

Realizzazione e caratterizzazione di strutture sandwich di acciaio con core in schiuma di Al

S.K. Balijepalli, G. Barbieri, S. Kaciulis, G. Lapi, R. Montanari, M.E. Tata

Il presente lavoro descrive i risultati ottenuti nella realizzazione di pannelli a struttura sandwich costituiti da pelli in acciaio AISI 316 e un core in schiuma di lega AlSi10. In particolare descrive una metodologia per la realizzazione del legame metallurgico tra pelli e core durante il processo produttivo. La produzione dei pannelli, è stata effettuata in due fasi: nella prima fase è stato realizzato un precursore composito, per la cui realizzazione sono stati valutati diversi metodi di pressatura, sia a caldo che a freddo, formato dalle pelli di acciaio e da un core costituito da un precursore schiumabile in lega AlSi10; nella seconda fase, il composito è stato fatto schiumare in forno a 640 °C. L'interfaccia acciaio - schiuma in AlSi10 è stata studiata attraverso microscopia SEM, microanalisi EDS e spettroscopia XPS. I risultati rivelano una interfaccia tra pelli e core di circa 40 µm in cui è avvenuta l'interdiffusione delle specie chimiche presenti nell'acciaio e nella lega AlSi10.

Keywords: Acciaio Inox - Alluminio e leghe - Metallurgia delle polveri - Trattamenti superficiali - Microscopia elettronica

INTRODUZIONE

Le schiume di Al sono oggi utilizzate per la produzione di pannelli AFS (Aluminium Foam Sandwich) o altri componenti di forma complessa [1,2]. I pannelli AFS possono ritenersi i componenti di maggior interesse dal punto di vista strutturale tra quelli realizzabili con schiume metalliche: essi sono costituiti da un core in schiuma e da due sottili pelli esterne realizzate sia in leghe di Al sia in altre leghe (acciai, Cu etc.), il cui assemblaggio permette la realizzazione di componenti dall'elevata rigidità flessionale ed alta capacità di assorbimento di urti e vibrazioni [3-5]. Tali caratteristiche meccaniche, associate alle doti di estrema leggerezza, rendono questi materiali particolarmente interessanti nell'ambito dei trasporti, sia come assorbitori di energia (resistenza passiva) sia nello sviluppo di strutture ad elevata rigidità e peso ridotto che possono contribuire alla realizzazione di vettori leggeri e

a basso impatto ambientale [6]. Alcuni esempi di applicazioni commerciali in ambito automobilistico riguardano le strutture di assorbimento urti per l'Audi Q7 e componenti di rinforzo del frame della Ferrari Spider 430 realizzate in schiuma di Al [7].

Strutture sandwich con un core di schiuma di Al o leghe di Al sono spesso realizzate mediante ex - situ bonding, cioè si usano degli adesivi per unire schiuma e lamiere esterne. Questo metodo è di facile applicazione, ma compromette la stabilità a temperatura elevata e comporta la riduzione della resistenza, gravi problemi di riciclaggio e costi elevati [1].

Un percorso alternativo consiste nell'espandere il precursore della schiuma tra due fogli mantenuti alla distanza di progetto finale. In questo caso l'adesione avviene come conseguenza del processo di schiumatura stesso (bonding metallurgico) [8].

Un altro approccio con bonding in-situ comporta la preliminare adesione della pelle al precursore per formare un composito che viene poi sottoposto a schiumatura in appositi forni [9]. Questo lavoro descrive alcuni risultati conseguiti nel quadro di un progetto finalizzato alla realizzazione di materiali leggeri per applicazioni nel settore dei trasporti. In particolare i pannelli sono stati prodotti realizzando una struttura composita costituita da due pelli di acciaio ed una parte interna formata dal precursore schiumabile in lega AlSi10. Il composito è stato riscaldato e fatto schiumare in forno a 640°C. Durante il processo di schiumatura si instaura il legame metallurgico tra le pareti delle bolle della schiuma e la superficie dell'acciaio. La giunzione tra acciaio e precursore schiumabile nel composito e nel sandwich finale son state studiate mediante microscopia SEM. L'in-

S.K. Balijepalli, S. Kaciulis

ISMN - CNR,

P.O. Box 10, 00015 Monterotondo Stazione, Roma

G. Barbieri

ENEA, CR Casaccia

00123 Santa Maria di Galeria, Roma

S.K. Balijepalli, G. Lapi, R. Montanari, M.E. Tata

Dipartimento di Ingegneria Industriale,

Università di Roma - Tor Vergata, 00133 Roma

terdiffusione degli elementi di lega attraverso la giunzione è stata analizzata mediante EDS e XPS.

MATERIALI

Per la pelle dei sandwich in schiuma di lega AlSi10 sono stati considerati diversi tipi di acciai. Sulla base di dati di letteratura e data la capacità di resistenza a corrosione, la scelta è caduta sull'acciaio inossidabile austenitico AISI 316.

Per la campagna sperimentale è stato utilizzato un precursore commerciale in lega AlSi10 con 0,8 % di TiH_2 prodotto da Alulight. Il precursore si presenta in forma di barrette a sezione rettangolare ottenute mediante estrusione. L'immagine SEM del precursore è mostrata in Fig. 1. L'origine riferimento non è stata trovata.

PROCEDURE SPERIMENTALI PER CAMPIONI DI PICCOLE DIMENSIONI

Per promuovere la formazione del legame pelle - precursore, sono stati provati sia processi di pressatura a caldo che a freddo su campioni di dimensione ridotta, fino a 20 mm x 20 mm. Sono state effettuate prove variando la temperatura (con temperature sempre inferiori a 400°C) e la pressione esercitata. Sia a caldo che a freddo, i risultati migliori sono stati ottenuti per le pressioni più basse, fino a 450 MPa. Utilizzando pressioni elevate si hanno deformazioni plastiche maggiori quindi, avendo l'acciaio e il precursore di lega AlSi10 caratteristiche meccaniche molto diverse, con $P > 450$ MPa si originano fenomeni di distacco tra pelle e core del sandwich. Per i risultati migliori e meglio riproducibili si è ritenuto che la pressatura a freddo, applicando pressioni tali da non indurre deformazione plastica, sia il processo più affidabile per la realizzazione del precursore composito, in quanto permette di operare

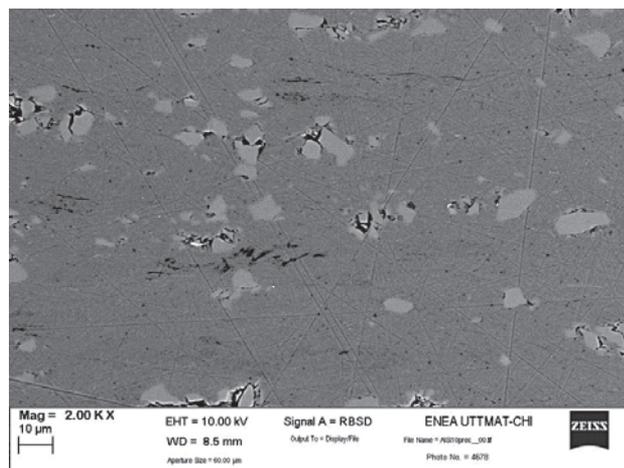


Fig. 1: Micrografia SEM della sezione del precursore commerciale in lega AlSi10. Si notano le particelle di SiC (grigio chiaro) disperse nella matrice e la presenza di porosità residua.

Fig. 1: SEM image of the AlSi10 alloy commercial precursor. There are SiC particles (light gray) dispersed in the matrix and the presence of porosity.

con presse di laboratorio anche nella produzione di lastre di dimensioni maggiori.

Le superfici di acciaio che vengono a contatto con il precursore schiumabile sono state attivate mediante grinding omogeneo con carte abrasive (da grit 220 fino a grit 1200) e sgrassatura mediante acetone. Per limitare l'ossidazione durante l'esposizione del composito a temperature elevate le superfici di interfaccia sono state ricoperte da un sottile strato di disossidante. Il disossidante utilizzato è un prodotto commerciale per la brasatura dell'alluminio e delle sue leghe (FB 201). Questo trattamento permette di rimuovere lo strato di ossido originale e di limitare l'ossidazione durante l'esposizione a temperature elevate delle superfici, si evita in questo modo l'insorgere di zone adiacenti di

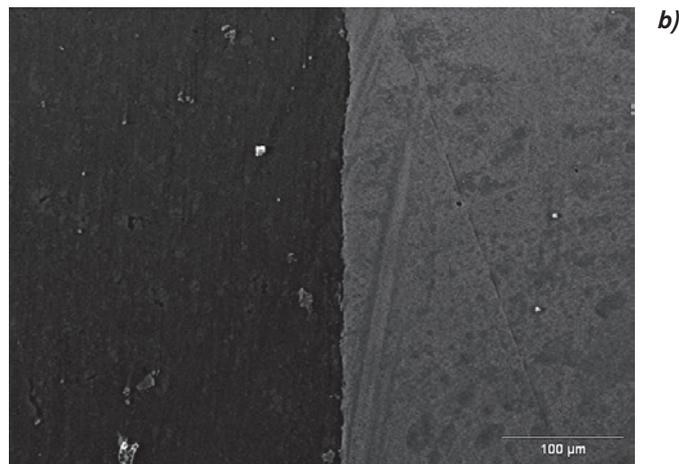
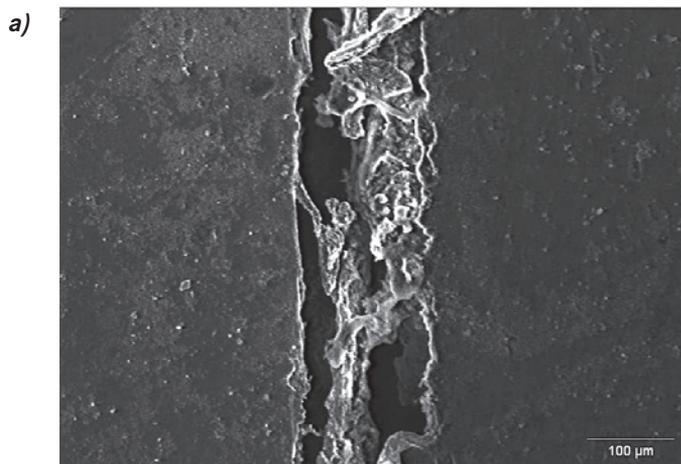


Fig. 2(a-b): Interfaccia pelle d'acciaio - precursore in lega AlSi10 realizzata: a) senza una buona finitura delle superfici; b) con una opportuna finitura delle superfici.

Fig. 2(a-b): "Steel skin" - "AlSi10 alloy precursor" interface made: a) without a good surface treatment; b) with a good surface treatment.

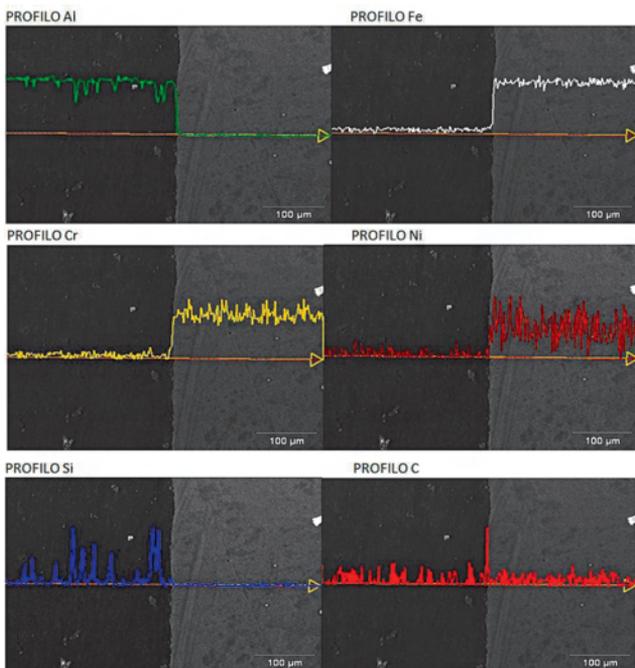


Fig. 3: Profili di concentrazione degli elementi chimici all'interfaccia "acciaio-precursore schiumabile in lega AISi10" prima della schiumatura.

Fig. 3: Concentration profiles of the chemical elements at the interface "steel- AISi10 foamable precursor alloy" before foaming.

cattiva aderenza tra acciaio e schiuma in lega di Al. Le immagini in Fig. 2 (a-b) mostrano due esempi di interfaccia acciaio - precursore di lega AISi10; la prima (a) realizzata senza il trattamento di finitura superficiale che evidenzia una elevata presenza di porosità all'interfaccia; la seconda (b) realizzata con il trattamento di finitura superficiale in cui si notano le superfici coese e l'assenza di vuoti. I precursori compositi così realizzati sono stati schiumati in forno alla temperatura di 640°C.

ANALISI SEM E EDS

In Fig. 3 sono mostrati i profili di concentrazione degli elementi chimici presenti all'interfaccia acciaio - precursore relativi al campione di Fig. 2 b) prima del processo di schiumatura.

Come si nota non siamo ancora in presenza di un vero e proprio legame metallurgico forte in quanto non è presente interdiffusione degli elementi chimici fra la pelle di acciaio ed il precursore schiumabile.

In Fig. 4 è riportata l'immagine SEM dell'interfaccia pelle d'acciaio - schiuma di lega AISi10 ottenuta dopo il processo di schiumatura, mentre in Fig. 5 sono riportati i profili di concentrazione degli elementi chimici presenti nell'acciaio e nella schiuma di lega AISi10.

Dopo la schiumatura si osserva come la variazione dei profili di concentrazione degli elementi chimici presenti, in particolar modo del Fe, Al, Cr e Ni, sia più estesa in am-

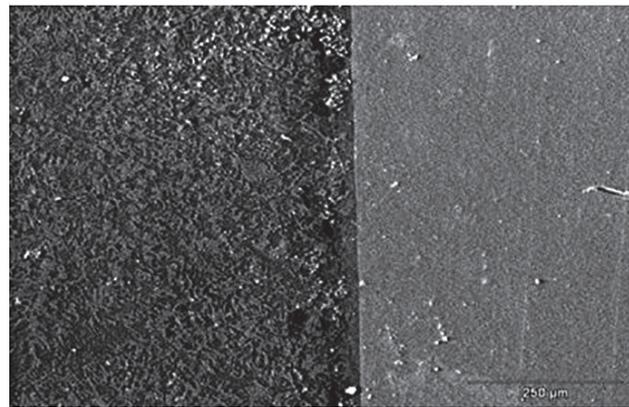


Fig. 4: Interfaccia pelle d'acciaio - schiuma di lega AISi10 realizzata dopo il processo di schiumatura a 640°C.

Fig. 4: Interface steel skin - AISi10 foam, realized after the foaming process at 640°C.

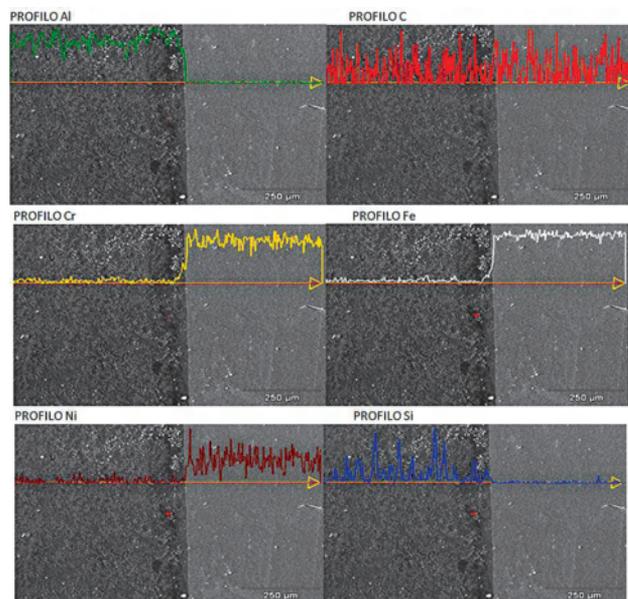


Fig. 5: Profili di concentrazione degli elementi chimici all'interfaccia "acciaio-precursore schiumabile in lega AISi10" dopo la schiumatura.

Fig. 5: Concentration profiles of the chemical elements at the interface "steel- AISi10 foamable precursor alloy" after foaming.

piezza e graduale. Ciò evidenzia una buona interdiffusione degli elementi di lega fra i due materiali, a dimostrazione dell'avvenuto legame metallurgico.

SCALE UP A DIMENSIONI 100 mm x 100 mm

Dopo lo studio effettuato su campioni di dimensioni 20 mm x 20 mm l'obiettivo è stato verificare la possibilità di applicare la tecnica a componenti di maggiore dimensio-

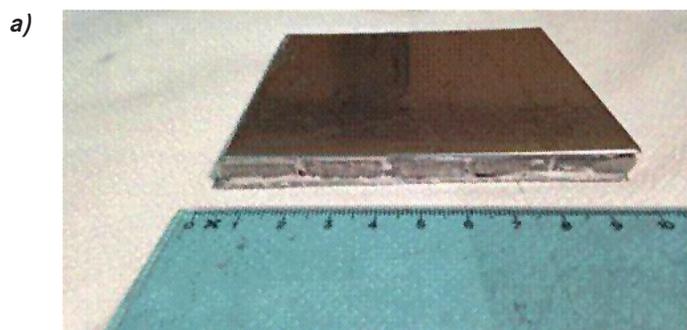


Fig. 6: a) precursore composito acciaio - precursore AISi10; b) Andamento della temperatura e dell'espansione del composito durante il processo di schiumatura. tc1, tc2, tc3: termocoppie di controllo.

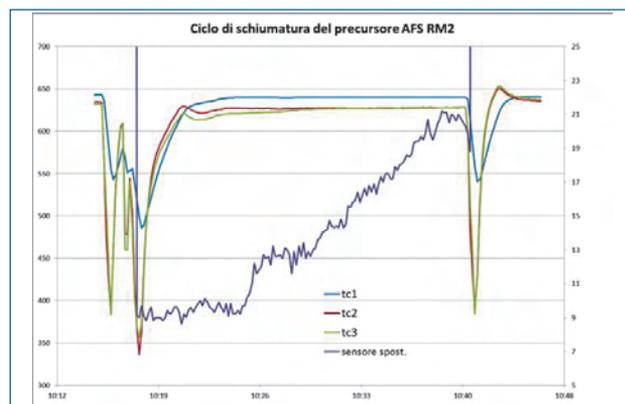


Fig. 6: a) Composite structure made of two sheets of steel and an inner part of a AISi10 foaming precursor; b) Graphs of the temperatures and precursor expansion profile during the foaming process.



Fig. 7: Sezione del pannello ottenuto con schiumatura del precursore composito mostrato in Fig. 6 a).

Fig. 7: Section of the panel achieved after the foaming process of the composite precursor showed in Fig. 6 a).

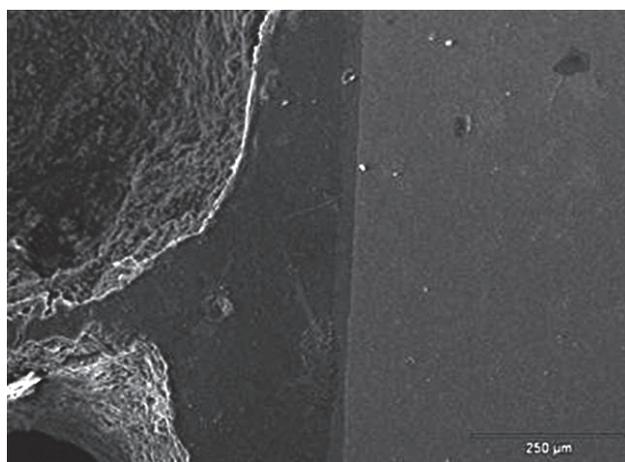


Fig. 8: Micrografia SEM dell'interfaccia fra schiuma di AISi10 e pelle di acciaio su campioni 100 mm x 100 mm.

Fig. 8: SEM image of the interface between AISi10 foam and steel skin in 100 x 100 mm sample.

ne, fissando come target la realizzazione di una mattonella in composito acciaio inossidabile - precursore in lega AISi10 di dimensioni 100 mm x 100 mm. Il composito è stato realizzato rifinando le superfici di acciaio inossidabile come descritto precedentemente ed unendo diverse barrette di precursore schiumabile tramite la pasta disossidante. Il tutto è stato pressato a freddo applicando una pressione di 50 MPa. Il composito così realizzato è stato fatto schiumare in forno ad una temperatura di 640°C. In Fig. 6 è mostrato il precursore assemblato e l'andamento della temperatura e dello spostamento della superficie superiore della mattonella registrato da un trasduttore laser durante il processo di schiumatura in forno. In Fig. 7 è mostrata la sezione del pannello così ottenuto.

ANALISI SEM E EDS

Il pannello AFS (100 mm x 100 mm) è stato poi esaminato con microscopia elettronica SEM e microanalisi EDS per valutare la qualità del bonding tra pelle e schiuma. La Fig.

8 mostra un punto di giuntura tra la pelle in acciaio e la schiuma di lega AISi10. Le successive immagini mostrano i profili di concentrazione degli elementi chimici all'interfaccia (Fig. 9).

I profili degli elementi chimici attraverso la giunzione tra pelle e schiuma, mostrano sempre una zona di transizione graduale lungo una distanza di circa 40 μm, ad indicare che si è verificata, anche per il componente di maggiore dimensione, una buona interdifferenza fra gli elementi dei materiali all'interfaccia e che si è realizzato un buon bonding metallurgico.

ANALISI XPS

L'analisi XPS è stata condotta utilizzando uno spettrometro Escalab 250Xi (Thermo Fisher Scientific, UK) equipaggiato con six-channeltron detection system per la spettroscopia e un multichannel plate per le immagini chimiche. I foto-

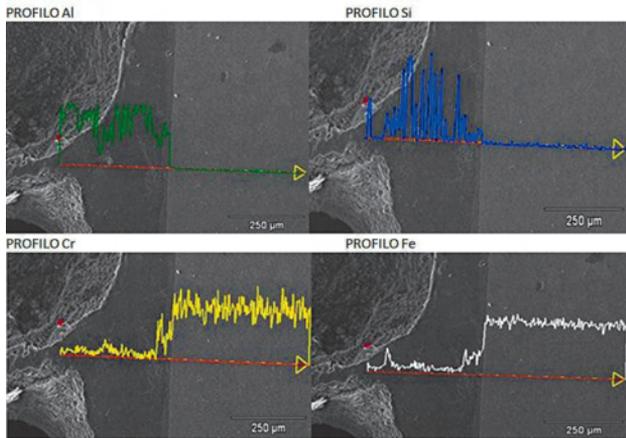


Fig. 9: Profili di concentrazione degli elementi chimici all'interfaccia "acciaio-precursore schiumabile in lega AISi10" dopo la schiumatura del campione 100 x 100 mm in corrispondenza di pori in prossimità della pelle.

Fig. 9: Concentration profiles of the chemical elements at the interface "steel- AISi10 foamable precursor alloy" after foaming of 100 x 100 mm sample in correspondence of pores near the skin.

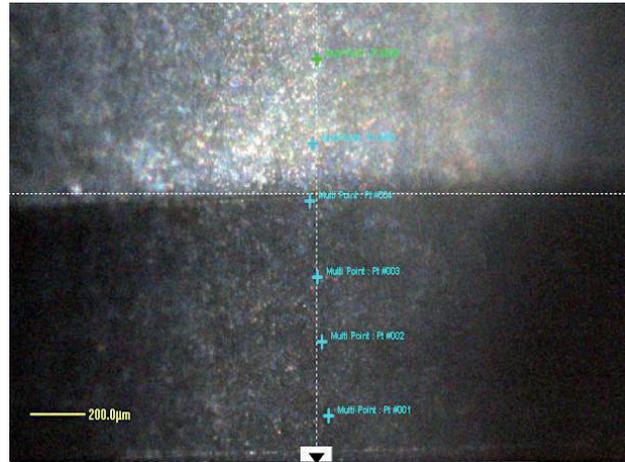


Fig. 10: Immagine ottica dell'interfaccia "pelle di acciaio - schiuma di alluminio" con l'indicazione dei punti in cui è stata effettuata l'analisi XPS.

Fig. 10: Optical image of the "steel skin - aluminium foam" interface with the indication of the points where the XPS analysis was performed.

	Fe2p3	Cr2p3	Mn2p3	Al2p	Materiale	Zone
P1	60.6	16.2	4.9	—	Acciaio	Acciaio
P2	37.7	11.1	3.6	30.4	Interfaccia-1	Interfaccia con differenti composizioni
P3	23.3	6.7	2.8	47.6	Interfaccia-2	
P4	5.3	1.4	1.5	70.9	Interfaccia-3	
P5	—	—	—	79.1	Al	Al
P6				78.4	Al	

Tab. 1: Analisi XPS quantitativa in concentrazione atomica (%) degli elementi Fe, Cr, Mn, Al effettuate nei punti P1 - P6, di Fig. 10.

Tab. 1: XPS analysis of the atomic concentrations of chemical elements: Fe, Cr, Mn, Al performed at points P1 - P6 (see Fig. 10).

elettroni sono eccitati mediante una sorgente standard Al K α con uno spot size di 200 μ m. Gli spettri XPS sono stati registrati a passi costanti in energia di 50 eV ed un'area di analisi di circa 100 μ m di diametro, mentre le immagini chimiche sono state acquisite a 150 eV. Prima di effettuare le misure, la superficie dei campioni è stata pulita per mezzo di EX-06 Ar ion gun ad una energia di 2.0 KeV, per rimuovere i primi strati di contaminanti. I dati sono stati processati per mezzo del software Avantage v.5. L'analisi è stata effettuata nei punti evidenziati nell'immagine in Fig. 10.

La concentrazione atomica percentuale degli elementi chimici presenti lungo la superficie del campione sono stati calcolati mediante routine standard XPS (Tab.1). Gli spettri XPS ottenuti per diversi punti sono mostrati in Fig. 11. Dall'analisi chimica e dagli spettri è chiaro che il punto 1 è posizionato nell'acciaio inossidabile, come rivela la pre-

senza di Fe, Cr, Mn, e l'assenza di Al. I punti 2, 3, 4 rivelano la presenza contemporanea di Al, Fe, Cr, Mn. Questa regione rappresenta l'interfaccia con spessore di circa 400 μ m. I punti 5 e 6 contengono solo Al e rappresentano la schiuma in lega di Al.

Per comprendere meglio la distribuzione degli elementi chimici attraverso l'interfaccia acciaio - schiuma in lega di Al, è stata acquisita la mappa chimica XPS su un'area superficiale di 1x1 mm² (Fig. 12). Dalle immagini chimiche in questa figura si può notare la distribuzione chimica dell'Al e del Fe attraverso l'interfaccia. Tutte le immagini chimiche confermano che lo spessore dell'interfaccia è approssimativamente di 400 μ m. Nell'immagine chimica del Fe2p, la presenza del Fe non è visibile all'interfaccia dato l'elevato contrasto con l'acciaio adiacente. Comunque il segnale Fe2p è chiaramente osservato all'interfaccia durante l'analisi a più punti XPS.

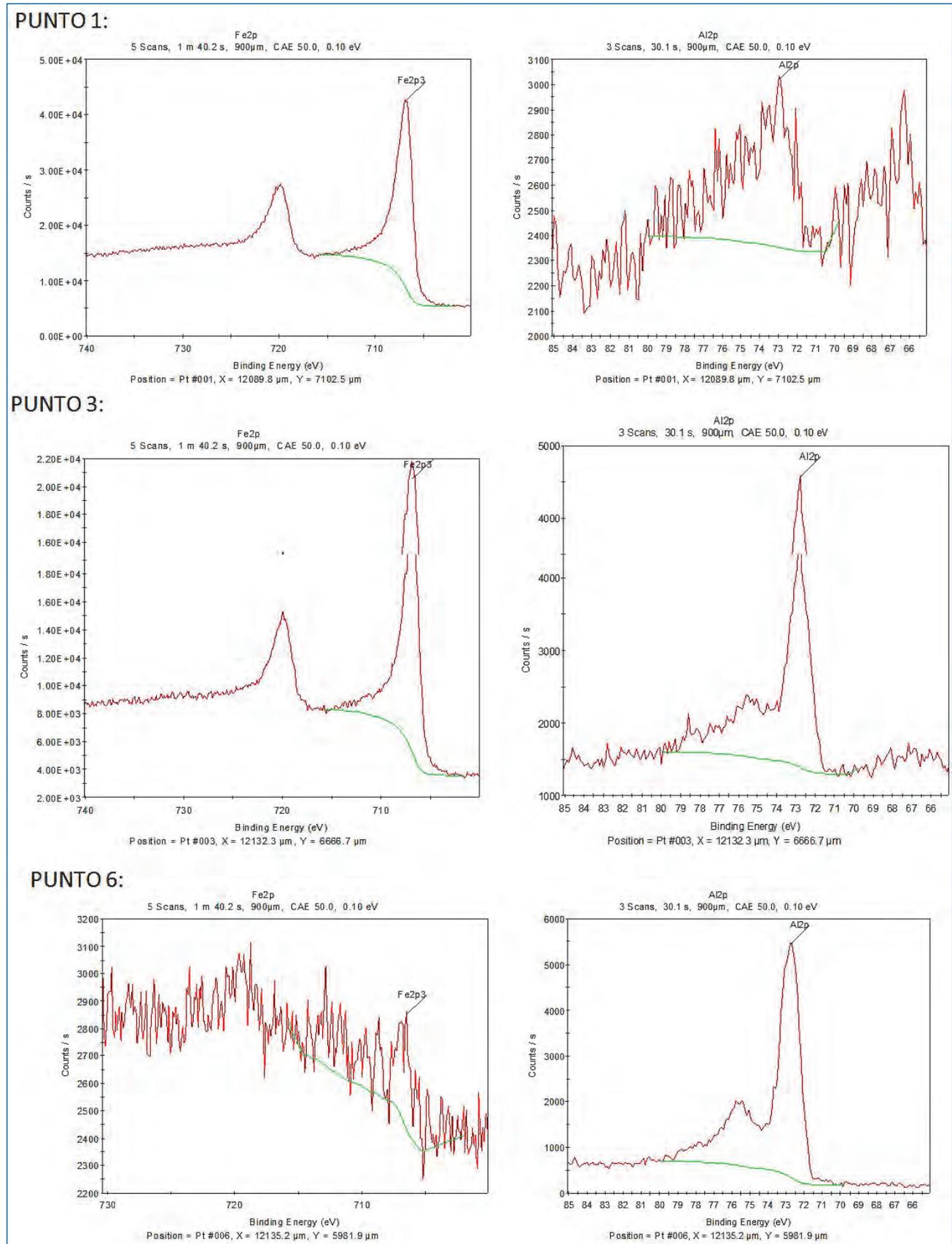


Fig. 11: Spettri XPS per Fe2p (colonna sinistra) e Al2p (colonna destra) nei punti P1, P3, P6 di Fig. 10.

Fig. 11: XPS spectra for Fe2p (left column) and Al2p (right column) for points: P1, P3, P6 (see Fig. 10).

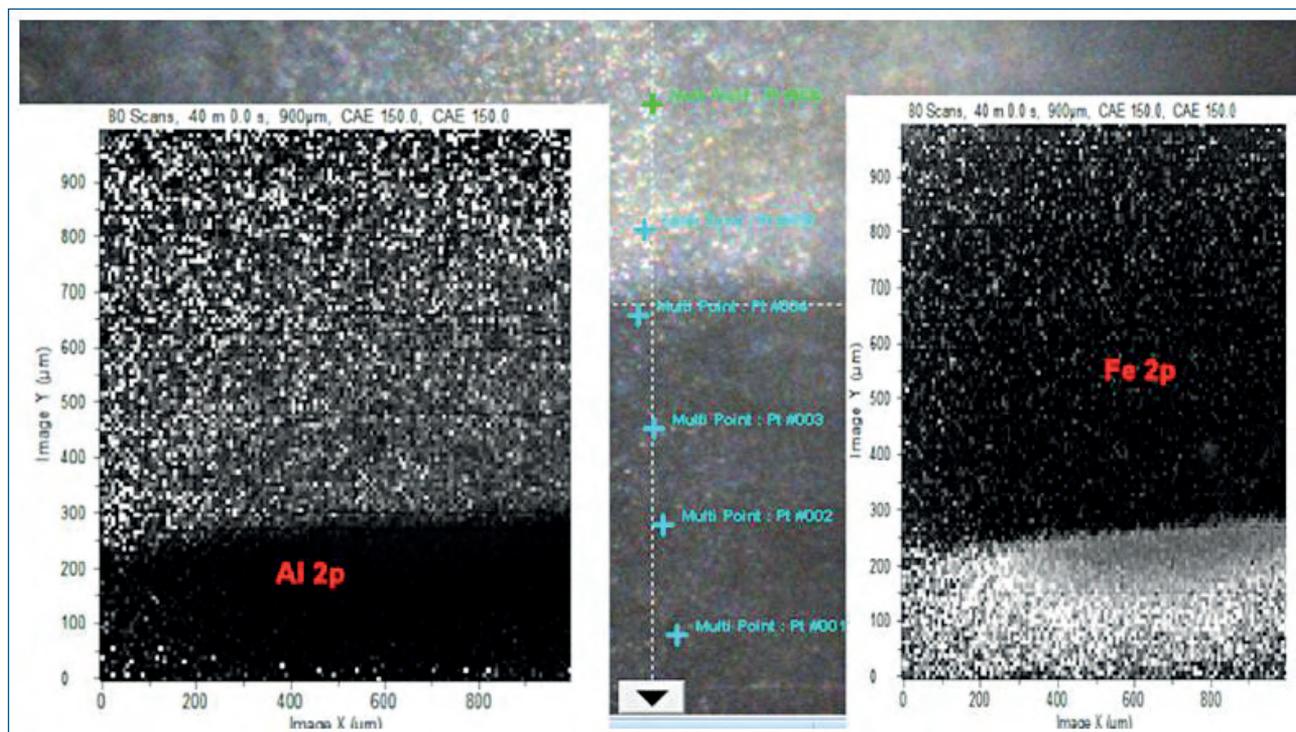


Fig. 12: Mappe chimiche dell'Al2p e del Fe2p nella zona di interfaccia.

Fig. 12: Chemical maps of the Al2p and Fe2p along the interface.

Dagli spettri in Fig. 11 effettuati nei punti: 1 (Acciaio), 3 (Interfaccia), 6 (Schiuma di AlSi10); dalla mappa chimica in Fig. 12; dall'analisi quantitativa riportata in Tabella 1, è chiaro come sia presente una zona intermedia di interdizione di Fe e Al. Questo sta a dimostrare l'avvenuto bonding in situ tra pelle di acciaio e schiuma in AlSi10.

La discrepanza tra i valori della larghezza di interfaccia ottenuti dall'analisi EDS ed XPS sono riconducibili al volume di materiale analizzato con le due tecniche (circa 10 nm con XPS, circa 1 µm con EDS). Il dato XPS è influenzato da fenomeni di trasporto di materia originati nella preparazione dei campioni.

CONCLUSIONI

Sono state sviluppate metodologie che hanno permesso di ottimizzare il processo che porta alla formazione del bonding metallurgico tra pelli di acciaio e schiuma di alluminio.

Dagli studi svolti, al fine di ottenere una giunzione ottimale la finitura delle superfici è risultata essere di notevole importanza. Nel dettaglio:

1. Una ottimale finitura delle superfici di acciaio comporta una buona rimozione dello strato di ossido originale e l'assenza di eccessive asperità che altrimenti porterebbero a zone adiacenti di cattiva aderenza.
2. Il disossidante deve essere distribuito in modo omogeneo all'interfaccia.

La pressatura, sia a caldo che a freddo, con piccole deformazioni plastiche ha dato in generale dei buoni risultati

anche se a caldo il processo è più difficilmente controllabile, anche a causa dell'ossidazione che non si può del tutto eliminare.

Il bonding metallurgico tra pelli di acciaio inossidabile e schiuma in lega di alluminio è stato pienamente raggiunto in quanto le giunzioni presentano una zona di interdizione di Al e Fe di circa 40 µm come evidenziato dall'analisi EDS e confermato dall'analisi XPS. Sono già in studio ulteriori sviluppi al metodo che comprendono la realizzazione di un precursore schiumabile ottimizzato per l'utilizzo come core di strutture sandwich con pelli in acciaio, ed una modifica al metodo di schiumatura per evitare che il peso delle pelli limiti la crescita della schiuma.

BIBLIOGRAFIA

- [1] J. BANHART, H.-W. SEELINGER, Adv. Eng. Mat. 10(9) (2008) 793.
- [2] J. BANHART, H.-W. SEELIGER, Adv. Eng. Mater., (2012) 14: 1082-1087.
- [3] G. BARBIERI, G. COSTANZA, R. MONTANARI, Schiume Metalliche: Tecniche di Produzione, Proprietà e Applicazioni, Ed. Associazione Italiana di Metallurgia, Milano (2014)
- [4] L. JING, J. NING, L. ZHAO, Z. WANG, Composite Structures, vol. 93, p.1300, (2011)
- [5] Z. WANG, J.NING, L. ZHAO, L. JING, Composites: Part B, vol. 42, p. 1 (2011)
- [6] B.H. SMITH, S. SZYNISZEWSKI, J.F. HAJJAR, B.W. SCHAFER, S.R. ARWADE, Journal of Constructional Steel Research 71 (2012) 1-10.
- [7] S. NESIC, P. SCHAFFLER, K. UNRUH, W. MICHELS, U. KRUPP, Adv. Eng. Mater., (2011) 13: 1056-1059.
- [8] R. NEUGEBAUER, C. LIES, J. HOHLFELD, T. HIPKE, Prod. Eng. Res Devel. (2007) 1:271-278.
- [9] J. BANHART, M WEBBER, J. BAUMEISTER, German Patent 44 26 627 C2, (1994)

Production and characterization of steel sandwich structures with aluminum foam core

Keywords: Aluminium Foam - Sandwich Panels - Stainless Steel - Bonding

The present work describes the results carried out in the manufacture of sandwich panels with stainless steel (SS) AISI 316 skins and an aluminium alloy AlSi10 foam core. Sandwich structures with a core of Al or Al alloys are often realized by ex-situ bonding, i.e. adhesive are employed for joining foam to external sheets. This method is easy to apply, however it entails a strength reduction when temperature increases, which results in serious problems during recycling and high costs. Another approach is the in-situ bonding, which involves the preliminary joining of the skins to the foam precursor to make the composite structure. This composite, once submitted to the foaming heat treatment, achieves the final Foam Sandwich by metallurgical bonding.

In this study, a new method to obtain in-situ bonding between the Stainless Steel (SS) skins sheets and the aluminium foam core is described. The first part of this work has focused on the production of sandwich of small size: 20 x 20 mm. The production of the sandwich was done in two steps. The first step is the manufacture of the composite precursor, by both hot and cold pressing. The Composite precursor was made, using two sheets of (SS) for the skins and a foamable precursor of AlSi10 placed in middle. Great importance in the manufacture of such a composite lies in surface finishing, consisting in the middle removal of the surface oxide layer by mechanical and chemical treatments. As shown in Fig. 2 (a-b) as a function of the procedure of preparation, bad or good preliminary bonding have been obtained. During the second step, the composite precursor was then foamed in the oven at 640 °C. In this step the pore walls at the interface make a metallurgical joint with the steel surface, as shown by the concentration profile of the chemical elements at the interface (Fig. 4, Fig. 5).