si otterrebbe; la geometria utilizzata più diffusa, la Bragg-Brentano, è costituita da un goniometro di precisione automatizzato che fa una scansione graduale per l'estensione di meno di un angolo piatto, permettendo di raccogliere le diverse intensità di raggio diffratto in funzione dell'angolazione. I rivelatori sono proporzionali (restituiscono in uscita un segnale elettrico proporzionale alla radiazione ricevuta) del tipo a scintillatore (foto-tubo), contatore a gas nobile o a semiconduttori (CCD).

La legge di Bragg presuppone l'esistenza di un reticolo perfetto e indefinito: nella realtà i cristalliti, ovvero i domini coerenti di diffrazione, hanno dimensioni limitate e si dimostra

che l'interferenza distruttiva non è completa in un certo intervallo attorno all'angolo proprio di diffrazione, con una proporzionalità inversa rispetto alle dimensioni dei cristalliti stessi, secondo l'**equazione di Scherrer**:

$$\tau = (K\lambda)/[(\beta-B) \cdot \cos \theta] \quad (4)$$

Con questa equazione è possibile stimare con buona precisione la dimensione media dei cristalliti τ in riferimento ad una specifica fase di una sostanza, dove K è la costante di Debye, che corregge il valore in funzione della traslazione della struttura periodica del tipo di reticolo analizzato (nel nostro caso cubico), mentre la β è la *Full Width Half Maximum*, la larghezza a mezza altezza del picco di riferimento, che esprime il grado di amorfizzazione della struttura cristallina, ovvero la sua relativa lontananza da uno stato di ideale perfezione; B è un fattore correttivo dovuto alla divergenza e alla non perfetta monocromaticità del fascio incidente (i simboli λ e θ hanno lo stesso significato della formula precedente).

Confrontando le dimensioni dei cristalliti di un materiale in diversi stati di lavorazione o esercizio è possibile dedurre lo stato tensionale e l'incrudimento, che ne riducono notevolmente l'ordine interno a lungo raggio e si riflettono sui fenomeni di diffrazione. Lo svantaggio di questo tipo di analisi è che non può essere puntuale, poiché l'area di incidenza del fascio è di alcuni millimetri quadrati (poiché i raggi X risultano difficili da collimare) e quindi i risultati ottenuti non possono evidenziare differenze nei diversi punti del provino ma hanno prodotto un dato mediato su tutta l'area interessata, comunque situata a cavallo dell'interfaccia, a cui contribuiscono tutte le strutture cristallografiche presenti.

5.2 Le analisi

Le analisi di XRD sono state eseguite presso il laboratorio di Diffrattometria del vicino Istituto di Chimica Inorganica e delle Superfici (ICIS), situato nell'Area della Ricerca di Padova. Abbiamo potuto usufruire della loro collaborazione e maggiore esperienza in questa tipologia di analisi, dove l'interpretazione degli spettri, anche se coadiuvata da programmi di elaborazione dei dati, è fortemente influenzata dall'esperienza dell'operatore al fine di trarre conclusioni appropriate.

Lo strumento utilizzato è un diffrattometro a geometria Bragg-Brentano θ - 2θ verticale, modello Philips PW3710, con relativo software di analisi Philips X'Pert. Le analisi sono state eseguite con i seguenti parametri:

- Sorgente X: tubo Coolidge con target in Cu, $V = 40 \text{ kV}$, $i = 30 \text{ mA}$
- Radiazione monocromatica: Cu- $K\alpha$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$)
- Filtro monocromatore: grafite (pyrolytic curved graphite)
- Step di analisi (risoluzione angolare): 0.02° per 2θ
- Range di analisi: 25° - 125°
- Rivelatore: contatore proporzionale allo Xenon
- Software di acquisizione: Philips X'Pert Data Collector
- Software per analisi dati: Philips X'Pert High Score

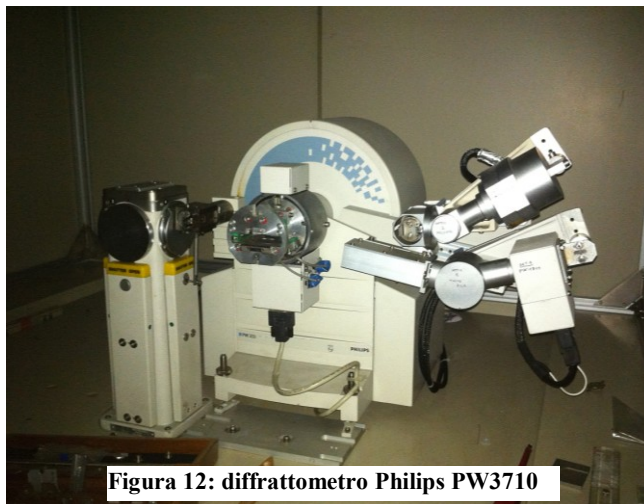


Figura 12: diffrattometro Philips PW3710

Una volta raccolti gli spettri, utilizzando il software X'Pert abbiamo proceduto nella loro analisi:

1. il software ha interpolato con una curva di fitting i punti dello spettro, con particolare attenzione ai picchi principali, imponendo che il parametro R (residuo) rimanesse al di sotto del 10%, ed ha individuato una curva di background, sulla quale emergono i picchi;
2. una volta interpolato adeguatamente lo spettro, il programma ha individuato i picchi di riferimento ha confrontato lo spettro con pattern di riferimento contenuti nella libreria ICDD (*International Center for Diffraction Data*), che è una delle raccolte internazionali di spettri di diffrazione, per individuare le fasi cristalline presenti nel campione;
3. sfruttando la curva di fitting, il software ha calcolato le cosiddette “larghezze a mezza altezza” (*Full Width Half Maximum, FWHM*) che sono necessarie per il calcolo delle dimensioni medie dei cristalliti attraverso la formula di Scherrer.

Il confronto con i *reference patterns* ha confermato la composizione del campione, con una corrispondenza molto buona nella posizione dei picchi principali di Mo e Cu. Il software ha selezionato i seguenti come migliore corrispondenza:

 Molibdeno

Name and formula

Reference code: 01-089-5156

ICSD name: Molybdenum

Empirical formula: Mo

Chemical formula: Mo

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic

Space group: Im-3m

Space group number: 229

a (Å): 3,1474

b (Å): 3,1474

c (Å): 3,1474

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 10,22

Volume of cell (10⁶ pm³): 31,18

Z: 2,00

RIR: 19,66

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic

Alloy, metal or intermetallic

Modelled additional pattern

Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 076415

Test from ICSD: No R value given.

At least one TF missing.

References

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD-12++

Structure: Edwards, J.W., Speiser, R., Johnston, H.L., *J. Appl. Phys.*, **22**, 424, (1951)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	2,22555	40,500	100,0
2	2	0	0	1,57370	58,613	13,2
3	2	1	1	1,28492	73,667	22,1
4	2	2	0	1,11277	87,615	6,0

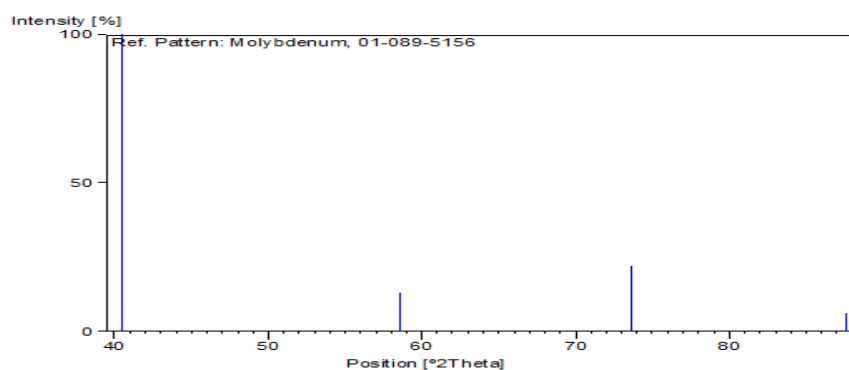
Stick Pattern

Figura 13: picchi di riferimento di Mo

 Rame

Name and formula

Reference code: 00-004-0836

Mineral name: Copper, syn

PDF index name: Copper

Empirical formula: Cu

Chemical formula: Cu

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic

Space group: Fm-3m

Space group number: 225

a (Å): 3,6150

b (Å): 3,6150

c (Å): 3,6150

Alpha (°): 90,0000

Beta (°): 90,0000

Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 8,94

Measured density (g/cm³): 8,95

Volume of cell (10⁶ pm³): 47,24

Z: 4,00

RIR: -

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic

Mineral

Alloy, metal or intermetallic
 Common Phase
 Educational pattern
 Forensic
 NBS pattern

Quality: Star (S)

Comments

Color: Red

General comments: Impurities from 0.001-0.01%, Ag, Al, Bi, Fe, Si, Zn.

Measured density and color from Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., I 99.

Sample preparation: It had been heated in an H₂ atmosphere at 300 C.

Additional pattern: See ICSD 64699 (PDF 85-1326).

Melting point: 1083°

Temperature: Pattern taken at 26 C.

References

Primary reference: Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 15, (1953)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,08800	43,298	100,0
2	2	0	0	1,80800	50,434	46,0
3	2	2	0	1,27800	74,133	20,0
4	3	1	1	1,09000	89,934	17,0
5	2	2	2	1,04360	95,143	5,0
6	4	0	0	0,90380	116,923	3,0
7	3	3	1	0,82930	136,514	9,0
8	4	2	0	0,80830	144,723	8,0

Stick Pattern

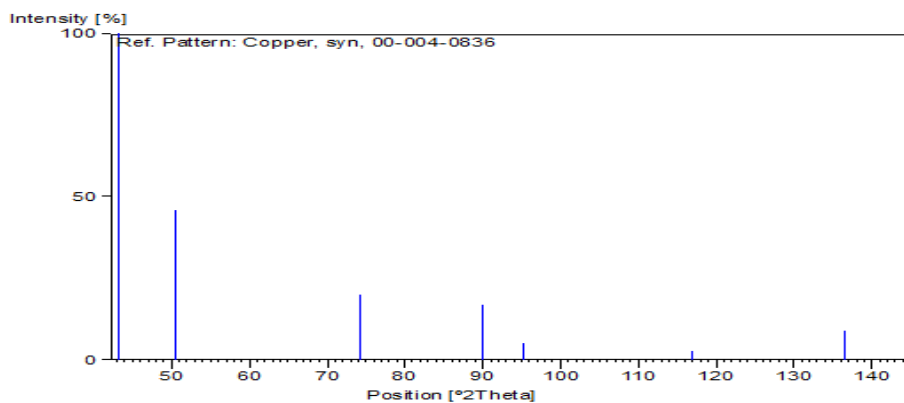


Figura 14: picchi di riferimento di Cu

Gli spettri ottenuti sono stati i seguenti (se ne riportano solo alcuni a scopo illustrativo):

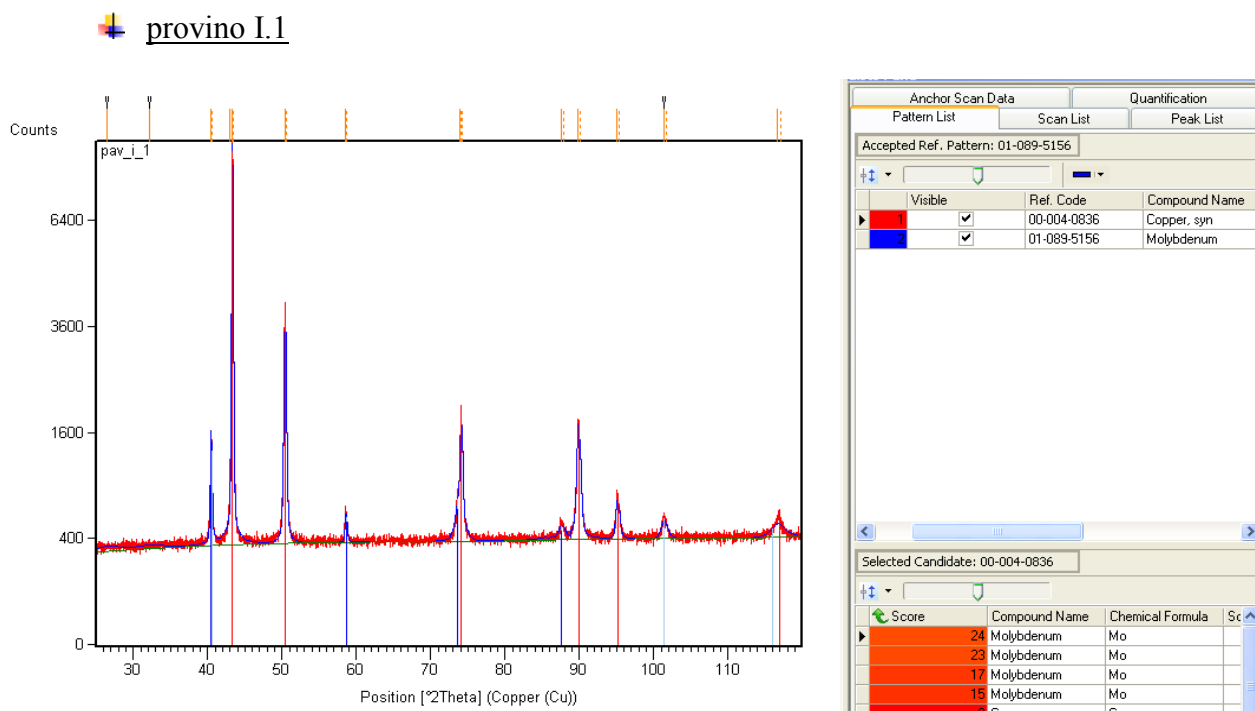


Figura 15: spettro di diffrazione del provino I.1

Si può notare la precisione con cui vengono individuati tutti i picchi dal software, dopo aver eseguito il fitting, a garanzia della bontà dell'analisi fatta.

Dall'analisi dei picchi, sono state calcolate dal software le FWHM:

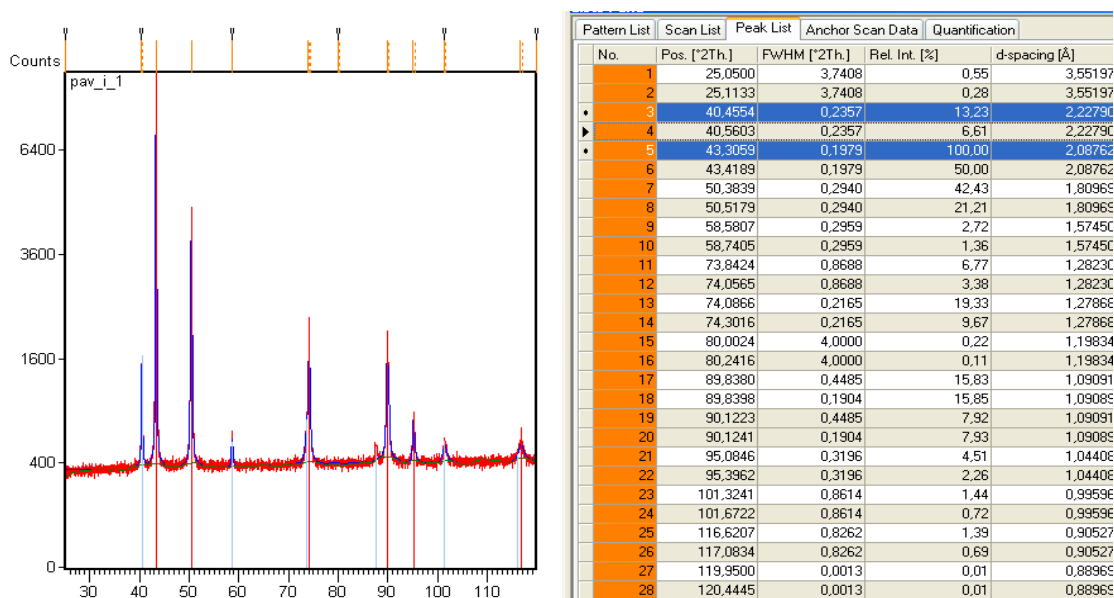


Figura 16: fitting ed elenco picchi dello spettro del provino I.1

Un procedimento analogo è stato seguito per tutti gli altri provini.

A questo punto è stato possibile applicare la formula di Scherrer e confrontare le dimensioni dei cristalliti; i risultati ottenuti sono i seguenti:

Tabella 1: calcolo delle dimensioni dei cristalliti²

K=0,9 $\lambda(\text{Å})= 1,54056$ B(deg)= 0,01 B(rad)= 0,000175

Provino	Metallo	Piano	2 θ deg	θ rad	FWHM deg	FWHM rad	τ Å
I.1	Mo	110	40,4554	0,3530	0,2357	0,0041	360
	Cu	111	43,3059	0,3779	0,1979	0,0035	432
I.2	Mo	110	40,7460	0,3556	0,3206	0,0056	264
	Cu	111	43,5832	0,3803	0,2204	0,0038	389
I.3	Mo	110	40,5053	0,3535	0,2783	0,0049	304
	Cu	111	43,3390	0,3782	0,2028	0,0035	422
II.1	Mo	110	40,4741	0,3532	0,4284	0,0075	198
	Cu	111	43,3132	0,3780	0,1648	0,0029	520
II.2	Mo	110	40,5197	0,3536	0,3150	0,0055	269
	Cu	111	43,3225	0,3781	0,1752	0,0031	489
II.3	Mo	110	40,5070	0,3535	0,3427	0,0060	247
	Cu	111	43,3370	0,3782	0,1852	0,0032	462
.5	Mo	110	40,5208	0,3536	0,1305	0,0023	651
	Cu	111	43,3487	0,3783	0,1106	0,0019	776
.6	Mo	110	40,5190	0,3536	0,1299	0,0023	654
	Cu	111	43,3462	0,3783	0,1111	0,0019	773

	Metallo	Piano	n	(Å)	SD	95% CI
Campioni EB:	Mo	110	6	274	54,6	57,3
	Cu	111	6	452	47,6	49,9
Campioni affaticati:	Mo	110	2	652	2,1	19,2
	Cu	111	2	774	2,5	22,4
Campioni 1° lotto:	Mo	110	3	309	47,7	118,6
	Cu	111	3	414	22,9	56,9
Campioni 2° lotto:	Mo	110	3	238	36,5	90,7
	Cu	111	3	490	28,7	71,3

CONFRONTI	Metallo	Piano	1° lotto	2° lotto	I.3	Affaticati
	Mo	110	309	238	304	652
	Cu	111	414	490	422	774

² Note:

- (Å): media aritmetica delle dimensioni dei cristalliti in angstrom
- SD: deviazione standard del campione
- 95% CI: intervallo di confidenza al 95%

Dai risultati ottenuti, si vede come le dimensioni dei cristalliti siano simili in entrambi i lotti di provini esplosi, anche se con dimensioni più ridotte nei I.x per quanto riguarda Cu, mentre più ridotte nei II.x per quanto riguarda Mo, e ciò probabilmente è riconducibile più alla struttura del materiale utilizzato che al processo di saldatura; nei provini affaticati, invece, vi è una decisa crescita dei cristalliti, le cui dimensioni raddoppiano (nel Mo si è avuto in misura minore, forse a cause delle maggiori energie di legame degli atomi che rendono più difficile il movimento di dislocazioni), effetto che si può ricondurre ad un'azione di riassetto (*recovery*) dovuta al calore trasmesso durante la prova a fatica e al conseguente aumento di temperatura: ciò permette una riorganizzazione delle dislocazioni e dei disorientamenti a piccolo angolo, che aumentano l'ordine interno delle strutture cristallografiche [6, p. 269]. Da precedenti analisi, sappiamo che le dimensioni dei cristalliti del Mo prima della saldatura erano superiori ai 700 Å [2]: nei provini affaticati si è ritornati approssimativamente al grado di ordine originale e ciò può significare che gli effetti benefici del calore ricevuto durante la prova a fatica superino quelli negativi dovuti allo stress termico.

Abbiamo anche eseguito un'analisi dello spettro con il metodo di Rietveld, che consente una valutazione molto più accurata degli spettri XRD, considerando i rapporti delle intensità dei picchi riferiti a differenti famiglie di piani, di alcuni dei provini più significativi.

Il metodo di Rietveld permette un'affinamento dello spettro ottenuto attraverso modelli matematici che tengono conto di diversi fattori, come la compresenza di più fasi, anisotropie e possibili tessiture presenti, e permette di ottenere dati molto più precisi, sfruttando le informazioni ottenibili dallo spettro nella sua interezza; data la complessità dei modelli e dei calcoli, esistono diversi software che eseguono l'affinamento con algoritmi implementati. Abbiamo utilizzato il software *Maud*, che ha prodotto i seguenti risultati:

Tabella 2: Dimensione dei cristalliti secondo affinamento Rietveld

Provino	Metallo	τ (Å)
I.1	Mo	630
	Cu	950
I.3	Mo	760
	Cu	1260
.5	Mo	2940
	Cu	3040
.6	Mo	2790
	Cu	3200

Si vede che i risultati ottenuti con questo tipo di analisi sono alcune volte più grandi di quelli ottenuti utilizzando la formula di Scherrer: ciò è dovuto al miglior fitting dei picchi ottenuti dopo l'affinamento dello spettro, che di conseguenza produce delle FWHM più accurate.

In ogni caso si conferma l'andamento di accrescimento della dimensioni dei cristalliti dopo la prova a fatica termica in seguito al riassetto cristallografico. Il fatto che le dimensioni dei cristalliti superino quelle nel materiale non saldato non è significativo, poiché su quelle analisi non è stata applicata tale tecnica.

Capitolo 6: Analisi metallografica

Le prove descritte nel seguente capitolo, come nel successivo sulla microscopia elettronica, sono state svolte durante il Tirocinio presso i laboratori dell'Istituto per l'Energetica e le Interfasi (IENI), situato nell'Area della Ricerca di Padova.

6.1 La tecnica

L'analisi della microstruttura dei metalli attraverso la microscopia ottica, detta più propriamente analisi o indagine metallografica, è un mezzo molto utile per caratterizzare il materiale in molti suoi aspetti. Questa tecnica si basa sulla proprietà di tutti i metalli di avere un'alta riflettanza alla luce che, grazie a microscopi metallografici appositamente realizzati, permette di rivelare la microstruttura cristallina presente nel campione analizzato, o meglio nella sezione esposta di tale campione.

Le tecniche microscopiche sono diverse e possono essere molto raffinate, come quelle che utilizzano fenomeni di interferenza della luce riflessa da fasi differenti; nel nostro caso sapevamo di andare ad analizzare campioni di metalli puri monofasici ed abbiamo utilizzato la più semplice tecnica del *Bright Field*: in questa tecnica la luce viene prodotta da una lampada ad incandescenza o alogena e, una volta collimata da lenti condensatrici, attraversa un prisma separatore, poi l'obiettivo e viene inviata alla superficie del campione che la riflette lungo il percorso in senso contrario fino all'oculare. La superficie rifletterà la luce in maniera differente a seconda di dislivelli, come in corrispondenza di bordi di grano o solchi, o di materiale opaco e poco riflettente, come le inclusioni non metalliche.

Fondamentale per rivelare la reale microstruttura del materiale è l'attacco chimico: infatti, se la lucidatura viene eseguita in maniera ottimale, porta la superficie ad una planarità tale che non permette di distinguere i costituenti microstrutturali, poiché in ogni caso è stata eseguita una deformazione plastica, per quanto ridotta, dello strato più superficiale. Nei provini lucidati, invece, si possono individuare facilmente impurezze, porosità e analizzare cricche di varia natura.

Per poter valutare le dimensioni e la morfologia dei grani cristallini, essi devono essere messi in evidenza, e a tal scopo si utilizza un attacco chimico (*etchant*) che, corrodendo in maniera preferenziale i bordi di grano, i cui atomi risultano più chimicamente reattivi, o i piani cristallografici ad alta densità, rimuove parte dello strato superficiale deformato dalla

preparazione e produce un contrasto sufficiente a evidenziare i grani, appunto, rivelando l'aspetto microstrutturale del metallo.

6.2 L'attacco chimico e le analisi

Nella nostra analisi, siamo interessati all'analisi della porzione di saldatura in Cu: infatti, essendo tra i due il metallo con le proprietà di resistenza meccanica minori, riteniamo che sia quello che subisca le maggiori deformazioni sia durante le fasi di saldatura, che durante le sollecitazioni termiche.

Utilizzando ingrandimenti crescenti da 40x a 1000x, è stato possibile caratterizzare la morfologia dei grani, in particolare all'interfaccia, dove il forte stress meccanico ne ha ridotto fortemente le dimensioni e ha indotto tensioni residue, tanto che gli attacchi si sono rivelati reagire in maniera differente rispetto a come attaccano il Cu nel "bulk", che non ha subito deformazioni plastiche rilevanti e in cui è possibile ancora individuare la microstruttura precedente alla saldatura.

Sono stati fatti tentativi con diversi attacchi chimici, trovati in letteratura, al fine di individuare quello più adatto al nostro scopo, [10], [8]: in tabella sono illustrati gli attacchi che abbiamo testato sui campioni di prova.

Tabella 3: attacchi chimici testati

Etchant	Quantità	Condizioni	Commenti
Acqua distillata Idrossido d'ammonio (35%) Perossido d'idrogeno (3%)	25 ml 25 ml 5-25 ml	Da secondi a minuti (usare solo da fresco)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ bordi di grano: usare poco H₂O₂ ▪ contrasto tra i grani: usare molto H₂O₂
Acqua distillata Acido nitrico (68%)	50 ml 50 ml	Da secondi a minuti	Per rame e sue leghe
Etanolo o acqua distillata Acido cloridrico (37%) Cloruro ferrico	100-120 ml 25-50 ml 5-10 g	Da secondi a minuti	Produce contrasto tra i grani

Dopo aver tentato diversi tempi (dai pochi secondi ai minuti) e modalità di applicazione (strofinando il provino su di un panno da lucidatura imbevuto di attacco oppure gocciolando l'attacco in continuazione sopra il provino), è stato escluso l'attacco al nitrico poiché troppo aggressivo, in quanto provoca una sorta di bruciatura, con forte ossidazione della superficie già dopo pochi secondi e in maniera disuniforme; l'attacco con soluzione

ossiammoniacale, invece, ha la controindicazione di dover essere sempre preparata fresca per dare risultati confrontabili; si è optato, quindi, per la soluzione di cloruro ferrico.

I diversi tentativi hanno mostrato come realizzare l'attacco strofinando il provino su un panno imbevuto lo renda troppo aggressivo e, anche se esalta il rilievo tridimensionale dei grani, non aiuta a individuarne in maniera precisa i bordi; il tempo ideali di attacco è stato stabilito essere di 75 secondi, intervallo che permette all'attacco di agire in maniera uniforme, eliminando le deformazioni, e ottenendo un ottimo contrasto, anche cromatico, tra i grani. In realtà il tempo di applicazione non è così semplice da determinare, poiché la reattività dell'attacco non è sempre costante e la superficie del campione, per quanto pulita, può presentare diversi stati di ossidazione: la maniera migliore per valutare l'azione ottimale dell'attacco è la verifica visiva, magari usando un confronto con un campione già attaccato in maniera efficace.

Decisivo è stato l'accorgimento di ricoprire la zona esposta di Mo con uno strato inerte, nel caso specifico dello semplice smalto per unghie, spalmato con la miglior precisione possibile, per inibire l'effetto di accoppiamento galvanico durante l'attacco chimico, che causava una profonda corrosione del Cu all'interfaccia, rendendo difficoltosa e poco rappresentativa l'osservazione della microstruttura all'interfaccia di saldatura, laddove maggiormente siamo interessati ad indagarla.

Quindi la procedura di attacco definitiva è stata fissata in:

Soluzione di cloruro ferrico in etanolo e acido cloridrico gocciolata a riposo per circa 1-2 minuti.

Le osservazioni e le micrografie sono state eseguite con un microscopio metallografico *Euromex*, a luce riflessa ed epilluminazione, con ingrandimenti da 40x a 1000x e la possibilità di lavorare in luce polarizzata:

- Le foto della superficie dei provini subito dopo la lucidatura, denominate *as-polished*, sono state ottenute in luce bianca.

- Le foto dopo l'attacco chimico, invece, sono state realizzate in luce monocromatica verde, permettendo di ridurre le aberrazioni, e utilizzando un filtro polarizzatore, che permette di aumentare il contrasto e ottenere immagini con la massima definizione possibile.

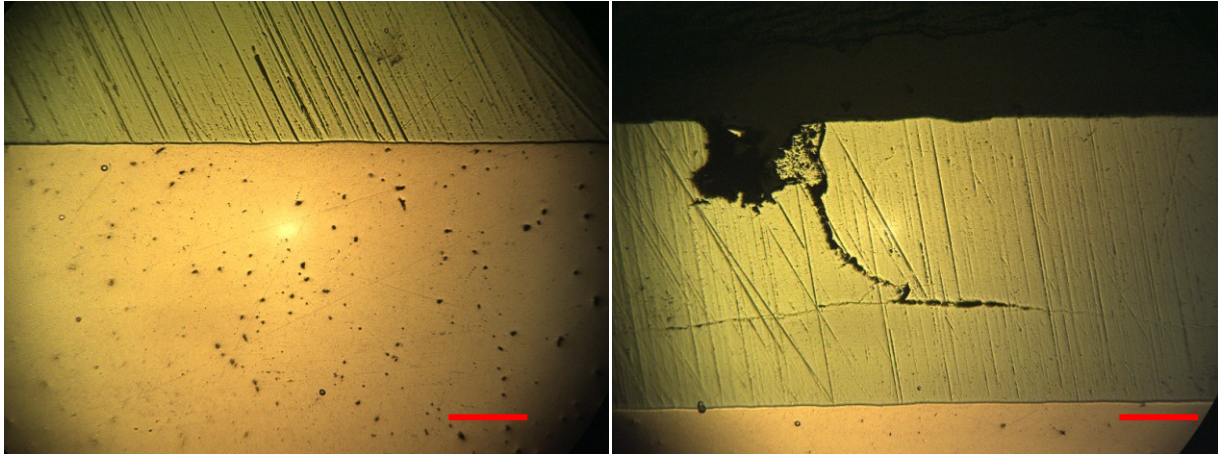


Figura 18: interfaccia provino II.1 as-polished 100x – tratto 200 μm

Figura 17: cricca provino .5 as-polished 100x – tratto 200 μm

Dall'analisi delle micrografie “as-polished” è stata rilevata un'evidente presenza di impurità alto-fondenti nel Cu, che si presentano come puntini scuri nella matrice chiara (vedi Figura 18), ma che non sono più evidenziabili dopo l'attacco chimico.

L'interfaccia di saldatura è risultata rettilinea e molto netta in tutti i provini, senza alcuna zona di interdiffusione, e non vi sono stati individuati difetti di sorta. Ad ingrandimenti più spinti si nota come l'interfaccia di saldatura non sia perfettamente lineare ma presenti delle irregolarità, con tutta probabilità attribuibili alla rugosità superficiali dei materiali di partenza.

Sono state inoltre analizzate le cricche nel Mo, generate dalle scariche della torcia TIG: nel provino .5, all'apice della cricca, si è sviluppata una delaminazione orizzontale che si è propagata internamente al molibdeno e, progredendo, potrebbe provocare distacchi di materiale (vedi Figura 18).

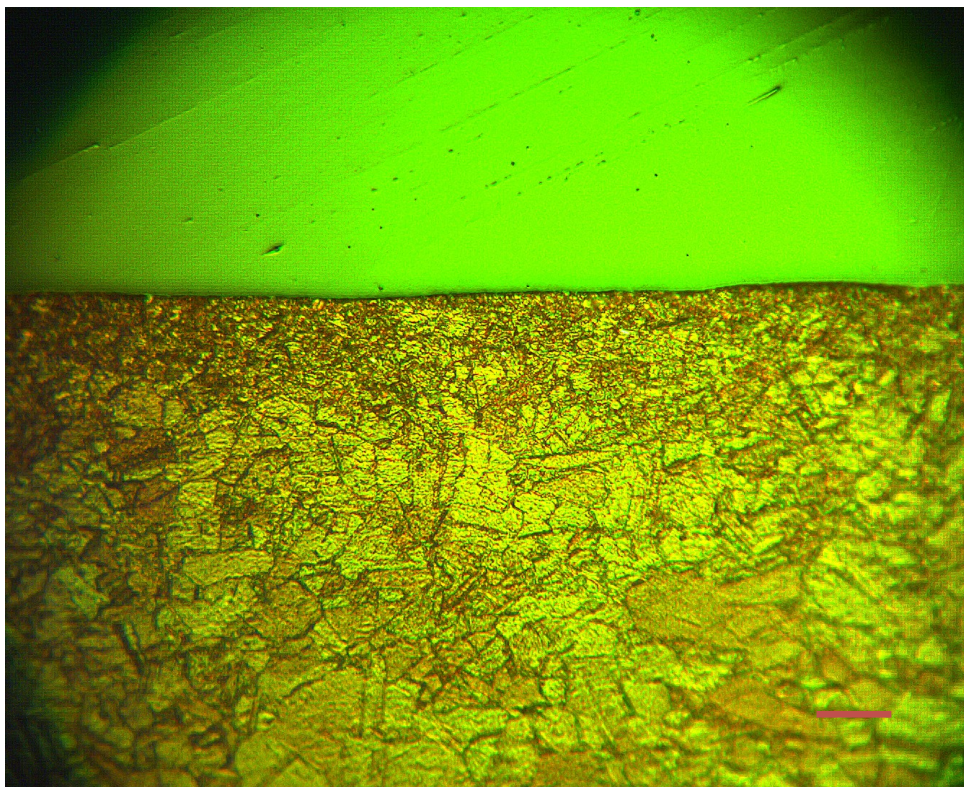


Figura 19: microstruttura Cu del provino I.1 all'interfaccia 400x - tratto 25 μm

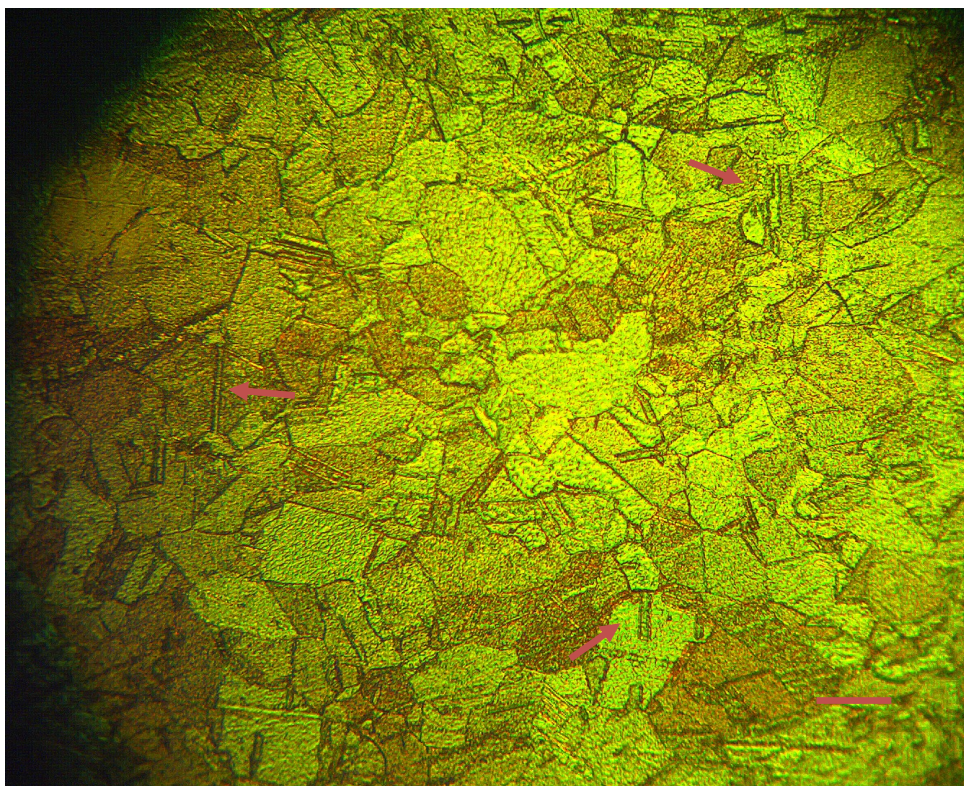


Figura 20: microstruttura Cu del provino I.1 nel bulk 400x - tratto 25 μm

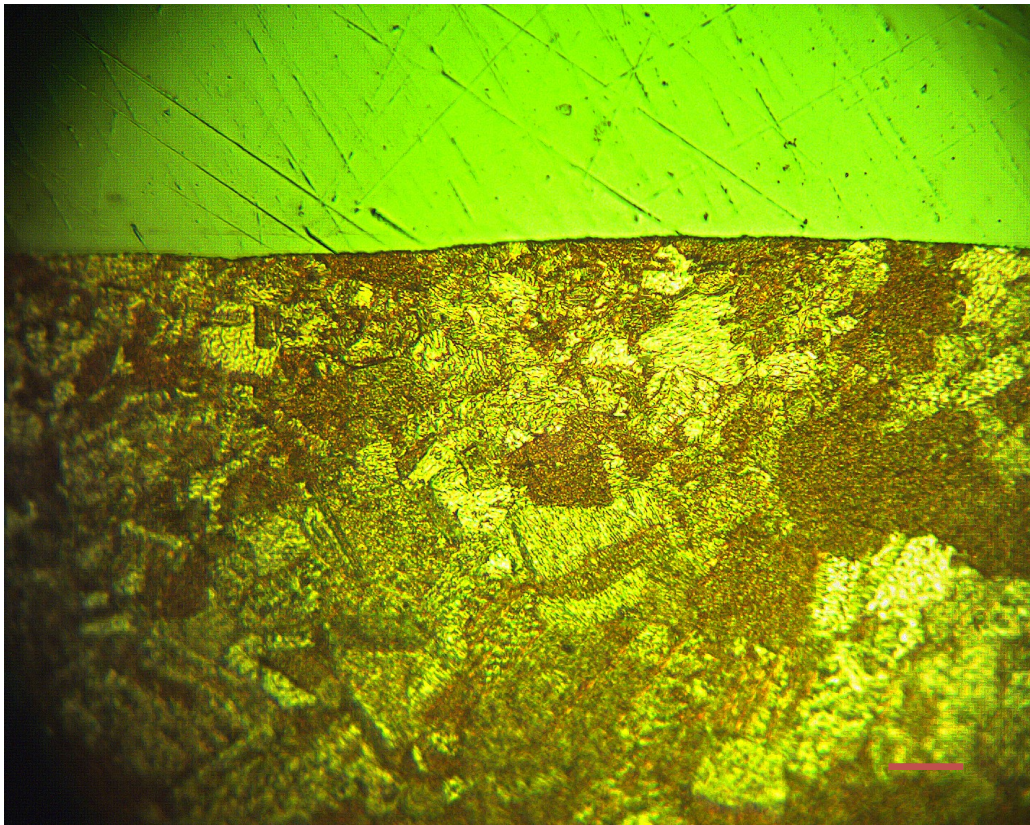


Figura 21: microstruttura Cu del provino II.2 all'interfaccia 400x – tratto 25 μm

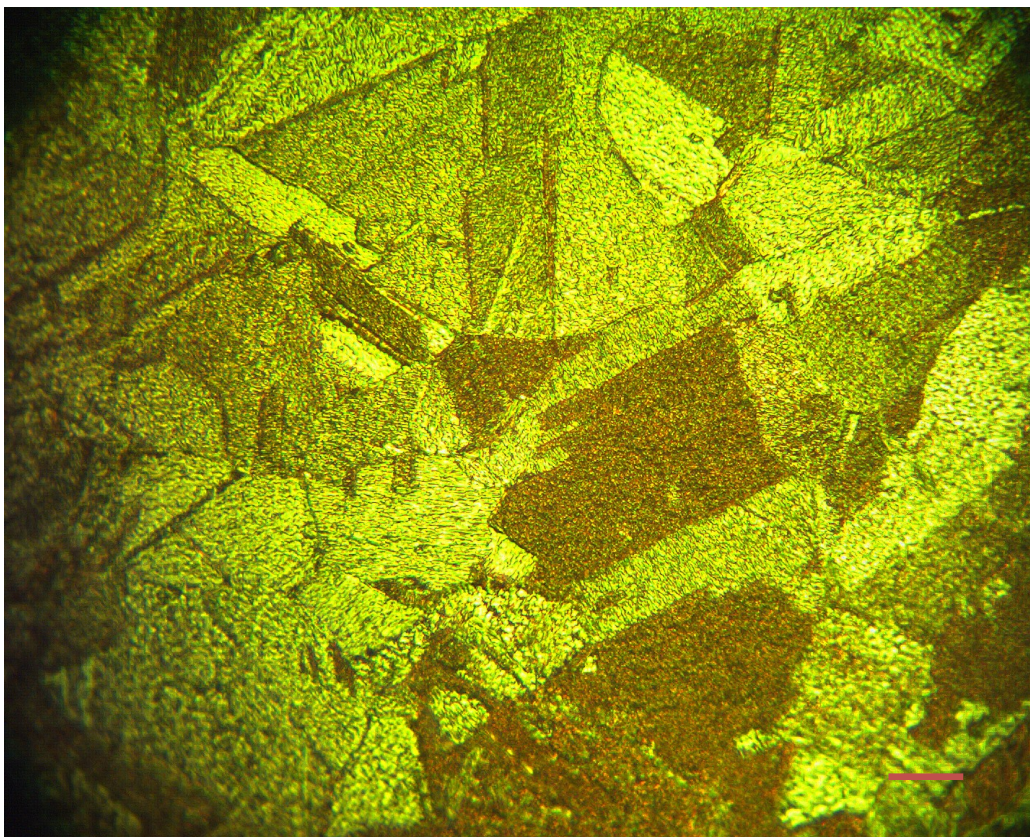


Figura 22: microstruttura Cu del provino II.2 nel bulk 400x - tratto 25 μm

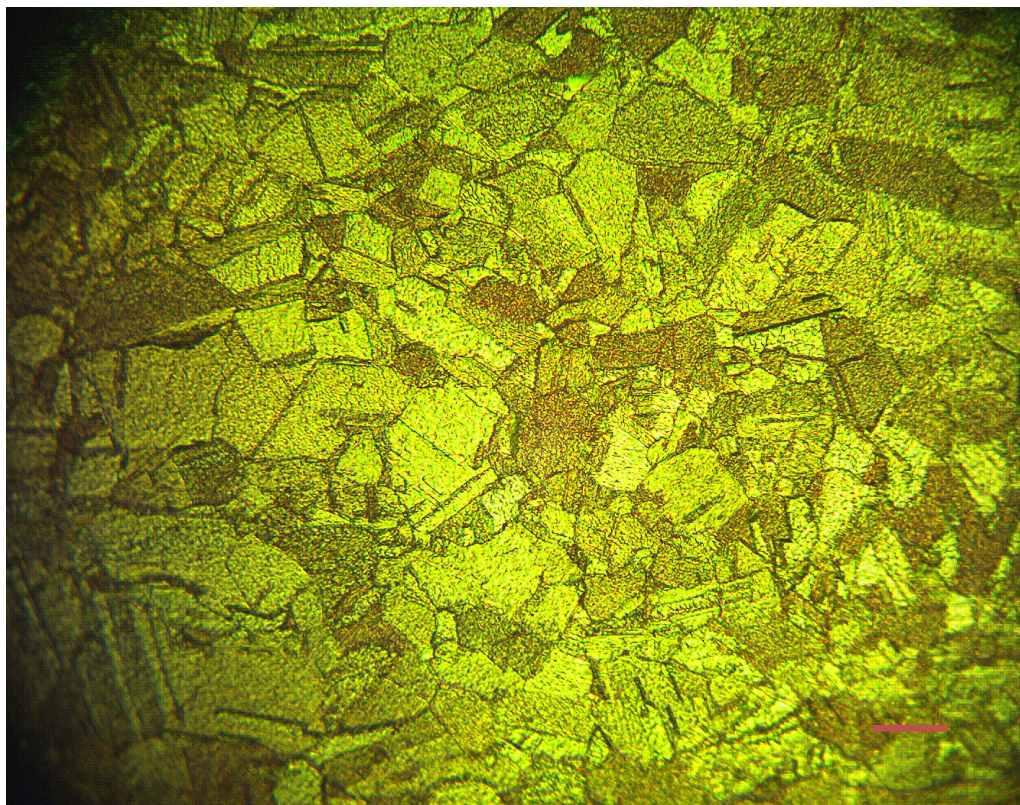


Figura 24: microstruttura Cu del provino I.3 nel bulk 400x - tratto 25 μ m

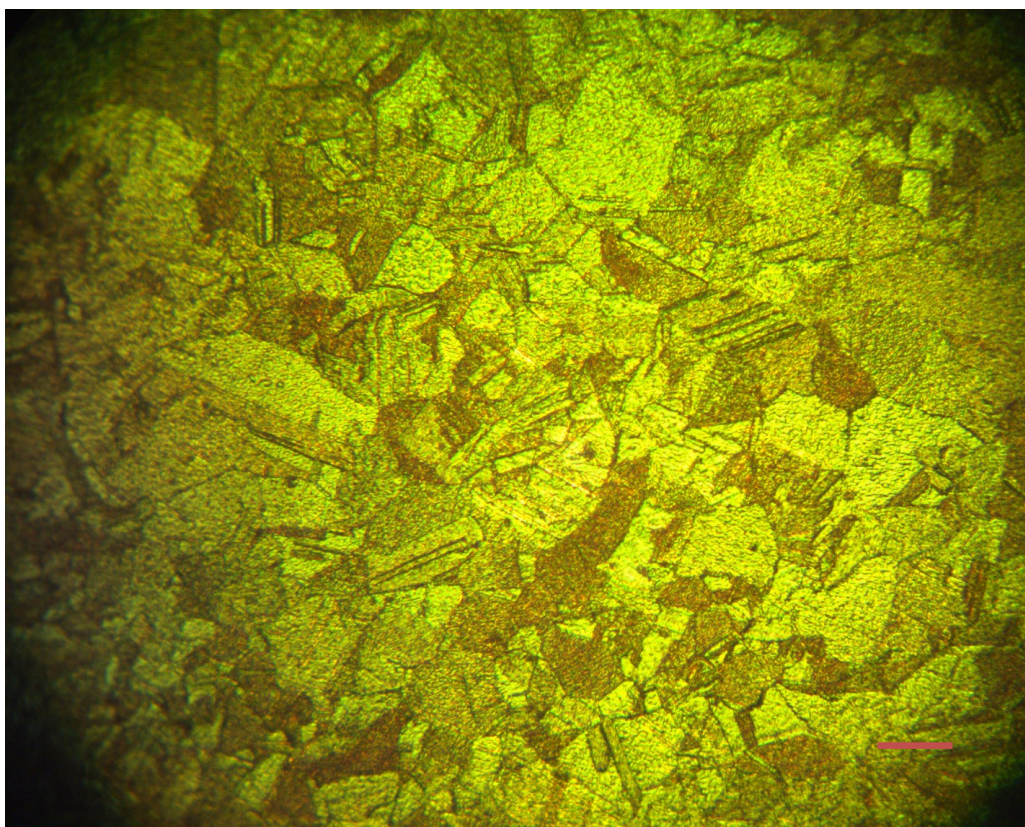


Figura 23: microstruttura Cu del provino .5 nel bulk 400x - tratto 25 μ m

Dalle micrografie sui provini dopo etching, invece, si nota come la micro-struttura del Cu all'interfaccia sia stata fortemente modificata: vi è infatti una banda dell'estensione di circa 20 μm , parallela all'interfaccia, in cui i grani sono poco definiti e di dimensioni molto più ridotte, di almeno un ordine di grandezza (vedi Figura 19): sembrerebbe che l'energia dell'esplosione abbia indotto uno stato tensionale tale da, unitamente con il calore di frizione prodotto, indurre la ricristallizzazione dei grani nello strato maggiormente coinvolto, lo stesso che probabilmente produce il flusso viscoso (jet) necessario a realizzare una saldatura resistente. Ciò è possibile dato che la temperatura di ricristallizzazione del Cu al 99,5%, ad esempio, è di circa 205°C [6, p. 272], dunque, non particolarmente elevata.

Per quanto riguarda il Cu nel bulk, ovvero più distante dall'interfaccia, sembra che la struttura non abbia subito effetti evidenti in seguito alla saldatura e mostra una distribuzione omogenea di grani equiassici con abbondanza di geminati di accrescimento, tipici dei metalli a struttura C.F.C. [6, p. 281], prodotti dalle operazioni di laminazione a caldo che ha subito durante la produzione delle lastre (vedi Figura 20, evidenziati).

Il Mo non ha subito in alcun modo l'attacco chimico, come prevedibile dato la sua natura di metallo refrattario, e all'interfaccia appare compatto e non evidenzia difetti.

L'analisi di tutti i provini ha riportato una morfologia del tutto simile, anche in quelli affaticati, confermando l'eccellente qualità della saldatura, già evidenziata dalle prove meccaniche, mentre sembrerebbe che la fatica termica non abbia modificato apparentemente l'interfaccia.

Le dimensioni dei grani di Cu sono state valutate secondo lo standard ASTM E 112-96, essendo una struttura di ricristallizzazione a grani equiassici: la valutazione è stata fatta rispetto ai grani del bulk, in quanto all'interfaccia non sono sufficientemente risolti e sono necessarie micrografie a ingrandimenti maggiori di quelli ottenibili attraverso l'ottico. Le misure possono non essere molto precise ma danno un'utile stima delle dimensioni della microstruttura.

Seguendo le procedure dello standard, è stato utilizzato il metodo delle intercette lineari di Heyn, con i seguenti risultati:

Tabella 4

Dimensioni dei grani nel bulk secondo ASTM E 112 - 96

Procedura delle intercette lineari di Heyn

	n	length μm	l μm	<l> μm	G
provino I.1				19,3	8,1
foto I.1.01b_100x				SD	
	47	1089,3	23,2	3,0	
	61	1022,4	16,8	95% CI	
	63	1018,3	16,2	3,2	
foto I.1.02b_100x				% RA	
	56	1178,3	21,0	16,5	
	58	1270,1	21,9		
	59	1002,8	17,0		
				<l>	G
provino I.2				20,5	7,9
foto I.2.01b_100x				SD	
	58	918,2	15,8	4,5	
	44	1103,2	25,1	95% CI	
	42	1123,0	26,7	4,7	
foto I.2.02b_100x				% RA	
	50	1000,2	20,0	23,0	
	49	822,7	16,8		
	59	1078,1	18,3		
				<l>	G
provino I.3				20,9	7,9
foto I.3.01b_100x				SD	
	47	785,1	16,7	3,1	
	46	1150,9	25,0	95% CI	
	59	1148,3	19,5	3,2	
foto I.3.02b_100x				% RA	
	62	1273,7	20,5	15,4	
	50	1195,8	23,9		
	68	1351,7	19,9		
				<l>	G
provino II.1				32,4	6,6
foto II.1.01b_100x				SD	
	33	1094,7	33,2	4,4	
	36	1031,9	28,7	95% CI	
	31	1186,8	38,3	4,6	
foto II.1.02b_100x				% RA	
	29	1065,6	36,7	14,2	
	35	978,7	28,0		
	31	917,5	29,6		

				< >	G
provino II.2				44,1	5,7
foto II.2.01b_100x				SD	
	23	1184,0	51,5	7,3	
	26	983,5	37,8	95% CI	
	23	1159,7	50,4	7,7	
foto II.2.01b_100x				% RA	
	21	885,1	42,1	17,4	
	25	1220,2	48,8		
	28	944,7	33,7		
				< >	G
provino II.3				35,3	6,4
foto II.3.01b_100x				SD	
	30	1127,6	37,6	10,2	
	29	1349,3	46,5	95% CI	
	38	947,6	24,9	10,7	
foto II.3.02b_100x				% RA	
	32	943,7	29,5	30,2	
	29	1385,2	47,8		
	39	1005,7	25,8		
				< >	G
provino .5				19,0	8,1
foto 5.01b2_100x				SD	
	65	1061,9	16,3	2,5	
	63	1244,9	19,8	95% CI	
	52	1019,7	19,6	2,7	
foto 5.02b2_100x				% RA	
	57	889,8	15,6	13,9	
	64	1326,1	20,7		
	57	1257,9	22,1		
				< >	G
provino .6				19,9	8,0
foto 6.01b_100x				SD	
	54	875,3	16,2	2,5	
	47	1043,7	22,2	95% CI	
	59	1019,3	17,3	2,6	
foto 6.02b2_100x				% RA	
	45	974,3	21,7	13,2	
	58	1228,1	21,2		
	49	1023,3	20,9		

Con il metodo delle intercette lineare di Heyn, si tracciano alcuni segmenti di lunghezza conosciuta *length* su di una micrografia: in questo caso è stato utilizzato il programma di elaborazione d'immagine *ImageJ* per eseguire tale operazione direttamente su formato elettronico. Dividendo per il numero di grani intersecati n , si trova la dimensione media dei

singoli grani l : facendo un'ulteriore media su un numero adeguato di più intercette, possibilmente orientate in diverse direzioni, si ottiene il valore medio delle dimensioni del grano $\langle l \rangle$, a cui si associa il numero adimensionale G , secondo standard. Con un sufficiente numero di valori si può anche eseguire un'analisi di tipo statistico (*SD: standard deviation, CI: confidence interval, % RA: percentage relative accuracy*)³.

Si nota che la microstruttura del secondo lotto di Cu utilizzato abbia una grana di dimensioni maggiori e ciò potrebbe avere ripercussioni sul suo comportamento a fatica (confronta Figura 20 e Figura 22). Anche all'interfaccia si riscontrano grani ricristallizzati maggiormente ingrossati (vedi Figura 21), come riscontrato nell'articolo [4]: non avendo realizzato prove sul secondo lotto, non è possibile confrontare in che misura le diverse microstrutture si comportino ma la grana più affinata è sempre auspicabile. La microstruttura dei provini affaticati, invece, sembra non aver subito modifiche nel bulk e presenta una grana simile a quella di partenza, ovvero al provino I.3 (vedi Figura 23 e Figura 24).

³ Sono tipici indicatori statistici. Per maggiori informazioni, consultare lo standard ASTM E 112 – 96.

Capitolo 7: Analisi di microscopia elettronica

7.1 La tecnica

Il microscopio elettronico a scansione SEM è uno degli strumenti più potenti al giorno d'oggi per analisi di tipo topografico superficiale e anche composizionale. Tale microscopio si basa sulle diverse interazioni che un fascio di elettroni accelerato (fino a energie di 30 keV) genera nel momento che colpisce la superficie di un campione conduttore. Infatti uno dei motivi della diffusione del SEM è la sua versatilità: in pochi minuti è possibile eseguire una caratterizzazione completa della superficie ed avere dati già digitalizzati, pronti per una successiva elaborazione.

I principali segnali acquisibili attraverso il SEM sono:

1. *Back-Scattered Electrons BSE*: sono elettroni che vengono riflessi elasticamente dai nuclei in proporzione al loro numero atomico, con energie paragonabili a quelle del fascio, e permettono di ottenere un'immagine a contrasto di composizione del campione.
2. *Secondary Electrons SE*: sono elettroni poco energetici (attorno alle decine di eV) che riemergono dagli strati atomici più superficiali, espulsi dopo aver ceduto la loro energia in urti anelastici, che permettono di ottenere un'immagine a contrasto topografico con la massima risoluzione possibile, con cui si ottengono le immagini ad ingrandimenti più spinti.
3. *Characteristic X-ray*: quando un elettrone del fascio primario strappa ad un atomo un elettrone degli orbitali più interni, nel riassetto elettronico vengono emessi raggi X a energie specifiche, tipiche della natura dell'atomo. Attraverso la tecnica *Energy-Dispersive Spectrometry EDS* è possibile raccogliere tali spettri e avere un'analisi elementare qualitativa della superficie esposta del campione, molto più sensibile rispetto all'analisi con BSE, però con definizione spaziale minore rispetto agli altri due segnali. Con l'EDS è possibile eseguire sia analisi "puntuali", che lungo linee di acquisizione o anche mappe superficiali, molto utili per individuare fasi diverse.

Data la natura e le energie diverse delle interazioni, i segnali provengono da zone diverse del campione (secondo la cosiddetta “pera” d’interazione), ma sono comunque confrontabili per ottenere un maggior numero di informazioni.

Con i SEM più moderni, che utilizzano sorgenti ad emissione di campo e rivelatori sempre più sofisticati e sensibili, è possibile raggiungere ingrandimenti dell’ordine dei 500000x, ovvero arrivare a dimensioni nano-metriche, e individuare elementi presenti in poche parti per mille in frazione ponderale: il punto debole dei microscopi elettronici sono gli elementi leggeri che interagiscono poco con gli elettroni, o meglio interagiscono secondo altre forme come gli elettroni *Auger*; nel nostro caso l’interfaccia ha caratteristiche ideali per essere analizzata.

7.2 Le analisi

Le analisi sono state eseguite con un SEM della serie SIGMA® della Zeiss.

Sono stati esaminati i provino attaccati I.3, .5 e .6, essendo i più significativi per un confronto sugli effetti della fatica termica, che necessitava un approfondimento dato che le analisi all’ottico non hanno rivelato effetti rilevanti.

Essendo inglobati in resina, che è elettricamente isolante, i provini sono stati avvolti in una camicia di comune carta stagnola e strisce adesive di rame, per scaricare a massa gli elettroni assorbiti dai campioni.

Abbiamo raccolto immagini ai BSE per un’analisi qualitativa del materiale che unisse alla morfologia superficiale l’evidente contrasto composizionale, immagini ai SE per una miglior risoluzione dei particolari più minuti ed anche abbiamo realizzato delle mappature EDS a cavallo dell’interfaccia, al fine di individuare eventuali fenomeni diffusivi.

Dalle immagini ottenute, abbiamo osservato che:

- La qualità della saldatura è ottimale e non presenta difetti o cavità.
- La microstruttura del Cu in I.3 presenta una fascia dello spessore di 20-30 μm a ridosso dell’interfaccia di saldatura in cui si ha avuto un forte affinamento della grana, divenuta micrometrica, in cui si individuano anche alcune micro-cricche e distaccamenti di grano (evidenziati in Figura 27). La microstruttura, invece, risulta inalterata al di fuori di questa fascia.

- In .5 e .6, si nota una minore definizione dei grani nella fascia micrometrica ed un'apparente assenza dei difetti individuati in I.3.
- In Mo non siamo in grado di individuare la microstruttura, ma comunque all'interfaccia non si individuano difettosità. La delaminazione in .5, già individuata all'ottico, risulta essere molto più estesa del previsto per buona parte della larghezza del provino.
- Dalle mappe EDS non siamo in grado di escludere con certezza che vi siano stati fenomeni diffusivi a causa della minore definizione della tecnica. Comunque non si individuano differenze significative tra I.3 e i provini esplosi, quindi l'aumento di temperatura non è stato tale da permettere l'interdiffusione tra i due metalli.

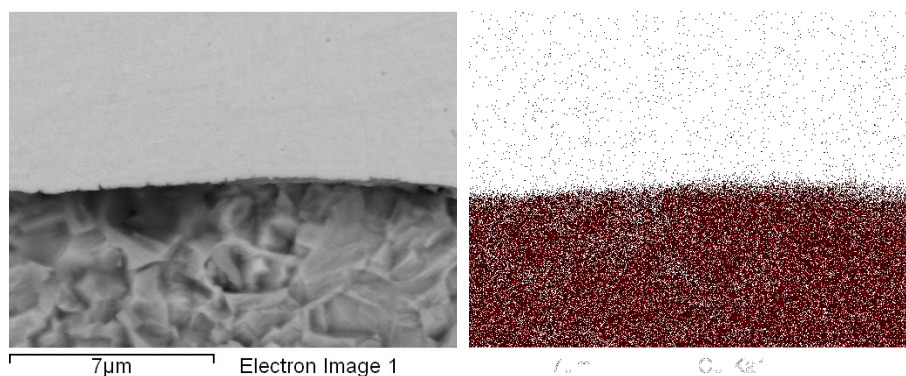


Figura 26:immagine ai BSE mappa EDS del provino I.3

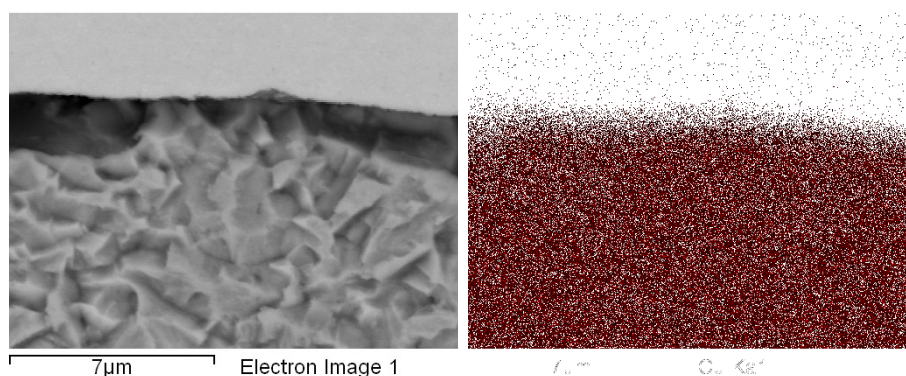


Figura 25:immagine ai BSE e mappa EDS del provino .5

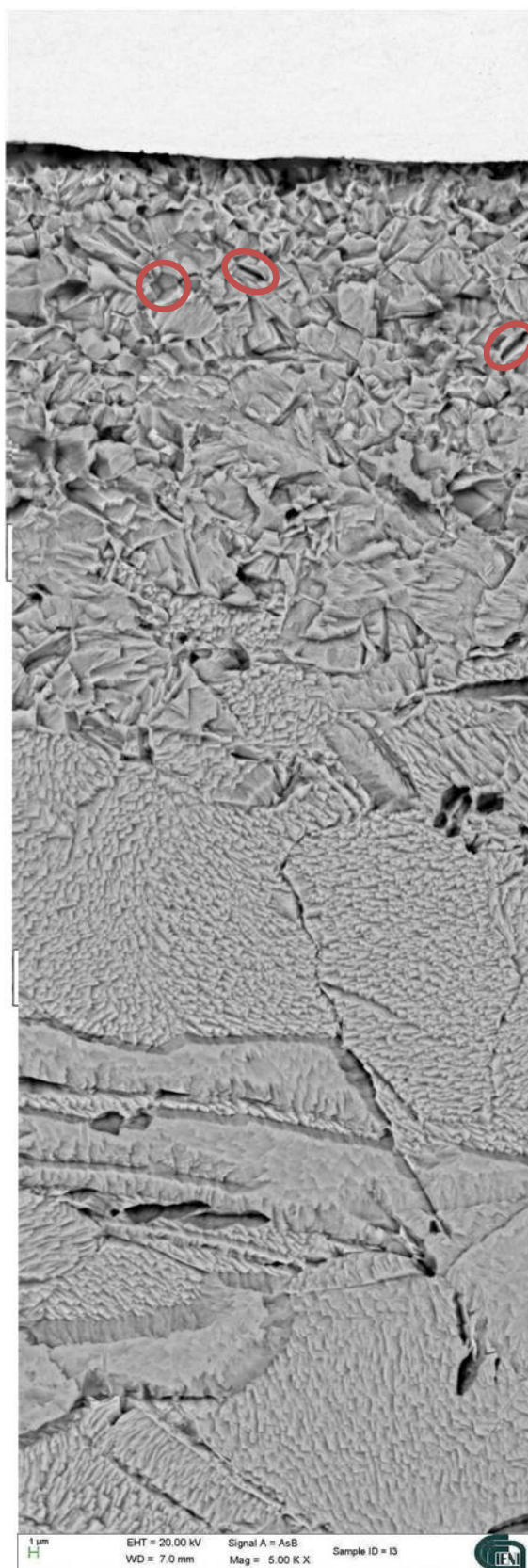


Figura 27: microstruttura Cu del provino I.3 vicino interfaccia 5000x, BSE (collage di immagini)

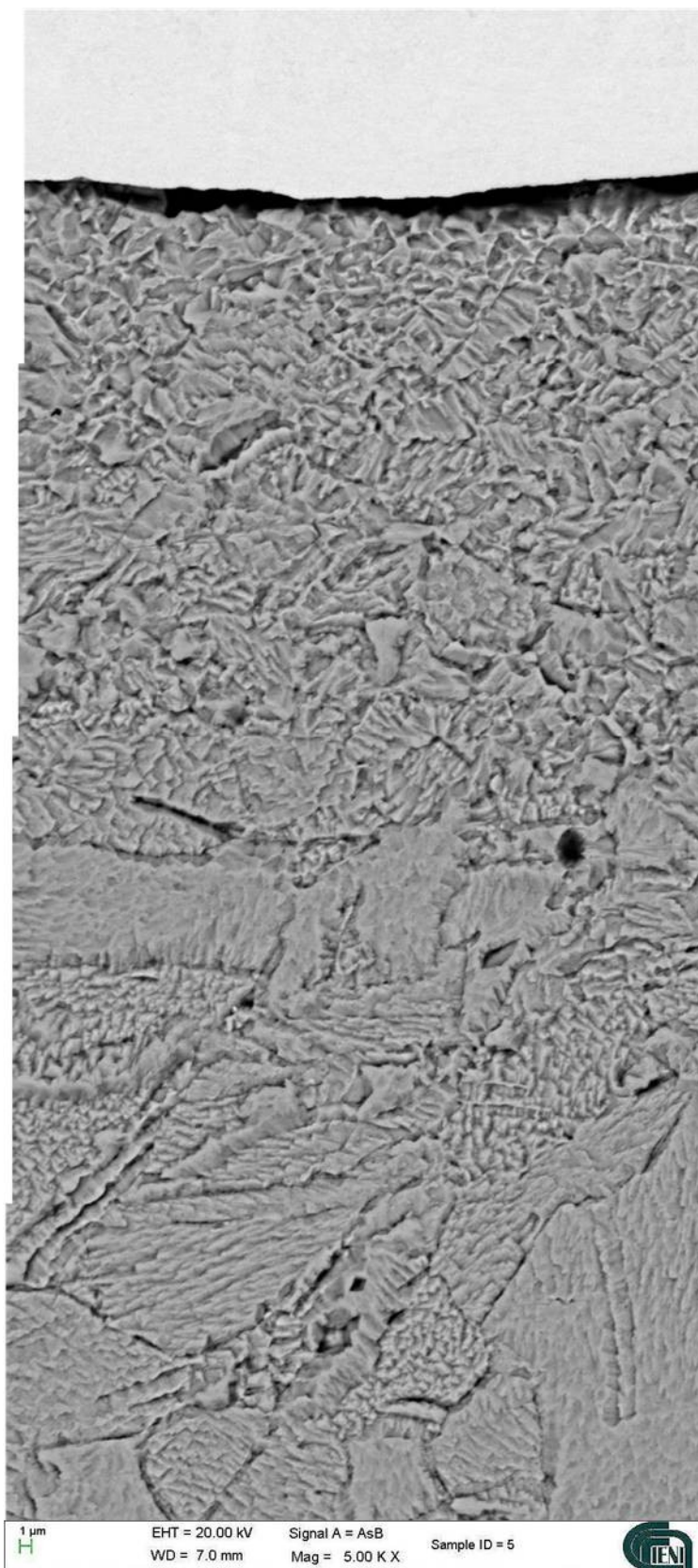


Figura 28: microstruttura Cu del provino .5 vicino interfaccia 5000x, BSE (collage di immagini)

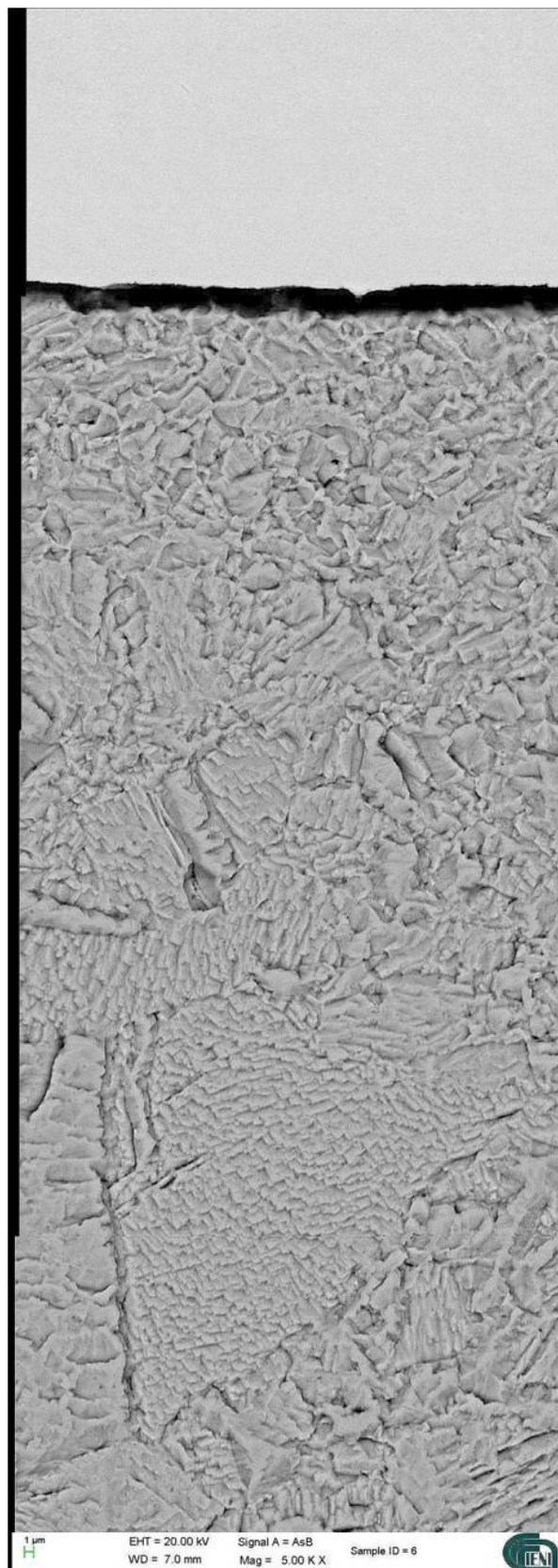


Figura 29: microstruttura Cu del provino .6 vicino interfaccia 5000x, BSE (collage di immagini)

Grazie alle immagini ottenute al SEM, è stato possibile stimare le dimensioni dei grani di Cu secondo ASTM E 112-96 anche in prossimità dell'interfaccia: date le dimensioni molto ridotte dei grani e i bordi non molto definiti, la distinzione dei singoli grani non è sempre risultata agevole, ed anche l'effetto tridimensionale dovuto al SEM in realtà rende più difficoltosa l'operazione. Inoltre, vi è un evidente accrescimento della grana all'allontanarsi dall'interfaccia, è ciò aumenta la deviazione dal valor medio, se tale lo si può definire. Comunque, poiché è avvenuta ricristallizzazione e i grani appaiono principalmente equiassici, si può applicare lo stesso metodo usato anche per la stima della dimensioni di grano del bulk . Vengono riportati i valori ottenuti:

Tabella 5⁴

Dimensioni dei grani secondo ASTM E 112-96

Procedura delle intercette lineari di Heyn

	n	length μm	l μm	<l> μm	G
provino I.3				2,3	14,3
foto I3 pic01				SD	
	23	48,0	2,1	0,2	
	21	50,0	2,4	95% CI	
	19	48,4	2,5	0,3	
	24	49,3	2,1	% RA	
	11	26,0	2,4	11,4	
				<l>	G
provino .5				2,1	14,5
foto 5 pic03				SD	
	19	48,9	2,6	0,5	
	21	50,2	2,4	95% CI	
	20	48,3	2,4	0,6	
	16	24,6	1,5	% RA	
	15	23,0	1,5	30,4	
				<l>	G
provino .6				1,8	14,9
foto 6 pic02				SD	
	28	52,0	1,9	0,2	
	29	48,6	1,7	95% CI	
	26	47,4	1,8	0,2	
	22	44,7	2,0	% RA	
	18	31,3	1,7	10,6	

⁴ Per informazioni sulla tabella vedi a fondo di Tabella 4 a p.46 o consultare lo standard ASTM E 112-96.

Dai risultati ottenuti, si nota come la dimensione media dei grani all'interfaccia risulti almeno un ordine di grandezza più piccolo rispetto al bulk (confronta con Tabella 4): ciò è dovuto al forte stress dell'operazione di saldatura che ha indotto la ricristallizzazione della struttura del Cu. Non sembrerebbe, invece, che la prova di fatica termica abbia portato a sensibili variazioni nelle dimensioni dei grani, anche se la loro morfologia appare essere meno definita. Queste valutazioni, però, possono essere fuorvianti poiché siamo al limite di applicabilità di questi metodi che solitamente vengono utilizzati per la classificazione di strutture di dimensioni maggiori e che non abbiano subito tali tipologie di trasformazioni.

Dalla discussione riguardo ai risultati delle analisi, siamo giunti alla conclusione che la microstruttura di Cu abbia subito un processo di ricristallizzazione dinamica, durante la saldatura: l'azione combinata delle tensioni interne e dell'aumento locale di temperatura, dovuto all'attrito di frizione tra le superfici, porta i punti maggiormente deformati a diventare centri di nucleazione per un affinamento della grana cristallina [6].

La saldatura in sé, comunque, risulta essere di ottima qualità e sembra non risentire degli effetti della fatica termica; se eventuali, fenomeni diffusivi sono avvenuti, non ne hanno modificato la morfologia in maniera rilevante e non si notano segregazioni di intermetallici (cosa che, in caso contrario, sarebbe dovuta essere evidenziata dall'analisi diffrattometrica).

Un discorso a parte va fatto per quanto riguarda la resistenza del layer di Mo alle scariche di plasma: sebbene la natura e l'energia degli ioni che lo incideranno nell'acceleratore sarà ben diversa rispetto a quella dell'argon usato nella prova a fatica termica, ha dimostrato di sviluppare cricche in superficie ed il suo comportamento fragile ne favorisce notevolmente la propagazione, provocata dalle sollecitazioni alternate, in direzione parallela all'interfaccia.

Capitolo 8: Prove di microdurezza

Le prove di microdurezza sono indentazioni eseguite con carichi molto piccoli, solitamente al massimo si raggiunge 1 kg, ed indentatori di dimensioni micrometriche. Esse permettono di valutare la durezza superficiale dei materiali, interessando nella deformazione volumi molto più piccoli, e ciò ha un duplice vantaggio: si può applicare su layer molto sottili, senza risentire dell'effetto del substrato, e permettono di ottenere indicazioni precise sui diversi valori di durezza di materiali non omogenei, ad esempio in presenza di fasi differenti.

Il microdurometro è l'unione di un microindentatore, che materialmente esegue l'indentazione, e di un microscopio ottico a riflessione, che permette il puntamento dell'indentatore e la valutazione delle dimensioni dell'impronta lasciata, attraverso un reticolo graduato inserito nell'oculare.

Esistono 2 tipologie di indentatori: il *Knoop*, di forma piramidale a base romboidale, ideale per la valutazione di durezza di materiali stratificati, e il *Vickers*, di forma piramidale quadrata, del tutto analogo a quello per la durezza macroscopica e che restituisce valori nella stessa scala; nella nostra prova abbiamo utilizzato quest'ultima tipologia.

Le prove sono state eseguiti presso l'ex Dipartimento di Processi Chimici dell'Ingegneria (DPCI) dell'Università degli Studi di Padova, nei laboratori di Metallografia.

I provini sono stati ri-lucidati a specchio secondo la stessa sequenza riportata nel Capitolo 4: al fine da non essere influenzati dalla microstruttura nella scelta del punto di indentazione, né dal dislivello che viene a formarsi in seguito dell'attacco chimico in prossimità dell'interfaccia, che potrebbe pregiudicare anche la precisione nella misurazione dell'impronta, rendendo difficoltosa la messa a fuoco.

Lo strumento utilizzato è stato un microdurometro LEITZ Durimet, ed abbiamo eseguito tutte le prove applicando un carico pari a 15 g per una trentina di secondi: i risultati vengono riportati nella seguenti tabelle:

Tabella 6

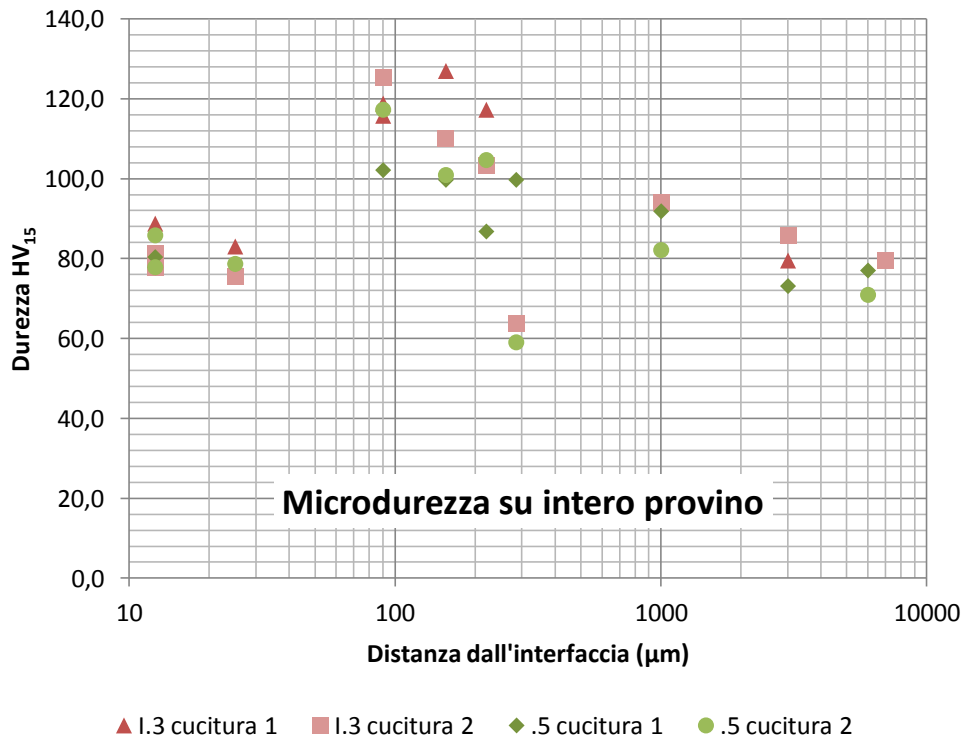
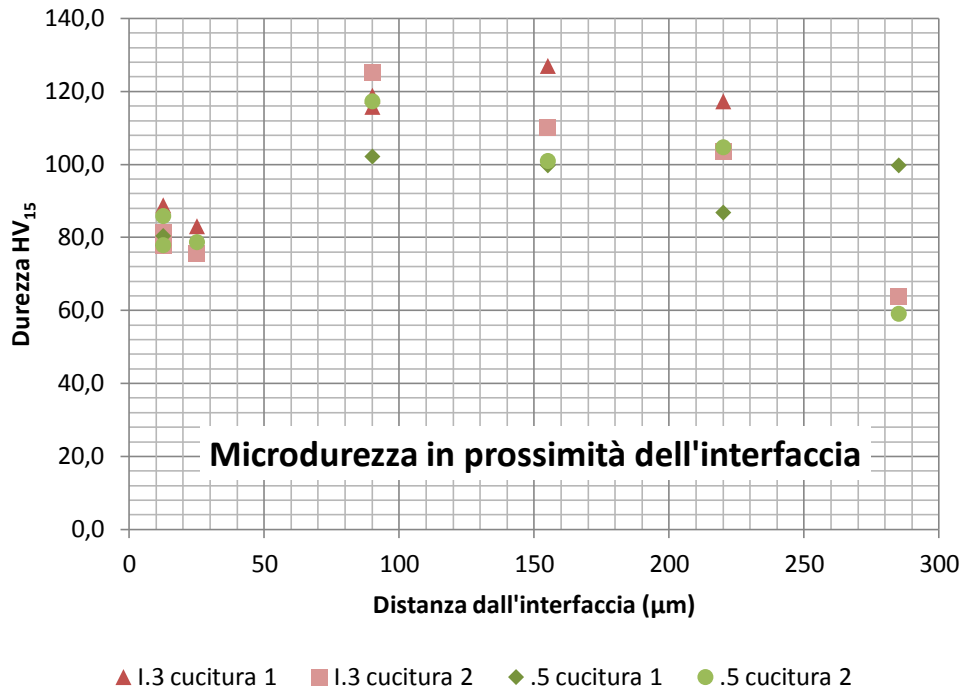
Microdurezza Vickers secondo ASTM E 384 - 89

Distanza dall'interfaccia	Dimensioni impronta	Durezza Vickers	Note
	μm	μm	HV ₁₅
provino I.3			
cucitura 1			
sx	12,5	18,7	79,5
dx	12,5	17,7	88,8 deformata
	25	18,3	83,1 deformata
	90	15,3	118,8
sx	90	15,5	115,8
	155	14,8	127,0
	220	15,4	117,3
	1000	17,2	94,0
	3000	18,7	79,5
Mo	-16	8,8	359,2
Mo	-160	9,0	343,4
cucitura 2			
sx	12,5	18,5	81,3
dx	12,5	18,9	77,9
	25	19,2	75,5
	90	14,9	125,3
	155	15,9	110,0
	220	16,4	103,4
	285	20,9	63,7
	1000	17,2	94,0
	3000	18,0	85,9
	7000	18,7	79,5
provino .5			
cucitura 1			
sx	12,5	18,9	77,9 deformata
dx	12,5	18,6	80,4 deformata
	25	18,8	78,7
	90	16,5	102,2
	155	16,7	99,7
	220	17,9	86,8

Distanza dall'interfaccia	Dimensioni impronta	Durezza Vickers	Note
	μm	μm	HV ₁₅
	285	16,7	99,7
	1000	17,4	91,9
	3000	19,5	73,2
	6000	19,0	77,1
Mo	-50	7,8	457,2
cucitura 2			
sx	12,5	18,0	85,9
dx	12,5	18,9	77,9
	25	18,8	78,7
	90	15,4	117,3
	155	16,6	100,9
	220	16,3	104,7
	285	21,7	59,1
	1000	18,4	82,2
	6000	19,8	71,0
Mo	-50	8,5	385,0
provino .6			
cucitura 1			
sx	12,5	18,1	84,9
dx	12,5	18,3	83,1
	25	18,2	84,0
	90	17,5	90,8
	155	15,7	112,8
	220	17,2	94,0
cucitura 2			
	25	18,2	84,0
	90	15,8	111,4
	6000	18,7	79,5

I risultati della prova sono stati piuttosto inattesi: avendo preso come riferimento un articolo che trattava una prova simile su di un interfaccia W-Cu [11], ci aspettavamo di rilevare il punto di massimo della durezza a cavallo dell'interfaccia di saldatura. Invece, la durezza di Cu in prossimità dell'interfaccia, risulta essere molto bassa, nell'ordine degli 80 HV, molto vicino alla durezza del materiale nel bulk, per poi andare crescendo allontanandosi da essa, fino a raggiungere il massimo tra 90 e i 155 μm di distanza dalla

linea di saldatura, con picchi fino a 127 HV; poi la durezza va decrescendo nuovamente, ritornando attorno agli 80 HV, se non valori inferiori. I risultati sono stati riportati nei seguenti grafici:



Vengono omesse dai grafici le cuciture relative al provino .6, poiché meno significative⁵, al fine di rendere più chiara la lettura dei grafici: si nota subito come l'andamento della durezza non sia proprio uniforme tra i diversi provini.

In ogni caso, da tutte le cuciture eseguite si evince che la durezza di Cu all'interfaccia sia molto simile alla durezza nel bulk: questo risultato impreveduto può essere spiegato alla luce dell'intensa ricristallizzazione del materiale in prossimità della linea di saldatura. Infatti, nonostante l'affinamento della grana di un metallo dovrebbe portare ad un aumento della sua resistenza, secondo la relazione di Hall-Petch [6, p. 232], la nucleazione dei nuovi grani ha permesso il rilassamento delle tensioni residue e una drastica riduzione della densità di dislocazioni, tale da rendere il Cu all'interfaccia molto meno duro rispetto alla zona adiacente che, avendo subito uno stress simile nell'operazione di saldatura, non ha, però, raggiunto le condizioni di ricristallizzazione, rimanendo incrudita.

Questa morfologia di grano "rigenerato" che si trova in contatto con l'interfaccia dovrebbe essere ideale per assorbire lo stress indotto dalla fatica termica; anzi, i valori massimi raggiunti nei provini esplosi risultano leggermente inferiori a quelli misurati in I.3: probabilmente ciò è dovuto all'effetto di riassetto dovuto all'aumento di temperatura durante la prova.

Sono state prese alcune indentazioni sul Mo, a verifica dell'eccellente durezza del materiale.

⁵ Sono state prese in numero minore, quindi statisticamente sono meno significative.

Capitolo 9: Risultati delle analisi e relative considerazioni

Le analisi eseguite hanno permesso di caratterizzare l'interfaccia Mo-Cu in maniera dettagliata dal punto di vista micro strutturale, con particolare attenzione al Cu che, essendo il materiale meno resistente, potrebbe essere meno prestante in relazione alle sollecitazioni subite, in particolare quelle dovute allo stress termico.

Le analisi antecedenti e le preliminari analisi macroscopiche non hanno evidenziato difetti nella saldatura, che ha un aspetto uniforme, lineare e sviluppa una buona resistenza a trazione. Le cricche iniziate nei provini affaticati si propagano longitudinalmente nel Mo, senza giungere ad interessare l'interfaccia.

Le analisi di diffrazione indicano una buona omogeneità tra i diversi provini solamente esplosi per quanto riguarda la struttura cristallografica, a garanzia della ripetibilità del processo di EB. Nei provini affaticati, invece, si ha un deciso aumento delle dimensioni dei cristalliti in entrambi i metalli e ciò è dovuto ad un fenomeno di riassetto (*recovery*), con una diminuzione di densità dei difetti cristallografici [6], promosso dall'aumento di temperature durante la prova di fatica termica.

La microstruttura del Cu, osservata attraverso microscopio ottico ed elettronico, si è dimostrata essere diversificata all'interno degli stessi provini. Infatti, lontano dall'interfaccia di saldatura si ha una distribuzione normale di grani equiassici con abbondanza di geminati di accrescimento: questa morfologia è tipica di prodotti lavorati per laminazione a caldo di metalli a cella C.F.C [6]. Al contrario, la microstruttura vicino all'interfaccia di saldatura presenta grani equiassici di dimensioni inferiori di almeno un ordine di grandezza, raggiungendo in alcuni casi dimensioni inferiori ad 1 μm . Questa morfologia ci indica che nel processo di saldatura, l'energia di deformazione trasferita dall'onda d'urto, unitamente al modesto calore di frizione sviluppato tra le 2 superfici, ha indotto un processo di ricristallizzazione dinamica. Questo è favorito dalla bassa

temperatura di ricristallizzazione del Cu, ed ha portato ad un forte affinamento della grana [6].

L'incompatibilità tra i due metalli [4] e la loro eccellente conducibilità del calore hanno fatto sì che l'aumento locale della temperatura fosse relativamente modesto e di breve durata, inibendo l'accrescimento dei nuovi grani, e limitando il processo di ricristallizzazione ad una sottile fascia dello spessore di 20÷30 μm a ridosso dell'interfaccia Mo-Cu.

Si nota che nei provini esplosi del secondo lotto le dimensioni dei grani al bulk risultano superiori, fatto attribuibile probabilmente ad un diverso grado di lavorazione del materiale da fornitura, ed anche in corrispondenza dell'interfaccia si individuano grani maggiormente accresciuti.

Il processo di ricristallizzazione viene confermato dalle prove di microdurezza, in cui è stato misurato un valore modesto di durezza nel Cu in prossimità dell'interfaccia, molto simile a quelli riscontrati nel bulk. Tali valori vanno crescendo man mano che ci si allontana dall'interfaccia, fino a raggiungere un massimo di circa 120 HV ad una distanza tra i 100 e 150 μm . Questo incrudimento del materiale è il prodotto della deformazione subita nell'esplosione, che evidentemente supera il limite di snervamento del Cu, e ne aumenta notevolmente la densità di dislocazioni. In prossimità dell'interfaccia, nonostante il notevole affinamento della grana dovrebbe aumentare la resistenza del materiale secondo la relazione di Hall-Petch, il profondo processo di ricristallizzazione ha permesso di ridurre drasticamente la densità dislocativa, riportando il materiale ad uno stato di maggiore malleabilità.

L'analisi microstrutturale sui provini affaticati non ha evidenziato la presenza di difetti all'interfaccia, né di evidenti differenze con la morfologia dei provini esclusivamente esplosi del primo lotto, con cui hanno condiviso il processo di saldatura. Si denota soltanto una riduzione del picco di massima durezza di una decina di HV. Questa riduzione, però, potrebbe rientrare nell'errore sperimentale, o comunque essere giustificata dal processo di riassetto subito nella prova a fatica termica, come mostrato dalle analisi diffrattometriche.

Non è possibile sapere se i provini del secondo lotto, presentando grani di dimensioni maggiori all'interfaccia, abbiano un comportamento diverso se sollecitati dallo stress

termico, non essendo stato possibile eseguire delle prove su di essi: di norma una grana maggiormente affinata assorbe in maniera migliore le sollecitazioni alternate [6, p. 330]

Inoltre, essendo stato il numero di cicli di sollecitazione relativamente basso durante le prove di fatica termica, il superamento di esse da parte dei provini affaticati non garantisce la sopravvivenza del componente per tutta la durata prevista dell'esperimento MITICA.

Per quanto riguarda il Mo, non è stato possibile eseguire una completa caratterizzazione metallografica. Dall'analisi è comunque emerso che il suo spiccato comportamento fragile a temperature ordinarie può produrre cricche che vi si propagano velocemente, senza peraltro interessare l'interfaccia, almeno non nelle prime fasi. Tale fenomeno potrebbe giungere a causare delaminazioni nel materiale.

Nel complesso tutte le caratterizzazioni eseguite contribuiscono a confermare che la tecnica di saldatura EB possa essere adeguata per la produzione di un'interfaccia Mo-Cu idonea nella costruzione del Plasma Driver Plate e di altri *plasma facing components*.

Conclusioni

In questo lavoro è stata eseguita una caratterizzazione dell'interfaccia di saldatura Mo-Cu, ottenuta mediante la tecnica Explosion Bonding su prototipi di dimensioni 300×300 mm, che verrà utilizzata nella realizzazione dell'*armor layer* per la produzione del Plasma Driver Plate, un componente dell'esperimento MITICA.

I risultati dell'analisi hanno portato alle seguenti conclusioni:

- Si conferma che la saldatura è ottimale per uniformità e adesione: si è ottenuta una linea di saldatura lineare, senza cavità o delaminazioni.
- La microstruttura del rame è stata ampiamente indagata, con diverse tecniche. Risulta che in seguito all'operazione di saldatura, sia avvenuta una ricristallizzazione dinamica in una fascia di 20÷30 μm adiacente all'interfaccia, che ha prodotto grani di dimensioni micrometriche. La fascia più distante, fino allo spessore di 1 mm, risulta, invece, incrudita, in seguito alla deformazione plastica subita nell'urto dell'esplosione.
- Due provini, precedentemente sottoposti ad una prova di fatica termica, sono stati caratterizzati: la microstruttura del rame, anche all'interfaccia, non ne risulta significativamente alterata, anzi, sembra che l'aumento della temperatura durante la prova abbia avuto un effetto di rilassamento delle tensioni interne che ha prevaricato gli effetti della fatica, negativi per la sopravvivenza della saldatura.
- Non è stato possibile analizzare la microstruttura del molibdeno, ma è stato confermato dalle prove che il suo comportamento fragile a temperatura ambiente può favorire il propagare di cricche le quali possono arrivare a produrre delaminazioni nel molibdeno stesso.

L'interfaccia, dunque, risulta resistente per almeno 15000 cicli di scariche; ulteriori prove verranno svolte presso la *test facility* GLADIS, in Germania, per indagare il comportamento della saldatura qualora sottoposta ad elevati stress di natura termica su aree più estese dell'interfaccia, in una configurazione più simile alle condizioni che incontrerà il Plasma Driver Plate all'interno di MITICA.

Riferimenti bibliografici

- [1] ITER, [Online]. Available: <http://www.iter.org>.
- [2] M. Pavei, *Studies, analyses , available materials and technologies for plasma facing components - Applications and future improvements for Negative Ion Sources of Neutral Beam Injectors*, 2011.
- [3] G. R. Cowan, J. J. Douglass e A. H. Holtzman, «Explosive Bonding». USA Brevetto 3.137.937, 23 Giugno 1964.
- [4] S. Yano, H. Matsui and S. Morozumi, "Structural observations of the interface of explosion-bonded Mo/Cu system," *Journal of Material Science*, vol. 33, p. 4857 – 4865, 1998.
- [5] G. R. Cowan, O. R. Bergmann and A. H. Holtzman, "Mechanism of Bond Zone Wave Formation," *Metallurgical Transaction*, vol. 2, pp. 3145-3155, Novembre 1971.
- [6] G. Paolucci, *Lezioni di Metallurgia*, Vol. %1 di %21.Struttura, proprietà e comportamento dei materiali metallici, Padova, Italia: Libreria Progetto, 2002, pp. 261-281.
- [7] D. Cutter, "What you can do with Explosion Welding," *Welding Journal*, pp. 39-43, July 2006.
- [8] R. Caron, R. Barth and D. Tyler, "Metallography and Microstructures of Copper and Its Alloys," in *ASM Handbook*, vol. Metallography and Microstructures, ASM International, 2004, pp. 775-788.
- [9] Struers A/S, [Online]. Available: <http://www.struers.com>.
- [10] PACE Technologies, [Online]. Available: [http://www.metallographic.com/Etchants/Copper alloy etchants.htm](http://www.metallographic.com/Etchants/Copper%20alloy%20etchants.htm).
- [11] P. Manikandan, J. Lee, K. Mizumachi, A. Mori, K. Raghukandan and K. Hokamoto, "Underwater explosive welding of thin tungsten foils and copper," *Journal of Nuclear Materials*, no. 418, p. 281–285, 2011.

Ringraziamenti

A conclusione di questo mio lavoro, vorrei porgere un ringraziamento alle molte persone che mi hanno aiutato durante lo svolgimento del tirocinio.

In primis vorrei ringraziare i miei Tutori, il Dott. Ing. Mauro Pavei e il Dott. Ing. Enrico Miorin, per il supporto costante e la pazienza portata: da loro ho potuto acquisire un metodo di lavoro e sperimentare per la prima volta la quotidianità dell'ingegnere e del ricercatore.

Voglio ringraziare il professor Zambon, che mi ha introdotto all'affascinante universo della metallurgia e mi ha sempre offerto generosamente i suoi consigli, ricchi della sua pluri-decennale esperienza sul campo, e il professor Sonato, che mi ha portato a conoscenza della realtà del Consorzio e ivi mi ha proposto come tirocinante.

Voglio anche ringraziare per la collaborazione il Dott. Tommaso Cavallin, dell'istituto ICIS, il team di ricercatori dell'istituto IENI 2, l'Ing. Samuele Dal Bello e tutti i membri dell'Ufficio Tecnico del consorzio RFX, che mi hanno aiutato e rallegrato la permanenza in un luogo in cui si riescono ad accostare il lavoro proficuo a sereni rapporti umani.

Voglio anche ringraziare calorosamente i miei compagni di corso, senza la cui amicizia sarebbe stato impossibile sopravvivere a questi tre anni nella Facoltà di Ingegneria.

Alla mia famiglia dedico questo sudato scritto: devo loro moltissimo, spero di avere in parte saldato questo debito.

Grazie.

Matteo Cavasin