

Metodo della Rosetta Micrometrica per la misura multidirezionale degli stress residui tramite tecnologia a fascio ionico focalizzato.

F. Massimi, M. Sebastiani, D. De Felicis, E. Bemporad

In questo lavoro è presentato un metodo innovativo per il calcolo dello stato tensionale residuo di un materiale.

Il metodo, denominato Rosetta Micrometrica (Micrometric Rosette, MR), applica i cui principi validati in precedenti pubblicazioni degli stessi autori [13, 14, 15], e consiste nell'utilizzo combinato del fascio ionico focalizzato (FIB), del microscopio elettronico a scansione (SEM) e della correlazione digitale di immagini (DIC).

La tecnica consente la valutazione dello stress residuo di un materiale misurando il rilassamento dello stesso a seguito della rimozione del volume circostante che lo costringe e lo mantiene in tensione. L'implementazione del metodo, presentata in questo lavoro, consiste nella capacità di analizzare il rilassamento del materiale lungo qualsivoglia direzione nel piano della superficie del campione, e la capacità di individuarne le direzioni principali di tensione, consentendo così la valutazione completa dello stato tensionale residuo con un solo unico test di misura. La procedura è realizzata con una ripetizione ciclica di rimozione del materiale consentendo la valutazione del profilo dello stress residuo in funzione dell'affondamento. La risoluzione del gradiente è dell'ordine di 100 nm. La procedura sviluppata è semi automatizzata, grazie alla realizzazione, da parte degli stessi autori, di uno script per il continuo controllo e riallineamento degli strumenti coinvolti. Lo script permette di variare le dimensioni dell'area di materiale analizzato, il numero di cicli eseguiti, l'affondamento relativo di ogni ciclo, la numerosità e l'orientazione delle direzioni da analizzare, consentendo di adattare perfettamente la misura alle peculiarità del provino che deve essere studiato.

Il metodo viene eseguito su un materiale caratterizzato da uno stato tensionale non equibassiale, un laminato.

Keywords: Tensioni residue - Microscopio a fascio ionico - FIB - Correlazione digitale di immagini - DIC - Misura multidirezionale - Stress non equibassiale

INTRODUZIONE

La vita di un componente strutturale è determinata dalle condizioni ambientali di esercizio e dagli sforzi a cui è sottoposto, i quali a loro volta sono la combinazione di sollecitazioni provenienti dall'esterno e di tensioni interne al componente stesso. Queste ultime si generano nel materiale durante i processi di fabbricazione e di lavorazione, e, restando insiti nel componente, prendono il nome di stress residui [1]. Le tensioni residue possono avere origine meccanica, origine termica, o essere originate da trasformazioni di fase [2]. Qualunque ne sia la causa, gli stati tensionali residui, al pari degli sforzi da carico, com-

portano variazioni nella stabilità del sistema, modificandone congiuntamente dimensione, resistenza alla fatica ed alla frattura. Risulta quindi evidente che sia necessario, fin dalla fase di progettazione, conoscere lo stato tensionale residuo di un componente.

Generalmente l'effetto che gli stress residui hanno sui materiali è quello di abbassarne il limite elastico, esponendoli maggiormente al pericolo di deformazione plastica. La trazione della superficie riduce le prestazioni meccaniche del materiale e la sua resistenza a corrosione da stress, favorendo la suscettibilità a fatica e l'insorgere sia di fratture fragili che di fenomeni di usura [3, 4]. Al contrario, tuttavia, gli sforzi a compressione di superficie possono avere un effetto benefico ritardando l'innescio e la propagazione delle cricche, tanto che in alcuni casi questi sono volutamente aggiunti nei componenti meccanici, ad esempio con un trattamento di pallinatura, per meglio sopportare i carichi di esercizio. Quale che sia la natura dello stato tensionale residuo, è comunque di fondamentale importanza la rilevazione qualitativa e quantitativa di tali forze, per permettere di determinare quali siano i processi di lavora-

**F. Massimi, M. Sebastiani, D. De Felicis,
E. Bemporad**

*Università degli Studi di Roma Tre,
Dipartimento di Ingegneria,
Via Vasca Navale 79, 00146 Roma, Italia*

*University of Roma Tre, Engineering Department,
Via Vasca Navale 79, 00146 Rome, Italy*

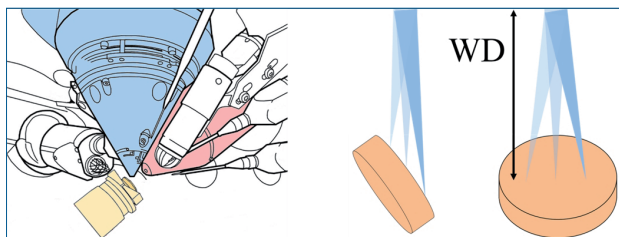


Fig. 1 - Schematizzazione della camera interna del FIB. In azzurro il cannone elettronico e in rosso quello ionico. La figura mostra l'aberrazione da cui è affetta l'acquisizione delle immagini a causa della configurazione dello stage ruotato a 52° [5].

Fig. 1 - Schematization of the inner vacuum chamber of the FIB. The electron gun is in blue and the ion gun is in red. The figure shows that the acquisition of the images is affected by aberration, due to the configuration of the stage, that is rotated 52° [5].

zione e i trattamenti più idonei, quale sia la quantità ottimale di materiale da utilizzare e quale sia la forma migliore da conferire al componente, al fine evitarne la rottura o il fallimento in esercizio.

Mentre i carichi esterni applicati sono, in genere, facilmente quantificabili in fase di progettazione, gli stress residui sono una complicata correlazione tra il tipo di materiale, le lavorazioni meccaniche ed i trattamenti termici a cui viene sottoposto il componente [6]. Gli stress residui possono inoltre modificarsi durante l'esercizio. È quindi molto complicato valutarne l'entità e l'influenza che avranno sulla vita in opera del pezzo.

Ad oggi le metodologie maggiormente consolidate per la valutazione delle tensioni residue sono la diffrazione a raggi x (XRD) e la tecnica della rosetta forata (Hole drilling, HD) [7, 8, 9].

La diffrazione a raggi X [10] ha il grande vantaggio di essere una misura che non comporta alcun danneggiamento per il materiale. Il limite di questa tecnica è la risoluzione spaziale della sonda dell'XRD, il cui spot ha dimensione di qualche frazione di millimetro. Il metodo consiste nella valutazione dello stato tensionale confrontando la struttura del reticolo cristallino del materiale stressato, con il reticolo cristallino dello stesso allo stato scarico. Altro limite della tecnica XRD è quindi quella di non essere applicabile a materiali amorfi, o di cui non si ha nozione a priori della struttura cristallina tipo.

La tecnica della rosetta forata [11] consiste nel valutare lo stato tensionale di un materiale praticando un foro, generalmente di diametro 2 mm, e misurando il rilassamento della struttura lungo tre direzioni, di fissa angolazione relativa, con un estensimetro a rosetta. Il metodo risulta essere molto invasivo, tanto da essere classificato come semi distruttivo, e, data la dimensione del foro, non può essere applicato su componentistica minuta. Qualora il test venga eseguito su pezzi in esercizio, il foro deve essere eliminato tramite una ulteriore lavorazione, per non rappresentare un innesco di rottura da sollecitazione a fatica. La

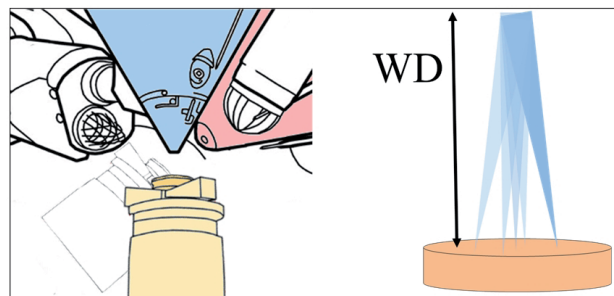


Fig. 2 - La figura mostra come la configurazione dello stage ruotato a 0° consenta di acquisire immagini con una, minima e trascurabile, variazione della working distance [5].

Fig. 2 - The figure shows how the configuration of the stage, rotated to 0°, allows to capture images with a, minimal and negligible, variation of the in the working distance [5].

risoluzione è un altro punto a sfavore di questa tecnica. Il metodo HD non è affidabile per la valutazione dello stato di tensione ad una profondità inferiore a 100 μm. Speculare alla tecnica della rosetta forata vi è il metodo della cava anulare (Ring Core Milling) [12] il quale applica il medesimo modo operandi, ma in questo caso viene realizzato uno scasso di forma anulare e si misura il rilassamento dell'isola centrale.

In questo lavoro viene presentato un innovativo metodo di misura degli stress residui che si fonda sugli stessi principi delle macroscopiche tecniche della rosetta forata (hole drilling) e della cava anulare (ring-core milling).

Con il metodo della rosetta micrometrica, in cui la rimozione controllata di materiale è effettuata tramite fascio ionico focalizzato e la misura delle deformazioni di rilassamento è effettuata con la correlazione digitale di immagini ad alta risoluzione acquisite con microscopio elettronico a scansione, la risoluzione della misura degli stress residui viene portata ad una scala dimensionale inferiore. Il metodo MR combina i vantaggi delle tecniche XRD e HD, essendo di fatto non distruttivo, in quanto lo scasso realizzato ha dimensioni di pochi micrometri, e potendo essere eseguito su qualsiasi materiale, sia cristallino che amorfo.

DESCRIZIONE DEL METODO SPERIMENTALE SVILUPPATO

Il metodo per il calcolo degli stress residui che viene presentato in questo lavoro prevede l'utilizzo combinato delle tecniche del fascio ionico focalizzato (FIB), dello microscopio elettronico a scansione (SEM) e della correlazione digitale di immagini (DIC). Il fascio ionico è utilizzato per rimuovere un volume toroidale di materiale attorno alla zona di interesse. Il processo di rimozione controllata di materiale comporta il rilassamento delle tensioni residue del volume centrale, quantificabile tramite la misura delle deformazioni di rilassamento effettuata tramite correlazio-

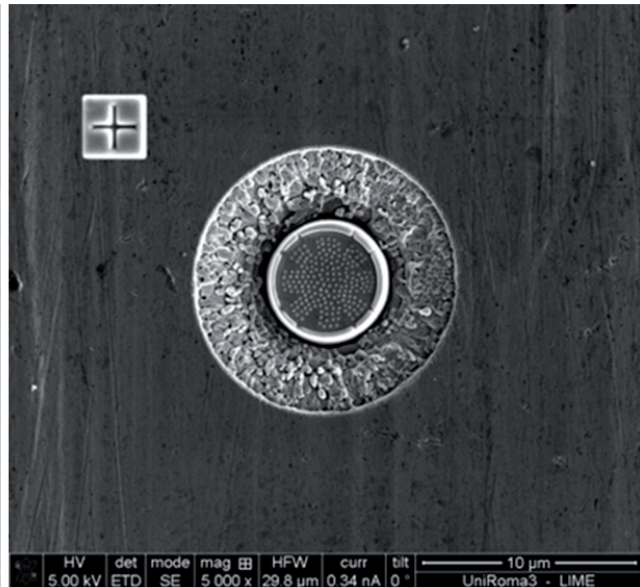
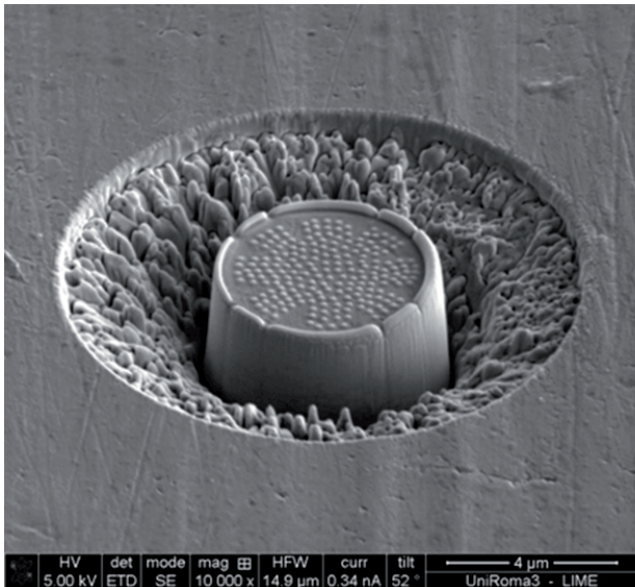


Fig. 3 - Confronto tra micrografie SEM acquisite a 52° e 0°. Nella prima immagine la WD varia con la quota mentre nella seconda immagine è costante.

Fig. 3 - Comparison of SEM micrographs acquired at 52° and 0°. The first image highlights that the WD is variable along vertical direction while in the second image is constant.

ne digitale di immagine.

Il fascio elettronico viene utilizzato per l'acquisizione di micrografie ad alta definizione di un pattern di riferimento, depositato sull'area di interesse tramite deposizione di platino assistita da fascio elettronico (tecnica EBID). Le immagini vengono successivamente messe a confronto tramite analisi DIC, consentendo così la valutazione quantitativa del rilassamento del materiale in esame. Nel campo elastico, dominio di esistenza delle tensioni residue, alla deformazione relativa secondo la legge di Hooke è associato uno sforzo, che è uguale in modulo e contrario in segno alla tensione a cui il materiale era inizialmente soggetto. La procedura è realizzata con una ripetizione ciclica di rimozione del materiale e valutazione del rilassamento, consentendo la realizzazione di un profilo di stress residuo in funzione dell'affondamento. Il numero di cicli realizzati è unicamente un compromesso tra la risoluzione richiesta in affondamento, e la durata totale della prova.

La rosetta micrometrica è uno sviluppo del metodo già validato dagli autori in precedenti lavori [13, 14, 15]. L'implementazione consiste nella possibilità di effettuare una analisi multipla del rilassamento del materiale lungo qualsivoglia direzione nel piano della superficie, e qualora la misura venga eseguita lungo tre direzioni generiche ma di opportuna angolazione relativa, nella possibilità di caratterizzare, con un solo singolo test, il completo stato tensionale del materiale, utilizzando le formule per l'analisi degli stati di sollecitazione biassiale con direzioni delle deformazioni principali ignote

La configurazione del doppio fascio FIB/SEM prevede un

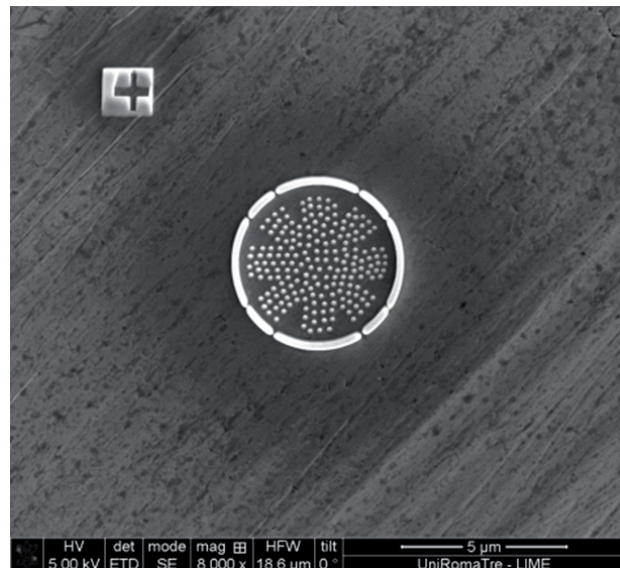


Fig. 4 - Modelli di platino depositati con fascio elettronico depositati all'inizio della procedura. Il rilassamento dell'area di interesse è realizzata tramite asportazione del volume toroidale attorno all'anello di protezione ed è valutata grazie al movimento relativo dei marker dell'area centrale.

Fig. 4 - Platinum pattern deposited, by electron beam, at the beginning of the procedure. The relaxation of the area of interest is achieved by removal of the toroidal volume around the protection ring and is evaluated thanks to the relative movement of the markers of the central area.

angolo di inclinazione di 52 gradi tra il cannone ionico, utilizzato per la fase di asportazione di materiale e il cannone elettronico, utilizzato per la fase di acquisizione delle immagini. Questo non comporta alcun problema se, come nella precedente versione del metodo, il fine è quello di analizzare una sola direzione di rilassamento.

Durante la fase di rimozione del materiale il campione deve

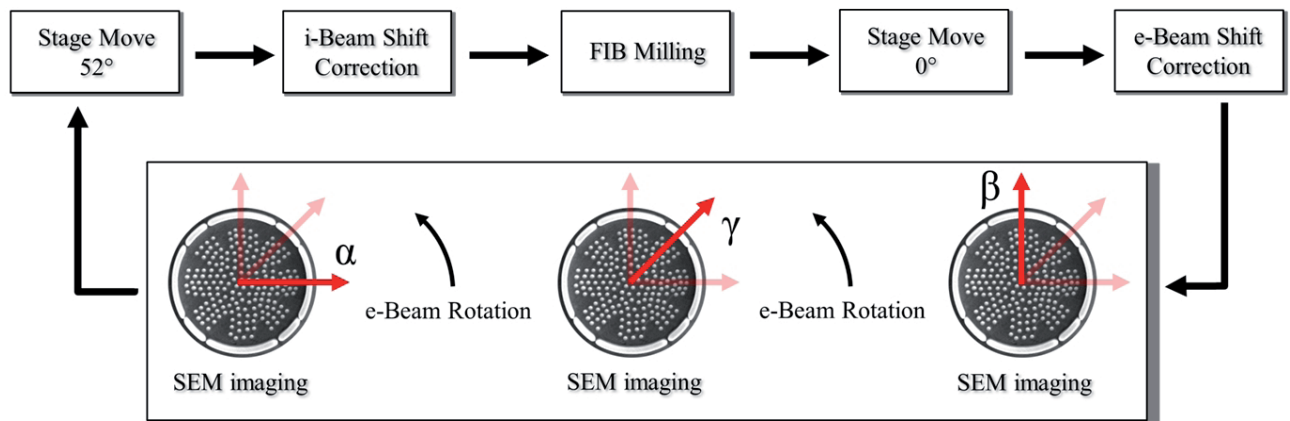


Fig. 5 - Diagramma della fase ciclica del metodo Rosetta Micrometrica. Viene messo in evidenza il blocco relativo all'acquisizione delle micrografie SEM alternate alla rotazione del fascio elettronico, per studiare il rilassamento del materiale lungo tre diverse direzione, 0°, 45° e 90°.

Fig. 5 - Diagram of the cyclical step of the method of Micrometric Rosetta. The acquisition of SEM micrographs alternate to the rotation of the electron beam is highlighted. These rotations allow to study the relaxation of the material along three different direction, 0°, 45° and 90°.

essere posizionato affacciato (perpendicolare) al fascio ionico e quindi lo stage deve esser tiltato a 52 gradi. Come mostra la fig. 1 l'acquisizione dell'immagine risulta affetta da aberrazione dovuta all'inclinazione se si considera una direzione diversa rispetto a quella lungo la quale la distanza di lavoro (working distance WD) si mantiene costante, ossia lungo la direzione di scansione.

Ne consegue la possibilità di valutare lo stato tensionale lungo una direzione. Il problema viene risolto con la combinazione di due rotazioni. La prima è dello stage, in modo da posizionare il campione perpendicolarmente al fascio elettronico, e la seconda è del fascio elettronico stesso. La rotazione che porta lo stage a 0 gradi consente di mantenere una distanza di lavoro costante durante la scansione del fascio elettronico in qualsiasi direzione si scelga di ruotare il fascio elettronico per effettuare la misura (fig. 2).

In fig. 3 vengono confrontate due micrografie acquisite rispettivamente nella configurazione a 52 gradi e a 0 gradi. In condizioni di lavoro ideali, sarebbe sufficiente acquisire un'unica micrografia. Tuttavia il fascio elettronico è soggetto a deriva, a causa di fattori, inevitabili, quali la polarizzazione del campione e l'instabilità delle lenti elettromagnetiche. È quindi opportuno acquisire immagini ruotando la scansione del fascio lungo ciascuna direzione scelta.

Sulla superficie del campione sono depositati, con fascio elettronico (5.0 kV, 0.17 nA), tre strutture di platino. Il primo è composto da una serie di marker il cui movimento è analizzato dall'analisi DIC per valutare il rilassamento del materiale. La condizione necessaria è che i marker contrastino sufficientemente con la superficie del campione, e nel caso in esame il platino risulta contrastare in modo adeguato con la superficie del campione. In questo lavoro, volendo evidenziare il confronto con il metodo HD, i marker sono stati disposti similmente alla configurazione delle rosette estensimetriche, ed allo stesso tempo in modo non

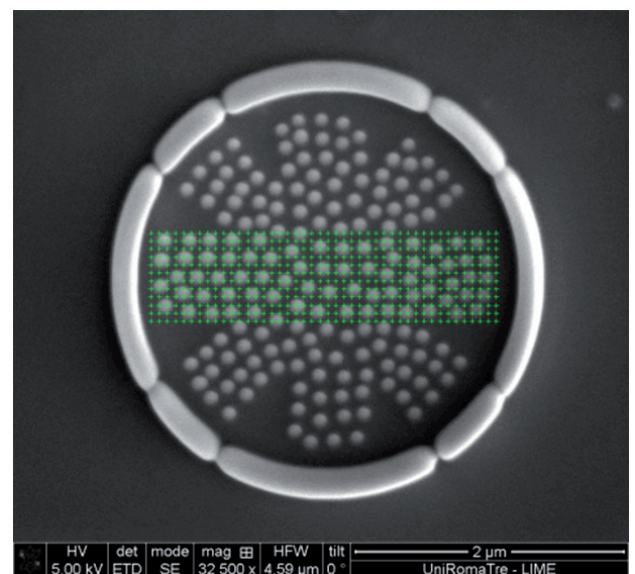


Fig. 6 - Disposizione dei marker che individuano il centro dei subdomini in cui è divisa l'area di interesse per l'analisi DIC. La correlazione digitale consente di seguire il movimento dei marker, dando informazione del rilassamento del materiale.

Fig. 6 - Arrangement of markers that identify the center of the subdomains in which the area of interest is divided. The digital correlation allows to follow the movement of the marker, giving information of the relaxation of the material.

ordinato, per evitare il rischio di errori sistematici da cui potrebbe esser affetta la correlazione DIC.

Il secondo modello è rappresentato da un anello che racchiude l'area dei marker, e il suo compito è di protezione da fenomeni di rideposizione durante il processo di microlavorazione FIB. La corona di protezione impedisce inol-

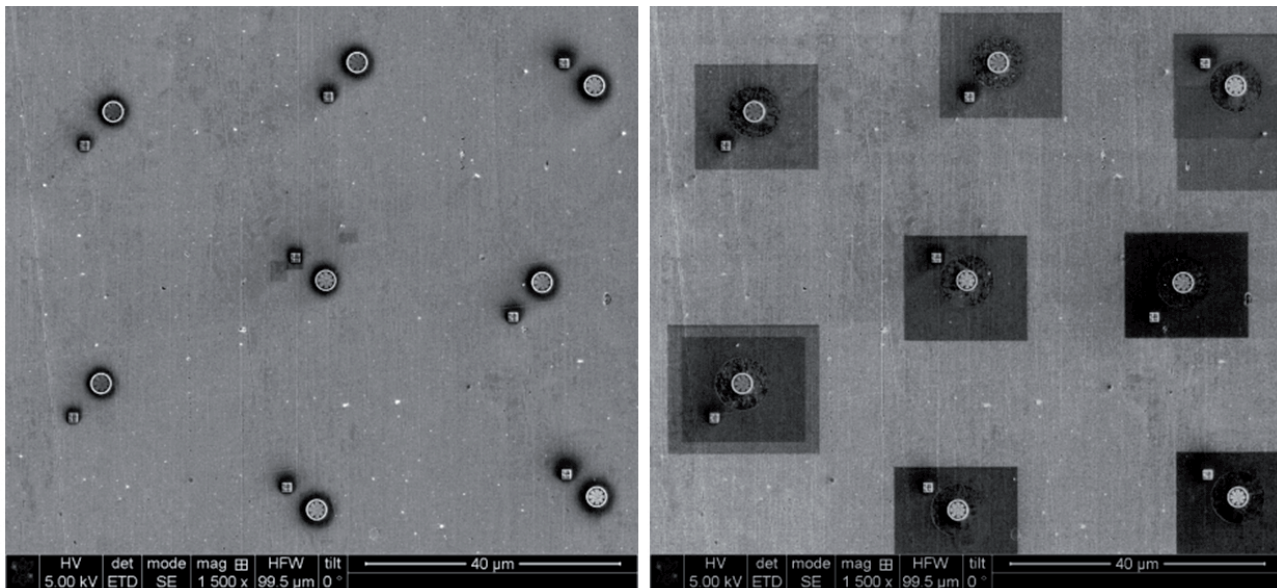


Fig. 7 - Numerosità dei test eseguiti. Quattro prove sono disposte lungo la direzione di laminazione e quattro lungo la direzione perpendicolare. Per ciascuna prova la tensione residua è analizzata lungo tre direzioni.

Fig. 7 - Tests performed. Four tests are arranged along the direction of rolling and four along the perpendicular. For each test the residual stress is analyzed along three directions.

tre al fascio ionico di danneggiare la parte superiore della struttura, facendogli mantenere per tutta la durata del test la forma cilindrica, condizione necessaria per una corretta analisi agli elementi finiti (FEA). Il ruolo del FEA sarà chiarito nei successivi paragrafi.

Il terzo modello di platino è rappresentato da un'immagine di riferimento che serve per la calibrazione dello strumento. La posizione del riferimento viene memorizzata su un file immagine per entrambe i fasci ionico ed elettronico. Prima di effettuare ogni operazione, i fasci sono calibrati in modo tale che il riferimento si trovi nella stessa esatta posizione. Questa procedura corregge il disallineamento del fascio ionico, permettendo ripetibilità della lavorazione ad ogni ciclo, ed il disallineamento del fascio elettronico, consentendo di acquisire immagini che possano essere confrontate solo per il movimento relativo dei marker.

Nella configurazione a 0°, prima e dopo ogni ciclo lavorazione, e dopo la calibrazione del fascio con la correzione del disallineamento, vengono acquisite immagini SEM ad alta risoluzione, ruotando la direzione di scansione del fascio elettronico lungo ogni direzione per cui si desidera valutare lo stress residuo. In questo lavoro sono analizzate la direzione parallela alla direzione di laminazione, la direzione perpendicolare alla stessa e la direzione intermedia tra le due. Sono quindi acquisite immagini effettuando due rotazioni positive di 45°. Una rotazione negativa di 90° è effettuata al termine del ciclo per riportare il fascio nella posizione iniziale per l'inizio del ciclo successivo.

Dopo la rotazione che riporta lo stage a 52° e dopo la correzione del disallineamento del fascio ionico, viene effettuata l'asportazione controllata di materiale secondo un modello di forma toroidale, di dimensioni 8 micron per il diametro esterno e 3 micron per quello interno. Si è scelto

di realizzare test con una media di dieci cicli di lavorazione, ognuno dei quali caratterizzato da un'asportazione di alcune decine di nm di materiale (corrente ionica 30kV e 48pA).

Il diagramma di flusso in fig. 5 schematizza la ripetizione ciclica del metodo.

Il risultato della prima parte del test, composta da cicli di rimozione di volume con fascio ionico e di acquisizione di immagini con fascio elettronico, è una sequenza di micrografie ad alta risoluzione della testa della struttura cilindrica che si è progressivamente formata. Tramite la correlazione digitale d'immagini è messa a confronto la struttura ad ogni relativa rimozione del vincolo che la costringeva.

Per l'analisi DIC, la superficie in esame è divisa in sub-domini il cui centro è indicato da un marker nella fig. 6. La scelta del numero, della dimensione e della disposizione spaziale dei sub-domini è a discrezione dell'operatore, in funzione della risoluzione e del tempo totale di lavoro. La correlazione permette di studiare il movimento relativo di marker posti al centro di ogni sub dominio e quindi di valutare il rilassamento della struttura partendo dalla realizzazione di una mappa bidimensionale degli spostamenti.

La correlazione digitale di micrografie ad alta risoluzione è effettuata con il programma Matlab®, tramite l'utilizzo della funzione di libreria *cpcorr*. L'aver acquisito un set di immagini per ogni direzione per cui si vuole studiare il rilassamento consente di porre l'attenzione solo al movimento dei marker lungo l'asse x, ed è quindi sufficiente analizzare solo la fascia centrale. Le proiezioni degli spostamenti sull'asse x di marker lontani dall'asse sarebbero quantitativamente poco significative a fronte di elevati tempi di lavoro complessivi.

Data la dimensione del pillar, di diametro 3 micron, la ma-

trice di sub-domini utilizzata è di 12 x 44. Ogni sub-dominio ha un'area di 15 x 15 pixel². La tecnica consente una risoluzione dell'ordine di 1/1000 pixel.

Come mostrato in fig. 7 sono stati eseguiti inizialmente quattro test posizionando l'asse β parallelamente alla direzione di laminazione.

Per verifica del metodo, sono poi stati eseguiti altri quattro test ruotando la configurazione di 90°. In seguito alla rotazione è l'asse α a trovarsi disposto parallelamente alla direzione di laminazione.

DESCRIZIONE DEL MATERIALE ANALIZZATO

Il materiale in esame è un lamierino magnetico impiegato come costituente dei pacchi statorici e rotorici delle macchine elettriche come generatori, motori, trasformatori. Il lamierino, di spessore 0.4 mm, è costituito da acciaio al silicio con grani orientati (GOS) e sono prodotti tramite tecnologie che riguardano l'impiego di inibitori di crescita del grano quali MnS e AlN. Si tratta di acciai ipo-eutetoidici al silicio (3%) con percentuali minori di altri alliganti (2%Mn, 0.5%Cu, 0.3%Cr,...). Dopo la fusione, le bramme vengono laminate a caldo per 30-40 volte e a freddo per 50-70 volte. La laminazione a caldo viene effettuata in modo continuo da due postazioni che comprimono la lamiera e da altre sette che la rifiniscono. Lo spessore si riduce quindi dai 250mm iniziali a circa 2.5mm. Le lamine dopo ogni passaggio vengono nebulizzate con acqua in modo da abbassare la loro temperatura da quella $\geq 970^\circ\text{C}$ (di laminazione a caldo) a circa $\leq 600^\circ\text{C}$ dove vengono avvolte in bobine. Successivamente i lamierini subiscono una laminazione a freddo intermedia per ridurre lo spessore fino a 0.75-0.80mm per poi essere sottoposti a ricottura. Tale trattamento viene effettuato a temperature di 800-820°C in modo continuo in un forno a torre. Una miscela di idrogeno e azoto è impiegata per ridurre l'ossidazione superficiale dei pezzi durante il processo assicurando nello stesso tempo una decarburazione ad un livello finale inferiore dello 0.003% in peso. Durante la decarburazione anche il Si presente nella lega ed il ferro tendono a diffondere e quando reagiscono con l'ossigeno presente in superficie formano ossidi di Si e Fe come la Fayalite (Fe₂SiO₄) che bloccano il processo. Con la laminazione a freddo finale si raggiunge infine, in un solo passaggio, lo spessore definitivo che può variare tra 0.27 e 0.50 mm a seconda delle specifiche richieste. Dopo la pulizia e la rifinitura delle bobine di lamiera (trimming), viene applicato un rivestimento di MgO, trattato successivamente in forno elettrico. Qui l'ossido di magnesio depositato reagisce con lo SiO₂ presente sulla superficie formando un glass film isolante di forsterite (2Mg·SiO₂) di spessore circa 0.05-2µm che, oltre ad una funzione di primo isolamento serve come "bondcoat" per il rivestimento successivo che consiste in un film di fosfati di alluminio e magnesio (Al₂H₂PO₄). In fase di preparativa del campione, lo strato di ossido è stato asportato dal provino mediante lappatura manuale eseguita con soluzione diamantata di dimensione 1µm.

Le caratteristiche meccaniche del materiale in esame sono state misurate tramite nanoindentazione (Nano Indenter G200 - Agilent technologies) secondo il metodo proposto da Oliver and Pharr method [16, 17] in accordo con la norma ISO standard 14577-1-2. La misurazione è stata effettuata con la modalità CSM (continuous stiffness measurement) utilizzando un penetratore Berkovich la cui funzione d'area è stata calibrata precedentemente su di un campione certificato di silice fusa. Il valore del modulo elastico, mediato in un intervallo di affondamento 300÷500nm, è $229,2 \pm 7,9$.

Calcolo delle tensioni residue

Nel caso di un campione omogeneo e isotropo sottoposto a stato di tensioni residue equibiaxiali il valore delle tensioni residue è calcolabile a partire dalla deformazione di rilassamento misurata tramite la seguente relazione:

$$\sigma = -\frac{E}{(1-\nu)} \cdot \Delta\varepsilon \quad (1)$$

con E modulo elastico, ν rapporto di Poisson e $\sigma=\sigma_1=\sigma_2$ direzioni principali di tensione.

La precedente però non è immediatamente applicabile nel metodo proposto in quanto non si ha, nella maggior parte dei casi, un rilassamento completo degli stress sulla superficie di misura. Il rilassamento è, infatti, misurato sulla testa di un pillar che è realizzato scavando una corona circolare nel materiale, e che è quindi libero di rilassarsi in superficie ma resta vincolato alla base. Nel calcolo del valore medio di stress residuo se ne tiene conto introducendo un fattore correttivo A:

$$\bar{\sigma} = -\frac{E}{(1-\nu)} \cdot \varepsilon(h) \cdot \frac{1}{A(h)} \quad (2)$$

Il valore di A è ricavato da analisi agli elementi finiti, simulando la rimozione progressiva di un volume toroidale da una struttura, a cui è applicato uno stress noto.

Per una trattazione più approfondita del fattore A si rimanda alla trattazione fornita nei precedenti articoli degli stessi autori, in cui si ottiene che la condizione di completo rilassamento della struttura, condizione per cui si può assumere A costante e unitario, è raggiunta per un valore di affondamento, normalizzato rispetto al diametro del pillar, $h/d = 0,25$

Considerando il valore del rilassamento in corrispondenza di questo specifico affondamento

$$\tilde{\varepsilon} = \varepsilon \Big|_{0,25} \quad (3)$$

la tensione media si riduce di nuovo alla:

$$\tilde{\sigma} = -\frac{E}{(1-\nu)} \cdot \tilde{\varepsilon} \quad (4)$$

Assumendo ancora A unitario, se si applicasse il metodo ad un materiale caratterizzato da tensioni residue non

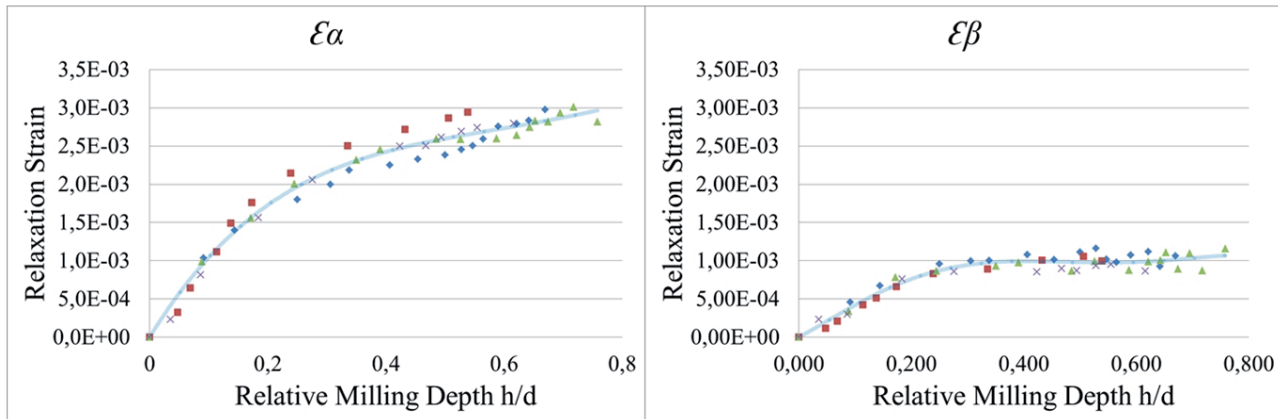


Fig. 8 - Deformazione ε in funzione dell'affondamento relativo h/d . I diversi colori riferiscono a diversi test. I test sono disposti in modo che la direzione β sia coincidente con la direzione di laminazione.

Fig. 8 - Relaxation strain ε versus relative sinking h/d . The different colors refer to different tests. The tests are arranged so that the direction β is coincident with the direction of rolling.

equibiassiali e le cui direzioni delle tensioni principali non siano note a priori è possibile definirne completamente lo stato tensionale, modulo e direzione delle σ_1 , σ_2 , utilizzando le:

$$\sigma_1 = \frac{E}{2} \cdot \left[\frac{\varepsilon_\alpha + \varepsilon_\beta}{1-\nu} + \frac{1}{1+\nu} \sqrt{2(\varepsilon_\alpha - \varepsilon_\gamma)^2 + 2(\varepsilon_\gamma - \varepsilon_\beta)^2} \right] \quad (5)$$

$$\sigma_2 = \frac{E}{2} \cdot \left[\frac{\varepsilon_\alpha + \varepsilon_\beta}{1-\nu} - \frac{1}{1+\nu} \sqrt{2(\varepsilon_\alpha - \varepsilon_\gamma)^2 + 2(\varepsilon_\gamma - \varepsilon_\beta)^2} \right]$$

Dove α , β , e γ sono le tre direzioni, sfasate di 45° tra loro, secondo cui esegue la misura, e ϕ è l'angolo che le direzioni della tensione principale σ_1 e σ_2 formano rispettivamente con le direzioni α e β .

È necessario fare una precisazione sull'angolo ϕ . Poiché $\text{tg}\delta = \text{tg}(\delta+\pi)$ l'angolo non risulta univocamente determinato. Per capire in quale quadrante cadono le σ , occorre considerare la tangente dell'angolo ausiliario ψ :

$$\text{tg}\psi = \frac{2\varepsilon_\gamma - \varepsilon_\alpha - \varepsilon_\beta}{\varepsilon_\alpha - \varepsilon_\beta} \quad (6)$$

L'angolo ϕ è determinato dal segno del numeratore N e del denominatore D dell'espressione precedente:

$$\left. \begin{matrix} N > 0 \\ D > 0 \end{matrix} \right\} \phi = \frac{1}{2}(0^\circ + |\psi|)$$

$$\left. \begin{matrix} N > 0 \\ D < 0 \end{matrix} \right\} \phi = \frac{1}{2}(180^\circ - |\psi|)$$

$$\left. \begin{matrix} N < 0 \\ D < 0 \end{matrix} \right\} \phi = \frac{1}{2}(180^\circ + |\psi|)$$

$$\left. \begin{matrix} N < 0 \\ D > 0 \end{matrix} \right\} \phi = \frac{1}{2}(360^\circ - |\psi|)$$

RISULTATI

Sono realizzate inizialmente quattro prove posizionando il campione in modo che l'asse β sia parallelo alla direzione di laminazione e l'asse α sia perpendicolare alla stessa.

Le immagini ottenute dalla sessione FIB-SEM vengo elaborate con il software *Matlab*, ed in particolare con la funzione di libreria *cpcorr*. L'analisi DIC viene realizzata su di una griglia di 12×44 sub-domini, ciascuno di dimensione 15×15 pixel².

I rilassamenti relativi ε_α e ε_β , in funzione del rapporto h/d , sono riportati in figura 8.

Con lo scopo di validare il metodo il campione viene ruotato di 90° ed i test vengono ripetuti. Ora è l'asse α ad essere parallelo alla direzione di laminazione, mentre l'asse β è perpendicolare alla stessa.

I rilassamenti relativi ε_α^* e ε_β^* , in funzione del rapporto h/d , sono riportati in figura 9.

La rimozione del vincolo che costringe la struttura, genera una deformazione relativa lungo l'asse di laminazione pari a circa un terzo rispetto alla direzione perpendicolare.

Per valutare modulo e direzione delle tensioni principali è analizzata anche la direzione γ inclinata di 45° rispetto alla direzione α .

Il rilassamenti relativi ε_γ in funzione del rapporto h/d , sono riportati in figura 10.

Dall'interpolazione dei valori si ricava che le ε relative all'affondamento relativo $h/d=0,25$ valgono:

	$\varepsilon_\alpha (0^\circ)$	$\varepsilon_\beta (90^\circ)$	$\varepsilon_\gamma (45^\circ)$
$\varepsilon _{0,25}$	$1,975 \cdot 10^{-3}$	$8,52 \cdot 10^{-4}$	$1,291 \cdot 10^{-3}$

Tab. 1 - Deformazione ε in corrispondenza dell'affondamento relativo 0,25, quota in cui si ha il completo rilassamento.

Tab.1 - Relaxation strain ε at $h/d=0,25$, condition in which the complete relaxation is achieved

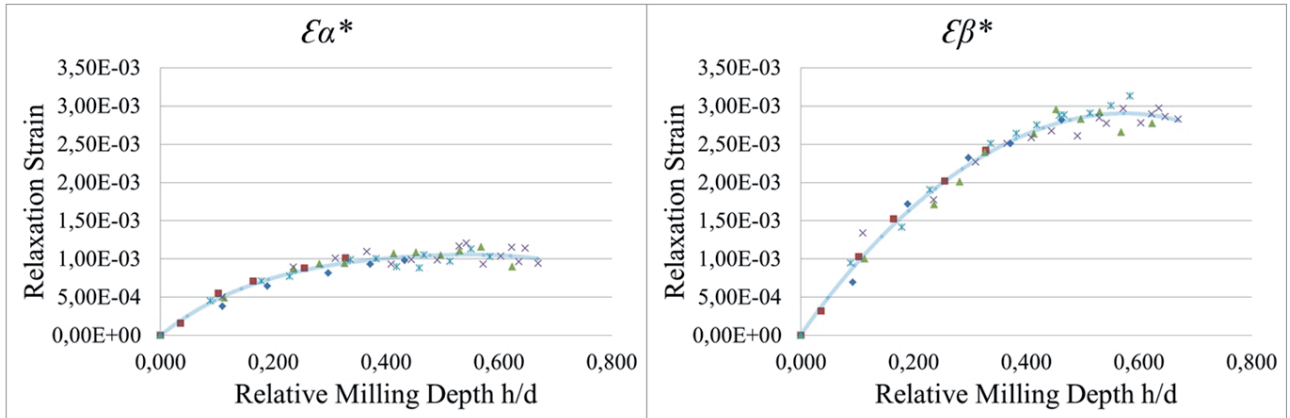


Fig. 9 - Deformazione \mathcal{E} in funzione dell'affondamento relativo h/d . I diversi colori riferiscono a diversi test. I test sono disposti in modo che la direzione α^* sia coincidente con la direzione di laminazione.

Fig. 9 - Relaxation strain \mathcal{E} versus relative sinking h/d . The different colors refer to different tests. The tests are arranged so that the direction α^* is coincident with the direction of rolling.

Applicando le (5) si ottengono i valori in modulo dello stato tensionale del materiale, dalle (6) e (7) si ricavano le direzioni principali di tensione. Nella tabella 2 sono riportati i valori di σ_1 e σ_2 e dell'angolo ϕ . Nelle tabelle 3 e 4 gli stessi valori relativi alle misure eseguite dopo la rotazione.

σ_1	-537,3 MPa	
σ_2	-326,5 MPa	
ψ	-6°	
$\phi = \frac{1}{2}(360^\circ - \psi)$	177°	

Tab. 2 - Modulo e direzione della tensione residua principale. Con uno scarto di 6°, dovuto al non perfetto allineamento iniziale della prova, la prima e la seconda direzione principale coincidono rispettivamente con la perpendicolare e la parallela alla direzione di laminazione.

Tab. 2 - Magnitude and direction of the main residual voltage. The principal directions of tension coincide respectively with the perpendicular and parallel to the direction of rolling. The difference of 6° is due to imperfect initial alignment of the tests

	$\mathcal{E}_\alpha^* (90^\circ)$	$\mathcal{E}_\beta^* (180^\circ)$	$\mathcal{E}_\gamma^* (135^\circ)$
$\mathcal{E}^*_{0,25}$	$8,61 \cdot 10^{-4}$	$1,997 \cdot 10^{-3}$	$1,269 \cdot 10^{-3}$

Tab.3 - Deformazione \mathcal{E} in corrispondenza dell'affondamento relativo della campagna di test ruotati rispetto ai precedenti.

Tab. 1 - Relaxation strain \mathcal{E} at $h/d=0,25$, condition in which the complete relaxation is achieved. Test rotated.

σ_1^*	-544,9 MPa	
σ_2^*	-328,5 MPa	
ψ	8°	
$\phi^* = \frac{1}{2}(180^\circ + \psi)$	94°	

Tab.4 - Modulo e direzione della tensione residua principale. Test ruotato. Con uno scarto di 8°, dovuto al non perfetto allineamento iniziale della prova, la prima e la seconda direzione principale coincidono rispettivamente con la perpendicolare e la parallela alla direzione di laminazione.

Tab. 4 - Magnitude and direction of the main residual voltage. Test rotated. The principal directions of tension coincide respectively with the perpendicular and parallel to the direction of rolling. The difference of 8° is due to imperfect initial alignment of the tests.

DISCUSSIONE

Per utilizzare le formule semplificate, con il fattore A unitario, è necessario raggiungere il completo rilassamento della struttura scavata. La condizione è soddisfatta per un affondamento tale che il rapporto h/d sia maggiore o uguale a 1. Dalle simulazioni agli elementi finiti si è ottenuto che la stessa assunzione può essere fatta per un affondamento pari a 0,25. È sufficiente quindi raggiungere un affondamento h minore rispetto ai 3 micron, dimensione del diametro d del cilindro. Si è scelto quindi di raggiungere, con i dieci cicli di rimozione di materiale di cui è composto ogni test, un affondamento tale che $h/d < 1$, guadagnando in termini di risoluzione nella costruzione delle curve di \mathcal{E} ed in tempo complessivo di lavoro.

Si nota un aumento della deviazione standard dei valori di

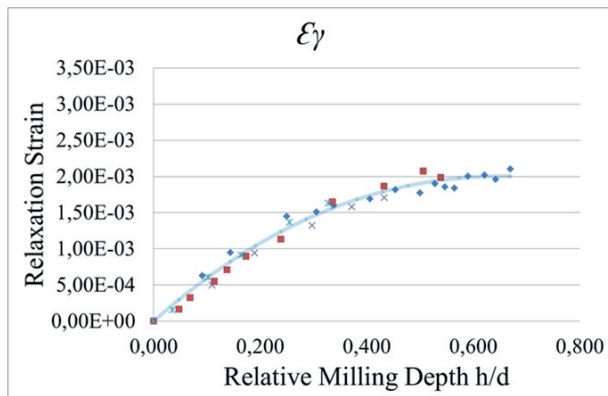


Fig. 10 - Deformazione ϵ in funzione dell'affondamento relativo h/d misurata lungo la direzione γ . I diversi colori riferiscono a diversi test. Per tutti i test risulta che la direzione γ è inclinata di 45° rispetto alla direzione di laminazione.

Fig. 10 - Relaxation strain ϵ versus relative sinking h/d . The different colors refer to different tests. The tests are arranged so that the direction γ is rotated of 45° with the direction of rolling.

verso rapporti di $h/d > 0,5$. Questo è dovuto ad effetti di rideposizione del materiale eroso e disperso nel vuoto della camera del FIB, che inevitabilmente coinvolge anche la zona analizzata per l'analisi DIC. Il fenomeno è arginato, nei primi cicli e limitato negli ultimi, dall'utilizzo della corona di protezione. La corona circolare ha la forma spezzata in modo da non offrire resistenza al libero rilassamento della struttura.

In accordo con i risultati ottenuti in letteratura, lo stato tensionale misurato sulla superficie del laminato è di compressione. Il valore di stress misurato è in accordo con simili misure effettuate con il metodo della rosetta forata presenti in letteratura [18]. È tuttavia evidente come il metodo proposto consenta, nella realizzazione del profilo dei valori misurati, una risoluzione, anche in termini di affondamento, notevolmente superiore. Mentre nel caso del metodo HD la risoluzione in affondamento è del mm, il metodo MR permette di affondare di poche decine di nanometri per ogni ciclo di misura.

La scelta delle direzioni da analizzare è solamente un compromesso con i tempi totali di lavoro. È quindi dimostrato come con un singolo test sia possibile analizzare completamente lo stato tensionale del sistema individuando il modulo e le direzioni delle tensioni principali.

CONCLUSIONI

Lo scopo principale di questo lavoro è stato quello di validare la tecnica innovativa della rosetta micrometrica. Con l'utilizzo della tecnica MR si è potuto discriminare diversi valori di stress residuo lungo diverse direzioni, riuscendo a caratterizzare a pieno il campo tensionale del

materiale con un solo singolo test. La procedura, che può raggiungere la durata di diverse ore, è completamente autogestita dal microscopio a doppio fascio FIB/SEM, grazie alla realizzazione di un algoritmo, realizzato ad hoc dagli stessi autori di questo lavoro. Il punto di forza dell'automazione è rappresentato dalla realizzazione di una procedura di correzione dello disallineamento progressivo dei fasci. La correzione sistematica sia del fascio ionico che di quello elettronico permette una precisione sub-nanometrica sia nella lavorazione meccanica di asportazione del volume toroidale di costrizione, sia nell'acquisizione delle micrografie SEM e rispettivamente consente una sensibilità sub-nanometrica sia nella quantità di materiale asportato, sia nella valutazione del rilassamento della struttura.

La facoltà di poter variare la dimensione dell'area analizzata, il numero di cicli eseguiti, l'affondamento relativo di ogni ciclo, il numero e l'orientazione delle direzioni da analizzare, consente di adattare al meglio la misura alle peculiarità del caso (materiale monofase, multifase, rivestimenti sottili, presenza di difetti, presenza di interfacce, ecc). Una ulteriore implementazione del metodo proposto in questo lavoro è la possibilità di realizzare più test in serie ed in modo completamente automatico, riuscendo così ad analizzare diverse zone del materiale. Lo svolgimento del multi test permette ad esempio di realizzare un profilo di n misure e valutare il gradiente di stress residuo attraverso l'interfaccia di un accoppiamento, o realizzare una rosa di misure intorno ad una singolarità, consentendo ad esempio di valutare l'influenza della presenza di un difetto, o studiare con un solo test lo stato tensionale di un materiale multifasico.

Bibliografia

- [1] Residual stress Part 2 – Nature and origins. P.J. Withers and H.K.D.H. Bhadeshia Materials Science and Technology April 2001 Vol. 17 pag 366-375
- [2] Material Factors. H.K.D.H. Bhadeshia, University of Cambridge © 2002 ASM International. Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel
- [3] Effect of residual stresses on the fatigue behaviour of welded joints depending on loading conditions and weld geometry. C.M. Sonsino, International Journal of Fatigue Volume 31, Issue 1, January 2009, Pages 88-101
- [4] Fatigue crack growth in 2024-T351 friction stir welded joints: Longitudinal residual stress and microstructural effects. L. Fratini, S. Pasta, A.P. Reynolds International Journal of Fatigue Volume 31, Issue 3, March 2009, Pages 495-500
- [5] Schiffbauer JD, Xiao S. Novel application of focused ion beam electron microscopy (FIB-EM) in preparation and analysis of microfossil ultrastructures: A new view of complexity in early eukaryotic organisms. Palaios. 2009;24(9):616-26
- [6] Origine delle tensioni residue: deformazioni plastiche e lavorazioni meccaniche. M. Boniardi, C. Tagliabue,

- R. Venturini. *La Metallurgia Italiana*. Novembre Dicembre 2006 pag 53-60
- [7] A review of residual stress measurement methods, a guide to technique selection. F.A. Kandil, J.D. Lord, A.T. Fry, P.V. Grant. NPL, February 2001
- [8] Residual stress, measurement techniques. P.J. Withers, H.K.D.H. Bhadeshia. *Materials science and technology*, April 2001.
- [9] Residual stress Part 1 - Measurement techniques P. J. Withers and H. K. D. H. Bhadeshia. *Science and Technology* April 2001 Vol. 17 pag 355-365
- [10] ASTM E2860 - 12 Standard Test Method for Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction for Bearing Steels
- [11] ASTM Standard E 837 - Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method
- [12] Applications of the Strain Gauge for Determination of Residual Stresses using Ring-core Method. K.Masláková, F.Trebuňa, P.Frankovský, M.Binda. *Procedia Engineering*, Volume 48, 2012, Pages 396-401
- [13] Focused ion beam ring drilling for residual stress evaluation. A.M. Korsunsky, M. Sebastiani, E. Bemporad. *Materials Letters* 63 (2009) 1961-1963
- [14] Residual stress evaluation at the micrometer scale: Analysis of thin coatings by FIB milling and digital image correlation. A.M. Korsunsky, M. Sebastiani, E. Bemporad. *Surface & Coatings Technology* 205 (2010) 2393-2403
- [15] Depth-resolved residual stress analysis of thin coatings by a new FIB-DIC method. M. Sebastiani, C. Eberl, E. Bemporad, G.M. Pharr. *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 7901-7908
- [16] An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. W. C. Oliver, G. M. Pharr, *Journal of Materials Research*, Vol. 7, No. 6, (1992).
- [17] Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements to methodology. W. C. Oliver, G. M. Pharr, *Journal of Materials Research*, Vol. 19, No. 1, pp. 3-20 (2004).
- [18] Quantification of residual stresses in hot rolled steel sheets by the hole drilling method. F. Trebuna, F. Simcak, M. Bursak, J. Bocko, P. Sarga, M. Pastor, P. Trebuna. ISSN 0543-5846 *METABK* 46 (1) 41-46 (2007)

The Micrometric Rosetta method for the multidirectional measuring of the residual stress by focused ion beam Ring Core technique.

Keywords: Residual stresses - Focus ion beam - FIB - Digital image correlation - DIC - Non equi biaxial stress state - Multidirectional analysis.

A new method for the calculation of the residual stress state of materials is presented in this work. The method, named Micrometric Rosette (MR), applies the principles validated in previous publications by the same authors [13, 14, 15], and consists of the combined use of focused ion beam (FIB), the scanning electron microscope (SEM) and the digital correlation of images (DIC). The technique allows the evaluation of the residual stress of a material by measuring the relaxation of the same after the removal of the volume surrounding that forces him and keeps it in tension. The implementation of the method, presented in this work, consists in the ability of analyzing the relaxation of the material along any direction in the plane of the surface of the material, and the ability to identify the main directions of tension, thereby enabling the complete evaluation of the residual stress state with one and only test measurement.

The measure is carried out with a cyclic repetition of removal of the material, as shown in fig 5, allowing the realization of a profile of residual stress as a function of the sinking. The resolution of the gradient is of the order of 100 nm. The developed procedure is semi-automated thanks to the implementation, by the same authors, of a script for the continuous control and realignment of the instruments. The script allows to vary the size of the area being analyzed, the number of cycles performed, the relative sinking of each cycle, the numerosity and the orientation of the directions to be analyzed, allowing to perfectly adapt the test to the peculiarities of the specimen which is to be studied. In this work the method was executed on a material characterized by a non equi biaxial stress state, a rolled sheet.