

POLITECNICO DI MILANO

Facoltà di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea in
Ingegneria Meccanica



Caratterizzazione di schiume metalliche a pori aperti in acciaio *dual phase*

Relatore: Prof. Carlo MAPELLI

Tesi di Laurea di:

Federico BISSI

Matr. 740301

Anno Accademico 2011 - 2012

Per la realizzazione di questa tesi ringrazio:
il Politecnico di Milano che ha messo a disposizione i laboratori;
il Professor Carlo Mapelli per la disponibilità e l'attenzione con cui ha seguito il lavoro;
l'Ing Andrea Gruttadauria per il supporto tecnico alla tesi e i preziosi consigli;
l'Ing. Paolo Rubini per avermi permesso di utilizzare la macchina di prova a trazione nei laboratori di Ingegneria Aerospaziale;
l'Ing. Davide Mombelli per tutto il prezioso aiuto dato durante lo svolgimento del lavoro;
la ASO Siderurgica per avermi dato la possibilità di utilizzare il forno per le prove di colata;
la FGS Fonderia, nello specifico l'Ing. Eugenio Longaretti per aver realizzato la colata a cera persa delle schiume di prova;
l'I.I.S. G. Galilei di Crema per avermi consentito di utilizzare l'officina meccanica e per avermi permesso di lavorare e nel contempo completare la tesi;
i Sigg. Piero Pellin e Maurizio Pardi per il supporto tecnico durante le analisi EBSD;
tutto lo staff dei laboratori CLAS per il supporto tecnico nell'utilizzo dei macchinari nei laboratori;
tutti i Docenti ed i Dottorandi della Sezione di Materiali per Applicazioni Meccaniche del Dipartimento di Meccanica, per avermi supportato in questi mesi;
mia cugina Valeria per il prezioso aiuto nella revisione linguistica del lavoro.
Ringrazio i miei Familiari ed i miei Amici per avermi sostenuto durante il percorso di studi.

Indice Generale

Elenco delle figure

Elenco delle tabelle

Sommario	1
Obiettivi dello studio	2
1 Le schiume metalliche	3
1.1 Descrizione delle schiume metalliche.....	3
1.2 Campi di applicazione delle schiume	4
1.3 Metodi di produzione.....	5
1.3.1 Processi da metallo in fase di vapore.....	6
1.3.2 Processi da metallo allo stato liquido	7
1.3.3 Processi da polveri metalliche allo stato solido	13
1.4 Considerazioni sui metodi produttivi.....	17
2 Descrizione della metodologia sperimentale	20
2.1 Presentazione della tecnica di colata a cera persa per la produzione di schiume metalliche a cavità sferiche	20
2.1.1 Creazione del modello in cera.....	21
2.1.2 Ricopertura del modello in materiale ceramico	22
2.1.3 Analisi dei risultati produttivi	23
2.1.4 Possibili miglioramenti di processo.....	23
2.2 Il processo di produzione DUOCELL [®] <i>process</i> e la produzione di schiume in acciaio <i>dual phase</i>	25
2.2.1 Il modello ceramico	25
2.2.2 Scelta del modello.....	26
2.2.3 Fusione e colata dell'acciaio.....	27
2.3 Gli acciai <i>dual phase</i>	28
2.3.1 Proprietà meccaniche.....	30
2.3.2 Analisi del materiale di partenza	32
2.4 Analisi del getto	33
2.5 Trattamento termico.....	34
2.5.1 Trattamento termico di ricottura	34

2.5.2	Trattamento termico di tempra intercritica	35
2.5.3	Dati sul trattamento di tempra intercritica	36
2.6	Preparazione dei campioni.....	38
2.7	Eliminazione della forma ceramica	38
2.7.1	Dissoluzione in acido fluoridrico.....	38
3	Esecuzione delle analisi	40
3.1	Caratterizzazione metallurgica	40
3.1.1	Analisi microstrutturale	40
3.1.2	Analisi morfologica.....	41
3.2	Caratterizzazione meccanica.....	43
3.2.1	Prova di compressione monoassiale	43
3.3	Prove di microdurezza	44
3.4	Microscopio a scansione elettronica (SEM)	46
3.4.1	Analisi della tessitura.....	48
4	Analisi dei risultati	52
4.1	Caratterizzazione metallurgica	52
4.2	Analisi morfologica	55
4.3	Caratterizzazione meccanica.....	56
4.4	Prove di microdurezza	59
4.5	Risultati analisi EBSD sulle schiume	61
4.6.	Osservazioni conclusive	65
	Conclusioni	67
	Bibliografia	68

Elenco delle Figure

1.1	Potenziati campi di applicazione per schiume metalliche in funzione del tipo di interconnessione che le caratterizza	4
1.2	Classificazione degli attuali metodi per la produzione di schiume metalliche	6
1.3	Illustrazione schematica di un processo CVD per la fabbricazione di schiume di Ni a pori aperti	7
1.4	Schema per la produzione di schiuma di Al mediante insufflaggio di gas in fuso metallico	8
1.5	Stadi nel processo di produzione di schiuma di Al per decomposizione di un agente schiumante nel fuso metallico.....	9
1.6	Metodo di produzione di schiume metalliche basato su colata di metallo liquido in preforma polimerica.....	10
1.7	a) un letto di particelle solubili (NaCl) è infiltrato da metallo liquido (lega di Al); b) le particelle vengono dissolte in un opportuno solvente (acqua), generando una struttura con porosità aperta.....	11
1.8	Diagramma di fase binario metallo-H ₂ caratterizzato da una trasformazione eutettica.....	11
1.9	a) schema del processo produttivo; b) materiale cellulare finale (GASAR).....	12
1.10	Sequenza delle fasi della metallurgia delle polveri necessarie per creare schiume metalliche mediante decomposizione di agenti schiumanti in metallo semi-solido	14
1.11	Schema di processo per la produzione di compositi a <i>sandwich</i> in lega di Ti con <i>core</i> costituito da schiuma metallica	15
1.12	a) produzione delle sfere cave di partenza; b) riscaldamento per la metallizzazione delle sfere e per la creazione della schiuma, caratterizzata da celle sia aperte sia chiuse.....	16
1.13	Intervalli di densità relative e di dimensioni di cella per diversi metodi di fabbricazione di schiume metalliche.. ..	18
2.1	Sale utilizzato per creare il modello in cera.. ..	21
2.2	Modelli in cera delle schiume.....	21
2.3	Sezione dei modelli in cera delle schiume.. ..	22
2.4	Grappoli pronti per la colata.....	22

2.5	Schiume metalliche..	23
2.6	Disomogeneità di riempimento della schiuma..	24
2.7	Esempi di filtri <i>Vakupor</i> [®] <i>S</i> con differenti porosità.....	26
2.8	Preparazione della lingottiera con la matrice ceramica <i>Vukopor</i> [®] <i>S</i>	27
2.9	Forno elettrico ad induzione utilizzato per la produzione di schiume.....	27
2.10	Lingotti..	28
2.11	Micrografia di un acciaio <i>dual phase</i> attaccato con Nital 5% 10s; la fase chiara è la ferrite la fase scura è la martensite: a) ingrandimento 50X; b) ingrandimento 200X.....	29
2.12	Componenti di una scocca automobilistica realizzate in acciaio <i>dual phase</i>	30
2.13	Grafico sforzi-deformazioni qualitativo che compara varie classi di acciai.....	31
2.14	Esempio di ciclo termico e curva di Bain.....	35
2.15	Esempio di ciclo termico di tempra intercritica con riferimento al diagramma Fe-C.....	35
2.16	Diagramma schematico di un procedimento di tempra intercritica industriale.....	36
2.17	Grafico che mette in relazione la creazione delle fasi in rapporto alla temperatura.....	37
2.18	Fase di lavorazione: alla fresa nell'immagine a sinistra; schiume finite nell'immagine a destra..	37
3.1	a) Microscopio ottico; b) Lucidatrice per metallografia.....	41
3.2	a) Superficie trattata con la tintura di contrasto; b) Superficie preparata per l'elaborazione <i>software</i>	42
3.3	Raffigurazione degli <i>step</i> di compressione delle schiume: a) non compressa, dove la freccia in giallo indica la quota L0, b) compressione 10%, c) compressione 30%, d) compressione 50%.....	44
3.4	a) Macchina oleodinamica MTS [®] 810: carico massimo 250kN; b) Fase di carico di una schiuma 20 PPI.....	44
3.5	Microdurometro FM700 Tecmet [®]	45
3.6	a) Schema di funzionamento della prova Vickers; b) Impronta lasciata da un penetratore Vickers.....	45
3.7	Schema esemplificativo di funzionamento del microscopio SEM; postazione equipaggiata con SEM.....	46
3.8	Posizionamento del provino rispetto alla sonda EBSD.....	47

3.9	a) Zona denominata isola; b) zona denominata legamento..	48
3.10	a) Rappresentazione delle direzioni sul campione di schiuma b) Figura polare inversa dall'analisi della martensite di un campione in acciaio al vanadio laminato a 1050°C..	49
3.11	Figura polare riferita al piano {100} ottenute dall'analisi della martensite di un campione di acciaio al vanadio laminato a 1050°C..	50
3.12	Rappresentazione della distribuzione ODF per acciaio al vanadio laminato a 1050°C (relativa alla martensite)	51
3.13	a) Area di interesse sulla superficie del campione in schiuma metallica; b) "phase map" realizzata a seguito dell'analisi della superficie rappresentata nella precedente figura..	51
4.1	Micrografia eseguita su una schiuma 20 PPI ricotta attacco Nital 5% 10s..	52
4.2	Micrografie schiume attacco Nital 5% 10s non compresse a) 10 PPI; b) 20 PPI; c) 30 PPI..	53
4.3	Schiuma 20 PPI attacco Nital 5% 10s 25X: a) schiuma indeformata; b) schiuma deformata 10%; c) schiuma deformata 30%; d) schiuma deformata 50%..	54
4.4	Schiuma 10 PPI attacco Nital 5% 10s 100X compressione 50%..	54
4.5	Densità relativa in funzione della percentuale di deformazione..	55
4.6	Schiuma 10 PPI test di compressione..	56
4.7	Schiuma 20 PPI test di compressione..	57
4.8	Schiuma 30 PPI test di compressione..	57
4.9	Micrografia di una schiuma 20PPI (25X) compressa al 30%: si nota come la ferrite nel legamento si sia deformata..	58
4.10	Schiuma da 30 PPI: la freccia rossa indica la zona in cui la schiuma si è ripiegata, la freccia verde la direzione di applicazione del carico..	58
4.11	Variazione delle microdurezze della fase martensitica..	60
4.12	Variazione delle microdurezze della fase ferritica..	61
4.13	Nessuna compressione 10 PPI zona "legamento"; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse..	62
4.14	Nessuna compressione 10 PPI zona "isola"; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse..	62
4.15	Compressione 10 % 10 PPI zona "legamento"; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse..	63

4.16	Compressione 10 % 10 PPI zona “isola”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse..	63
4.17	Compressione 10% 20 PPI zona “legamento”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse..	63
4.18	Compressione 10% 20 PPI zona “isola”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse..	63
4.19	Compressione 30% 20 PPI zona “isola”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse..	64
4.20	Nessuna compressione 10 PPI zona “legamento”; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1)..	64
4.21	Compressione 10% 10 PPI zona “legamento”; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1)..	65
4.22	Compressione 30% 10 PPI zona “isola”; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1)..	65
4.23	Compressione 30% 10 PPI zona “isola”; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1)..	65

Elenco delle Tabelle

1.1	Possibili applicazioni delle schiume metalliche collegate alla proprietà di interesse posseduta da questi materiali.....	5
2.1	Composizione chimica di alcuni tipi di acciaio <i>dual phase</i>	31
2.2	Caratteristiche meccaniche degli acciai <i>dual phase</i>	32
2.3	Composizione chimica (% in peso) DC-1200-YP.....	33
2.4	Caratteristiche meccaniche DC-1200-YP.....	33
2.5	Composizione chimica (% in peso) DC-1200-YP** dei campioni.....	34
2.6	Analisi dei punti critici del DC-1200-YP** tramite DSC.....	34
4.1	Percentuale di martensite dispersa nella matrice ferritica	53
4.2	Riassunto dati densità relativa delle schiume	55
4.3	Risultati di microdurezza ottenuti su una schiuma 20 PPI ricotta.....	59
4.4	Risultati delle prove di microdurezza ottenuti sulle schiume dopo tempra intercritica.....	59

Sommario

Le schiume metalliche sono una particolare classe di materiali che presentano una caratteristica struttura cellulare costituita da un'alternanza di parti vuote e parti piene. Tali materiali risultano essere di particolare interesse per le applicazioni ingegneristiche avanzate. La presente tesi propone una ipotesi di soluzione di produzione alternativa (colata a cera persa) rispetto a quella precedentemente adottata (*DUOCELL*[®] *Process*) nella produzione delle schiume in acciaio *dual phase*. Lo studio propone inoltre a valle di una prima caratterizzazione metallurgica e meccanica lo studio della deformazione della schiuma, tramite analisi EBSD, che permette un'accurata ricostruzione dello stato di deformazione.

Parole chiave: Schiume metalliche, acciaio *dual phase*, analisi EBSD, *DUOCELL*[®] *Process*, colata a cera persa.

Abstract

Metal foams are particular class of materials that exhibit a characteristic cellular. These materials are in interesting to advanced engineering applications. This work proposes an alternative production method (lost wax casting) than that previously adopted (*DUOCELL*[®] *Process*) in the foams production with *dual phase* steel. The study proposes a first metallurgical and mechanical characterization, then characterization about foams deformation, by EBSD analysis, which allows an accurate deformation reconstruction.

Keywords: Metal foams, *dual phase* seel, EBSD analysis, *DUOCELL*[®] *Process*, lost wax casting.

Obiettivi dello studio

Lo scopo del lavoro che verrà presentato nei prossimi capitoli è la caratterizzazione delle schiume metalliche in acciaio *dual phase*, nonché lo sviluppo di un processo produttivo alternativo per la creazione di schiume a celle aperte con cavità sferiche.

La caratterizzazione comprenderà un'analisi:

- **microstrutturale**, attraverso l'analisi della superficie dei campioni al microscopio ottico (previo attacco micrografico);
- **crystallografica**, investigando la presenza di orientazioni preferenziali dei grani cristallini (tessiture) mediante tecnica EBSD (*electron back-scattered diffraction*);
- **fisica**, mediante *software* per l'analisi delle immagini per determinare proprietà quali la densità relativa, il tasso di densificazione e la frazione di fasi presente;
- **meccanica**, attuando prove di compressione uniassiale e prove di microdurezza su campioni di schiuma normati.

Capitolo 1

Le schiume metalliche

1.1 Descrizione delle schiume metalliche

Le schiume metalliche sono una classe di materiali porosi che presentano particolari proprietà fisiche, meccaniche, termiche e acustiche. Esse sono caratterizzate da una struttura cellulare con bassa densità relativa e presentano alcune caratteristiche interessanti, quali alta resistenza in rapporto alla densità, elevata area superficiale, rigidità, elevata capacità di assorbimento e di smorzamento delle vibrazioni. Grazie a queste proprietà, le schiume metalliche possono trovare svariate applicazioni in campo meccanico e non solo.

Oltre che dal metallo costitutivo e dalla tecnica produttiva impiegata, il rendimento meccanico di questi materiali è fortemente influenzato da alcuni parametri che caratterizzano la morfologia della schiuma.

Essi sono:

- densità relativa;
- dimensione e la forma della cella;
- spessore delle pareti che racchiudono le celle;
- tipo di interconnessione tra i pori.

La densità relativa viene calcolata come ρ^*/ρ_s (dove ρ^* è la densità della schiuma, che viene divisa per la densità del metallo solido costituente le pareti di cella ρ_s); la connessione tra le porosità determina la classificazione in schiume a celle aperte o a celle chiuse. Nel caso delle celle chiuse, i pori che si formano risultano separati gli uni dagli altri attraverso sottili membrane metalliche; nel caso invece delle celle aperte, la struttura risulta costituita da un reticolo di elementi lineari metallici nel quale i pori sono collegati gli uni agli altri. In quest'ultimo caso, è possibile far scorrere un fluido, liquido o gassoso, all'interno del materiale stesso.

Di regola la schiuma presenta un unico tipo di interconnessione, dipendente dalla tecnologia di produzione.

La distorsione e la variazione di spessore delle pareti di cella, la disuniformità nelle dimensioni e nelle forma delle cavità conducono ad anomalie o anisotropie del comportamento meccanico. In queste condizioni, la previsione del comportamento del componente in esercizio e a frattura diventa problematica [1,2,3].

1.2 Campi di applicazione delle schiume

La morfologia delle celle influenza in maniera significativa l'impiego di una schiuma metallica (figura 1.1). A seconda che la struttura della schiuma sia a celle chiuse oppure a celle aperte, si va da applicazioni di natura strutturale ("core" per componenti strutturali o assorbitori di energia ecc.) ad applicazioni funzionali (supporti catalitici o scambiatori termici ecc.) [1,2,3].

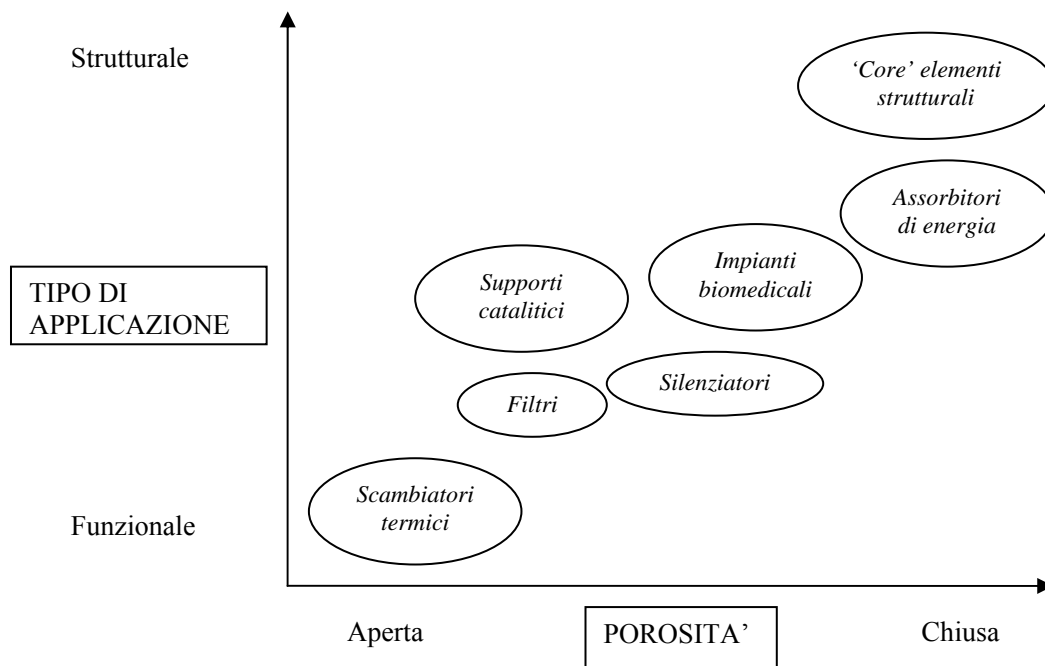


Figura 1.1: Potenziali campi di applicazione per schiume metalliche in funzione del tipo di interconnessione che le caratterizza.

Le schiume metalliche a celle aperte costituiscono un materiale interessante per l'insieme delle loro proprietà sia in ambito funzionale che, in parte, in ambito strutturale, dove interessanti sono le loro prestazioni meccaniche. È bene comunque sottolineare il fatto che, sebbene in teoria le schiume a celle chiuse siano materiali con prestazioni strutturali più elevate rispetto alle schiume a celle aperte, nella realtà industriale applicativa, e a causa delle tecniche di produzione, le caratteristiche meccaniche di entrambi i materiali (a parità di densità apparente) sono pressoché equivalenti. Il vantaggio dell'utilizzo delle schiume metalliche consiste nel fatto che esse uniscono le proprietà fisiche, chimiche e meccaniche del materiale metallico costituente, alla leggerezza e alla rigidità. Combinando opportunamente queste caratteristiche in funzione dell'applicazione di interesse, ad esempio modificando la struttura della schiuma stessa, è possibile ottenere componenti alternativi ai convenzionali materiali

compatti. Le applicazioni principali e le relative proprietà rilevanti vengono riassunte dalla tabella 1.1.

Tabella 1.1: Possibili applicazioni delle schiume metalliche collegate alla proprietà di interesse posseduta da questi materiali.

Applicazioni	Proprietà
strutture a basso peso	eccellente resistenza a carico in flessione e a compressione
'core' di compositi a <i>sandwich</i>	bassa densità, buona resistenza a taglio e a frattura
smorzamento meccanico	maggiore dei metalli compatti fino a un fattore 10
assorbimento acustico	alta capacità di assorbimento di vibrazioni
scambiatori di calore	schiume a celle aperte possiedono un'elevata area di scambio e alta conduttività per le pareti
elettrodi	elevato rapporto superficie/volume

1.3 Metodi di produzione

Le proprietà di una schiuma metallica dipendono dalle proprietà del metallo costitutivo, dalla densità relativa e dalla tipologia delle celle (celle aperte o chiuse, dimensione, geometria, ecc.), quindi dal processo produttivo posto in essere per ottenerla.

Esistono tre grandi categorie di processi di produzione (figura 1.2):

- processi da fase vapore;
- solidificazione da liquido;
- sinterizzazione da polveri metalliche.

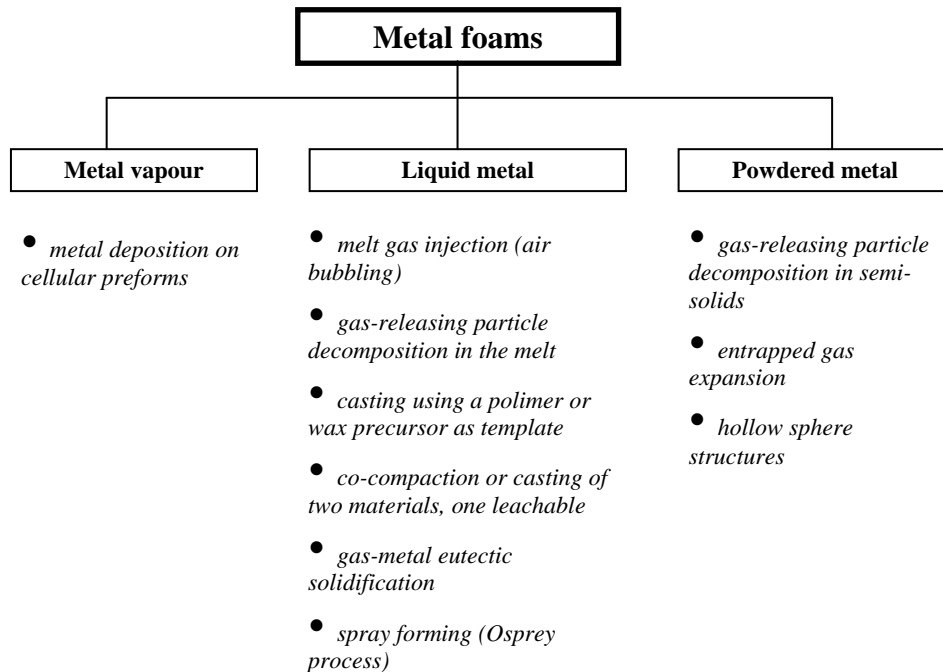


Figura 1.2: Classificazione degli attuali metodi per la produzione di schiume metalliche.

Alcuni dei processi schematizzati in figura 1.2 sono già stati implementati industrialmente, mentre molti altri si trovano ancora in fase sperimentale.

I prodotti ottenibili differiscono considerevolmente in qualità e in prezzo, il quale può variare da un minimo di circa 7 \$/kg a un massimo di circa 12000 \$/kg [1,2].

Di seguito vengono presentati alcuni processi produttivi che consentono di ottenere schiume metalliche. Non tutti i processi presentati risultano compatibili con la produzione di schiume in acciaio, alcuni per il costo elevato, altri per le incompatibilità tecnologiche di processo.

1.3.1 Processi da metallo in fase vapore

Deposizione metallica su preforma polimerica [1,2]

Per la costruzione di schiume metalliche a celle aperte sono utilizzate sagome in materiale polimerico dove il metallo viene depositato tramite il processo di deposizione chimica da fase vapore (CVD). Questo processo è utilizzato soprattutto per manufatti in nichel (figura 1.3). I costi del processo di deposizione chimica sono considerevoli e pertanto antieconomici per la costruzione di schiume in acciaio. Il nichel depositato sulla sagoma polimerica funge da barriera termica per la sagoma stessa.

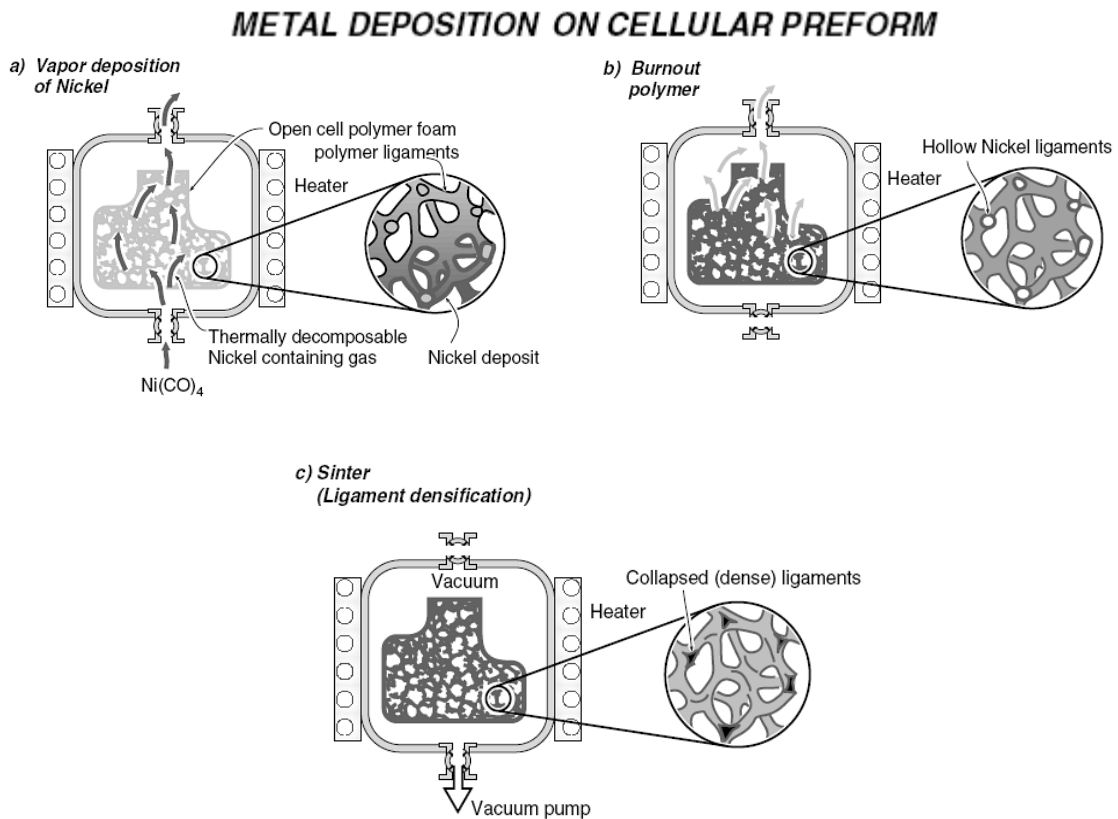


Figura 1.3: Illustrazione schematica di un processo CVD per la fabbricazione di schiume di Ni a pori aperti.

1.3.2 Processi da metallo allo stato liquido

Insufflaggio di gas in un bagno di metallo fuso [1,2]

Difficilmente i metalli liquidi possono essere trasformati in schiume attraverso l'insufflaggio di gas al loro interno, infatti la solidificazione del liquido attorno alle pareti delle bolle avverrebbe troppo rapidamente perché la schiuma ottenuta rimanga stabile senza collassare durante l'estrazione. Viene pertanto aggiunta nel bagno fuso una quantità variabile tra il 10% e il 30% di impurità insolubili, allumina o carburo di silicio, che aumentano la viscosità del metallo fuso.

Esistono diverse varianti di questo metodo, implementate per la produzione di schiume in lega di alluminio.

Per ottenere l'espansione delle cavità della schiuma sono utilizzati vari gas: l'aria è il più usato, in alternativa anche l'anidride carbonica, l'ossigeno o i gas inerti possono essere insufflati all'interno del bagno di alluminio per creare le bolle.

Le bolle risalgono il bagno e grazie all'azione dei rulli che raffreddano la massa metallica, si ottengono sia la solidificazione della lega metallica che la formazione delle cavità (figura 1.4).

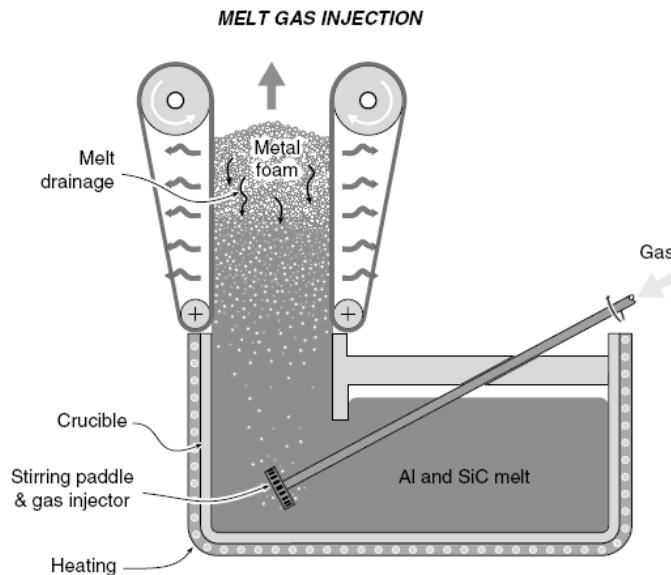


Figura 1.4: Schema per la produzione di schiuma di Al mediante insufflaggio di gas in fuso metallico.

Decomposizione di agenti schiumogeni in un bagno di metallo fuso [1,2]

Le leghe metalliche possono essere schiumate miscelando nel fuso un agente schiumogeno che rilascia gas quando riscaldato. Il più usato nella tecnologia dell'alluminio è l'idruro di titanio, che si inizia a decomporre in titanio e idrogeno gassoso alla temperatura di 465°C. Durante la decomposizione elevati volumi di idrogeno gassoso si sviluppano, creando le bolle che produrranno i pori nella schiuma (a celle chiuse).

Come nel metodo precedente è necessaria un'elevata viscosità affinché, durante la solidificazione, la schiuma non collassi.

Il processo, schematizzato nella figura 1.5, inizia con la stabilizzazione dell'alluminio fuso ad una temperatura di circa 680°C. La viscosità viene incrementata con aggiunte dell'ordine del 1-2% di calcio che rapidamente si ossida e forma particelle di CaO e CaAl₂O₄ finemente disperse (figura 1.5a). L'agente schiumogeno TiH₂ è quindi aggiunto in quantità dell'1-2% sotto forma di particelle di diametro 5-20 μm (figura 1.5b) e si decompone producendo gas, in un intervallo di tempo di circa 10 minuti (figura 1.5c). Al termine della reazione il fuso schiumato viene raffreddato, affinché la solidificazione avvenga prima che le bolle di idrogeno possano coalescere o collassare (figura 1.5d).

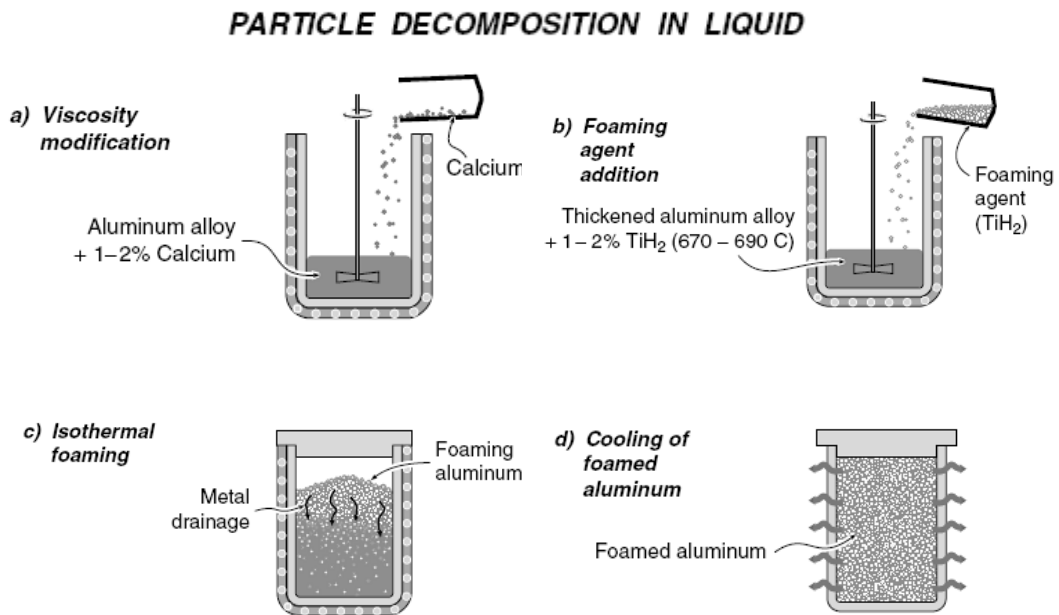


Figura 1.5: Stadi nel processo di produzione di schiuma di Al per decomposizione di un agente schiumante nel fuso metallico.

La frazione in volume di calcio e di idruro di titanio determina la densità relativa e le dimensioni della cella, in combinazione con le condizioni di raffreddamento. Possono essere raggiunte densità relative comprese tra 0,2 e 0,07 e i diametri di cella possono variare tra 0,5 e 5 mm.

Il principale svantaggio è che questa tecnologia si può applicare solo con leghe di alluminio, poiché l'idrogeno infragilisce molti metalli e perché la decomposizione dell'idruro di titanio avviene troppo rapidamente in leghe a più alto punto di fusione.

La ricerca di alternativi agenti schiumanti (carbonati, nitrati) con maggiori temperature di decomposizione offre la prospettiva di ampliare questo metodo per processare acciai e leghe a base di nichel.

Colata su una sagoma di polimero o cera [1,2]

Schiume polimeriche a celle aperte, con una bassa densità relativa e con una grande uniformità, sono facilmente ottenibili da molti processi tecnologici. Esse possono essere usate come sagome per creare degli stampi ceramici in cui colare molti tipi di metalli e leghe.

Come schematizzato nella figura 1.6, viene innanzitutto selezionata una schiuma polimerica, in base alla dimensione delle celle e alla densità relativa, la quale è poi inserita in uno stampo (figura 1.6a). Il polimero è in seguito ricoperto con una sostanza ceramica la quale viene successivamente essiccata ed indurita ad

alte temperature, lasciando decomporre per evaporazione il polimero (figura 1.6b). Si ottiene così uno stampo ceramico, con l'impronta in negativo della schiuma polimerica, all'interno del quale viene colato il metallo liquido. Per favorire l'infiltrazione viene applicata una leggera pressione che, se non tenuta sotto controllo, può danneggiare lo stampo rilasciando parti ceramiche nel metallo (figura 1.6c). Dopo un raffreddamento con solidificazione direzionale, viene rimosso meccanicamente il materiale ceramico, rilasciando il metallo che riproduce la medesima geometria della schiuma polimerica (figura 1.6d).

Questa tecnica permette di produrre schiume metalliche a celle aperte con diametri dei pori di circa 1-5 mm e densità relative intorno allo 0,05 e teoricamente è adattabile a qualsiasi tipo di materiale metallico, purché in appropriata combinazione polimero-ceramico-metallo.

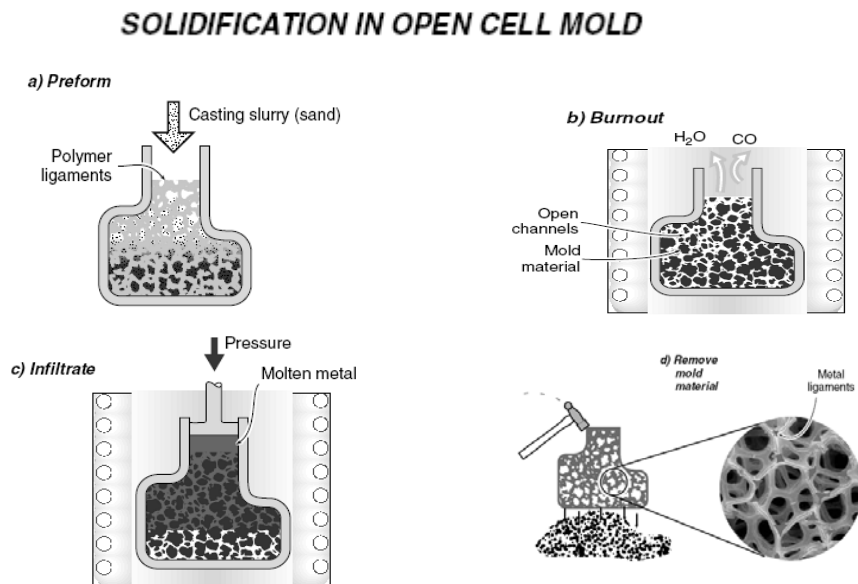


Figura 1.6: Metodo di produzione di schiume metalliche basato su colata di metallo liquido in preforma polimerica.

Compattazione o colata di due materiali di cui uno solubile [1,2]

Due polveri, entrambe con frazione volumetrica superiore al 25 %, vengono mischiate e compattate ad alta temperatura, per formare strutture bifasiche interconnesse fra loro. Dopo la consolidazione, una delle due fasi viene rimossa tramite un opportuno solvente. Schiume prodotte mescolando leghe di alluminio con cloruro di sodio hanno dato risultati soddisfacenti, in quanto presentavano strutture generalmente uniformi. In questo caso come solvente per NaCl è possibile usare acqua pura, come illustrato nella figura 1.7.

Un processo alternativo, ma strettamente collegato al precedente, consiste nel far infiltrare il metallo liquido in un letto di particelle in grado di resistere all'elevata temperatura del metallo fuso (es. particelle ceramiche come silice

gel) e che siano poi solubili in un opportuno solvente (figura 1.7a). È possibile applicare un'adeguata pressione per migliorare l'infiltrazione. Dopo la solidificazione, il pezzo viene immerso in una soluzione in grado di eliminare le particelle, ottenendo così una schiuma metallica a celle aperte con elevata uniformità (figura 1.7b).

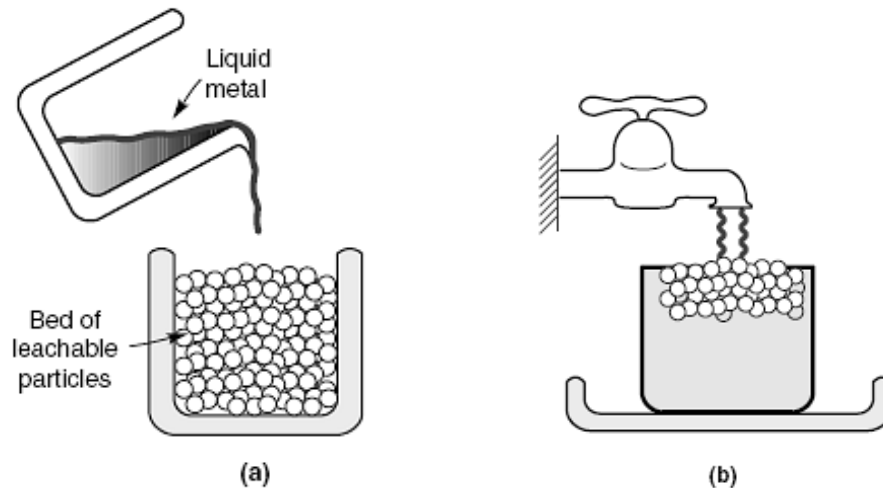


Figura 1.7: a) un letto di particelle solubili (NaCl) è infiltrato da metallo liquido (lega di Al); b) le particelle vengono dissolte in un opportuno solvente (acqua), generando una struttura con porosità aperta.

Questa tecnica è limitata alla produzione di materiali a bassa densità relativa compresa tra 0,3 e 0,5. La dimensione delle celle dipende dal diametro delle particelle usate e si aggira in un *range* di 10 μm -10 mm. La forma delle celle, nelle schiume ottenute con questo metodo, differisce notevolmente da quella ottenuta a partire dagli altri metodi produttivi e dipende quasi esclusivamente dalla forma delle particelle solubili di partenza.

Solidificazione gas-metallo all'eutettico [1,2]

Numerosi metalli come Al, Be, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn e Ni, legati con idrogeno, presentano una trasformazione eutettica nel diagramma di stato (figura 1.8a).

a) Metal - Hydrogen binary phase diagram

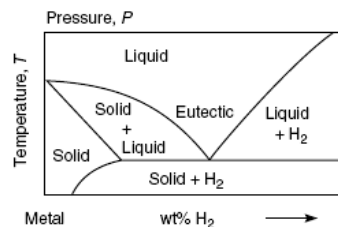


Figura 1.8: Diagramma di fase binario metallo-H₂ caratterizzato da una trasformazione eutettica.

Da queste leghe si possono ottenere schiume metalliche mediante il seguente processo: esse vengono fuse, saturate con idrogeno sotto pressione ed infine solidificate sotto raffreddamento direzionale, riducendo progressivamente la pressione. Durante la solidificazione l'idrogeno, prodotto a seguito della trasformazione eutettica, crea porosità nel metallo.

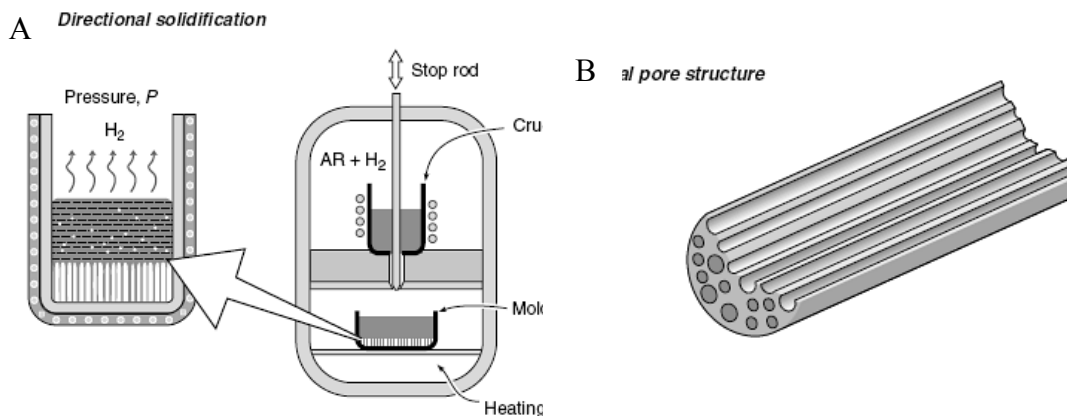


Figura 1.9: a) schema del processo produttivo; b) materiale cellulare finale (GASAR).

Come illustrato nella figura 1.9a, il metallo, con una pressione appropriata di idrogeno (solitamente 5-10 atmosfere), viene fuso in una fornace, dotata di meccanismo di controllo della pressione e poi colato in uno stampo dove avviene la solidificazione all'eutettico. Il risultato della reazione eutettica è una schiuma metallica con una porosità ragionevolmente alta (anche sopra il 30 % in volume).

La chimica del processo dipende molto dalla pressione di idrogeno e dalla velocità di raffreddamento; la modulazione di questi due parametri di processo è molto difficile e vengono ottenute schiume con diverse orientazioni dei pori e sensibili variazioni di frazione in volume delle porosità. Inoltre bisogna tenere in considerazione che l'idrogeno è nocivo per molti metalli e ciò limita il campo di applicazione di questa tecnologia.

I materiali cellulari ottenuti con questa tecnologia, denominati "Gasars materials" (figura 1.9b), si trovano tuttora in fase sperimentale.

Metodo Spray [1,2]

Mediante questo metodo possono essere processati vari tipi di metalli e leghe. Il fuso metallico viene atomizzato in continuo e viene generata una nube di piccolissime particelle liquide (*spray*) che sono dirette ad altissima velocità contro un substrato. Le goccioline si raccolgono sul substrato dove cresce un deposito di densità variabile che via via assume la forma desiderata (billetta, foglio, tubo...), mediante una corretta scelta dei parametri di processo. Anche una

schiuma metallica può essere ottenuta, attraverso l'iniezione di polveri (ossidi, carburi o metalli puri) nello *spray*: esse sono incorporate in modo variabile nella nube di gocce metalliche, a seconda della bagnabilità che presentano rispetto al metallo base. Poiché le polveri iniettate si decompongono al contatto col substrato, generando elevati volumi di gas, possono generare delle porosità. Questo effetto, solitamente indesiderato nella produzione di manufatti metallici via *spray*, è alla base dell'ottenimento di schiume.

Studi sperimentali hanno investigato la formazione di porosità in leghe Cu-Sn mediante iniezione di carbonato di bario e in acciai al carbonio mediante iniezione di ossido di silicio. Le porosità ottenute in questo modo possono raggiungere valori del 60%, ma presentano gravi carenze di uniformità e una morfologia irregolare.

1.3.3 Processi da polveri metalliche allo stato solido

Decomposizione di agenti schiumogeni in metalli semi-solidi [1,2]

Gli agenti schiumogeni possono essere introdotti nel metallo direttamente allo stato solido, mescolandoli alle polveri metalliche e consolidando la miscela ottenuta.

Per quanto riguarda le schiume di alluminio, il composto chimico usato come schiumogeno è l'idruro di titanio (TiH_2), che inizia la propria decomposizione a $465^\circ C$, temperatura ben inferiore al punto di fusione delle leghe di alluminio ($660^\circ C$ circa). Ciò porta alla possibilità di creare una schiuma di alluminio mediante la metallurgia delle polveri, disperdendo il TiH_2 nel metallo solido ed elevando la temperatura per consentire il rilascio di gas che conduce alla formazione e crescita di bolle e la parziale o totale fusione della miscela. Il successivo raffreddamento stabilizza poi la schiuma.

La sequenza di trattamento ha inizio combinando le particelle dell'agente schiumante (TiH_2) con la polvere metallica in lega di Al (figura 1.10a). Dopo lo stadio di miscelazione, la polvere viene compattata a freddo e viene ricavato mediante estrusione il prodotto di interesse, barra o piatto (figura 1.10b). Questo materiale precursore viene successivamente sottoposto a taglio: i pezzi ottenuti sono posti in uno stampo sagomato all'interno del quale la temperatura viene innalzata fino a poco più della temperatura di solidus della lega (figura 1.10c). A causa dell'aumento di temperatura l'agente schiumante si decompone e l'idrogeno gassoso sviluppato crea vuoti con un'alta pressione interna. Questi si espandono nel materiale semi-solido, creando una schiuma che riempie lo stampo (figura 1.10d).

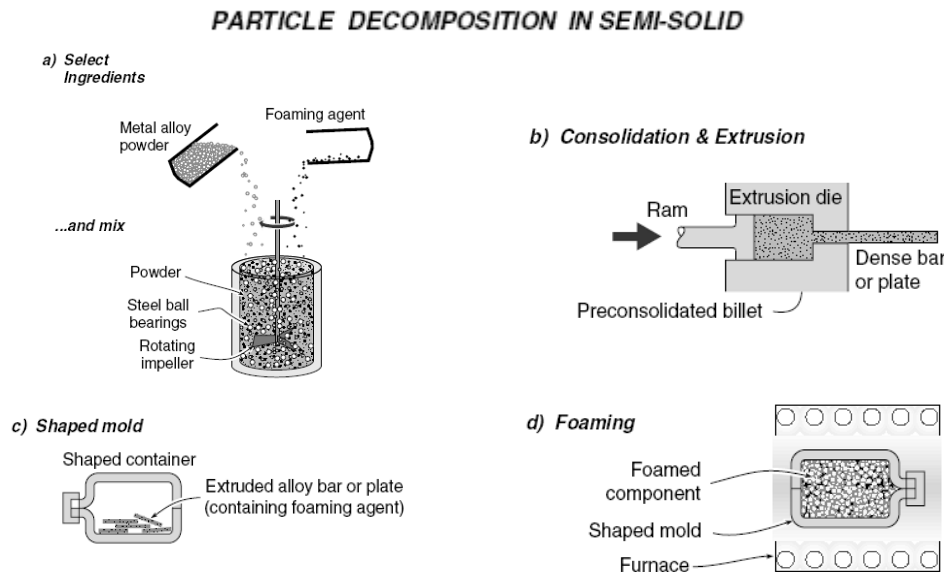


Figura 1.10: Sequenza delle fasi della metallurgia delle polveri necessarie per creare schiume metalliche mediante decomposizione di agenti schiumanti in metallo semi-solido.

La schiuma di alluminio ottenuta con questo processo presenta densità relative che possono raggiungere il valore di 0,08 e pori chiusi il cui diametro varia tra 1 e 5 mm. Un indubbio vantaggio di questa tecnologia è che possono essere ricavati componenti di varie dimensioni e forme, modificando lo stampo. Lo svantaggio principale è il medesimo riscontrato nel processo con agenti schiumogeni aggiunti a un bagno di metallo fuso: possono essere processate in questo modo solo leghe di Al, perché l'idruro di titanio non è compatibile con molte altre leghe, tra cui gli acciai.

Espansione di gas intrappolato [1,2]

Tecniche di metallurgia delle polveri sono state sviluppate per creare strutture caratterizzate da pori di piccole dimensioni contenenti un gas inerte a elevata pressione. Nel momento in cui questi materiali sono successivamente riscaldati, la pressione nei pori aumenta e i vuoti si espandono a causa dello scorrimento del metallo circostante, generando la schiuma.

Il processo è stato messo a punto per creare il *core* in lega di Ti (Ti-6Al-4V) di un composito a *sandwich* destinato a componenti applicati nel settore dell'aviazione.

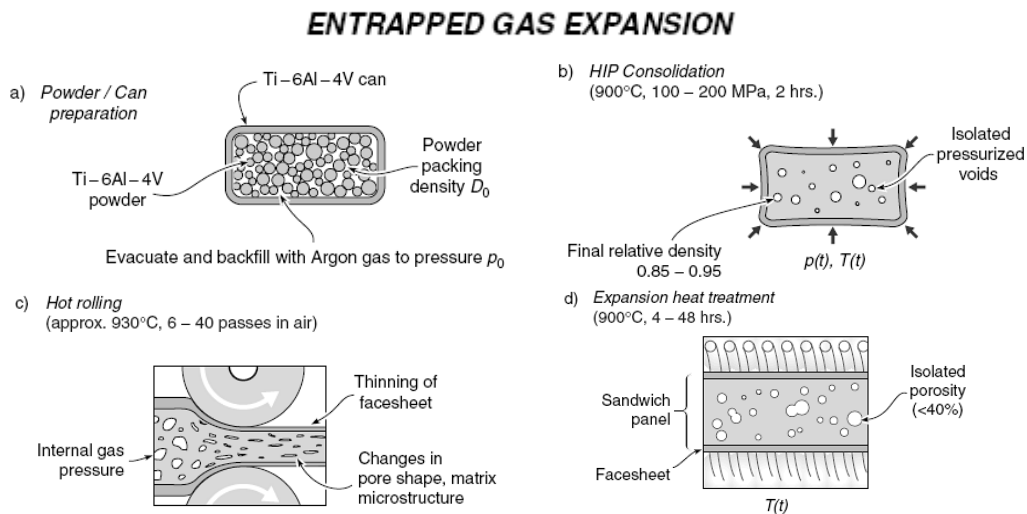


Figura 1.11: Schema di processo per la produzione di compositi a sandwich in lega di Ti con core costituito da schiuma metallica.

Nel processo schematizzato nella figura 1.11 la polvere di Ti-6Al-4V è sigillata all'interno di un involucro cilindrico costituito dalla stessa lega. Dopo aver creato il vuoto all'interno del contenitore, viene insufflato argon alla pressione di circa 0,3-0,5 MPa (figura 1.11a). La miscela polvere metallica - gas nobile viene consolidata, sottoponendo il contenitore ad una elevata pressione isostatica (100-200 MPa) e ad un'alta temperatura (900°C) per un periodo di tempo di circa 2 ore (processo HIP, figura 1.11b). Si ottiene così, nel manufatto, una densità relativa molto elevata (0,9 – 0,98) e una pressione nei vuoti molto alta.

Poiché il numero dei pori nel pezzo è relativamente basso, vengono eseguite successive laminazioni a caldo, per raffinare la struttura e creare una più uniforme distribuzione dei pori. Il trattamento conduce ad un assottigliamento dell'involucro di Ti e ad una deformazione dei vuoti nella direzione di laminazione (figura 1.11c).

Lo stadio finale è l'espansione dei vuoti mediante riscaldamento a 900°C per 20-30 ore (figura 1.11d): la dilatazione delle porosità associata al movimento per scorrimento viscoso del metallo circostante genera la struttura finale del pezzo, caratterizzata da una schiuma a celle chiuse contenuta all'interno di una pelle di Ti compatto.

I componenti ottenuti con questa tecnologia presentano una parte interna (*core*) caratterizzata da frazione di vuoti fino a 0,5 e diametro degli stessi compreso tra 10 e 300 μm . Il principale svantaggio di questa tecnologia risiede nell'elevato costo: il processo HIP e la laminazione a caldo possono essere molto dispendiose.

Sinterizzazione di sfere cave [1,2]

Recentemente sono stati sviluppati diversi approcci allo scopo di ottenere schiume mediante sinterizzazione di sfere cave metalliche; queste sfere sono caratterizzate da un diametro di 0,3-1 mm e densità relativa di circa 0,1. Le particelle cave possono essere poi sinterizzate mediante processi sotto-vuoto o da fase liquida e consolidate tramite processo HIP. Uno di questi approcci, schematizzato in figura 1.12, permette di creare una schiuma di titanio.

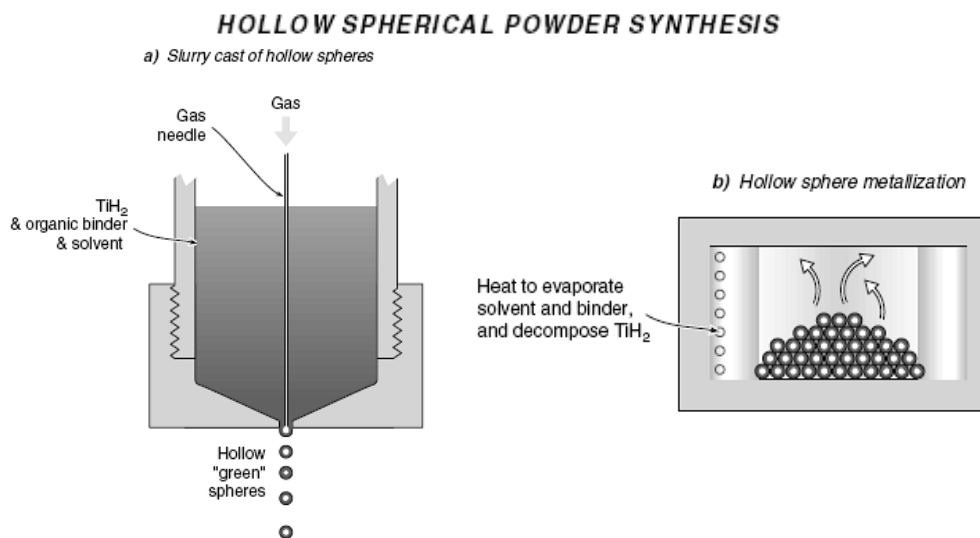


Figura 1.12: a) produzione delle sfere cave di partenza; b) riscaldamento per la metallizzazione delle sfere e per la creazione della schiuma, caratterizzata da celle sia aperte sia chiuse.

Le sfere cave si ottengono per colaggio a partire da una miscela composta da un precursore decomponibile, come l'idruro di titanio, da un legante organico e da solventi (figura 1.12a). Esse sono poi riscaldate allo scopo di indurirle e di far evaporare i solventi e il legante organico. Un successivo aumento di temperatura porta alla decomposizione dell'idruro e alla generazione della schiuma (figura 1.12b). Questo approccio può essere applicato a molti materiali e non è limitato agli idruri: si possono ottenere schiume metalliche anche grazie alla riduzione di vari ossidi.

Il consolidamento delle sfere cave origina una struttura composta sia da celle chiuse sia da celle aperte. La percentuale dei due tipi di porosità e la densità relativa complessiva sono legate alla densità delle sfere di partenza ("green sphere") e alle variabili del processo di sinterizzazione.

Sono raggiungibili densità relative fino a 0,05, mentre il diametro dei pori è molto variabile, da 100 μm fino a diversi millimetri.

1.4 Considerazioni sui metodi produttivi

Nei paragrafi precedenti sono stati descritti alcuni metodi per la produzione di schiume metalliche, per la maggior parte impiegati per la produzione di schiume in leghe di Al e alcune leghe di Ni e di Ti.

Dei vari processi quelli che sembrano compatibili, con opportune modifiche, per la produzione di schiume in acciaio sono sicuramente le tecniche che prevedono di partire dallo stato liquido, e che si basano sull'infiltrazione del metallo in una forma. La ragione principale risiede nella buona colabilità dell'acciaio e nell'elevata conoscenza delle tecniche di fonderia delle leghe Fe – C.

L'ipotesi di utilizzo di processi in fase di vapore (CVD), invece, è stata scartata perché essi non sono convenienti dal punto di vista economico; i manufatti realizzati tramite il processo CVD non sono di interesse per l'impiego nelle applicazioni più comuni in ambito meccanico.

I processi che utilizzano l'espansione di gas intrappolati non sono particolarmente utili nella produzione di schiume in acciaio. È infatti possibile che l'insufflazione di gas all'interno del bagno metallico di acciaio provochi difetti non accettabili nel manufatto finito: l'utilizzo di aria od ossigeno, all'interno del bagno di acciaio, provoca l'ossidazione del bagno stesso, andando a variare la composizione chimica dell'acciaio, e in concentrazioni elevate provocherebbe la creazione di precipitati non metallici (ossidi) all'interno del metallo stesso, compromettendone le caratteristiche meccaniche e l'affidabilità.

Anche l'utilizzo di altri gas come idrogeno e azoto causa difetti all'interno del manufatto finito, come i fiocchi (causati dall'idrogeno) o il fenomeno dell'invecchiamento dell'acciaio (causato dall'azoto). Infatti questi due gas devono essere in concentrazioni bassissime all'interno del bagno metallico e devono essere monitorati con attenzione.

I processi di produzione di schiume tramite l'utilizzo di agenti schiumanti come l'idruro di titanio (TiH_2), utilizzati con successo nella tecnologia dell'alluminio, non sono compatibili con la produzione di schiume metalliche in acciaio; l'idruro di titanio decomponendosi creerebbe idrogeno gassoso, che, secondo le indicazioni date in precedenza, non è compatibile con il materiale con cui si vuole produrre la schiuma.

Generalmente i processi nei quali viene utilizzato un gas come agente espandente o dove vengono utilizzati agenti schiumanti generano schiume a celle chiuse, mentre lo scopo di questo studio è creare schiume a celle aperte, ovvero comunicanti tra loro.

Sarebbe possibile utilizzare uno dei metodi di sinterizzazione di sfere cave per ottenere delle schiume a cavità sferiche, ma utilizzando questo metodo è possibile produrre solo componenti in schiuma a celle chiuse, dunque non interessanti allo scopo dello studio.

Come visto, ogni metodo presentato può essere utilizzato solo per un numero limitato di metalli o leghe metalliche, allo scopo di creare materiali cellulari, che rientrino in un limitato intervallo di dimensioni di cella e di densità relative. La figura 1.13 riassume i campi in cui rientrano le tecnologie di produzione, in relazione al tipo di porosità, alle densità relative e alle dimensioni di cella.

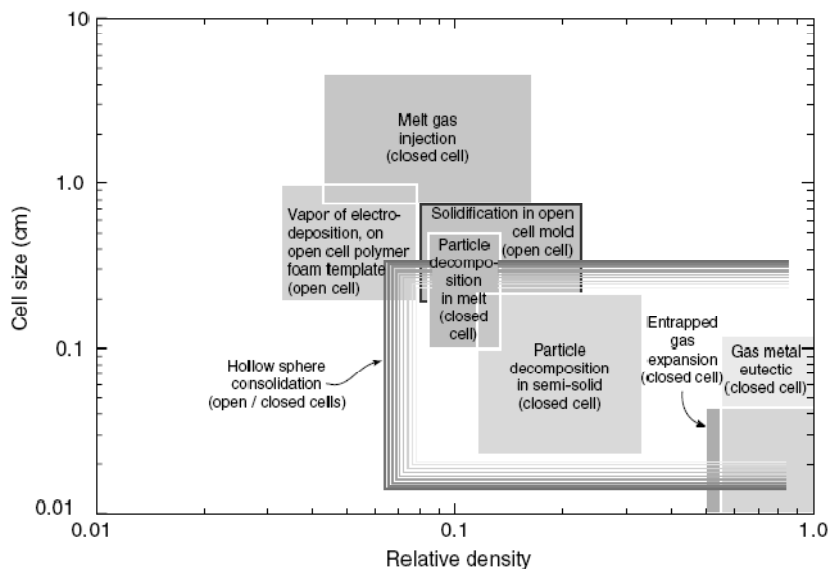


Figura 1.13: Intervalli di densità relative e di dimensioni di cella per diversi metodi di fabbricazione di schiume metalliche.

Si precisa che in figura non è inserita la produzione di schiume a pori aperti mediante colata e infiltrazione del metallo liquido su letto di particelle solubili o mediante immersione sotto pressione delle particelle in bagno metallico.

Si decide di utilizzare il metodo di infiltrazione del metallo liquido su un letto di particelle solubili in quanto esso è compatibile con l'acciaio, inoltre la sua realizzazione risulta economica. Il metodo di produzione ipotizzato presenta le seguenti caratteristiche:

- può essere applicato all'acciaio, come del resto ad altri tipi di leghe metalliche, perché non prevede l'utilizzo di agenti schiumanti sia solidi che gassosi, i quali potrebbero presentare incompatibilità chimiche con il metallo base;
- permette di ottenere schiume caratterizzate da morfologia uniforme e molto regolare, poiché la forma e la dimensione delle celle nel materiale cellulare finale dipendono quasi esclusivamente da forme e dimensioni degli *space-holder* (le quali possono essere controllate in modo semplice);

- può condurre all'ottenimento di schiume caratterizzate da un ampio intervallo di dimensioni di cella, dell'ordine di 10 μ m-10mm, sempre mediante opportuna scelta delle dimensioni per le particelle spaziatrici;
- non richiede stadi di lavorazione particolarmente onerosi come il processo CVD.

Occorre tuttavia segnalare anche i limiti che inevitabilmente sono stati riscontrati nella tecnologia di produzione di schiume metalliche attraverso il processo di infiltrazione dell'acciaio liquido su un letto di particelle solide:

- impossibilità di ottenere schiume metalliche con densità relative inferiori a 0,3, a causa di limiti fisici nell'impaccamento delle sfere ceramiche;
- gravi difficoltà nella fabbricazione, in quanto c'è la possibilità che si verifichino fenomeni di deterioramento degli *space-holder*;
- pericolosità nel maneggiare solventi chimici necessari per la fase di dissoluzione delle particelle spaziatrici solubili.

Capitolo 2

Descrizione della metodologia sperimentale

2.1 Presentazione della tecnica di colata a cera persa per la produzione di schiume metalliche a cavità sferiche

In questo studio viene approfondita una possibile metodologia di produzione delle schiume metalliche a pori aperti. Essa rientra nella classe delle tecniche di lavorazione che prevedono l'infiltrazione di metallo fuso in un letto di particelle solide, denominate *space-holder*; queste ultime verranno eliminate da un solvente chimico, una volta che il sistema si sia raffreddato.

Utilizzando la tecnologia fusoria in cera persa sarebbe ipoteticamente possibile ottenere dei manufatti finiti che, subendo un numero ridotto di lavorazioni meccaniche, sarebbero immediatamente utilizzabili.

Il processo di fusione a cera persa è caratterizzato dalle seguenti fasi:

- creazione del modello della schiuma in una particolare cera adatta alla ricopertura tramite materiale ceramico;
- partendo dal modello della schiuma si crea un grappolo di schiume, il quale realizza più manufatti contemporaneamente;
- successivamente è possibile rivestire il grappolo attraverso differenti bagni di materiali ceramici, alternando le fasi di asciugatura a quelle di ispessimento;
- una volta terminata l'ultima fase dell'asciugatura del materiale ceramico, è possibile inserire il guscio creato in autoclave, dove verrà sciolta e recuperata la cera;
- l'ultima fase è quella che prevede il colaggio dell'acciaio fuso nel guscio ceramico, avendo cura di preriscaldare lo stesso ad una temperatura di 1200°C.

2.1.1 Creazione del modello in cera

Per la creazione del modello in cera si è proceduto partendo da un particolare sale proveniente dal Gibuti, i cui grani si formano naturalmente sferici (figura 2.1).



Figura 2.1: Sale utilizzato per creare il modello in cera.

Dopo un'attenta vagliatura dei grani tramite setacci calibrati, è stato possibile creare il modello di schiuma in cera (figura 2.2). Si è partiti da uno stampo a forma di corona circolare, nella quale è stato depositato il sale precedentemente selezionato e si è infiltrata la cera all'interno della forma contenente il sale, ponendo attenzione alla calibrazione ottimale di temperatura e pressione di iniezione della cera stessa.



Figura 2.2: Modelli in cera delle schiume.

Dopo la solidificazione della cera è stato possibile sciogliere il sale, ponendo il modello all'interno di un recipiente e lasciandolo qualche ora sotto l'azione dell'acqua corrente. Dissolto il sale, dopo un'attenta e scrupolosa asciugatura del modello, si è proceduto a dividerlo in due parti uguali per verificare la corretta infiltrazione della cera (figura 2.3) nello stampo e ad assemblare il tutto con i canali di colata in cera, creando così un grappolo contenente le due parti.



Figura 2.3: Sezione dei modelli in cera delle schiume.

2.1.2 Ricopertura del modello in materiale ceramico

Successivamente alla creazione del modello si è proceduto alla ricopertura con materiale ceramico. L'azienda a cui sono state commissionate le schiume ha optato per l'utilizzo di un materiale ceramico contenente ossido di zirconio (ZrO_2) che, secondo loro previsione, avrebbe migliorato la resistenza strutturale degli *space-holder* della schiuma (figura 2.4).



Figura 2.4: Grappoli pronti per la colata.

Per ottenere un rivestimento omogeneo ed uniforme si è proceduto a immergere il modello in cera in uno *slurry* ceramizzante che permettesse, in cinque fasi alternate di rivestimento ed asciugatura, di migliorare il rivestimento medesimo.

Infine si è proceduto ad inserire il guscio, con all'interno il modello in cera, in un'autoclave con lo scopo di rimuovere la cera lasciando intatto il guscio ceramico.

Il processo all'interno dell'autoclave permette, grazie all'aumento di temperatura e di pressione, la fuoriuscita della cera dal guscio ceramico.

Infine, dopo aver posto il guscio in forno ad una temperatura di 1200°C, è stato possibile colare all'interno del guscio l'acciaio (figura 2.5).

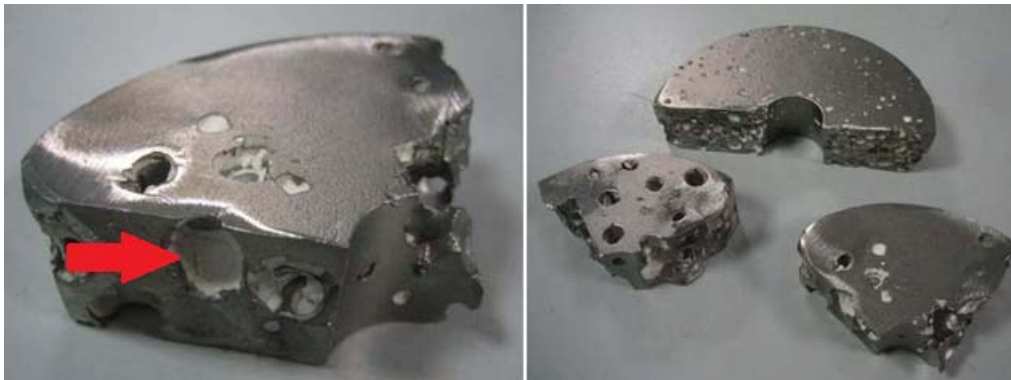


Figura 2.5: Schiume metalliche.

2.1.3 Analisi dei risultati produttivi

Tale processo ha permesso di ottenere dei campioni che ad una prima analisi potevano essere considerati schiume a celle aperte con cavità sferiche. Purtroppo, dopo aver provveduto a sezionare i campioni, si è potuto constatare che all'interno le schiume prodotte non presentavano alcuna cavità. Gli *space-holder* non hanno retto alla pressione esercitata dal metallo mentre si infiltrava all'interno del grappolo ceramico. Si nota che gli *space-holder* nella parte centrale si sono spostati dalla loro sede verso l'esterno del guscio contenitivo; invece alcuni *space-holder*, che erano cavi, hanno creato internamente una sorta di pellicola protettiva che ha permesso all'acciaio di infiltrarsi e creare delle piccole sfere (figura 2.5 cfr la cavità indicata dalla freccia).

2.1.4 Possibili miglioramenti di processo

Avendo analizzato in dettaglio il processo produttivo “a cera persa” delle schiume, si sono gettate le basi per lo studio di un possibile miglioramento del processo. Partendo dal sale, è stato possibile creare un buon modello in cera del componente in schiuma che si vuole ottenere. Purtroppo la fase più delicata si è rivelata quella di rivestimento con materiale ceramico. Infatti durante tale processo non è possibile controllare la buona riuscita dell'operazione fintanto che il componente non sia stato colato. Nella fase di rivestimento con il materiale ceramico è possibile che alcune delle cavità non si

siano interconnesse tra loro, probabilmente a causa del sale che si è mosso liberamente durante la fase di infiltrazione della cera. È anche possibile che nella fase di rivestimento con il materiale ceramico si sia creato un rivestimento attorno alla cera, formando degli *space-holder* cavi, i quali, facendo penetrare l'acciaio, non creano le cavità desiderate; in fase di colata centrifuga queste, non essendo connesse, si sono addensate al bordo della conchiglia ceramica (figura 2.6 cfr le parti indicate dalle frecce)

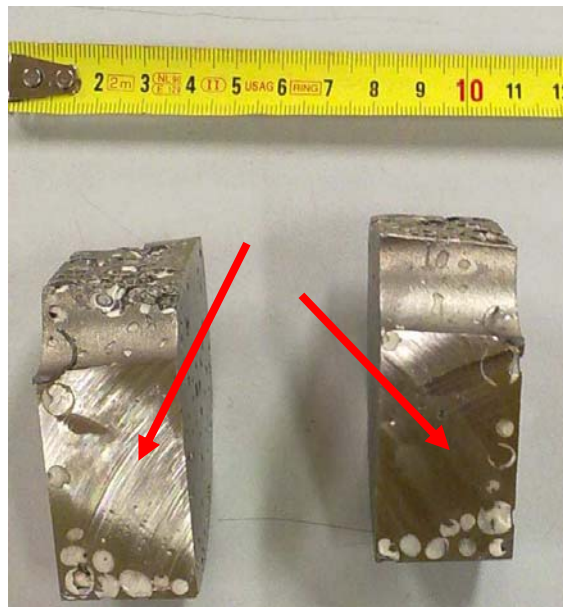


Figura 2.6: Disomogeneità di riempimento della schiuma.

Dunque è possibile proporre una soluzione al problema: si dovrebbe fare uno studio sul modello in cera cercando di bilanciare meglio il rapporto dimensionale dei grani di sale, in quanto una più accurata selezione delle loro dimensioni porterebbe ad avere cavità con dimensioni ancora più omogenee; sarebbe opportuno verificare la corretta dissoluzione delle particelle di sale dal modello di schiuma in cera ed eventualmente si potrebbero effettuare più lavaggi in acqua del modello in cera, con l'ausilio di uno *stirrer*, in modo tale da eliminare completamente ogni traccia di sale. Finita questa fase, sarebbe opportuno selezionare l'appropriato materiale ceramico per creare i gusci: quello utilizzato non era del tipo idoneo per essere poi dissolto con facilità; il processo di rivestimento potrebbe essere interrotto in più volte, sacrificando qualche schiuma, in modo da controllare attentamente l'ispessimento del rivestimento ceramico istante per istante.

2.2 Il processo di produzione DUOCELL[®] process e la produzione di schiume in acciaio *dual phase*

Poiché le prove effettuate con la tecnica della fusione in cera persa non hanno dato i risultati sperati, per la produzione delle schiume oggetto di questa tesi si è optato per un processo ormai ben consolidato.

Il processo produttivo già utilizzato con successo per ottenere una schiuma in acciaio *dual phase* si basa sul metodo DUOCELL[®] process. Tale processo prevede di realizzare in materiale ceramico un negativo della schiuma che si vuole ottenere, sul quale è possibile colare il metallo fuso che andrà a riempire i vuoti nel modello ceramico, ottenendo una struttura cellulare a celle aperte, i cui bordi sono costituiti da sottili legamenti metallici. Il modello deve necessariamente essere selezionato in funzione delle proprietà termofisiche del metallo da trattare, ed in particolare deve essere in grado di resistere a temperature superiori a quella di fusione della lega da colare e di sopportare meccanicamente senza frantumarsi la spinta metallostatica del flusso metallico. Tali caratteristiche, per altro, sono richieste anche per gli *slurry* da utilizzare in fonderia con tecnica a cera persa, qualora essa venisse messa a punto per la produzione di schiume. Di seguito viene ripresa la descrizione di tale processo produttivo, impiegato per realizzare la schiuma, mostrando le differenze rispetto al metodo di riferimento, necessarie per adattare questa tecnica alla lavorazione dell'acciaio. In maniera schematica si evidenziano le varie fasi seguite [4,5]:

- scelta e preparazione del modello ceramico;
- fusione e colata dell'acciaio;
- eliminazione della sagoma;
- tempra intercritica.

2.2.1 Il modello ceramico

Tra i vari materiali refrattari e ceramici disponibili per realizzare il modello, quelli maggiormente compatibili con l'acciaio, sia per l'elevata temperatura di fusione sia per le prestazioni meccaniche, sono risultati essere la zirconia (ZrO_2), l'allumina (Al_2O_3) e il carburo di silicio (SiC). La zirconia e l'allumina sono due ossidi ottimi per creare modelli ceramici, ma presentano l'inconveniente di essere inerti chimicamente, tanto da non poter essere disciolti in alcuna soluzione acida o fortemente basica. Dunque la scelta è caduta sul carburo di silicio (SiC) che, benché presenti caratteristiche termofisiche e meccaniche inferiori a quelle dei due ossidi precedentemente menzionati, reagisce dissolvendosi in bagni di sali fusi a carattere basico e in alcune soluzioni fortemente acide, consentendo quindi di essere rimosso una volta generata la schiuma.

2.2.2 Scelta del modello

La soluzione adottata, anche in precedenti lavori, è stata impiegare un filtro in schiuma ceramica usato per il filtraggio della ghisa grigia e nodulare, del bronzo e dell'ottone, a struttura porosa con fini legamenti ceramici e dall'elevata presenza di vuoti (circa l'80–90%). Commercialmente tali filtri sono noti come *Vukopor*[®] (figura 2.7) e vengono prodotti in Repubblica Ceca dalla Igor Láník–Techservis Boskovice. Esistono varie tipologie di filtro in funzione del materiale da filtrare e della composizione chimica. Si è optato per l'acquisto dei filtri di tipo “S” (carburo di silicio, usati per filtrare ferro e leghe non ferrose); i filtri *Vukopor*[®] S vengono prodotti con tre diversi gradi di porosità, identificati dal codice 10, 20 o 30 PPI (*Pores Per Inch*). Presentano dimensioni standard che vanno da un minimo di 30x30mm ad un massimo di 250x250mm, e possono essere a sezione quadrata, rettangolare e circolare, mentre lo spessore può essere scelto fra 15, 18, 20 e 22mm [4,6,7].

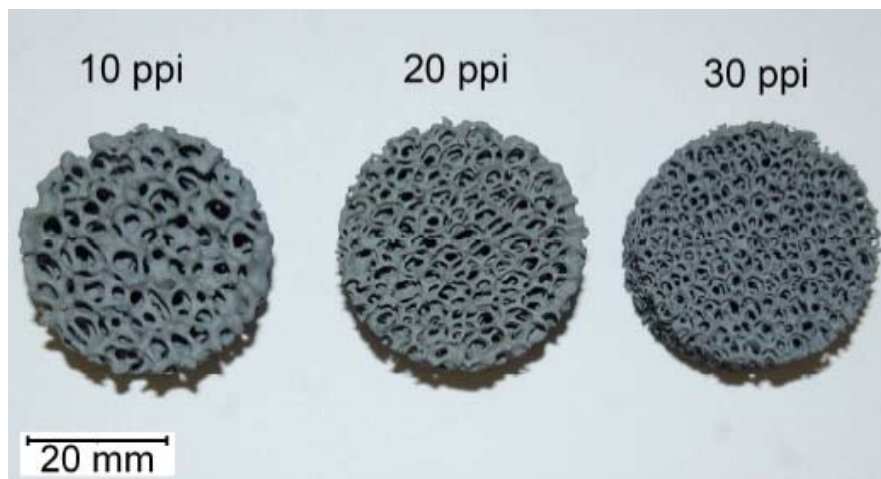


Figura 2.7: Esempi di filtri *Vukopor*[®] S con differenti porosità.

I filtri sono stati direttamente impiegati come modelli nei quali colare l'acciaio, senza creare la preforma polimerica come previsto dal metodo *DUOCELL*[®]. Quello che si ottiene non è una classica schiuma cellulare, ma una schiuma definibile *arborescente*, nella quale le celle sono in realtà una serie di canali comunicanti e la percentuale di pieno è superiore a quella di vuoto; se ne ottiene pertanto una struttura a celle aperte. Per realizzare la schiuma, il filtro ceramico viene disposto in una lingottiera in grafite, appositamente creata per la produzione di campioni in acciaio, che raccoglierà il metallo al termine del processo di fusione.

2.2.3 Fusione e colata dell'acciaio

Per portare a fusione l'acciaio si è sfruttato un piccolo forno elettrico a induzione, dotato di centrifuga per agevolare la colata dal crogiolo in allumina alla lingottiera in grafite e favorire una migliore penetrazione dell'acciaio nella forma. Il forno sfrutta il principio dell'induzione elettromagnetica per scaldare i materiali, senza l'utilizzo di fiamme o di scambiatori di calore, producendo direttamente il calore all'interno del materiale da fondere. La potenza del forno utilizzato è pari a 10 kW.



Figura 2.8: Preparazione della lingottiera con la matrice ceramica Vukopor® S.

I laminati in acciaio *dual phase* da fondere sono stati tagliati e ridotti in pezzi per poter essere contenuti nel crogiolo del forno ed indicativamente per ogni colata sono stati impiegati dai 200 ai 250 grammi di materiale. I filtri ceramici vengono disposti nella lingottiera di grafite prima di effettuare la colata (figura 2.8), evitando la fase di riscaldamento delle schiume e riducendo così i tempi di colata a 20 minuti.



Figura 2.9: Forno elettrico ad induzione utilizzato per la produzione di schiume.

Non appena il metallo è completamente liquefatto, si aziona la centrifuga del forno (figura 2.9), iniziando la fase di riempimento della lingottiera. Il liquido incandescente

proiettato dal crogiolo, grazie alla forza centrifuga, entra nella lingottiera e, toccando le pareti fredde della stessa, in parte si solidifica istantaneamente, mentre il resto viene incanalato all'interno preforma ceramica. Una volta che i lingotti si sono completamente raffreddati, si ottiene un massello di acciaio e refrattario come mostrato in figura 2.10.



Figura 2.10: Lingotti.

2.3 Gli acciai *Dual Phase*

Vista la continua ricerca in campo siderurgico la scelta del materiale con cui produrre la schiuma è caduta su un acciaio con struttura bifasica a basso tenore di carbonio, più comunemente individuabile con la dicitura *dual phase*. La scelta di questo particolare materiale è dovuta al fatto che abbina eccellenti proprietà meccaniche a buone caratteristiche di lavorabilità. Non solo si è guardato a queste caratteristiche, ma anche al fattore economico: questo tipo di acciaio risulta particolarmente conveniente, in quanto è possibile realizzare strutture più snelle e leggere, economizzando l'impiego di materiale, il che porta vantaggi energetici sia in fase di produzione che in fase di messa in opera, risultando vantaggioso anche da un punto di vista ambientale.

Gli acciai *dual phase* appartengono alla categoria degli acciai alto resistenziali e hanno una caratteristica struttura bifasica, le cui due fasi sono costituite rispettivamente da una matrice ferritica, che conferisce all'acciaio una eccellente duttilità, e da una componente martensitica, che si trova uniformemente dispersa nella matrice ferritica in percentuale variabile dal 20% al 70%. Mentre la componente ferritica rende l'acciaio duttile, la martensite gli conferisce un'elevata resistenza meccanica, maggiore al crescere della sua frazione volumetrica, indipendentemente dal basso tenore degli elementi in lega. La quantità di martensite è data dal contenuto di carbonio e dalla temperatura del ciclo termico a cui si sottopone l'acciaio (figura 2.11) [8].

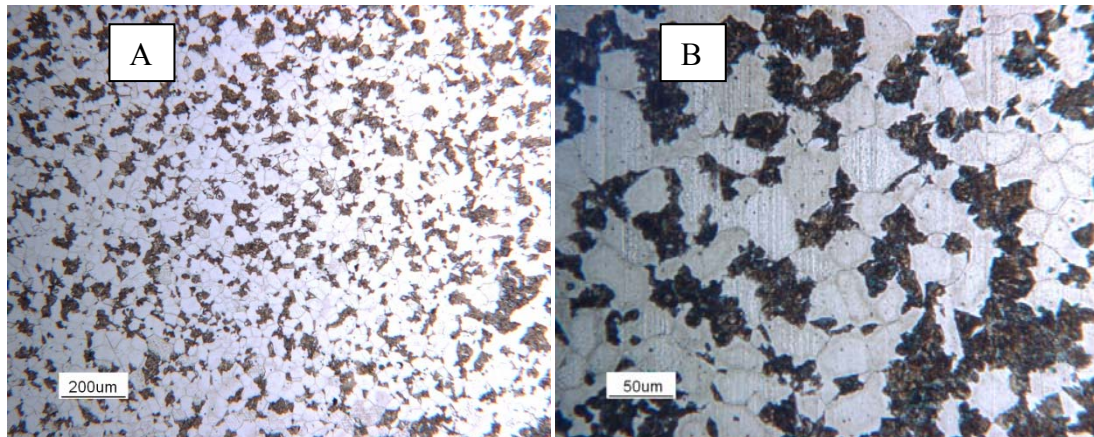


Figura 2.11: Micrografia di un acciaio *dual phase* attaccato con Nital 5% 10s; la fase chiara è la ferrite la fase scura è la martensite: a) ingrandimento 50X; b) ingrandimento 200X.

Durante il ciclo produttivo gli acciai DP sono sottoposti a un trattamento termico che ne determina le particolari proprietà. Essi vengono utilizzati soprattutto per realizzare componenti come sedili, paraurti, scocche rinforzate ecc., quindi nel settore *automotive*, inoltre sono un'ottima alternativa agli acciai da bonifica per lame e componenti usurabili. Ulteriore vantaggio degli acciai DP è la loro maggiore eco-compatibilità rispetto agli acciai tradizionali, il che li rende adatti alla realizzazione di veicoli e in genere di costruzioni di maggiori dimensioni.

Tale eco-compatibilità è riscontrabile in ogni momento della produzione degli acciai DP, dalla produzione della materia prima al riciclaggio, il che comporta una sensibile riduzione delle emissioni di anidride carbonica, ossidi di azoto e anidride solforosa in tutte le tipologie di utilizzo. All'origine di tale caratteristica vi è l'elevata resistenza meccanica di cui sono dotati i DP, che permette l'impiego di una minore quantità di materiale, risparmiando energia sia nella fase di produzione che nel trasporto. Ne consegue che si possono ottenere componenti più leggeri, più resistenti e più concorrenziali, che, rispetto agli acciai tradizionali, consentono [9,10]:

- di realizzare a parità di peso un componente con migliori caratteristiche meccaniche;
- di realizzare, a parità di prestazione, un componente più leggero.

L'ULSAB (Ultra Light Steel Auto Body) [11], consorzio costituito da grandi produttori mondiali di acciaio e da case automobilistiche, ha elaborato una classificazione di questa nuova tipologia di acciai con una nomenclatura che definisce lo sforzo di snervamento (YS) e lo sforzo di rottura (UTS). Ogni acciaio è definito con una sigla alfanumerica del tipo XX (tipo di acciaio) aaa (minimo sforzo di snervamento) / bbb (minimo carico di rottura in MPa):

XX aaa / bbb

DP 600 / 1000

(acciaio DP con minimo sforzo di snervamento pari a 600 MPa e con sforzo di rottura pari a 1000 MPa).

L'applicazione ottimale degli acciai DP è nel campo automobilistico, dei trasporti e delle strutture. Il consorzio ULSAB ha sviluppato programmi finalizzati ad innovare il settore automobilistico attraverso un diffuso impiego di acciai alto resistenti (figura 2.12).

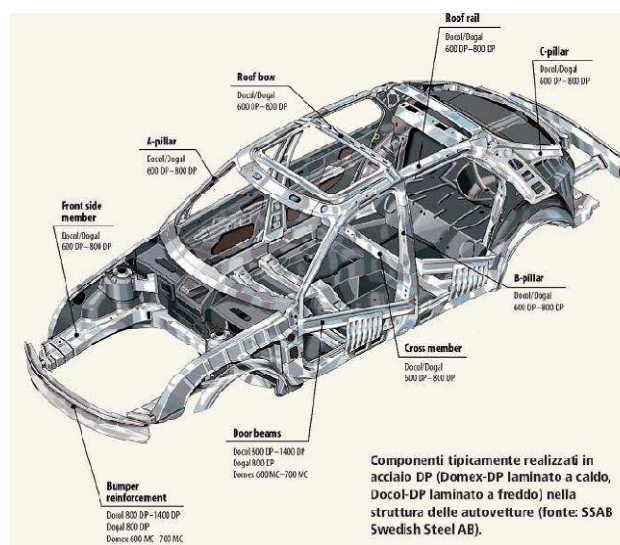


Figura 2.12: Componenti di una scocca automobilistica realizzate in acciaio *dual phase*.

2.3.1 Proprietà meccaniche

Lo sforzo di rottura a trazione degli acciai DP si situa tra 450 e 1400 MPa e la deformazione da carico crescente si concentra nella fase ferritica, cioè la meno resistente: ne consegue che l'alto valore di incrudimento si colloca solo nelle prime fasi del processo.

La fase ferritica, solitamente continua, rende tali acciai significativamente duttili.

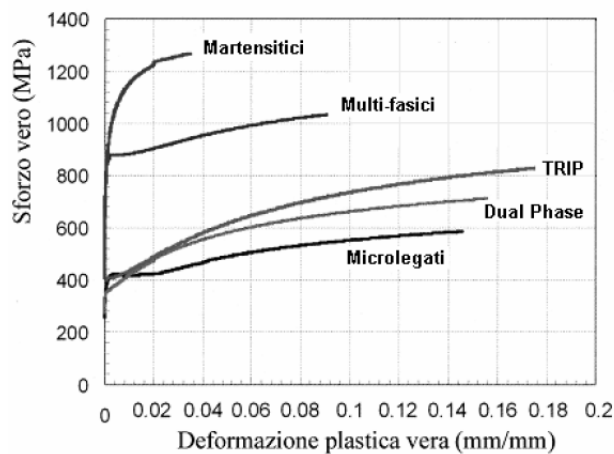


Figura 2.13: Grafico sforzi-deformazioni qualitativo che compara varie classi di acciai.

Al meccanismo di incrudimento si associano ottime caratteristiche di allungamento, che garantiscono un rapporto R_{p02} / R_m basso e quindi un carico di rottura più alto degli acciai convenzionali, il cui limite di logoramento sia analogo (figura 2.13).

Se sottoposti a sforzi di snervamento simili, rispetto agli acciai HSLA (*High Strength Low Alloy*) gli acciai DP mostrano all'inizio

- alto indice di incrudimento;
- uniforme allungamento totale;
- basso rapporto R_{sn} / R_m .

Come gran parte degli acciai alto resistenti, essi possiedono inoltre la proprietà dell'indurimento termico (BH: *bake hardening*), consistente nell'incremento del carico di snervamento in seguito a modesto riscaldamento del materiale, come per esempio accade nei processi termici di verniciatura. Come per tutti gli acciai alto resistenti, anche per gli acciai DP l'indurimento termico cresce col crescere della deformazione e dipende dal trattamento chimico o termico a cui il materiale è stato sottoposto, a differenza di quanto accade per gli acciai tradizionali, in cui il fenomeno, dopo una deformazione del 2%, rimane costante. Grazie a questa proprietà gli acciai DP possono avere uno sforzo di rottura pari a 1400 MPa.

Tabella 2.1: Composizione chimica di alcuni tipi di acciaio *dual phase*.
Composizione chimica acciai *dual phase* (% di peso)

Grado	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr + Mo	Nb + Ti	V	B
	Max	Max	Max	Max	Max	Max	Max	Max	Max	Max
DP450	0,14	0,8	2,00	0,080	0,015	2,00	1,00	0,15	0,20	0,005
DP500	0,14	0,8	2,00	0,080	0,015	2,00	1,00	0,15	0,20	0,005
DP600	0,17	0,8	2,20	0,080	0,015	2,00	1,00	0,15	0,20	0,005
DP800	0,17	0,8	2,50	0,080	0,015	2,00	1,00	0,15	0,20	0,005
DP1000	0,23	0,8	2,50	0,080	0,015	2,00	1,00	0,15	0,20	0,005

La maggiore durezza degli acciai DP, simile a quella che si otterrebbe aggiungendo manganese, cromo, molibdeno, vanadio e nickel, dipende dalla quantità di carbonio presente, che rende possibile la formazione di martensite nelle condizioni pratiche di raffreddamento. Il carbonio rafforza la martensite, mentre il silicio indurisce la ferrite. Da ciò consegue la necessità di bilanciare accuratamente l'aggiunta di elementi di lega, sia per dare origine a queste particolari proprietà meccaniche, sia per ridurre al minimo gli inconvenienti in fase di saldatura (tabella 2.1). Allo stato grezzo gli acciai DP presentano un'elevata differenza tra limite di snervamento e carico di rottura, mentre tale differenza diminuisce rapidamente in sede di lavorazione a freddo. Alla luce di quanto sopra, si deduce la presenza di un'elevata resistenza a fatica, il che rende tali acciai particolarmente indicati per quelle applicazioni che richiedono elevata capacità di assorbimento dell'energia a seguito di urti (tabella 2.2). Analogamente l'elevato valore di incrudimento nelle prime fasi del processo di deformazione riduce il rischio di assottigliamenti nella fase di formatura [10].

Tabella 2.2: Caratteristiche meccaniche degli acciai *dual phase*.
Caratteristiche meccaniche degli acciai dual phase
s: spessore della lamiera in [mm]

Grado	R _{p02} [MPa]		R _m [MPa]	R _{p02} /R _m	A%	
	Max	Min	Min		s < 0,7	s > 0,7
DP450	260	340	450	0,57 – 0,77	25	27
DP500	300	380	500	0,60 – 0,76	21	23
DP600	340	420	600	0,56 – 0,70	8	20
DP800	450	560	780	0,57 – 0,71	12	14
DP1000	600	750	980	0,61 – 0,76	18	10

2.3.2 Analisi del materiale di partenza

Per agevolare la creazione di una struttura bifasica si è partiti utilizzando un acciaio *dual phase*: si è scelto di utilizzare, come da precedenti studi [1], un prodotto commerciale al fine di garantire le caratteristiche chimico – fisiche necessarie allo studio in atto.

Le lamine selezionate appartengono alla gamma degli acciai altoresistenziali laminati a freddo, denominati commercialmente *Docol*[®] [12], che comprende tre classi di prodotti dalle differenti caratteristiche:

- *Docol*[®] *YP*: sono acciai basso legati, dotati di alto snervamento combinato ad una buona formabilità che consente di lavorarli per pressatura;
- *Docol*[®] *DP*: sono acciai a microstruttura *dual phase* ottenuta attraverso un trattamento termico di tempra intercritica. Sono caratterizzati da un basso snervamento rispetto allo sforzo di rottura, il che giustifica la capacità di distribuire la deformazione plastica e fa sì che ben si adattino a lavorazioni di stampaggio;

- *Docol*[®] *RP/BH*: acciai rifosforati utilizzati per operazioni di formabilità, le cui proprietà finali sono determinate dall'incrudimento e, solo per i BH, anche da un indurimento termico (*bake hardening*).

È stato selezionato come campione di prova l'acciaio DC-1200-YP, nelle tabelle 2.3 e 2.4 ne sono indicate la composizione chimica e le caratteristiche meccaniche.

Tabella 2.3: Composizione chimica (% in peso) DC-1200-YP.

DC1200YP												
Fe	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Ti	Ni	Cu	Mo	Al
98,0	0,113	0,141	1,536	0,0080	<0,00	0,014	0,0465	0,002	0,033	0,013	0,007	0,027
	3	7			50	4		4	4	6	6	9
V	Sn	Nb	As	Zr	W	Co	Pb					
0,011	0,002	0,016	0,003	<0,00	0,0100	0,003	<0,00					
8	8	9	4	10		6	10					

Tabella 2.4: Caratteristiche meccaniche DC-1200-YP.

Caratteristiche meccaniche					
Qualità	Limite a snervamento [N/mm ²]	Limite a snervamento [N/mm ²]	Limite a snervamento [N/mm ²]	Allungamento [%]	Durezza [Hv]
DP-1200-YP	900 - 1200	1150	1200 - 1400	4	486±36

L'acciaio utilizzato presenta una struttura bifasica composta dall'alternanza di grani ferritici e martensitici, come mostrano le micrografie (figura 2.11).

2.4 Analisi del getto

A causa delle condizioni operative del forno ad induzione impiegato, si verifica una variazione della composizione chimica dell'acciaio; si assiste a una massiccia ricarburazione del bagno metallico e alla perdita di alcuni elementi di lega come il manganese, elemento tipicamente aggiunto negli HSLA (Microlegati), per favorire la formazione della martensite.

In tabella 2.5 viene riportata la composizione chimica, ottenuta tramite analisi al quantometro: avendo subito tali modifiche, l'acciaio non avrà più le medesime caratteristiche del laminato di partenza; il materiale verrà comunque identificato ancora come DC-1200-YP**.

Tabella 2.5: Composizione chimica (% in peso) DC-1200-YP dei campioni.**

DC1200YP**												
Fe	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Ti	Ni	Cu	Mo	Al
99,2	0,187	0,051	0,267	0,013	0,010	<0,00	0,0394	0,019	0,060	0,022	0,006	0,010
	6	3	2	5	3	1		3	5	2	6	4
V	Sn	Nb	As	Zr	W	Co	Pb					
0,003	<0,00	0,005	0,008	<0,00	0,060	0,027	<0,002					
8	2	3	5	2	9	5	7					

Nonostante la perdita di manganese e l'aumento della percentuale di carbonio si ottiene comunque una struttura bifasica formata da grani di ferrite e grani di martensite alla fine del processo di tempra intercritica. La maggiore quantità di carbonio presente nell'acciaio ha fatto in modo che la fase martensitica risultasse maggiormente dura, anche se maggiormente fragile.

2.5 Trattamento termico

Alla luce dei dati inerenti al trattamento termico (tabella 2.6) acquisiti da un precedente lavoro [4] è stato possibile effettuare i trattamenti termici sulle schiume: il primo trattamento effettuato è stata una ricottura in modo da facilitare le successive operazioni di lavorazione alle macchine utensili, in seguito si è eseguito il trattamento di tempra intercritica che ha preceduto le successive analisi.

Tabella 2.6: Analisi dei punti critici del DC-1200-YP tramite DSC.**

Analisi dei punti critici		
	A_{C1} [°C]	A_{C3} [°C]
DC-1200-YP	~737	~899

2.5.1 Trattamento termico di ricottura

Ottenuti i lingotti, prima di procedere con qualunque altra operazione successiva, si esegue un trattamento termico di ricottura completa [8,13] per annullare e per distendere eventuali tensioni residue all'interno del materiale e facilitare le successive operazioni. La ricottura si propone di ridurre la durezza dell'acciaio per facilitare le lavorazioni di deformazione plastica a freddo e per asportazione di truciolo (figura 2.14).

Per eseguire una ricottura completa, si porta il materiale alla temperatura detta *temperatura di austenizzazione*, cioè superiore alla temperatura che contraddistingue la curva A_{C3} di 50°C. Il trattamento elimina gli effetti di qualsiasi altro trattamento termico o meccanico precedentemente attuato e conferisce all'acciaio una microstruttura prossima a quelle di equilibrio presenti nel diagramma ferro-carbonio.

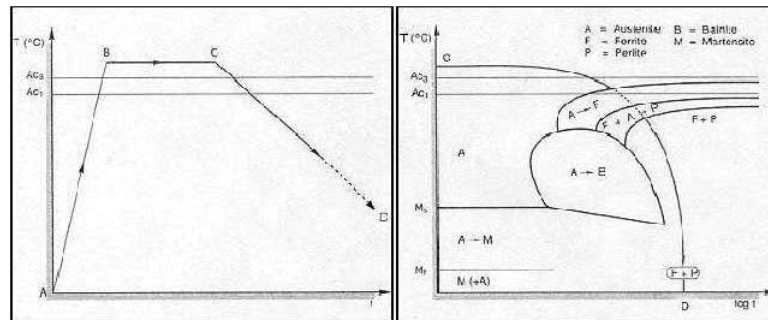


Figura 2.14: Esempio di ciclo termico e curva di Bain.

Per eseguire il trattamento di ricottura sui campioni si è impostata la temperatura del forno a 950°C , in modo che la temperatura superasse di 50°C il valore di A_{C3} ricavato dall'analisi DSC (tabella 2.6); il materiale deve essere mantenuto in temperatura per un tempo di 60 minuti ogni 10 mm di spessore misurati sulla dimensione caratteristica del componente, in modo che tutta la massa sia in equilibrio termico. Poiché i lingotti di schiuma ancora grezzi hanno caratteristicamente forma troncoconica e misurano 30 – 35 mm di altezza con un diametro massimo di circa 40 mm, vengono mantenuti in forno per la durata di 4h. Il raffreddamento avviene lentamente in forno, a circa $50 - 100^{\circ}\text{C/h}$. Nella figura 2.14 vengono mostrati un esempio di ciclo termico di ricottura completa e le curve di Bain di riferimento, con la struttura che dovrebbe ottenersi una volta giunti a T ambiente. Alla fine del processo termico si ottiene una struttura ferritico – perlitica poco dura e piuttosto lavorabile.

2.5.2 Trattamento termico di tempra intercritica

Il trattamento in esame ha come obiettivo riscaldare l'acciaio da trattare ad una temperatura compresa fra le curve critiche A_{C1} ed A_{C3} , ed è definito trattamento intercritico. Il materiale precedentemente riscaldato ha trascorso in forno un tempo ottimale nel campo intercritico (come indicato in precedenza circa 1 h ogni 10mm di spessore del pezzo) e viene raffreddato velocemente in acqua per dare luogo alla trasformazione martensitica [4,13]. La figura 2.15 riporta un esempio di ciclo termico per effettuare una tempra intercritica.

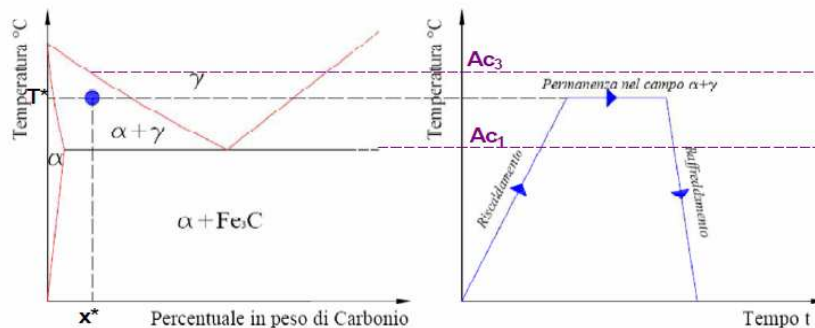


Figura 2.15: Esempio di ciclo termico di tempra intercritica con riferimento al diagramma Fe-C.

Questi tipi di acciaio a basso tenore di carbonio necessitano di un raffreddamento veloce, quindi per realizzare tale velocità di raffreddamento si utilizza l'acqua. La temperatura di tempra è in funzione della quantità di martensite che si vuole ottenere. È possibile con il metodo di tempra intercritica produrre anche altri acciai alto-resistenziali, come ad esempio gli acciai *triplex* (ferrite, martensite e austenite) o gli acciai *complex* (ferrite, martensite, bainite e austenite residua). Per ottenere diversi componenti strutturali si agisce sull'impostazione dei parametri di processo quali la temperatura a cui riscaldare il materiale ed il tempo di stazionamento, inoltre è necessario controllare la velocità di raffreddamento, che sarà più o meno elevata a seconda della struttura di che si vuole generare. Negli impianti di produzione di laminati *dual phase* il trattamento viene eseguito direttamente in linea, dopo la fase di laminazione con rulli laminatori a freddo, in modo che sia controllato e che le velocità di raffreddamento e le temperature siano tarate in funzione dello spessore del foglio e della velocità di avanzamento dello stesso. Un classico ciclo industriale di tempra intercritica (figura 2.16) prevede le seguenti fasi:

- riscaldamento fino alla temperatura intercritica;
- stazionamento in temperatura;
- raffreddamento lento fino alla temperatura di tempra;
- raffreddamento rapido per indurre la trasformazione martensitica;
- breve invecchiamento;
- raffreddamento lento in aria.

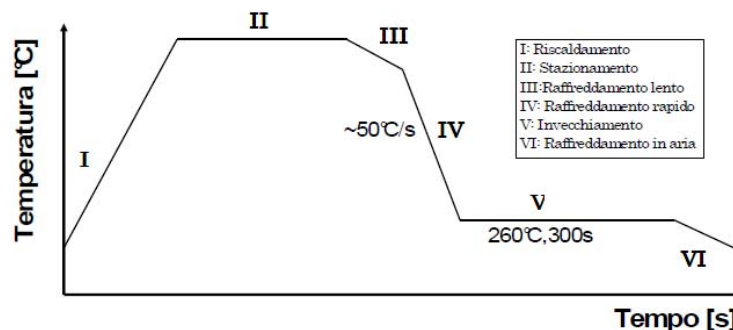


Figura 2.16: Diagramma schematico di un procedimento di tempra intercritica industriale.

2.5.3 Dati sul trattamento di tempra intercritica

Non potendo applicare il medesimo processo in linea utilizzato nella produzione dei laminati della serie *Docol*[®], si è proceduto con una modalità di tempra più tradizionale.

La quantità e la qualità della martensite dipende fortemente dalla composizione chimica dell'acciaio e dalla temperatura di tempra massima a cui viene portata la lega prima del raffreddamento. Per ottenere la corretta velocità di raffreddamento, come detto precedentemente, si utilizza l'acqua come mezzo temprante.

Per lo studio che è stato effettuato si è deciso di produrre delle schiume con la caratteristica di avere circa il 50% di ferrite e il 50% di martensite; sulla base dei dati analizzati da precedenti studi sugli acciai *dual phase* [1], viene scelto come temperatura di tempra, alla quale portare il materiale ricotto, prima del raffreddamento in acqua fredda ($\sim 15^{\circ}\text{C}$), il valore di 785°C .

Si è cercato di eseguire il trattamento non eccessivamente a ridosso dei valori critici, in quanto se ci si avvicina troppo al punto A_{C3} c'è il rischio di non trasformare l'austenite che si forma in temperatura e di ritrovarla, a temperatura ambiente, come austenite residua; invece restando vicini ad A_{C1} si incorre nel rischio di non entrare in campo austenitico.

Viste le dimensioni delle schiume dopo la lavorazione, cioè circa $15 \times 15 \times 25 \text{ mm}$ ($b \times b \times h$), si decide di mantenere le schiume in forno per $1 \text{ h } 30'$.

Per conoscere la percentuale di ripartizione fra fase α e fase γ che dovrebbero generarsi durante lo stazionamento in temperatura in campo intercritico, si può utilizzare la regola della leva, misurando direttamente dal diagramma ferro – carbonio la quantità in peso di ogni singola fase.

Conoscendo dalla teoria che il diagramma di stato Fe – C viene modificato in funzione della percentuale degli elementi di lega presenti nell'acciaio, grazie a dati ricavati da un precedente studio [4], si costruisce il grafico rappresentato in figura 2.17, che consente di individuare la quantità di fase α e fase γ in funzione della temperatura di trattamento termico.

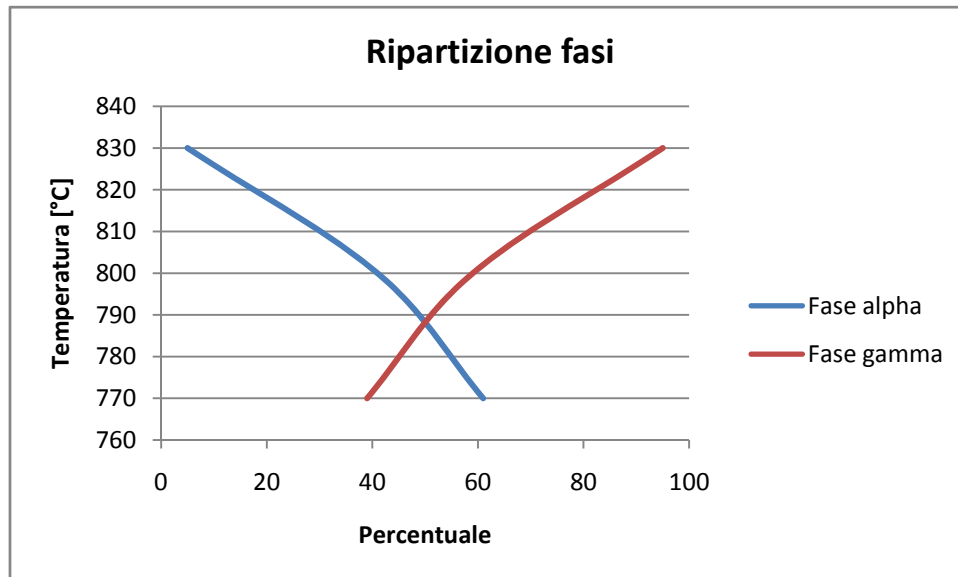


Figura 2.17: Grafico che mette in relazione la creazione delle fasi in rapporto alla temperatura.

2.6 Preparazione dei campioni

È stato necessario eseguire delle lavorazioni alle macchine utensili per poter effettuare le prove necessarie a caratterizzare il comportamento delle schiume, infatti non sarebbe possibile utilizzare i lingotti grezzi, poiché i limiti di ingombro e di carico delle attrezzature impiegate non consentono di eseguire determinate prove.



Figura 2.18: Fase di lavorazione: alla fresa nell'immagine sinistra; schiume finite nell'immagine a destra.

Dopo aver eseguito il trattamento termico di ricottura completa sul lingotto grezzo, si è proceduto ad una prima operazione di sgrossatura tramite fresatrice per ottenere un semilavorato del campione di forma regolare prismatica a base quadrata. Successivamente si è effettuata la dissoluzione della forma ceramica e dopo il trattamento di tempra intercritica, sempre tramite fresatura, si sono rifinite le dimensioni dei provini ottenendo dei prismi a base quadrata di $15 \times 15 \times 25$ mm. È stato creato un set di 2 campioni per ogni porosità, dunque sono state effettuate 6 colate ricavando, 6 campioni. La figura 2.18 mostra alcune immagini della fase preparatoria e dei campioni finiti.

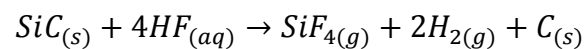
2.7 Eliminazione della forma ceramica

Una volta che il campione è stato sgrossato tramite fresatura e prima che venga eseguito il trattamento termico di tempra intercritica, il campione semilavorato è pronto per essere trattato chimicamente, allo scopo di eliminare la forma ceramica, così da lasciare le tipiche porosità che caratterizzano un materiale schiumoso. L'agente dissolutore (nel caso in esame l'acido fluoridrico HF) aggredisce in minima parte la matrice metallica in acciaio, ma la velocità di reazione con il carburo di silicio è nettamente superiore, consentendo la sua completa rimozione senza danneggiare eccessivamente il metallo. Al termine dell'operazione la superficie dell'acciaio appare comunque visibilmente ossidata e cosparsa di piccolissime porosità.

2.7.1 Dissoluzione in acido fluoridrico

Come si è potuto apprendere da precedenti studi [4], si è optato per la dissoluzione del

carburo di silicio tramite l'utilizzo dell'acido fluoridrico (HF, IUPAC: Fluoruro di Idrogeno) [14], un acido minerale relativamente debole che a temperatura ambiente si presenta gassoso ed incolore. È disponibile in forma anidra come gas compresso liquefatto, oppure sciolto in soluzione acquosa. Il fluoruro di idrogeno anidro è estremamente corrosivo, molto pericoloso e provoca gravi ustioni per contatto. L'efficacia dell'acido fluoridrico, nello sciogliere la forma in SiC, è decisamente elevata, eliminandolo completamente dal fuso in breve tempo. La soluzione in cui sono immersi i pezzi per rimuovere il refrattario è al 50% di acido fluoridrico, e la rimozione è guidata dalla reazione:



Alla fine del processo di dissoluzione si può notare che rimane un residuo di carburo di silicio precipitato in acqua, mentre il tetrafluoruro di silicio ha abbandonato la soluzione sotto forma di gas. L'idrogeno e il carbonio prodotti durante la reazione si legano con l'ossigeno presente in acqua e nell'ambiente generando vapore acqueo e anidride carbonica.

Una volta eliminata la forma ceramica, la struttura che si ottiene presenta un'alternanza di pieni e di vuoti tipica di una schiuma. Le schiume prodotte tramite questo processo presentano una percentuale di pieno nettamente superiore a quella dei vuoti, che però risultano comunicanti fra loro (celle aperte), ma con una geometria a canale definita *arborescente*.

Il passo successivo consiste nel trasformare la struttura ferritico-perlitica in una struttura *dual phase* composta da una matrice duttile a base di ferro α nella quale è dispersa la fase dura martensitica, eseguendo il trattamento termico di tempra intercritica con i parametri descritti in precedenza.

CAPITOLO 3

Esecuzione delle analisi

Per caratterizzare il comportamento in compressione delle schiume prodotte con il processo descritto nel capitolo precedente, è stato seguito il seguente schema:

- metallografia, che viene eseguita per caratterizzare la microstruttura iniziale delle schiume e a seguito della deformazione imposta durante le prove di compressione;
- prova di compressione a deformazione fissata, per seguire passo per passo l'evoluzione della deformazione all'interno della struttura;
- misura della microdurezza, per determinare il tasso di incrudimento durante i successivi stadi di compressione;
- analisi delle tessiture attraverso l'utilizzo della sonda EBSD.

3.1 Caratterizzazione metallurgica

Inizialmente si eseguono prove non distruttive di tipo microscopico, utili a definire le proprietà metallurgiche della schiuma, investigandone la microstruttura cristallina, le fasi costituenti derivanti dal processo di solidificazione e successive al trattamento termico.

Durante la fase di studio metallografico è possibile investigare i principali aspetti morfologici dei campioni di schiuma: la dimensione, la tipologia e la forma delle celle, lo spessore delle pareti di cella, la densità relativa.

3.1.1 Analisi microstrutturale

Grazie all'utilizzo del microscopio ottico (figura 3.1a) è possibile analizzare la microstruttura del materiale, in modo da consentirne l'osservazione diretta o indiretta, tramite fotografia e sistemi elettronici [8,13].

Il microscopio utilizzato, in dotazione ai laboratori del Politecnico di Milano, è un Leitz Aristomet equipaggiato con lenti Zeiss, con ingrandimenti che vanno da un minimo di 25X, corrispondente a 400 μm , fino ad un massimo di 500X (corrispondente a 20 μm). L'acquisizione dell'immagine viene effettuata tramite *software* dedicato attraverso una fotocamera digitale Nikon 1200.

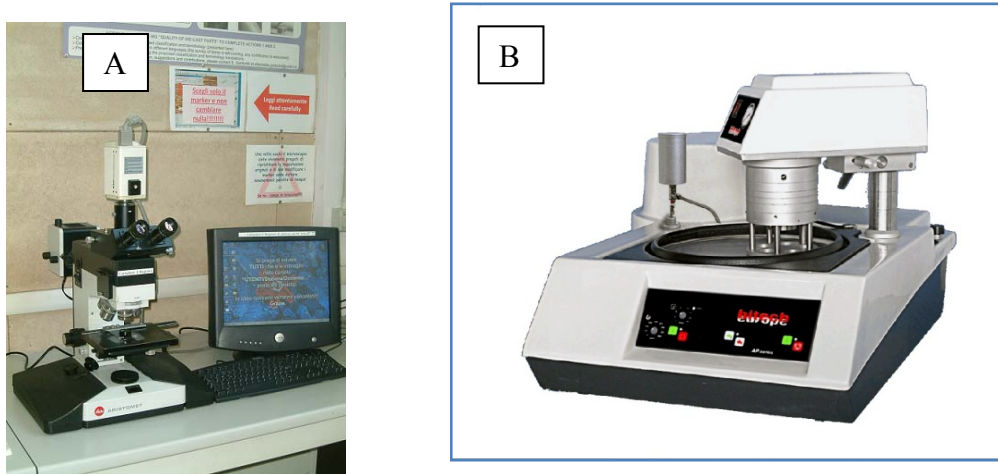


Figura 3.1: a) Microscopio ottico; b) Lucidatrice per metallografia.

Le superfici dei campioni metallografici di schiuma sono state preparate per l'osservazione al microscopio ottico tramite lucidatura alle carte abrasive e lappatura ai panni diamantati; la preparazione è stata effettuata manualmente su ciascun campione.

La lucidatura è stata effettuata con carte abrasive con granulometria da 180 a 2500 GRIT, lubrificando con acqua corrente.

La lappatura invece è stata eseguita su panno con sospensione diamantata da $1\mu\text{m}$ e specifico olio lubrificante.

Dopo aver lappato il campione e dopo il lavaggio tramite un bagno agli ultrasuoni, viene eseguito l'attacco chimico necessario per evidenziare i bordi del grano cristallino e le fasi costituenti, grazie alla diversa quantità di luce riflessa da ciascuna fase.

Per l'analisi degli acciai *dual phase*, contenenti una bassa percentuale di carbonio e pochi elementi alliganti, il reagente chimico utilizzato per l'attacco è il *nital* 5%, composto dal 5% di acido nitrico (HNO_3 1 mol/l) e dal 95% di alcool etilico anidro. Indicativamente è possibile stimare un tempo di attacco di 10s, sufficiente a rivelare completamente la microstruttura, ma variabile da campione a campione [15].

3.1.2 Analisi morfologica

Per analizzare la morfologia della schiuma si è proceduto colorando la superficie piena con un colore di contrasto (blu opaco) figura 3.2 rispetto allo sfondo delle porosità, mettendo così in risalto la superficie della schiuma metallica della schiuma. L'immagine della superficie viene acquisita tramite uno *scanner* collegato ad un pc direttamente come immagine negativa, ponendo in contrasto la parte superficiale della schiuma rispetto ai pori della schiuma stessa. L'immagine così acquisita viene

quindi analizzata mediante *Image-Pro Plus*[®], *software* di analisi dell'immagine in grado di misurare perimetri e aree.

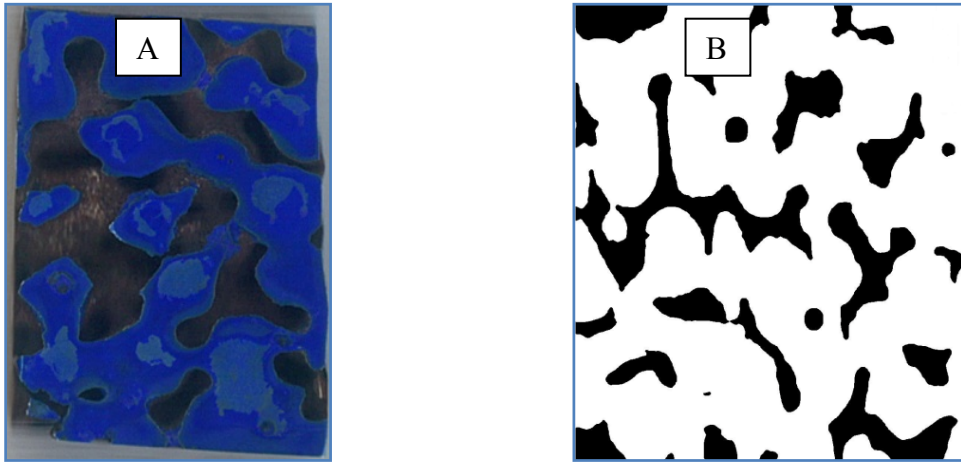


Figura 3.2: a) Superficie trattata con la tintura di contrasto; b) Superficie preparata per l'elaborazione *software*.

Prima di effettuare qualsiasi misura bisogna calibrare l'immagine, cioè bisogna attribuire ad essa la corretta scala dimensionale (*marker*). Solo dopo la calibrazione è possibile misurare l'area e il perimetro del pieno e delle porosità della schiuma (conteggio).

Grazie ai dati ottenuti tramite l'elaborazione *software* è possibile calcolare la percentuale delle aree piene e vuote della schiuma, ricavando così la densità relativa.

$$A_{TOT} = A_p + A_v$$

Dove con A_{TOT} si intende l'area totale della schiuma acquisita; con A_p si intende l'area associata alla parte piena della schiuma; con A_v si intende l'area dei pori della schiuma:

È così possibile determinare il rapporto d'area P_p (pieno) e il rapporto d'area P_v (pori):

$$P_p = \frac{A_p}{A_{tot}} ; P_v = \frac{A_v}{A_{tot}}$$

con $P_v = V_v / V_{TOT}$ che risulta essere la frazione di volume occupato dalle celle vuote all'interno del metallo solido. Da ciò è possibile calcolare la densità relativa ρ^* / ρ_s , ovvero il rapporto tra la densità della schiuma e quella del metallo base.

3.2 Caratterizzazione meccanica

La caratterizzazione meccanica delle schiume prodotte si basa principalmente sull'analisi del comportamento a compressione del materiale cellulare. Per comprendere i fenomeni di incrudimento intercorsi a livello microstrutturale sono state eseguite inoltre prove di microdurezza Vickers.

3.2.1 Prova di compressione monoassiale

La prova di compressione monoassiale è stata utilizzata per definire i meccanismi di deformazione e di rottura dei legamenti delle celle con l'avanzare degli *step* di deformazione [8]. La forma dei provini scelta per le prove a compressione è prismatica, in quanto, a partire da tale forma, è poi possibile effettuare i successivi *test* sulle schiume.

La forma a parallelepipedo è caratterizzata da un rapporto tra altezza e lato di base superiore a 1,5.

I campioni testati sono dunque provini a base quadrata di lato 15mm e di altezza 25mm. Per eseguire i test è stata utilizzata una macchina oleodinamica MTS[®] 810 (figura 3.4a), con capacità massima di carico di 250kN. Le prove sono state svolte in controllo di deformazione, con velocità di discesa della traversa mobile pari a 1 mm/min; i dati sono stati campionati tramite apposito *software* MTS[®] 793 alla frequenza di 10Hz.

Il test è stato effettuato ponendo il campione nel centro del piatto inferiore della macchina per la prova a compressione, successivamente si è avvicinato il piatto superiore della macchina alla faccia superiore del campione; l'operazione è stata eseguita manualmente controllando l'entità della forza imposta dalla macchina stessa, successivamente si è avviata la prova.

Per lo studio in esame si sono scelti tre *step* di compressione (figura 3.3):

- 10%, provocando una riduzione di altezza pari a 2,5mm sull'altezza iniziale (L_0) della schiuma;
- 30%, provocando una riduzione di altezza pari a 5mm rispetto all'altezza del provino dopo il primo *step* di compressione;
- 50%, provocando una riduzione ulteriore di 5mm rispetto all'altezza del provino dopo la compressione operata nello *step* precedente.

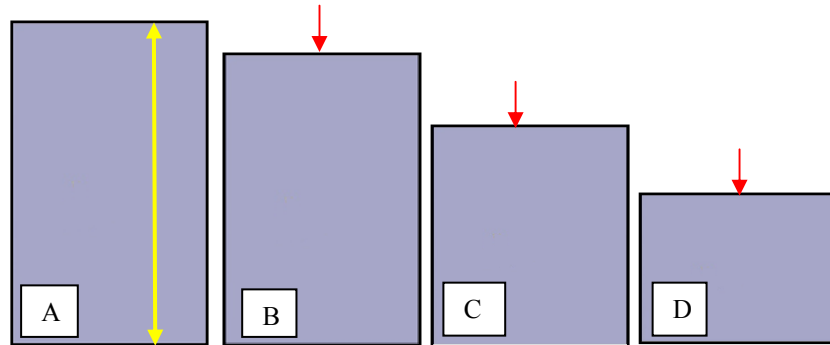


Figura 3.3: Rappresentazione degli *step* di compressione delle schiume: a) non compressa, dove la freccia in giallo indica la quota L0, b) compressione 10%, c) compressione 30%, d) compressione 50%.

Purtroppo con la macchina in dotazione non è stato possibile raggiungere nessun ulteriore stadio di deformazione, a causa del raggiungimento del carico massimo della macchina (250kN)

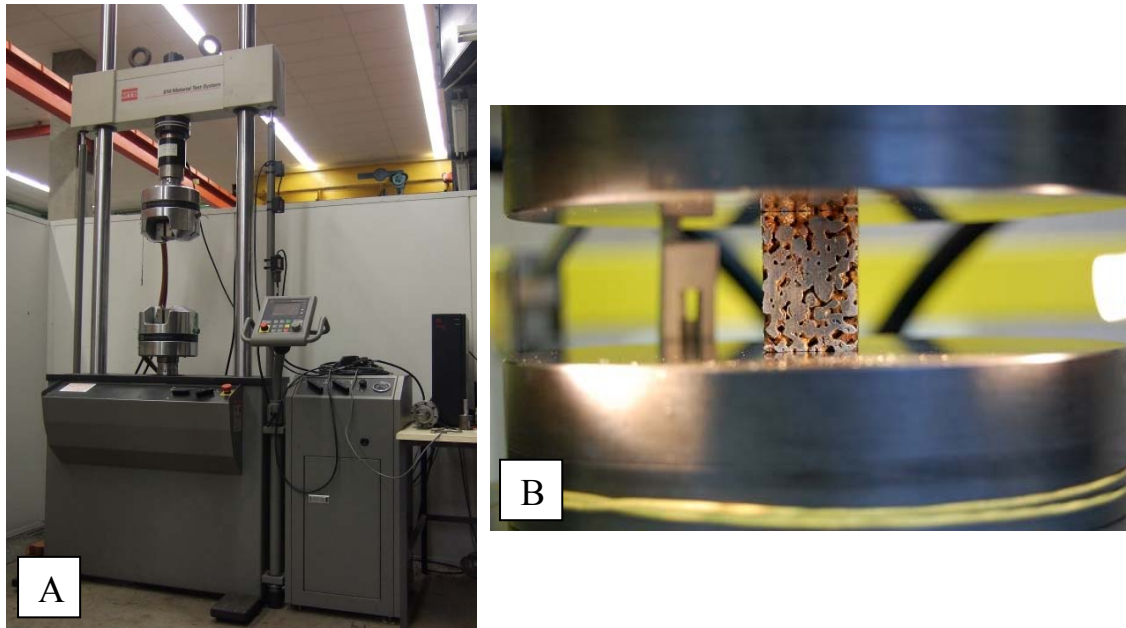


Figura 3.4: a) Macchina oleodinamica MTS® 810; carico massimo 250kN; b) Fase di carico di una schiuma 20 PPI.

3.3 Prove di microdurezza

È di sicuro interesse investigare la durezza della schiuma, in modo da controllare lo stato di incrudimento della schiuma stessa.

Considerato che non è possibile eseguire una prova tradizionale della durezza della schiuma (in quanto la dimensione del penetratore è superiore alla dimensione delle celle piene della schiuma), si è optato per effettuare delle prove di microdurezza sulle due fasi costituenti (ferrite e martensite) del campione di schiuma per ciascuno *step* di

deformazione. Il durometro utilizzato è un *Microhardness Tester FM 700*, prodotto da Tecmet® (figura 3.5).



Figura 3.5: Microdurometro FM700 Tecmet®.

Il valore di microdurezza Vickers (HV) [16] viene ottenuto mediante un test di carico, impostando come parametri in macchina 100gf e un tempo di applicazione di 15s. Il carico viene applicato sul campione, quindi viene creata un'impronta piramidale a base quadrata (l'indentatore Vickers è una piramide a base quadrata in diamante, caratterizzata da un angolo tra le facce di 136° come mostrato in figura 3.6), è dunque possibile determinare la lunghezza delle due diagonali, direttamente misurabili dalla macchina di prova tramite una speciale lente oculare provvista dei necessari strumenti di misura.

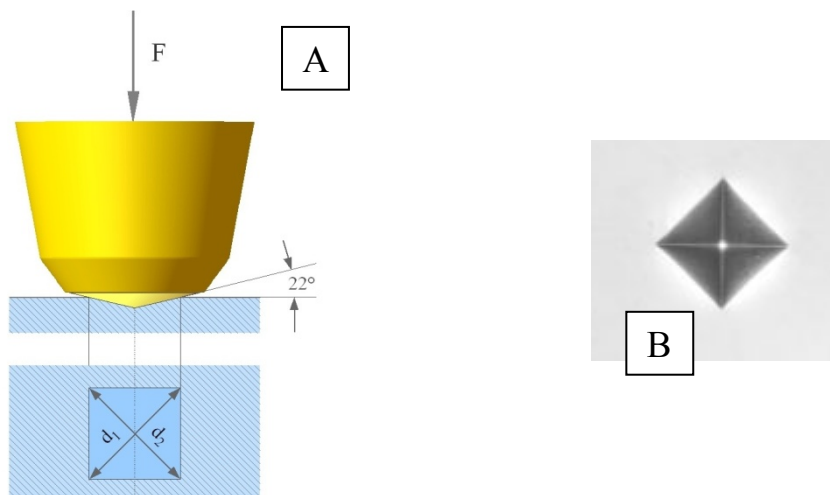


Figura 3.6: a) Schema di funzionamento della prova Vickers; b) Impronta lasciata da un penetratore Vickers.

È importante, allo scopo di ottenere una misura corretta della durezza, che la forza applicata sia perpendicolare alla superficie del campione, la quale dovrà quindi essere il più possibile parallela al piano di lavoro.

3.4 Microscopio a scansione elettronica (SEM)

Il microscopio a scansione elettronica (SEM: *scanning electron microscopy*) [17,18,19] (figura 3.7) permette l'osservazione di un campione ad elevatissimo ingrandimento: grazie all'emissione di un fascio di elettroni, che utilizza come sorgente un filamento di tungsteno, e che, passando tra una serie di lenti elettromagnetiche e successivamente tra le bobine di deflessione, va ad impattare con elevata precisione sulla zona del campione che si vuole osservare, la quale emette una serie di particelle, in particolare gli elettroni secondari che vengono captati da uno speciale rivelatore e convertiti in impulsi elettrici.

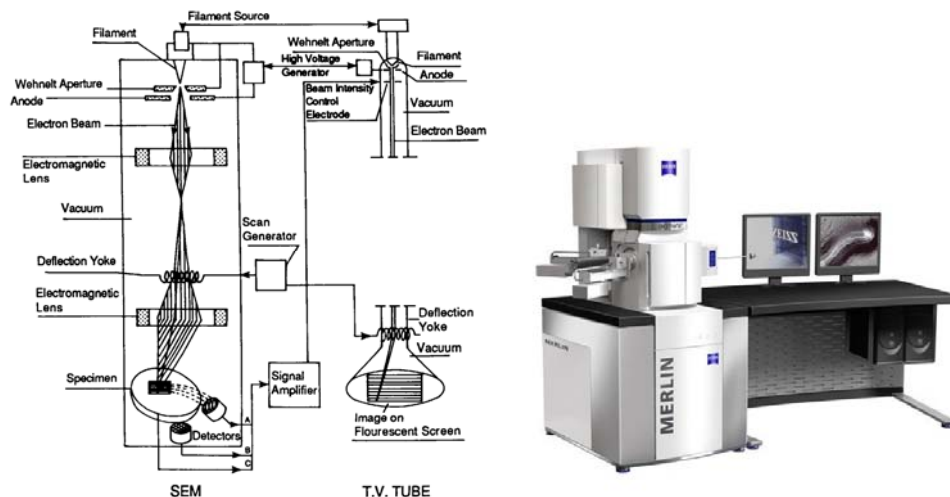


Figura 3.7: Schema esemplificativo di funzionamento del microscopio SEM; postazione equipaggiata con SEM.

Il fascio emesso non è fisso, ma scansiona ed analizza una zona rettangolare del campione. Il segnale elettrico, generato dall'elaborazione degli elettroni secondari, viene inviato ad un *monitor*.

Sul *monitor* è proiettata un'immagine in bianco e nero, simile ad una normale immagine fotografica. Le immagini hanno un'elevata profondità di campo, al contrario delle immagini catturate con il microscopio tradizionale, il che consente di osservare la superficie del provino nei minimi particolari, permettendo così di identificare i più piccoli difetti metallurgici o di individuare fasi precipitate non previste.

La risoluzione di un comune microscopio elettronico con catodo in tungsteno si aggira intorno ai 5 nm, mentre le tensioni di accelerazione degli elettroni variano da 0,5 a 30 kV.

I segnali emessi dal provino, grazie all'eccitazione attraverso il fascio di elettroni, sono costituiti da elettroni riflessi (fenomeno di *backscattering*), elettroni *channelling*, raggi X, catodoluminescenza, correnti indotte dal fascio e, per alcuni tipi di campioni, anche elettroni trasmessi. Attraverso all'emissione di raggi X è possibile analizzare quantitativamente gli elementi chimici che costituiscono il materiale del campione. Grazie alla generazione di elettroni retro-diffusi è possibile investigare le orientazioni cristallografiche che i grani costituenti il materiale assumono a seguito di un qualunque processo di deformazione plastica.

Nel caso in esame si vuole investigare l'evoluzione dell'orientamento dei grani cristallini nei vari *step* di deformazione e, qualora vi fosse, la conseguente evoluzione della tessitura.

L'analisi viene effettuata tramite la sonda EBSD (*Electron BackScattered Diffraction*) [17,18], costituita da una fotocamera con schermo al fosforo in grado di captare una particolare emissione del provino quando viene investito dal fascio di elettroni. L'emissione eccita lo schermo al fosforo della fotocamera a diffrazione facendolo diventare fluorescente. Attraverso una fotocamera CCD è possibile captare la fluorescenza e quindi riprodurre l'immagine in cui si mette in evidenza lo schema di diffrazione (figura 3.8).

I provini per l'analisi EBSD devono essere preparati come per la metallografia ottica, aggiungendo però al termine della lappatura al panno da 1 μm un ulteriore passaggio. La preparazione della superficie si effettua su un panno di velluto (analogo a quello da 1 μm) su cui viene dispersa una soluzione acquosa di silice colloidale (granulometria 0,20 μm).

Il provino viene lucidato per 1 ora a 50 rpm minuto, rinnovando la soluzione di tanto in tanto.

Al termine dell'operazione segue risciacquo in etanolo in lavatrice ad ultrasuoni ed asciugatura immediata con aria compressa.

Il provino viene poi alloggiato nella camera del SEM con un'inclinazione di 71° , in modo che gli elettroni retro-diffusi generati dalla superficie del pezzo vengano captati dallo schermo al fosforo della sonda EBSD (figura 3.8).

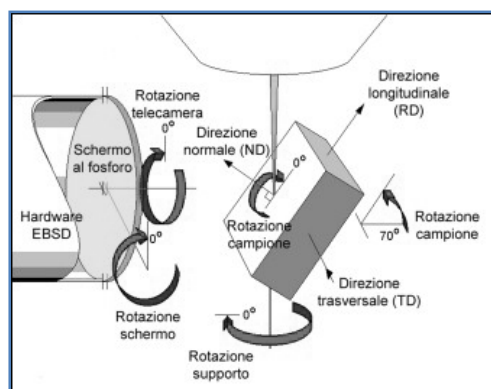


Figura 3.8: Posizionamento del provino rispetto alla sonda EBSD.

La procedura seguita per l'analisi del provino è la seguente:

- su ogni provino di schiuma indeformato sono state eseguite tre analisi in altrettanti differenti zone; sui provini che hanno subito il primo stadio di compressione sono state effettuate due analisi in altrettante zone; nello *step* successivo di compressione è stata effettuata un'unica analisi sulla zona che ha emesso un segnale sufficiente per l'elaborazione *software*;
- essendo la struttura della schiuma arborescente, è possibile individuare due diverse morfologie del metallo che la compone: delle zone fini, definite legamenti, che interconnettono regioni di metallo più estese, definite isole. Le analisi sono state quindi effettuate su entrambe le zone (figura 3.9);
- si utilizza come ingrandimento comune per tutte le analisi 500X, per garantire un numero di grani sufficiente a dare significatività statistica all'analisi;
- si investiga unicamente la deformazione sulla fase ferritica.

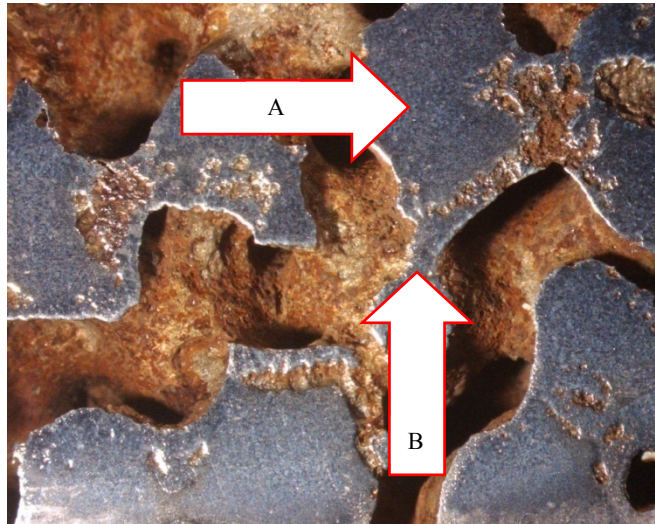


Figura 3.9: a) Zona denominata isola; b) zona denominata legamento.

3.4.1 Analisi della tessitura

Durante la scansione tramite la sonda EBSD [17,8,20], viene scansionato ed analizzato un numero elevato di grani, in modo da dare una rappresentazione statisticamente significativa delle orientazioni presenti nel campione. Quanto maggiore è il numero di grani che sono orientati approssimativamente in una particolare direzione, tanto maggiore sarà l'intensità della tessitura. Sperimentalmente [4,17] è stato ricavato che è necessario determinare un numero di orientazioni compreso tra 500 e 1500 per avere una distribuzione statisticamente significativa.

Esistono tre fondamentali modalità per la descrizione grafica della tessitura, tutte attraverso la creazione di una “figura polare”:

1. mediante la determinazione, in corrispondenza di diversi angoli, dell'intensità della diffrazione operata da alcune particolari famiglie di piani reticolari presenti all'interno del cristallo. Questa grandezza verrà espressa attraverso una figura polare, la quale dà informazioni circa l'orientazione di una particolare famiglia di piani (indicata generalmente come $\{hkl\}$) rispetto a un sistema di riferimento fisso;
2. mediante la figura polare inversa, con cui si rappresenta la quantità di direzioni del cristallo (indicate generalmente come $\langle uvw \rangle$) che sono parallele a quelle del sistema di riferimento fisso;
3. mediante la misura di più figure polari per differenti famiglie di piani $\{hkl\}$ e la loro combinazione per produrre una funzione di distribuzione dell'orientazione (ODF = *Orientation Distribution Function*). Questa modalità fornisce l'informazione più completa, poiché rappresenta la densità statistica dei piani e delle direzioni nello spazio dei tre angoli fondamentali (angoli simmetrici di Eulero) rispetto ad un sistema di riferimento fisso.

I tre metodi sopraindicati si basano sulla rappresentazione della direzione cristallografica sulla superficie di una sfera che ha raggio unitario, cosa che risulta particolarmente conveniente quando si hanno molti cristalli in un campione policristallino, poiché la loro posizione relativa è immediatamente evidenziabile e la densità locale dei punti, individuabili attraverso gli angoli di Eulero Φ , φ_1 e φ_2 , riflette esattamente il numero di grani in un dato intervallo di direzioni, determinando cioè la distribuzione.

Per ciascun diagramma polare vengono tracciate delle assi cristallografiche (o poli) sotto forma di proiezioni stereografiche, unitamente alle direzioni relative alle deformazioni subite dal materiale. Queste direzioni definiscono il cosiddetto schema di riferimento del campione e sono la direzione di laminazione RD (*Rolling Direction*), la direzione trasversale TD (*Transverse Direction*) e la direzione normale ND (*Normal Direction*) (figura 3.10).

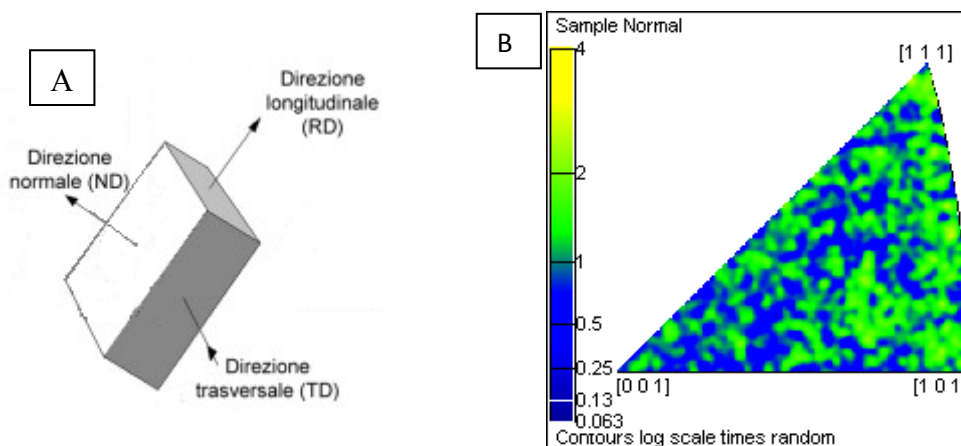


Figura 3.10: a) Rappresentazione delle direzioni sul campione di schiuma b) Figura polare inversa dall'analisi della martensite di un campione in acciaio al vanadio laminato a 1050°C.

La posizione dei picchi di intensità nella figura polare inversa può essere confrontata con le posizioni delle proiezioni standard, nella figura polare di riferimento, rispetto al piano di riferimento $\{001\}$ per un cristallo, il che consente di individuare le direzioni cristallografiche corrispondenti alle orientazioni prevalenti dei grani nel campione.

Se si presenta il caso di un reticolo cubico, la combinazione dei tre diagrammi polari relativi a tre differenti famiglie di piani consente di individuare la disposizione dei piani e le direzioni dei cristalli rispetto ad un sistema fisso di riferimento e permette di analizzare la presenza di particolari tessiture (figura 3.11):

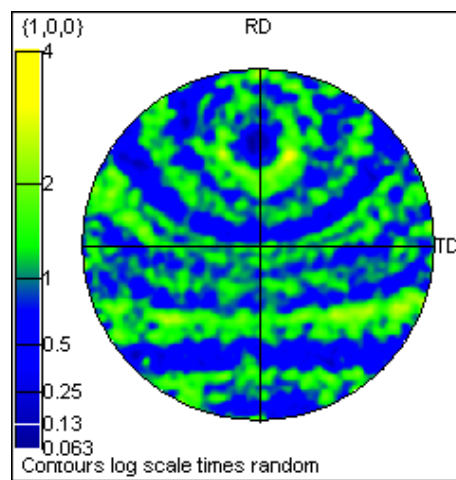


Figura 3.11: Figura polare riferita al piano $\{100\}$ ottenute dall'analisi della martensite di un campione di acciaio al vanadio laminato a 1050°C .

Un'analisi della funzione di distribuzione delle orientazioni (ODF) [17,18,21] è dunque necessaria, perché i diagrammi polari manifestano un certo grado di ambiguità. Nella rappresentazione ODF le figure polari vengono trasferite in uno spazio 3D cubico, i cui assi cartesiani rappresentano le coordinate angolari, mentre all'interno del volume del cubo si segnalano le densità di probabilità per i cristalli con una particolare orientazione rispetto al sistema di riferimento (figura 3.12). I risultati sono stati confrontati con una serie di tipiche componenti di tessitura che caratterizzano le orientazioni preferenziali in reticoli di tipo CCC.

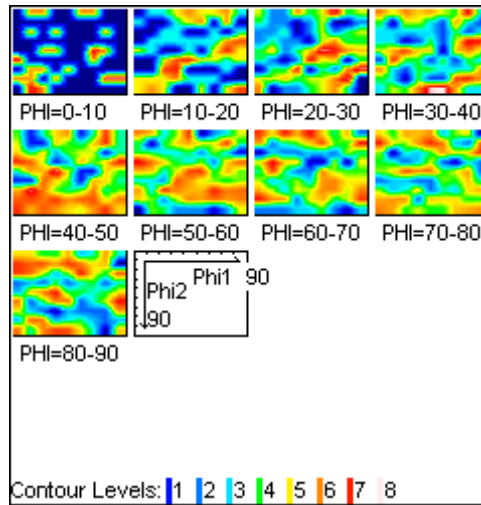


Figura 3.12: Rappresentazione della distribuzione ODF per acciaio al vanadio laminato a 1050°C (relativa alla martensite).

Per la determinazione della macrotestitura viene selezionata al SEM un'area di interesse sulla superficie del campione (figura 3.13a), con un ingrandimento che possa comprendere un numero sufficientemente elevato di grani. A questo punto il microscopio elettronico a scansione è in grado di creare una riproduzione della superficie di interesse.

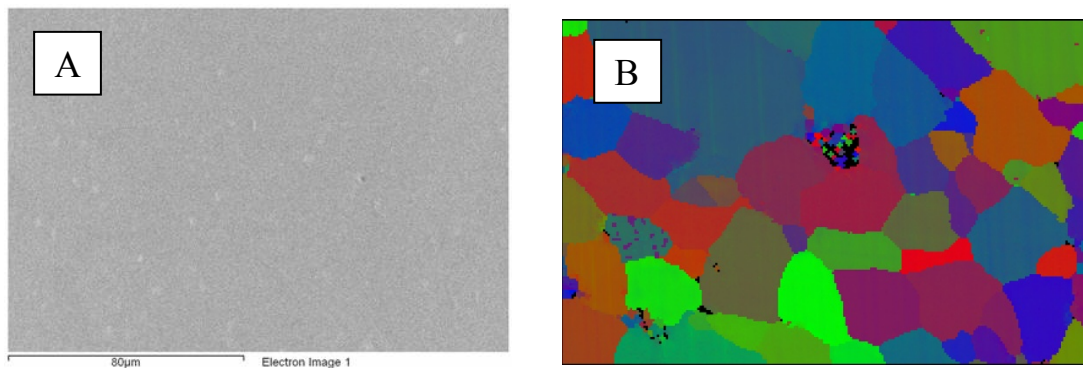


Figura 3.13: a) Area di interesse sulla superficie del campione in schiuma metallica; b) “phase map” realizzata a seguito dell’analisi della superficie rappresentata nella precedente figura.

Date indicazioni al software sulle fasi metallurgiche da individuare ed analizzare nella “fotografia” dell’area di interesse precedentemente acquisita, il sistema incomincia la creazione della “*phase map*” corrispondente alla superficie selezionata (figura 3.13b). Ciò permette di quantificare la percentuale di area analizzata e associata alle fasi selezionate.

Capitolo 4

Analisi dei risultati

Questo capitolo presenta e discute i risultati ottenuti dalle esecuzioni delle prove effettuate sui campioni per definire le proprietà delle schiume prodotte. L'interpretazione dell'analisi segue lo schema di presentazione utilizzato nel precedente capitolo per descrivere la procedura sperimentale seguita.

4.1 Caratterizzazione metallurgica

Come precedentemente indicato, i tre provini di schiuma a differente porosità vengono analizzati secondo tre *step* di deformazione.

Una prima analisi micrografica è stata necessaria dopo la fase di ricottura per verificare la buona riuscita del processo; la micrografia mostra la microstruttura dopo il trattamento termico: essa presenta una struttura bifasica formata da ferrite e perlite in accordo con la teoria [4,5,13] (figura 4.1).

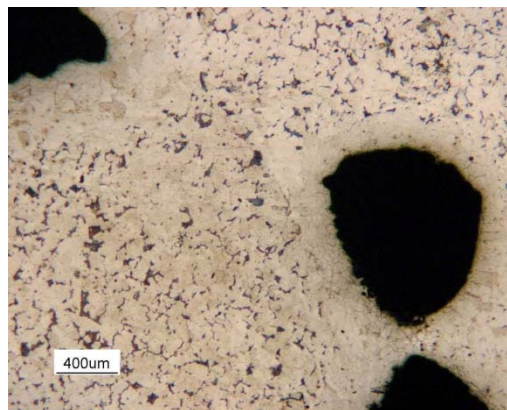


Figura 4.1: Micrografia eseguita su una schiuma 20 PPI ricotta attacco Nital 5% 10s.

Dopo il trattamento di tempra intercritica le analisi metallografiche delle schiume hanno evidenziato quanto segue:

- il materiale utilizzato per la produzione dei tre campioni di schiuma risulta, dalle prove sperimentali, conforme a quello ipotizzato da progetto (figura 4.2);
- il processo di tempra intercritica ha dato i risultati attesi: coerentemente con gli studi sul trattamento termico la struttura che si forma è bifasica;
- il rapporto ferrite-martensite risulta ad una prima analisi essere vicino al 50-50; l'analisi *software* darà indicazioni più precise su tale rapporto.

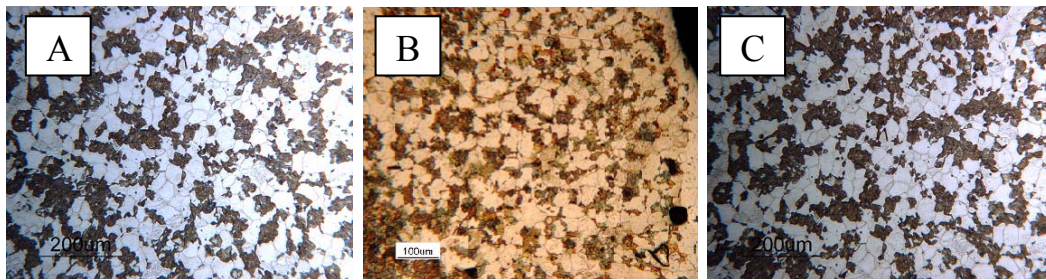


Figura 4.2: Micrografie schiume attacco Nital 5% 10s non compresse a) 10 PPI marker 200 µm; b) 20 PPI; c) 30 PPI marker 200 µm.

Grazie all'elaborazione tramite *Image-Pro Plus*[®] è stato possibile definire meglio la quantità di martensite dispersa nella fase ferritica. Si segnala che, pur attenendosi alle norme generali sul trattamento termico, non si riesce ad ottenere una struttura perfettamente bilanciata (50-50 ferrite martensite). Questo è dovuto in parte alle condizioni operative dei forni utilizzati per il trattamento termico di tempra e in parte al materiale che, avendo subito una rifusione e i successivi trattamenti termici (perdendo parte degli elementi in lega), non ha permesso una trasformazione perfettamente bilanciata. L'analisi *software* indica che il rapporto tra ferrite e martensite si attesta su un valore medio attorno al 57-43%. In tabella 4.1 vengono riassunti tali dati.

Tabella 4.1: Percentuale di martensite dispersa nella matrice ferritica.

	10 PPI	20 PPI	30 PPI
Percentuale martensite	43%	46%	42%

In figura 4.3 vengono mostrate le micrografie degli *step* di deformazione della schiuma da 20 PPI. È possibile individuare, attraverso l'indicazione delle frecce verdi, la direzione dell'applicazione del carico, mentre le frecce rosse indicano le zone di maggiore deformazione. La figura 4.3a presenta la schiuma che non ha subito deformazione e nella figura 4.3b viene mostrata una schiuma a cui è stata imposta una deformazione del 10%. Si nota che la parte maggiormente deformata è il legamento ed in particolare i grani di ferrite rispetto a quelli di martensite. Nella figura 4.3c è rappresentata la schiuma che ha subito una deformazione del 30%; si nota come le zone di deformazione siano più estese; la disposizione del grano cristallino risulta essere a 45° rispetto all'applicazione del carico; è anche visibile l'inizio della deformazione del grano martensitico. Nell'ultima figura 4.3d si nota come la deformazione sia più estesa e non coinvolga solo i legamenti ma anche parte delle zone piene definite isole; si nota chiaramente la deformazione del grano martensitico.

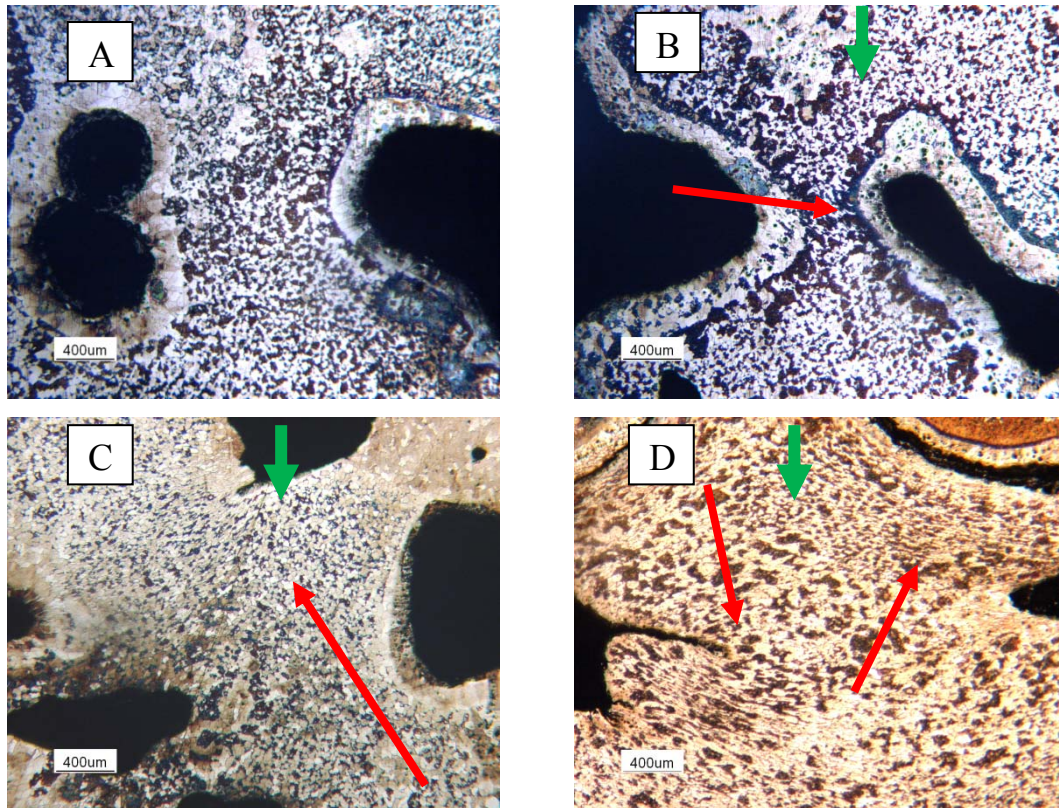


Figura 4.3: Schiuma 20 PPI attacco Nital 5% 10s 25X: a) schiuma in deformata; b) schiuma deformata 10%; c) schiuma deformata 30%; d) schiuma deformata 50%.

Nella figura 4.4 viene presentata la micrografia di una schiuma 10 PPI compressa al 50%: è possibile notare l'elevata deformazione del grano ferritico così come la deformazione del grano martensitico.

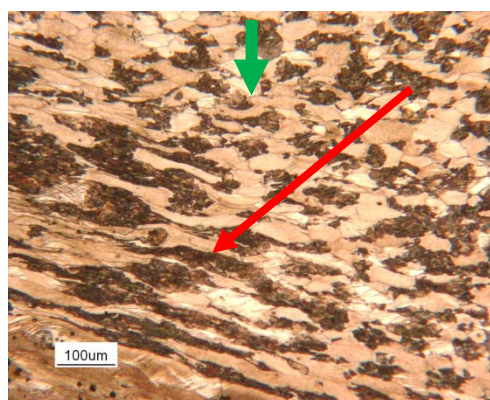


Figura 4.4: Schiuma 10 PPI attacco Nital 5% 10s 100X compressione 50%.

4.2 Analisi morfologica

Sono stati utilizzati i modelli ceramici descritti in precedenza, le cui caratteristiche hanno portato alla realizzazione di campioni di schiuma metallica dotati di uguali peso e volume; se ne deduce che la densità relativa di partenza dei tre campioni è costante. Il rapporto superficie / volume invece varia con il variare della porosità del filtro ceramico utilizzato come modello. Dunque la morfologia della schiuma metallica dipende unicamente dal modello ceramico utilizzato. Successivamente si è passati ad analizzare la variazione di densità relativa con i metodi di calcolo accennati in precedenza. Come è possibile notare dal grafico, in figura 4.5 e dalla tabella 4.2, al variare della percentuale di deformazione si verifica una densificazione più o meno lineare delle tre schiume. Nel primo *step* di compressione, per tutte e tre le schiume, la variazione di densità relativa risulta essere minima; un aumento della densità più consistente si nota per lo stadio di compressione al 30%, e si accentua nello stadio di compressione al 50%, dove, oltre al collasso dei legamenti, avviene l'impaccamento delle isole.

Tabella 4.2: Riassunto dati densità relativa delle schiume.

Stadio di compressione	Densità relativa		
	10PPI	20PPI	30PPI
0%	0,63	0,62	0,64
10%	0,65	0,68	0,67
30%	0,70	0,72	0,73
50%	0,80	0,78	0,79

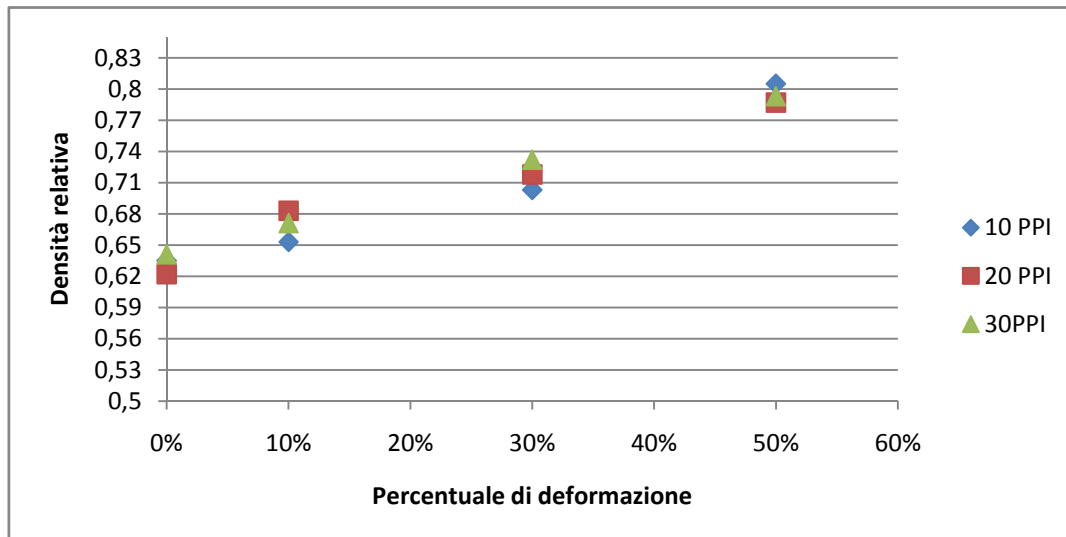


Figura 4.5: Densità relativa in funzione della percentuale di deformazione.

4.3 Caratterizzazione meccanica

Questo paragrafo presenta i risultati delle prove a compressione. Di seguito vengono mostrati i grafici (figure 4.6, 4.7 e 4.8) ottenuti tramite l'elaborazione dei dati di compressione. Come accennato in precedenza, i dati per la costruzione dei grafici sono stati ricavati sommando i dati provenienti dagli *step* di compressione effettuati; non è stato possibile effettuare una rappresentazione che ricostruisse con adeguata precisione lo scarico finale. Infatti le lunghezze delle stringhe dei dati acquisiti non sono perfettamente identiche, pertanto la rappresentazione della fase di scarico non risultava coerente con i grafici costruiti.

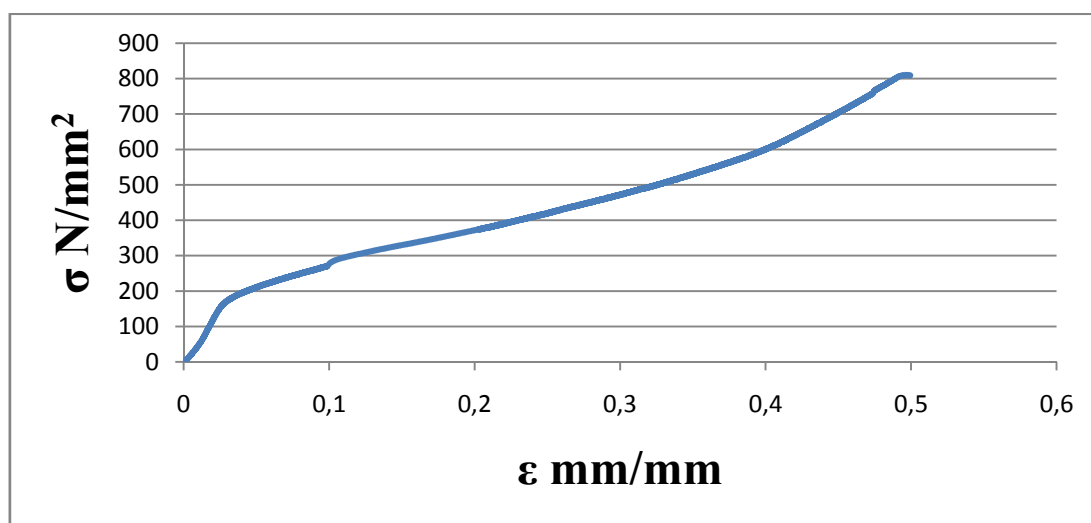


Figura 4.6: Schiuma 10 PPI test di compressione.

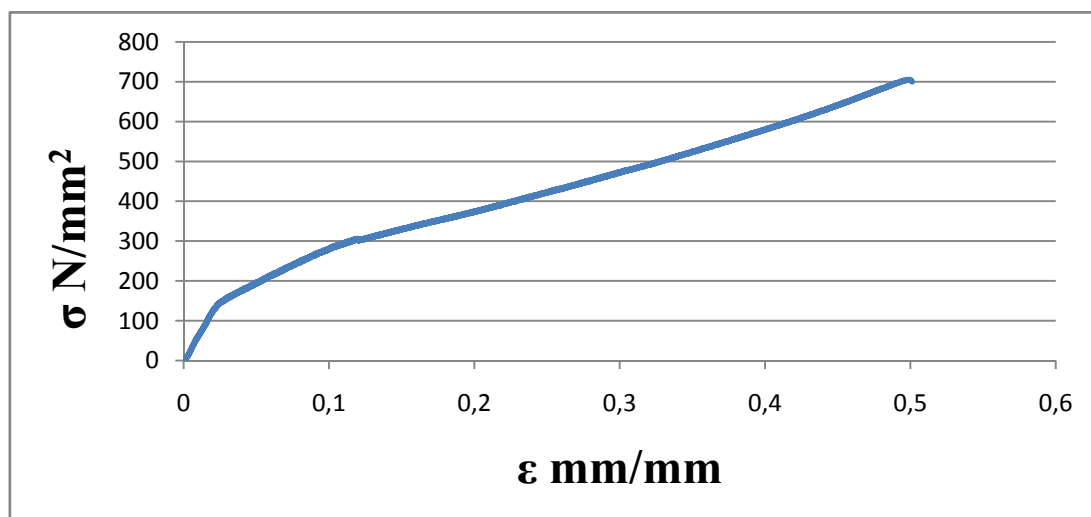


Figura 4.7: Schiuma 20 PPI test di compressione.

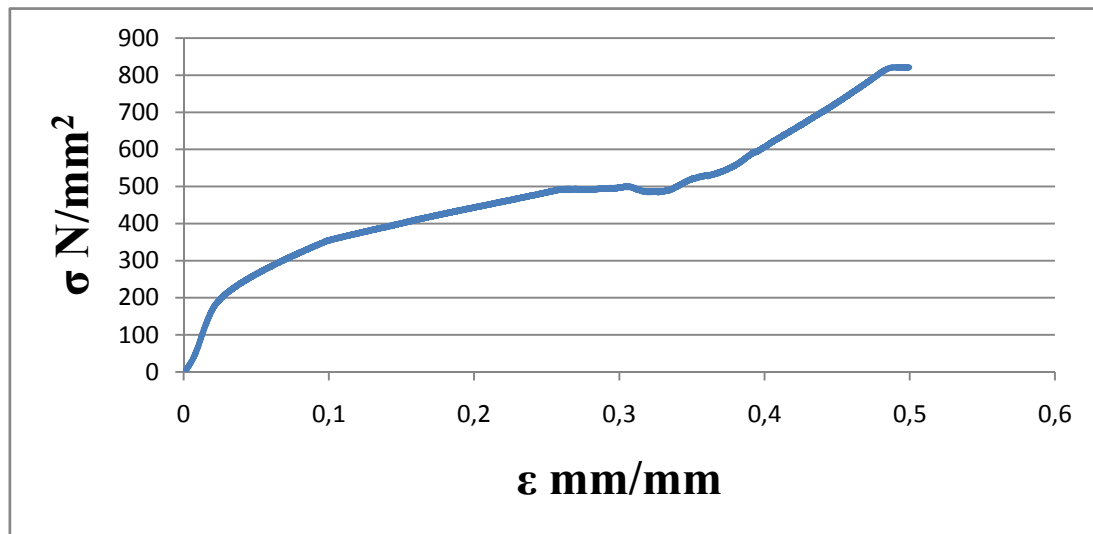


Figura 4.8: Schiuma 30 PPI test di compressione.

Nei grafici riportati sopra si possono individuare tre zone caratteristiche. La prima zona, dove si osserva un'elevata inclinazione della curva, identifica un comportamento elastico della schiuma, ma durante questa fase avvengono comunque dei fenomeni di plasticizzazione sui legamenti.

A causa dell'elevata densità, lo sforzo, dopo il tratto elastico, cresce in maniera monotona. In questo tratto sono i legamenti a deformarsi, mentre le isole vengono interessate solo parzialmente. Ciò è in accordo con quanto visto nelle micrografie precedentemente analizzate. Superato il 30-35% di deformazione, la curva cambia nuovamente pendenza. La densificazione avviene più rapidamente perché vengono deformate anche le isole metalliche portando al completo impaccamento della struttura porosa. In accordo a quanto osservato al microscopio ottico, negli stadi di compressione più bassi, la deformazione è estesa unicamente ai legamenti, mentre all'aumentare della compressione è possibile notare una certa deformazione anche sulle zone definite isole della schiuma.

Dall'analisi dei grafici ricostruiti, si nota come le schiume da 10 e 20 PPI attorno al 10% di deformazione totale raggiungano valori di sforzo molto simili tra loro; al contrario la schiuma da 30 PPI, già nello stadio di deformazione attorno al 10%, raggiunge valori di sforzo molto più alti, attorno a 350 N/mm². Nelle schiume da 10 PPI e 20 PPI si nota un andamento lineare della curva sforzi-deformazioni. Nel caso della schiuma da 10 PPI c'è un aumento della pendenza dopo il 40% della deformazione, dopo che è avvenuto il completo impaccamento dei legamenti. Nella schiuma da 30 PPI è possibile notare, attorno al 30% della deformazione, una parte pianeggiante. Questa è dovuta al cedimento della schiuma su se stessa; dopo tale fenomeno avviene una crescita piuttosto lineare del diagramma sforzi-deformazioni che raggiunge il suo massimo valore di sforzo, superiore rispetto alle altre due schiume. Questo fenomeno avviene poiché la schiuma da 30 PPI, avendo porosità di

piccole dimensioni ma molto disperse, provoca un contatto anticipato tra i vari legamenti che cedono sotto l'azione del carico applicato.

In nessuno dei tre campioni di schiuma si verifica la rottura della schiuma stessa, in quanto non è stato possibile applicare un carico superiore a quello massimo di sicurezza imposto dall'operatore sulla macchina (240 kN). Si precisa che, durante l'ultima fase di compressione, le schiume hanno parzialmente ceduto, piegandosi parzialmente su se stesse e variando la superficie effettiva di contatto tra i piatti della macchina. Questa tendenza si è potuta notare maggiormente sulla schiuma da 30 PPI (figura 4.10). Una successiva analisi micrografica delle schiume ha evidenziato che in nessuna schiuma si è verificata la decoesione della fase martensitica dalla fase ferritica (figura 4.9) come viene indicato nello studio di Pratheek Shanthraj [22].

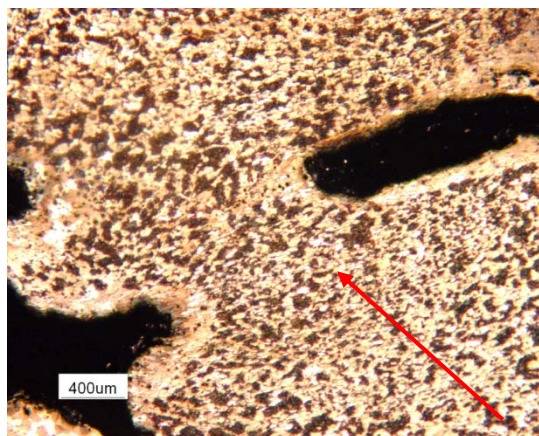


Figura 4.9: Micrografia di una schiuma 20PPI (25X) compressa al 30%: si nota come la ferrite nei legamenti si sia deformata



Figura 4.10: Schiuma da 30 PPI: la feccia rossa indica la zona in cui la schiuma si è ripiegata, la freccia verde la direzione di applicazione del carico.

4.4 Prove di microdurezza

Come indicato in precedenza, il valore della microdurezza può essere utilizzato come un indice per valutare il tasso di incrudimento del materiale. Trattandosi di un acciaio *dual phase* con struttura bifasica, vengono eseguite prove di microdurezza sulle singole fasi, in modo da osservare gli effetti della compressione separatamente sulla ferrite e sulla martensite.

Una prima rapida analisi viene effettuata sui campioni allo stato ricotto, in modo da verificare la buona riuscita del trattamento termico di ricottura; dall'analisi si nota che i valori di microdurezza calcolati sono in linea con quelli forniti dalla teoria [4]. In tabella 4.3 sono mostrati i risultati ottenuti ricavando le microdurezze dalla schiuma da 20 PPI.

Tabella 4.3: Risultati di microdurezza ottenuti su una schiuma 20 PPI ricotta.

Microdurezza Vickers schiuma in acciaio ricotto		
Acciaio	Ferrite	Perlite
DC 1200 YP**	108±5 [HV]	163±5 [HV]

Vengono presentati di seguito (tabella 4.4) i risultati dell'analisi sulle schiume in acciaio dopo il trattamento di tempra intercritica. Questi test sono effettuati per capire lo stadio evolutivo della deformazione al variare della morfologia del campione in schiuma metallica.

Tabella 4.4: Risultati delle prove di microdurezza ottenuti sulle schiume dopo tempra intercritica.

	10 PPI		20 PPI		30 PPI	
	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite
0%	128±5 [HV]	500±5 [HV]	133±5 [HV]	506±5 [HV]	137±5 [HV]	503±5 [HV]
10%	154±5 [HV]	517±5 [HV]	152±5 [HV]	519±5 [HV]	157±5 [HV]	522±5 [HV]
30%	184±5 [HV]	578±5 [HV]	189±5 [HV]	582±5 [HV]	173±5 [HV]	539±5 [HV]
50%	231±5 [HV]	583±5 [HV]	259±5 [HV]	592±5 [HV]	250±5 [HV]	564±5 [HV]
Variazione totale di durezza	72%	16%	93%	18%	86%	12%

Da una prima analisi è possibile notare come la fase ferritica risulti più incrudita rispetto alla fase martensitica, con incremento percentuale medio di durezza attorno all'80%; la fase martensitica risulta meno incrudita e presenta un incremento percentuale medio di durezza molto più basso, attorno al 15%. Dunque si può evincere che la ferrite risulta essere la fase maggiormente incrudita, cioè la fase che

ha subito una maggiore deformazione rispetto alla fase martensitica. In seguito vengono presentati i grafici (figure 4.11 e 4.12) che mostrano l'andamento delle durezze in relazione alla porosità della schiuma suddivisi per fase.

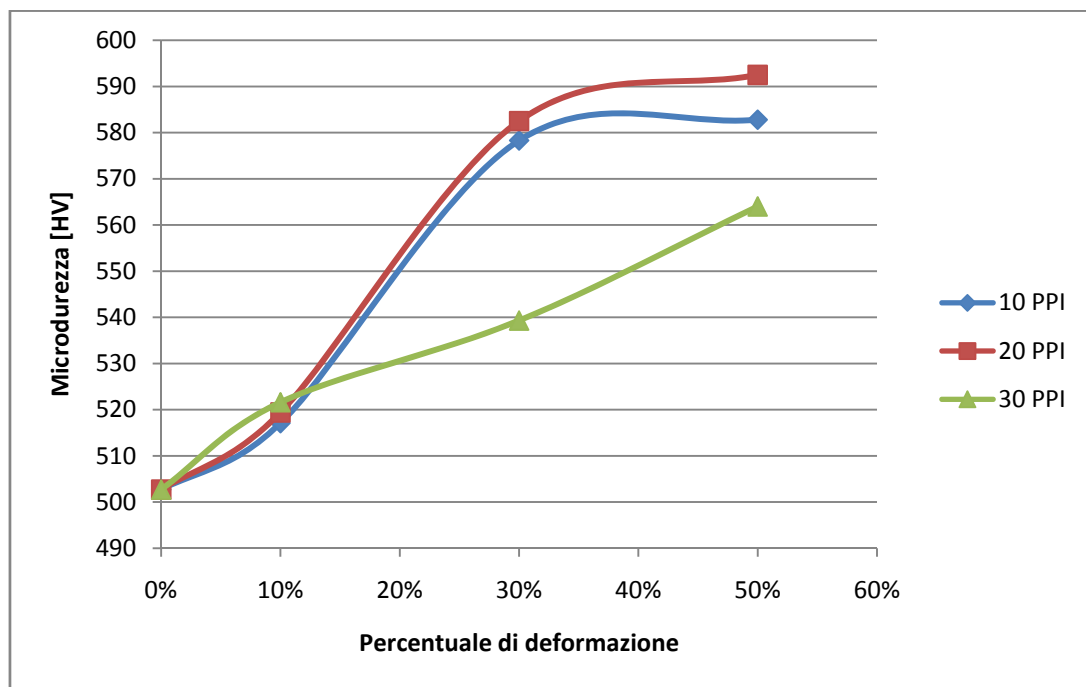


Figura 4.11: Variazione delle microdurezze della fase martensitica.

Dal grafico si evince che le due schiume da 10 e 20 PPI mostrano un comportamento simile; la martensite sembra coinvolta nella deformazione a partire dal secondo *step* di compressione. I valori ricavati dai test di microdurezza sulle schiume da 10 PPI e 20 PPI per una compressione del 30% sono superiori di 40 ± 5 HV rispetto a quelli ricavati sulla schiuma da 30 PPI allo stesso stadio di compressione. Si può notare come alla fine dell'ultimo *step* di compressione la microdurezza delle schiume da 10 PPI e 20 PPI sia molto simile. Riguardo ai *test* effettuati sulla schiuma da 30 PPI, si evince che l'andamento della microdurezza sembra essere lineare; dai valori più bassi riscontrati sulla fase martensitica di questa schiuma è possibile capire che la fase martensitica partecipa in misura minore alla deformazione della schiuma, essendosi meno incrudita.

Il successivo grafico (figura 4.12) presenta invece gli andamenti delle microdurezze della fase ferritica. Dall'analisi delle curve è possibile notare che per tutte e tre le diverse porosità l'andamento delle curve è lineare, accentuando la pendenza solo nell'ultimo stadio di compressione. Confrontando i dati con gli andamenti nei grafici, è possibile dire che la fase maggiormente incrudita è quella ferritica; da questo si deduce che la maggiore deformazione è stata subita dal grano ferritico. Alla fine

dell'ultimo *step* di deformazione si nota comunque un divario della durezza delle tre schiume: i valori più alti sono raggiunti dalle schiume da 20 PPI e 30 PPI.

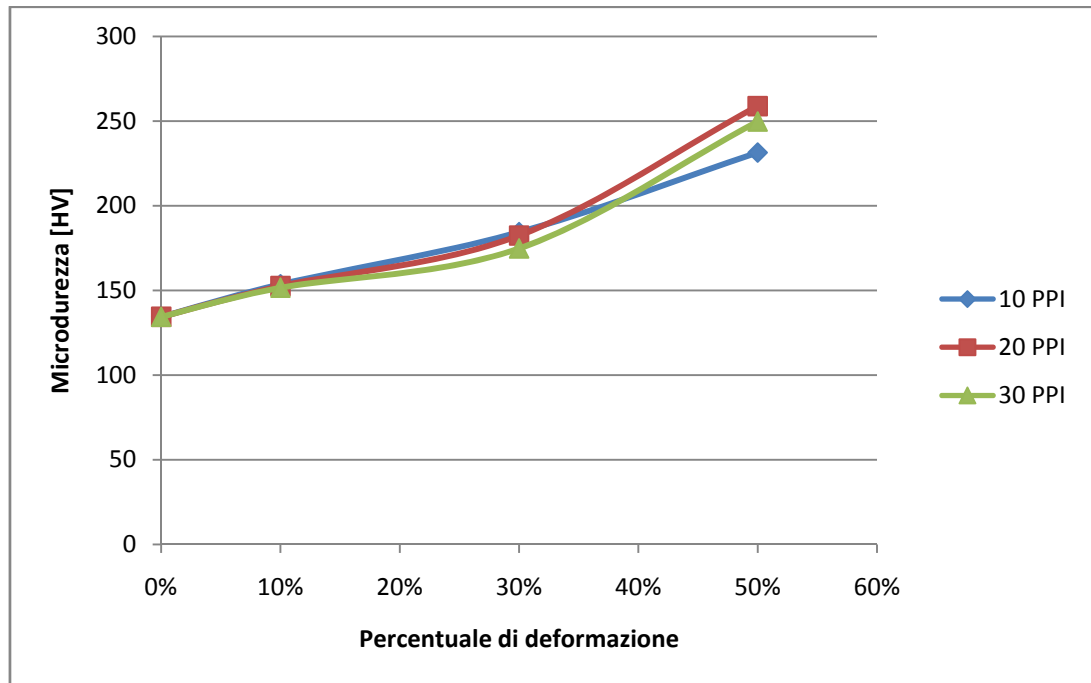


Figura 4.12: Variazione delle microdurezze della fase ferritica.

Il comportamento della ferrite essendo più duttile è prevedibile: la deformazione inizia prima sul grano ferritico. La deformazione della martensite inizia al limite della deformazione della ferrite: è possibile notare che la martensite risulta deformata solo nei legamenti, come si vede dalle micrografie precedentemente presentate, dove i valori di sforzo sono più elevati.

4.5 Risultati analisi EBSD sulle schiume

Nella prima analisi EBSD si può notare lo stato indeformato delle schiume che non presentano alcuna tendenza a disporre i piani cristallini verso qualche orientazione preferenziale.

La rappresentazione dei risultati nelle figure proposte di seguito presenta sempre il medesimo schema: figura polare inversa *normal*, figura polare inversa *rolling* e figura polare inversa *transverse*.

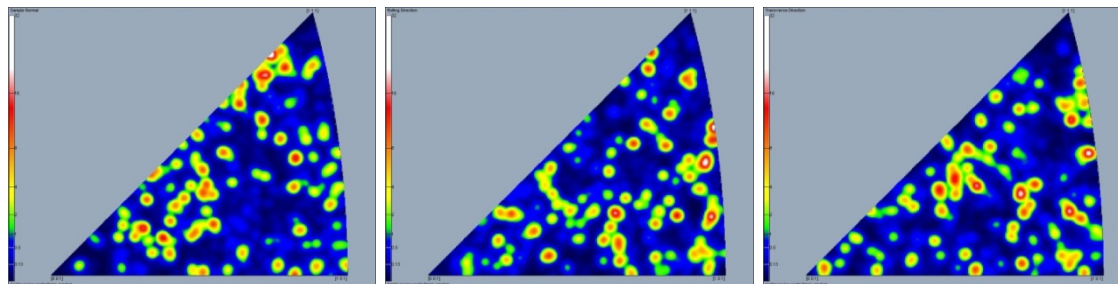


Figura 4.13: Nessuna compressione 10 PPI zona “legamento”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse.

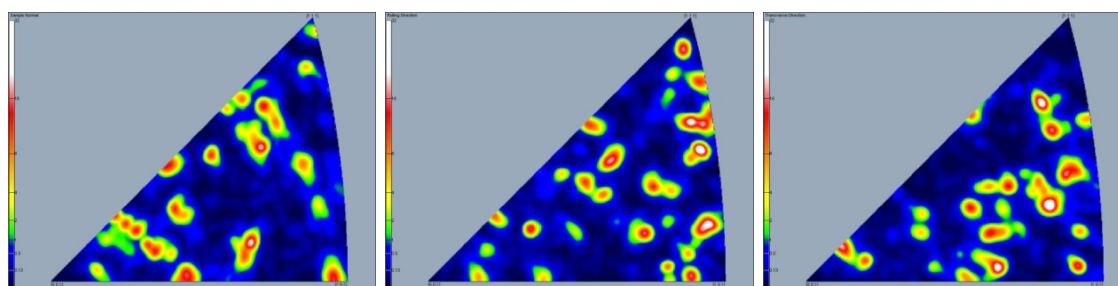


Figura 4.14: Nessuna compressione 10 PPI zona “isola”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse.

Dall'analisi delle figure polari inverse della schiuma da 10 PPI (figure 4.13 e 4.14) non si evidenzia alcuna distribuzione preferenziale dei grani e quindi il corrispondente diagramma risulta essere del tutto uniforme. Tale situazione dipende sostanzialmente da due fattori. La schiuma viene ottenuta per colata, ma senza un'estrazione preferenziale di calore. Successivamente si attua un trattamento di ricottura che comunque tende ad eliminare la storia termica del materiale, rendendolo sostanzialmente isotropo. Un qualche effetto sulla formazione di una tessitura può essere indotto dal trattamento di tempra intercritica. Infatti la trasformazione martensitica porta con se la formazione di orientazioni caratteristiche delle lamelle che si formano a partire dalla fase γ durante il raffreddamento. Tuttavia, avendo analizzato solo il comportamento della fase α , che sopporta la quasi totalità della deformazione, si deduce che questa non subisca alcun effetto durante il raffreddamento post tempra.

Al crescere della deformazione l'orientazione che appare più diffusa si trova tra le direzioni $\langle 111 \rangle$ e $\langle 101 \rangle$, con generazione di una fibra tra queste due direzioni. Analizzando invece le figure polari inverse compresse al 10% della schiume da 10 PPI e da 20 PPI (figure 4.15, 4.16 4.17 e 4.18) è possibile notare che le due zone differenziate di entrambe le schiume hanno comportamenti differenti: le zone denominate “legamenti” presentano un inizio di orientazione preferenziale dei piani cristallini (figura 4.15 e 4.16). Al contrario le zone denominate “isole” non presentano nessuna orientazione cristallografica preferenziale, quindi non hanno subito deformazione.

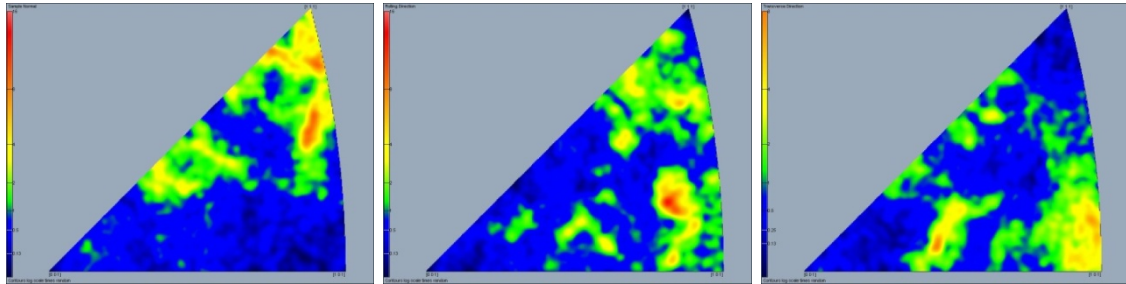


Figura 4.15: Compressione 10 % 10 PPI zona “legamento”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse.

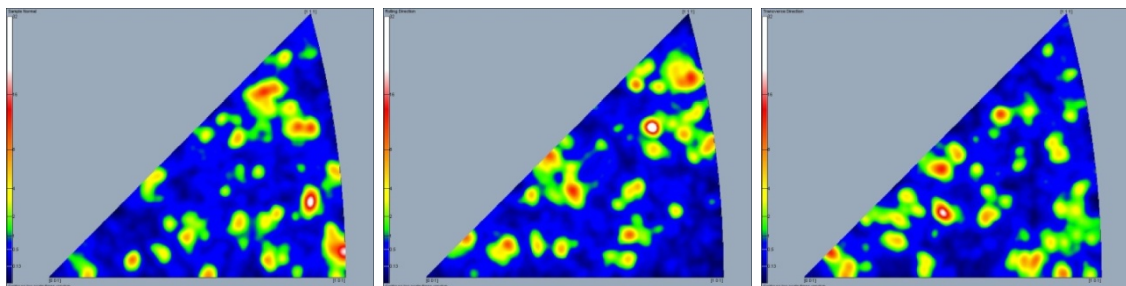


Figura 4.16: Compressione 10 % 10 PPI zona “isola”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse.

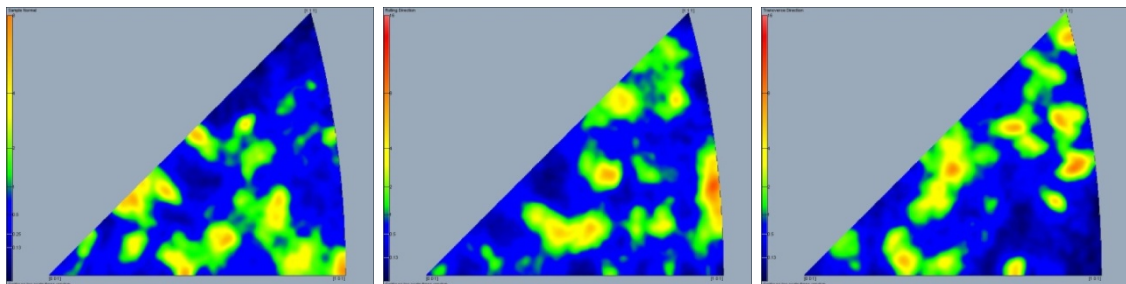


Figura 4.17: Compressione 10% 20 PPI zona “legamento”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse.

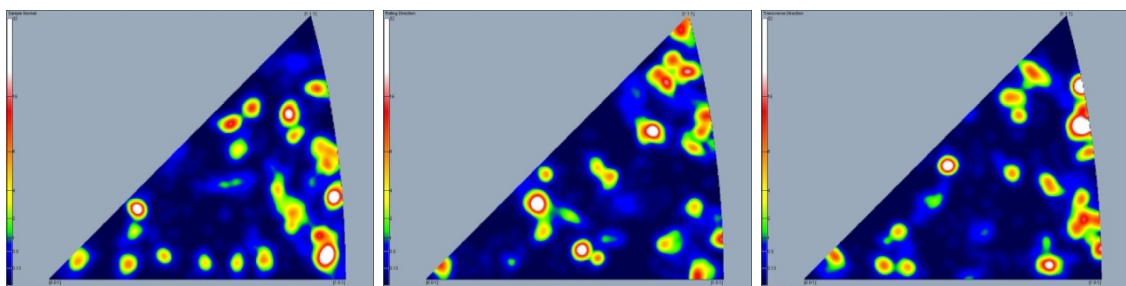


Figura 4.18: Compressione 10% 20 PPI zona “isola”; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse.

Dall'analisi delle figure polari precedentemente rappresentate è possibile affermare che già partendo dallo *step* di deformazione al 10 % si inizia a notare la tendenza nei grani dei legamenti ad allinearsi lungo le direzioni $\langle 111 \rangle$ e $\langle 101 \rangle$.

Di seguito sono presentate le figure polari inverse ottenute dall'analisi delle tre schiume dopo la deformazione del 30% nelle zone denominate "isole" (figura 4.19). Si nota come la tendenza ad orientarsi verso le direzioni $\langle 111 \rangle$ $\langle 101 \rangle$ sia maggiormente accentuata, benché l'analisi sia stata eseguita su una zona meno deformata della schiuma ("isola").

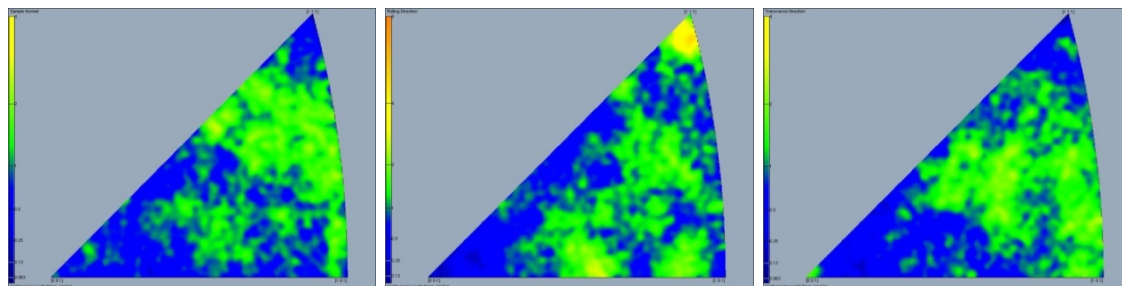


Figura 4.19: Compressione 30% 20 PPI zona "isola"; figure polari inverse: Normal; Rolling; Transverse.

Rispetto a quanto osservato nel legamento, la deformazione nelle isole è tuttavia meno marcata, in quanto vengono attivate contemporaneamente più direzioni cristallografiche.

Nel successivo *step* di deformazione il programma non è riuscito ad identificare correttamente la struttura cristallina: la sonda EBSD rileva il segnale proveniente dalla superficie del campione, ma il *software* non è riuscito a risolvere la struttura della fase cristallina, vista l'elevata deformazione complessiva della schiuma. Anche la variazione del tempo di integrazione e della corrente proiettata sulla superficie del campione non si è comunque rivelata utile per risolvere la struttura cristallina.

Di seguito vengono presentate le figure polari inerenti alle schiume da 10 PPI e 20 PPI. Nelle figure 4.20, 4.21 e 4.22 sono rappresentate le figure polari che rappresentano la schiuma da 10 PPI non compressa, compressa 10% e compressa 30%; nella figura 4.23 è rappresentata la schiuma da 20 PPI compressa 30%.

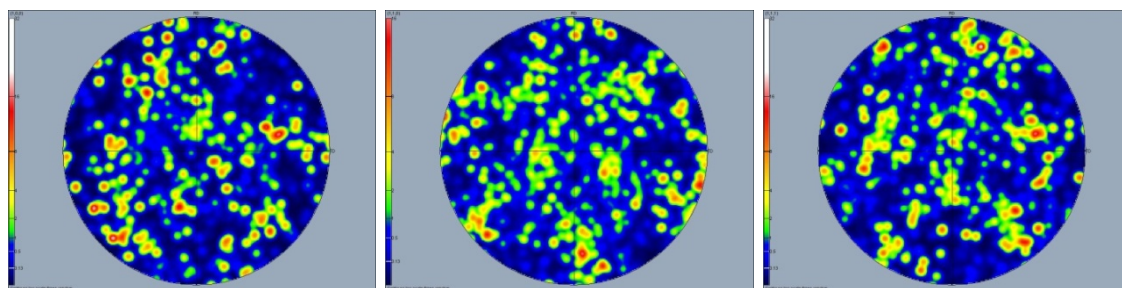


Figura 4.20: Nessuna compressione 10 PPI zona "legamento"; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1).

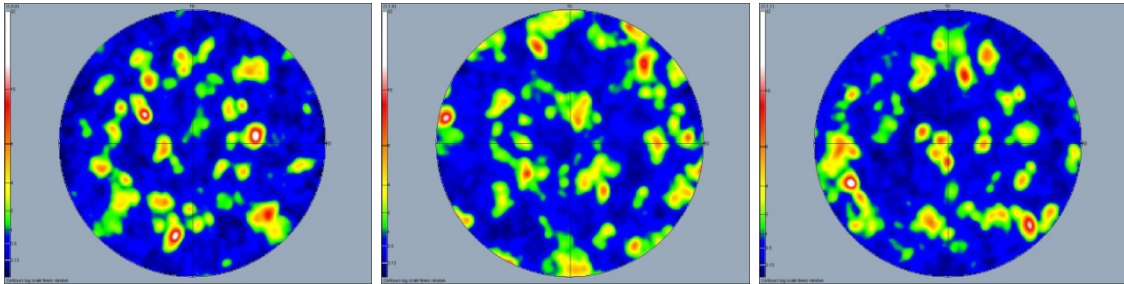


Figura 4.21: Compressione 10% 10 PPI zona “legamento”; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1).

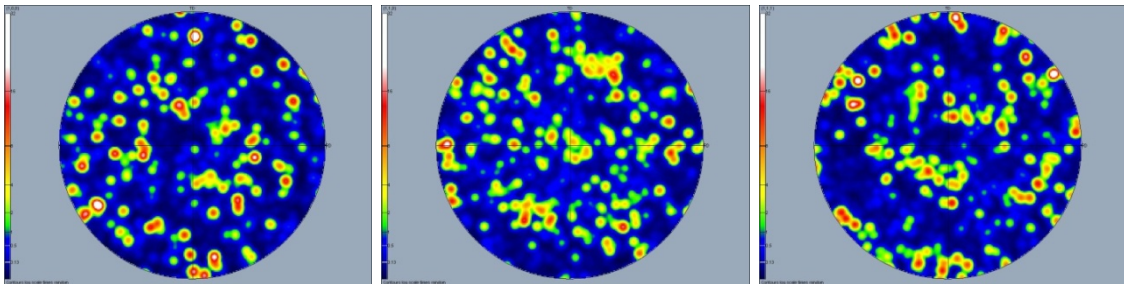


Figura 4.22: Compressione 30% 10 PPI zona “isola”; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1).

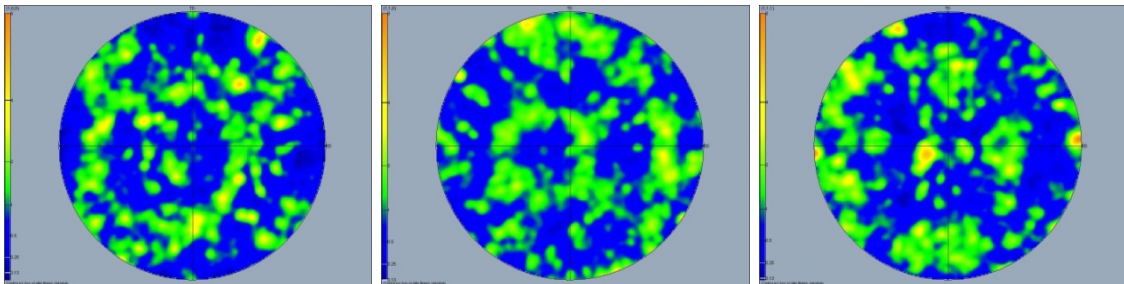


Figura 4.23: Compressione 30% 10 PPI zona “isola”; figure polari: piani (1,0,0); (1,1,0); (1,1,1).

Le figure polari (figure 4.20, 4.21, 4.22 e 4.23) evidenziano il medesimo andamento riscontrato nelle figure polari inverse (da figura 4.13 a figura 4.19).

4.6 Osservazioni conclusive

La letteratura in materia non ha finora investigato l'evoluzione delle tessiture nei vari *step* di deformazione delle schiume.

Nel presente studio si cerca di investigare questa tematica.

L'EBSD ha permesso di approfondire l'evoluzione delle tessiture durante le varie fasi di deformazione delle schiume evidenziando la loro tendenza a disporsi su determinati piani cristallografici.

Le analisi effettuate tramite microscopia ottica hanno fornito un valido supporto per interpretare le prove EBSD effettuate, per individuare le zone maggiormente deformate attraverso la semplice osservazione diretta delle micrografie e per individuare la disposizione del grano cristallino per effetto del carico applicato. Questo ha permesso di concludere che sotto l'effetto del carico applicato il grano cristallino tende ad orientarsi in una direzione corrispondente a 45° rispetto all'applicazione del carico.

Lo studio delle microdurezze ha consentito di comprendere quale fase sia maggiormente incrudita e quindi maggiormente deformata. La fase maggiormente incrudita risulta essere la ferrite, ma negli ultimi *step* di deformazione è possibile osservare un incrudimento significativo della martensite. L'implicazione della martensite nel processo di deformazione significa che nelle zone dove questo avviene la ferrite raggiunge la massima deformazione possibile.

Un'ulteriore considerazione è d'obbligo per quanto concerne il processo produttivo. Il metodo DUOCELL[®] *process*, già risultato utile alla produzione di schiume per altri studi [4,5], non risulta essere competitivo con il processo a cera persa per le seguenti ragioni:

- grazie all'uso di un appropriato *slurry* ceramizzante il processo a cera persa non necessiterebbe dell'utilizzo di solventi potenzialmente pericolosi come l'acido fluoridrico;
- il processo a cera persa risulta competitivo rispetto al DUOCELL[®] *process*, in quanto permetterebbe di ottenere dei componenti semilavorati molto vicini per forma e dimensioni al componente finito;
- il procedimento a cera persa può applicarsi con relativa facilità ed economicità anche alla produzione seriale di manufatti;

Per contro il processo di colata delle schiume metalliche a cera persa è ancora in fase di studio; il metodo più semplice ed economico, per ottenere schiume metalliche a celle aperte in acciaio rimane quello di utilizzare i filtri Vakupor[®] S.

Conclusioni

L'obiettivo di questo lavoro è l'analisi dell'evoluzione della deformazione, *step by step*, delle schiume metalliche in acciaio *dual phase* a tre differenti porosità e lo studio preliminare di un differente processo per la loro produzione. La caratterizzazione delle schiume ha richiesto di svolgere indagini di tipo meccanico, metallografico e cristallografico al fine di indagare lo stato evolutivo della deformazione.

L'analisi dei vari *step* di deformazione, tramite microscopia ottica, ha permesso:

- di capire che il processo produttivo utilizzato per la produzione di schiume metalliche è andato a buon fine;
- di individuare che, per tutte e tre le porosità, la massima deformazione avviene nei legamenti;
- di osservare che sotto l'effetto del carico applicato il grano cristallino tende ad orientarsi in una direzione corrispondente a 45° rispetto all'applicazione del carico.

L'analisi meccanica ha portato a concludere che:

- la fase maggiormente coinvolta nella deformazione è la ferrite;
- negli ultimi stadi di compressione, anche la martensite nei legamenti ha iniziato a deformarsi, indicando il raggiungimento del massimo della deformazione della ferrite.

L'analisi EBSD dei vari *step* di deformazione ha indicato che:

- durante i primi stadi di compressione le zone che si deformano sono i legamenti;
- l'evoluzione delle tessiture durante le varie fasi di deformazione delle schiume evidenzia la loro tendenza a disporsi su determinati piani cristallografici.

Dallo studio del processo di fabbricazione delle schiume a cera persa si evince che:

- è estremamente versatile, di fatto è possibile adattarlo per colare differenti leghe metalliche ed ottenere le più svariate geometrie;
- si possono produrre manufatti già caratterizzati dalla dimensione di progetto;
- il processo risulta economicamente vantaggioso rispetto alla produzione con il processo DUOCELL[®] *process*.

Di contro si constata che:

- il processo sviluppato non ha permesso l'ottenimento delle porosità delle schiume pensata da progetto, per l'errata progettazione del modello ceramico;
- per la costruzione del modello in cera è necessario modellare meglio i parametri di pressione e temperatura di colata della cera, nonché sviluppare un metodo più efficace per il contenimento degli *space-holder*;
- il materiale del rivestimento ceramico scelto per la creazione del guscio, non è adeguato per la produzione di schiume.

Viste le problematiche riscontrate nel processo di colata a cera persa, il metodo più efficace, per ottenere schiume in acciaio a celle aperte per infiltrazione, rimane quello di utilizzare il processo DUOCELL[®] *process*. L'efficacia di questo processo dipende dal fatto che lo *space-holder* utilizzato possiede la morfologia corretta per la diretta infiltrazione dell'acciaio. Il processo a cera persa, una volta messa a punto la produzione del riempitivo, risulta più efficiente del metodo precedente.

Bibliografia

- [1] *Metal foams: a design guide*, M. F. Ashby, A. G. Evans, N. A. Fleck, L. J. Gibson, J. W. Hutchinson, H. N. G. Wadley., Butterworth Heinemann, 2000
- [2] *Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams*, J. Banhart (2000);
- [3] Fonte internet http://en.wikipedia.org/wiki/Metal_foam;
- [4] *Produzione e caratterizzazione di schiume metalliche in acciaio dual phase*, Davide Mombelli, relatori Prof. Carlo Mapelli, ing. Andrea Gruttadauria, Tesi di Laurea in Ingegneria Meccanica, Politecnico di milano, A. A. 2008 – 2009;
- [5] *Produzione e caratterizzazione di schiume metalliche in acciaio dual phase*, C. Mapelli, A. Gruttadauria, D. Mombelli, E. Castrodeza, pubblicato su *la metallurgia italiana* (7-8/2011);
- [6] Fonte internet <http://www.lanik.cz>;
- [7] Fonte internet http://en.wikipedia.org/wiki/Silicon_carbide;
- [8] *Scienza ed ingegneria dei materiali*, W. D. Callister, EdiSES (1999);
- [9] Fonte internet http://www.rivistedigitali.com/Subfornitura_news/2009/2/051/scaricaPdf;
- [10] *Structure and Properties of Dual Phase Steels*, W.R. Cribb and J.M. Rigabee, Metallurgical Society of AIME, New York, (1979);
- [11] *Material applications in ULSAB-AVC*, Volker Flaxa e Jody Shaw, Steel Grips, journal of steel and related materials;
- [12] Fonte internet <http://www.ssab.com/it/Brands/Docol/>;
- [13] *Metallurgia - principi generali*, W. Nicodemi, Zanichelli (2002);
- [14] Fonte internet http://it.wikipedia.org/wiki/Acido_fluoridrico;
- [15] *Microscopic Analysis of the Formation of Dual-Phase Steels. Structure and Properties of Dual-Phase Steels*, Becker, J. and Hornbogen E., New Orleans, La. The Metallurgical Society of AIME;
- [16] Fonte internet http://it.wikipedia.org/wiki/Scala_Vickers;
- [17] *Determinazione mediante EBSD della tessitura cristallografica di acciai basso carbonio prodotti per laminazione a caldo*, C. Mapelli, R. Venturini, R. Riva (2005), pubblicato su *la metallurgia italiana* (1/2006);
- [18] Fonte internet <http://www.ebsd.com/>;
- [19] Fonte internet [http:// en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope](http://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_electron_microscope);

- [20] Fonte internet <http://en.wikipedia.org/wiki/EBSD>;
- [21] Fonte internet http://en.wikipedia.org/wiki/Texture_%28crystalline%29;
- [22] Dominant failure modes in steel, Pratheek Shanthraj (2008).