

Compositi a matrice di alluminio solidificati in presenza di vibrazioni meccaniche: caratteristiche microstrutturali

G. Timelli, P. Ferro, F. Bonollo

L'applicazione delle vibrazioni meccaniche a uno stampo durante la fase di solidificazione è certamente uno strumento per il controllo della microstruttura e quindi delle caratteristiche finali di un getto. Nel presente lavoro, viene descritta l'evoluzione microstrutturale di una lega AlSi9Cu3 rafforzata con il 10vol.% di SiC_p e solidificata in presenza di vibrazioni meccaniche indotte su uno stampo metallico. Il materiale è stato colato in presenza di vibrazioni nell'intervallo di accelerazione compreso tra 0 e 41 volte l'accelerazione di gravità. L'applicazione delle vibrazioni meccaniche ha provocato una dispersione delle particelle di SiC ragionevolmente omogenea su scala macroscopica. Tale miglioramento nella distribuzione del rinforzo è risultato osservabile fino a valori di accelerazione di 10g. Con accelerazione superiori, si sono rilevati fenomeni di segregazione e la formazione di grosse cavità interne ai getti colati. Su scala microscopica, le tecniche di analisi d'immagine, associate a metodologie di analisi statistica, hanno evidenziato fenomeni di clustering e di peggioramento generale nella distribuzione del rinforzo con l'incremento delle vibrazioni applicate. La distribuzione del rinforzo nei getti si è rilevata essere governata da fenomeni di intrappolamento meccanico delle particelle, impossibilitate a muoversi a causa di fronti di solidificazione convergenti. L'esame metallografico ha evidenziato come il grano cristallino dei campioni colati diventi più fine all'aumentare dell'intensità delle vibrazioni.

PAROLE CHIAVE:

alluminio e leghe, solidificazione, fonderia, metallografia

INTRODUZIONE

Molte tecnologie moderne richiedono l'impiego di materiali in grado di offrire un insieme di proprietà che non possono essere presenti contemporaneamente nei materiali metallici tradizionali. Questo è particolarmente vero per i materiali impiegati nei settori aerospaziale/aeronautico e dell'industria dei trasporti [1]. La possibilità di combinare proprietà diverse in un unico materiale e di ampliarne gli intervalli di validità è stata realizzata, ed è in continuo miglioramento, con i materiali compositi a matrice metallica (MMC) [2-5]. Un ruolo fondamentale è giocato dalle specifiche caratteristiche chimico-fisiche e termiche delle materie prime utilizzate. I materiali compositi basati sulle leghe leggere, in particolare a matrice in lega di alluminio, sono caratterizzati da un elevato rapporto resistenza-peso, buona resistenza all'usura e alla distorsione termica [6]. Molte delle tecnologie di produzione hanno in comune gli elevati costi e la complessità operativa, che hanno limitato per lungo tempo lo studio e l'applicazione dei MMC. Una componente rilevante di costo è data dal tipo di rinforzo adottato; l'approccio che appare attualmente più consolidato è quello di impiegare particelle, quali carburo di silicio (SiC) o allumina (Al₂O₃), per i MMC indirizzati ad applicazioni di massa (tipicamente il settore dei trasporti), in cui il fattore costo è determinante [7-8]; mentre laddove è fondamentale l'aspetto prestazionale (settore aeronautico) la scelta

cade su rinforzi a fibra lunga [9]. Un'altra voce di costo determinante è data dal processo produttivo utilizzato. È stato dimostrato come i MMC siano lavorabili alle macchine utensili per asportazione di truciolo, seppur con pesanti aggravii per l'usura degli utensili, data la natura abrasiva del rinforzo presente nella struttura [1]. A tal fine, bene si prestano le tecniche di fonderia che consentono di ottenere parti in materiale composito per solidificazione in forme adatte (*near-net shape*), limitando le lavorazioni secondarie per asportazione di truciolo. Risulta perciò fondamentale, ai fini di un'ottimizzazione della microstruttura e quindi del comportamento meccanico, la possibilità di conoscere e controllare i fenomeni di solidificazione dei MMC [10-12]. Durante le fasi di solidificazione del getto, le particelle interagiscono con il fronte di solidificazione in avanzamento. Il bilanciamento tra le forze repulsive, originate da tensioni superficiali, e quelle attrattive, causate dalla viscosità del metallo liquido, determina la bagnabilità del sistema matrice-rinforzo [3,13-16]. Quando l'angolo di bagnabilità (θ) è inferiore a 90°, la capacità di incorporare il rinforzo all'interno della matrice è agevolata: il fronte di avanzamento solido ingloba in maniera omogenea le particelle di rinforzo (fenomeno di *engulfment*), dando luogo a una interfaccia continua, buone caratteristiche di adesione e una omogeneità microstrutturale [7]. Al contrario, quando le forze repulsive prevalgono su quelle attrattive ($\theta > 90^\circ$), le particelle di rinforzo sono sospinte dal fronte di solidificazione (fenomeno di *pushing*). In aggiunta, quando le particelle ceramiche si trovano fisicamente impossibilitate a essere sospinte a causa di fronti di solidificazione convergenti e la bagnabilità è scarsa, si è di fronte a un fenomeno di "intrappolamento meccanico" (*mechanical entrapment*) [7,17]. Si avranno perciò nel getto un per-

G. Timelli, P. Ferro, F. Bonollo

Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali - DTG,
Università di Padova,
Stradella S. Nicola, 3 I-36100 Vicenza, Italia.
timelli@gest.unipd.it

dita di omogeneità microstrutturale, una scarsa adesione interfacciale tra matrice e rinforzo, con probabile presenza di microvuoti, e segregazioni di particelle di rinforzo con fenomeni di adensamento. Tutti questi aspetti conducono, sostanzialmente, a un peggioramento delle caratteristiche meccaniche finali del composito [10,11]. La transizione tra i fenomeni di *engulfment* e di *pushing* può essere valutata attraverso la stima di una velocità critica di avanzamento del fronte solido, al di sopra o al di sotto della quale il rinforzo può essere inglobato o sospinto rispettivamente [12,18]. Diversi autori hanno studiato l'influenza dell'aggiunta del rinforzo ceramico sulla cinetica di solidificazione dei MMC a matrice in lega di alluminio, osservando come la presenza del rinforzo cambi l'evoluzione della solidificazione sia della fase dendritica primaria α -Al che dell'eutettico [19-22]. Si è inoltre analizzata ampiamente l'interazione tra le condizioni di solidificazione di un getto, in particolare la velocità di raffreddamento e quindi le dimensioni dei rami dendritici secondari (SDAS), e la distribuzione delle particelle ceramiche all'interno della matrice metallica [7,10-12,17,23].

Il fatto che la bagnabilità matrice-rinforzo non sia spontanea, implica la necessità di fornire al sistema l'energia necessaria per ottenere la formazione di un'interfaccia stabile. Dal punto di vista del processo produttivo dei MMC, tale energia è, in effetti, prodotta dall'applicazione di una pressione sulla lega costituente la matrice. Una soluzione può essere fornita dall'applicazione "meccanica" della pressione necessaria alla formazione del composito [13,14].

Un approccio alternativo può certamente essere l'applicazione di una energia vibrazionale, già utilizzato in diversi processi, sia in campo metallurgico che ingegneristico [24]. Le prime prove di solidificazione con vibrazione meccanica sono state effettuate già nel secolo scorso, ma sperimentazioni con analisi dettagliate dei risultati si sono avute solo nell'ultimo decennio. Il primo studio risale al 1868 da parte di Chernov, che fece vibrare uno stampo in acciaio sotto l'effetto di un oscillatore, con il risultato di un netto miglioramento della struttura finale ottenuta. L'attenzione si è incentrata nell'individuare l'impatto della vibrazione sia sulla cinetica di solidificazione [25-32], e quindi sulla microstruttura finale, sia sulla finitura superficiale del getto ottenuto [33,34]. Le tipologie di vibrazione principalmente utilizzate sono di natura meccanica o ultrasonica. La prima è caratterizzata da basse frequenze e spostamenti variabili che possono raggiungere ampiezze dell'ordine del millimetro, la seconda è formata da altissime frequenze e bassi spostamenti. Sia la variazione in ampiezza che in frequenza influiscono notevolmente sulle caratteristiche microstrutturali del getto, presentando però dei limiti: spostamenti troppo elevati portano a un incremento dei difetti interni [27], mentre frequenze elevate sono limitate dalle attrezzature utilizzabili. In letteratura è riportato come l'applicazione controllata della vibrazione meccanica a leghe Al-Si da fonderia conduca a una affinazione del grano cristallino con l'eliminazione dell'accrescimento colonnare [25,26,32], un cambiamento morfologico e dimensionale del silicio eutettico [26,28,32] e un incremento delle caratteristiche meccaniche finali del getto [25,28].

Obiettivo del presente lavoro è analizzare gli effetti delle vibrazioni meccaniche, indotte su uno stampo metallico, sulle caratteristiche difettologiche e microstrutturali di materiali compositi a matrice in lega Al-Si da fonderia.

PROCEDURA SPERIMENTALE E ANALISI MICROSTRUTTURALE

Materiali e procedura sperimentale

Le indagini sono svolte su un materiale composito con matrice in lega di alluminio da fonderia A380 (AlSi9Cu3), la cui composizione chimica è indicata in Tabella 1. Il materiale, la cui designazione commerciale è F3D.10S, è fornito dalla Duralcan (USA) sotto forma di pani da fonderia da 12 kg adatti alla rifusione. Il MMC è scelto con una frazione di rinforzo del 10% in volume di fini particelle di SiC ed è realizzato con tecnologia *Compocasting* [35].

Il materiale è portato a fusione in un forno elettrico impostato a $650 \pm 5^\circ\text{C}$; il bagno viene agitato delicatamente per evitare la creazione di turbolenze sulla superficie libera. Il metallo liquido è lasciato in quiete per circa 1 h e quindi scorificato solo superficialmente. Il forno viene poi impostato a $730 \pm 5^\circ\text{C}$ e la temperatura del bagno sale a $720 \pm 5^\circ\text{C}$. La temperatura è controllata scrupolosamente al fine di evitare indesiderate reazioni tra il metallo liquido e le particelle di SiC [35]. Prima di ogni colata, il metallo viene agitato delicatamente al fine di evitare la decantazione del particolato sul fondo del crogiolo.

Per lo studio degli effetti delle vibrazioni meccaniche sulle caratteristiche microstrutturali del MMC, si utilizza uno *shaker* collegato a un amplificatore di potenza CREST AUDIO 10001 e a un generatore di segnali HP33120A. I parametri di vibrazione sono controllati elettronicamente tramite un sistema costituito da un oscilloscopio elettronico e un accelerometro digitale triassiale, in grado di misurare l'accelerazione, e quindi lo spostamento, prodotti dalla base vibrante. Il MMC è colato all'interno di una forma in acciaio al carbonio, le cui dimensioni sono riportate in Figura 1, che è precedentemente riscaldata a una temperatura di circa 400°C . Il getto colato ha geometria cilindrica, con la parte superiore, di forma semiconica, che funge da materozza. La vibrazione indotta sullo stampo metallico è prevalente lungo un unico piano, parallelo al piano vibrante e ortogonale all'asse di simmetria dello stampo (Figura 1). L'intensità delle vibrazioni meccaniche è espressa come multiplo dell'accelerazione di gravità g . L'accelerazione può esprimersi in funzione dell'ampiezza e della frequenza di vibrazione tramite la relazione [32]:

$$g = 4,024Df^2 \quad (1)$$

dove g è l'accelerazione, espressa come numero di volte l'accelerazione di gravità, D (m) è l'ampiezza ed f (Hz) la frequenza di vibrazione. La Figura 2 esplicita in maniera grafica l'eq. (1).

In questo studio, le caratteristiche microstrutturali e difettologiche del MMC sono studiate in un intervallo di accelerazione 0 - 41g, con variazioni opportune dell'ampiezza e della frequenza di vibrazione impostate. Al fine di verificare l'omogeneità delle vibrazioni, l'accelerazione è monitorata, tramite l'accelerometro triassiale, nelle estremità superiore ed inferiore dello stampo in funzione della tensione di alimentazione fornita allo *shaker*. Come si può osservare in Figura 3, lo scostamento, tra le zone analizzate, in termini di accelerazione, è mediamente di 1g; questo indica una sollecitazione uniforme all'intero getto durante la fase di solidificazione. Quattro campioni sono realizzati per ogni condizione di vibrazione impostata.

Sono utilizzate sei termocoppie tipo-K (Chromel-Alumel) con diametro 1 mm, quattro delle quali sono inserite nello stampo al

Designazione	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Ti	Al
A380	9.5	0.8	3.1	0.5	0.3	0.03	1.2	0.1	bal.

TAB. 1 **Composizione chimica (%pond) della matrice del materiale studiato.**
Chemical composition of the matrix alloy investigated (wt.%).

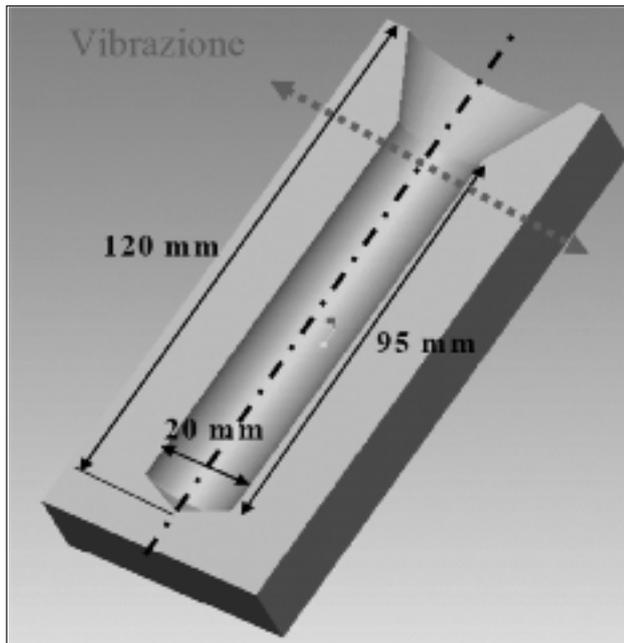


FIG. 1 *Schema della conchiglia in acciaio utilizzata. È inoltre indicata la direzione di vibrazione.*
Schematic section of the steel mould used. The direction of the mechanical vibrations is also indicated.

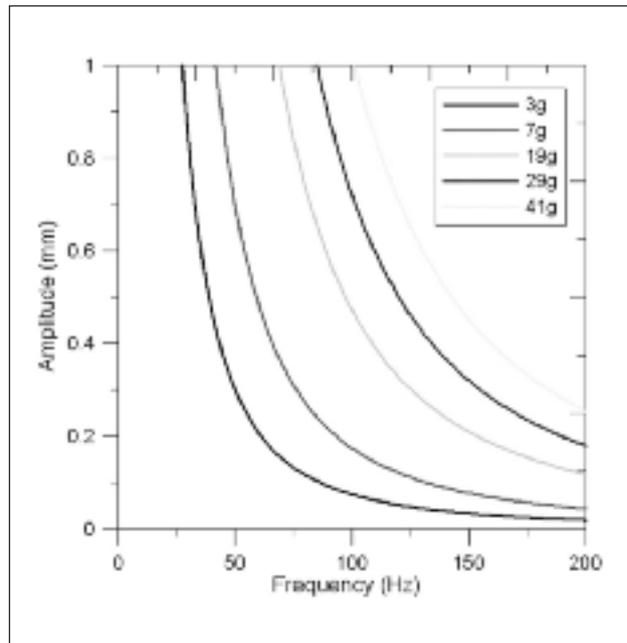


FIG. 2 *Relazione tra l'ampiezza e la frequenza di vibrazione secondo l'eq. (1).*
Relationship between frequency and amplitude of vibration according to eq. (1).

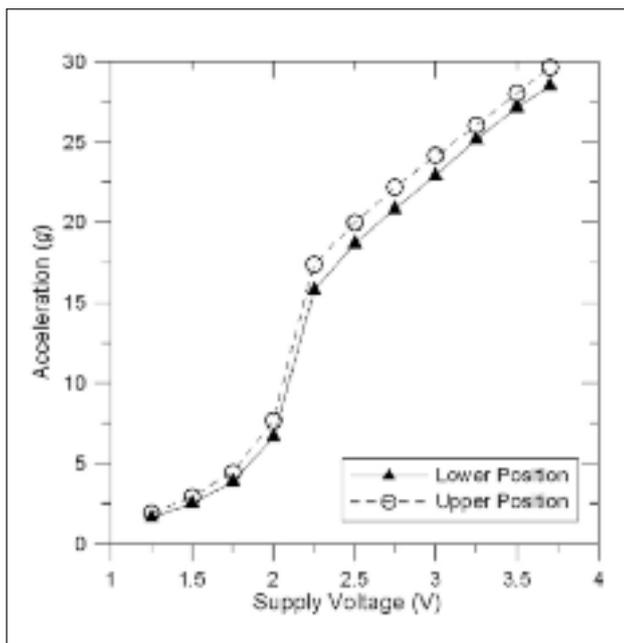


FIG. 3 *Andamento dell'accelerazione, misurata alle estremità superiore ed inferiore dello stampo, in funzione della tensione di alimentazione fornita allo shaker.*
Acceleration, measured at the top and the bottom of the die, as a function of the supply voltage of the shaker.

dati temperatura/tempo, successivamente elaborati. La frequenza di campionamento è 20 Hz. I dati forniti dall'analisi termica sono serviti per monitorare le condizioni di temperatura dello stampo prima di ogni colata e verificarne la riproducibilità. I getti colati sono sottoposti ad indagine radiografica tramite l'ausilio di una macchina industriale Bosello SRE80MAN dotata di microfocus.

Caratterizzazione microstrutturale

Dopo smaterozzatura, alcuni campioni sono sezionati e preparati utilizzando le tecniche metallografiche convenzionali per l'osservazione al microscopio ottico. Tramite l'analisi di immagine con software Leica QWin, sono calcolati i valori medi dello SDAS. Al fine di quantificare le variazioni microstrutturali indotte dalle vibrazioni meccaniche, l'analisi di immagine si è poi focalizzata principalmente sulla distribuzione volumetrica del rinforzo lungo la sezione dei campioni. La misura automatica delle dimensioni e della morfologia del SiC dipende dalle impostazioni del livello di grigio nella strumentazione. La distribuzione del SiC viene inoltre caratterizzata attraverso due tecniche di analisi statistica: il *Mean Free Path* e il *Nearest-neighbor Distance* [17].

Il *Mean Free Path* (λ_{fp}) è calcolato dalla frazione volumetrica delle particelle (V_f) e dalla somma dei perimetri (P_p) di tutte le particelle nell'area di analisi (A_f) tramite la relazione [17]:

$$\lambda_{fp} = \pi \frac{1 - V_f}{P_p} A_f \quad (2)$$

La frazione volumetrica e il perimetro delle particelle di SiC sono calcolati su 15 campi consecutivi di dimensione $250 \times 188 \mu\text{m}^2$, contenenti un numero totale di particelle superiore a 600.

Il *Nearest-neighbor Distance* (λ_{nn}) è definito come la distanza tra i centroidi di una particella e la sua più vicina (Figura 4). La distribuzione del SiC con questa tecnica è valutata ancora su 15 campi aventi le dimensioni precedentemente indicate. Mentre λ_{fp} esprime la distanza media tra le superfici del rinforzo, λ_{nn} fornisce la distanza tra i centri di gravità di particelle più prossime [17].

fine di monitorarne la distribuzione termica, e due inserite all'interno della cavità dello stampo per registrare il profilo termico del MMC durante la fase di solidificazione. Le termocoppie sono collegate a un registratore multicanale (National Instruments SCXI-1000), a sua volta connesso a un PC dove sono registrati i

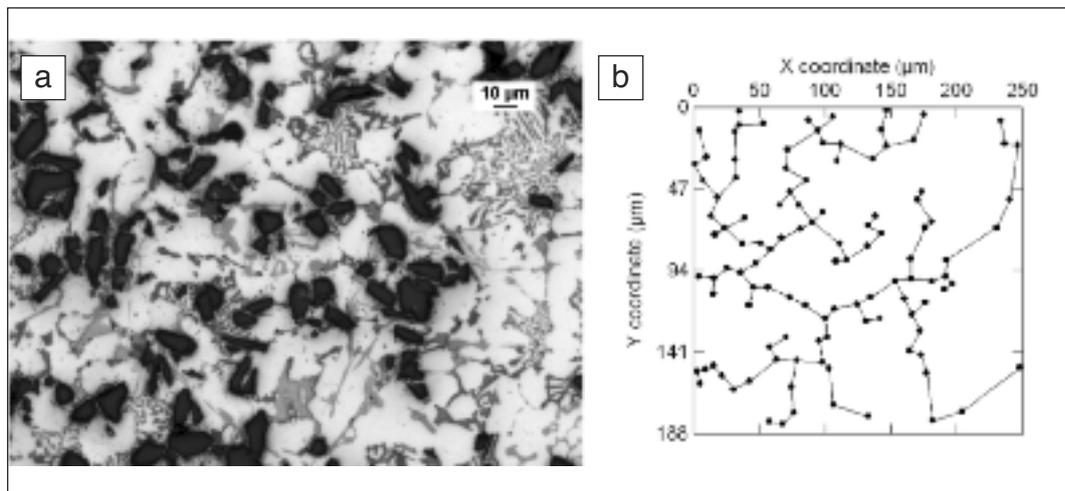


FIG. 4
(a) Micrografia ottica relativa al composito studiato e (b) mappatura della stessa utilizzando la tecnica del Nearest-neighbor Distance.

(a) Optical micrograph of the investigated composite and (b) the same image mapped by means of the Nearest-neighbor Distance technique.

Le caratteristiche microstrutturali sono messe in relazione con le vibrazioni meccaniche impostate.

Al fine di rivelare il grano cristallino, i campioni sono attaccati chimicamente con un reattivo costituito da 15vol.% HNO₃, 10vol.% HCl, 5vol.% HF e 70vol.% H₂O [36].

Dei campioni metallografici sono infine prelevati dai pani da fonderia al fine di determinare la dimensione e il rapporto d'aspetto del particolato di SiC facendo una media su 10 campi. Mentre la dimensione del rinforzo è definita come il diametro del cerchio equivalente (d), il rapporto d'aspetto (α) è inteso come il rapporto tra dimensione massima e dimensione minima misurate su ciascuna particella.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Analisi dei pani da fonderia

La Figura 5 mostra la tipica microstruttura della zona centrale dei pani da fonderia utilizzati, dove è evidente il marcato effetto di segregazione del rinforzo ceramico nelle regioni interdendritiche, qui spinte dall'interfaccia liquido / solido in fase di avanzamento durante il processo di solidificazione del metallo [7,12,17].

L'analisi della distribuzione della dimensione del rinforzo evidenzia come le particelle di SiC presentino un diametro equivalente compreso nell'intervallo 2-18 μ m, con valori medi di $7.7 \pm 2.9 \mu$ m (Figura 6a). Il maggior numero di particelle ce-

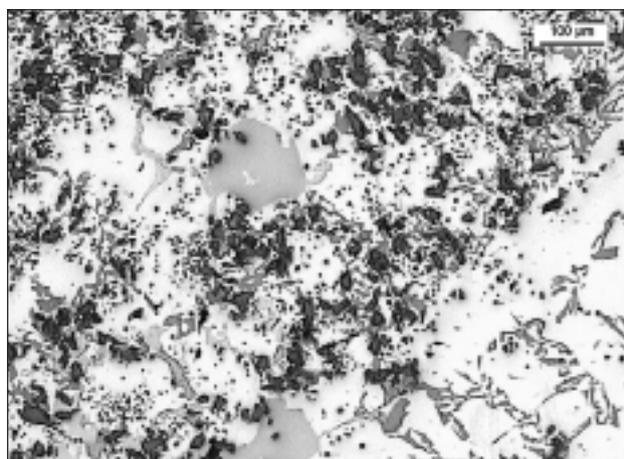


FIG. 5 **Microstruttura della zona centrale dei pani da fonderia utilizzati.**

Microstructure of the central zone of the as received ingots.

ramiche è caratterizzato da una morfologia leggermente allungata ($\alpha - 1.8 \pm 0.7$), come è possibile osservare dall'andamento della distribuzione del rapporto d'aspetto in Figura 6b.

Analisi dei campioni solidificati in condizioni di vibrazioni meccaniche

In generale, si osserva che l'applicazione delle vibrazioni mec-

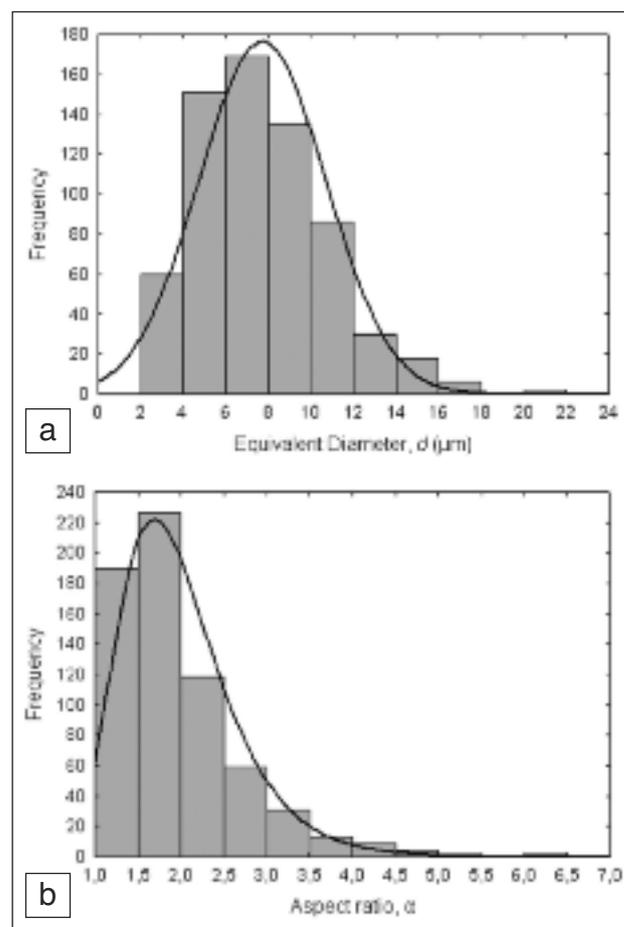


FIG. 6 **Analisi delle distribuzioni della (a) dimensione del rinforzo e (b) del rapporto d'aspetto delle particelle di SiC nei pani da fonderia.**

Distribution of (a) the size and (b) the aspect ratio of the SiC particles in the as received ingots.

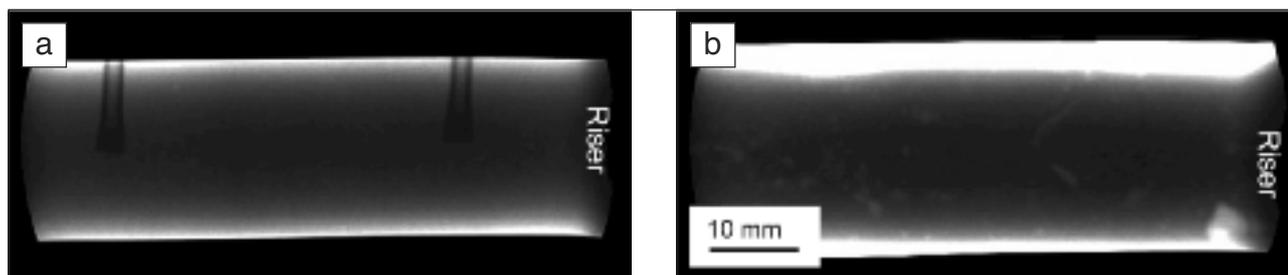


FIG. 7 Immagini radiografiche di campioni colati (a) senza vibrazioni meccaniche e (b) in presenza di vibrazioni meccaniche di intensità pari a 32g.

X-ray images of the castings poured (a) without mechanical vibration and (b) with a vibration intensity of 32g.

caniche, fino ad accelerazioni di 7g, induce una diminuzione del cono di ritiro, sia in termini volumetrici che di profondità; mentre con valori superiori di accelerazione si creano cavità grossolane nella materozza. L'incremento dell'intensità della vibrazione, oltre valori di 7g, induce inoltre la formazione di macroscopiche porosità interne al getto stesso, come è possibile osservare dalle immagini radiografiche di Figura 7. È evidente come la presenza di macrocavità nei getti colati, ne comprometta l'integrità meccanica, indipendentemente dalla presenza del rinforzo ceramico [37].

La dispersione del rinforzo non appare omogenea su scala macroscopica nei campioni solidificati in assenza di vibrazioni. Le macrografie delle Figure 8a e 8b, relative a zone al bordo e al cuore dei campioni, sono esemplificative di quanto detto. Lo smaltimento termico preferenziale attraverso le pareti dello stampo, e la scarsa bagnabilità tra il rinforzo ceramico e il fronte di solidificazione in avanzamento creano condizioni tali che le particelle di SiC sono sospinte a segregare nel cuore del getto stesso, ultima zona a solidificare [38]. Al contrario, l'applicazione delle vibrazioni meccaniche allo stampo provoca un incremento

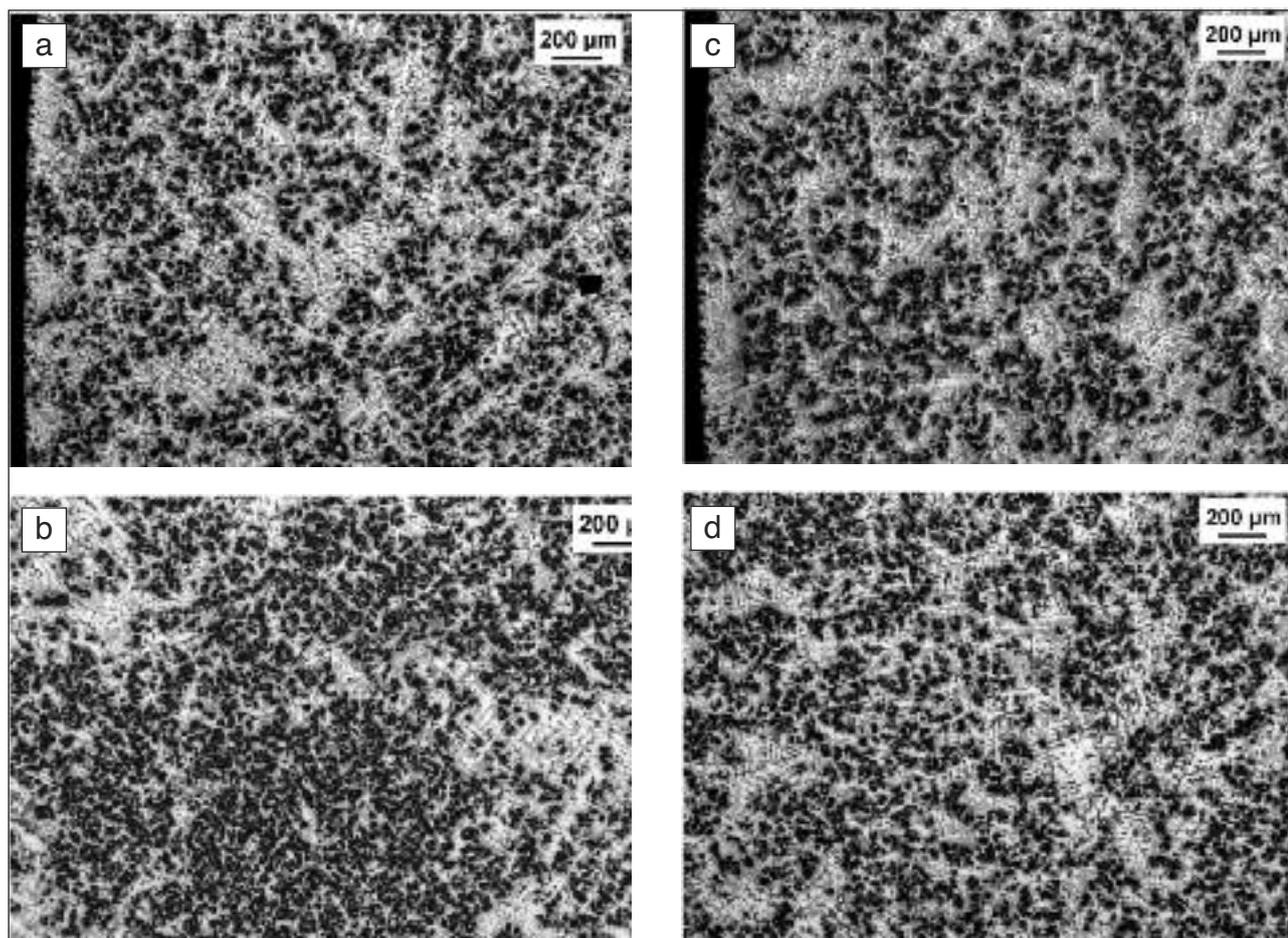


FIG. 8 Macrografie del materiale composito studiato. (a) e (b) si riferiscono al bordo e al cuore, rispettivamente, di campioni solidificati in assenza di vibrazioni meccaniche; (c) e (d) presentano le medesime zone di analisi di campioni solidificati in presenza vibrazioni meccaniche di intensità pari a 3g.

Macrographs of the studied composite. (a) and (b) refer to the boundary and central regions, respectively, of specimens solidified without mechanical vibrations; (c) and (d) show the same zones of specimens solidified with vibrations at 3g.

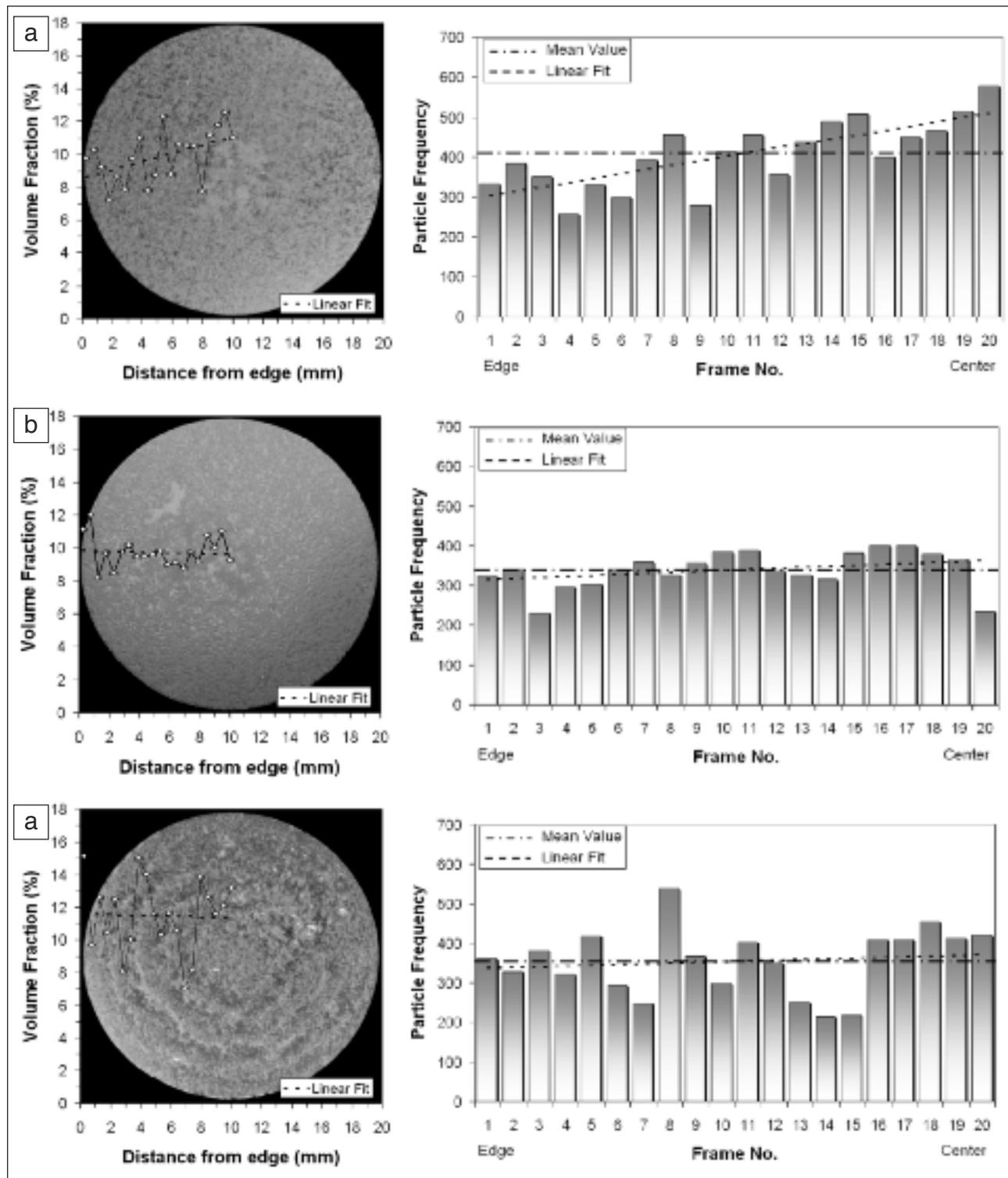


FIG. 9 Distribuzione della frazione volumetrica e del numero di particelle di SiC lungo il raggio di campioni solidificati in (a) assenza di vibrazioni e in presenza di vibrazioni meccaniche di intensità pari a (b) 7g e (c) 41g.

Distribution of the volume fraction and the SiC particles along the radius of specimens solidified (a) without mechanical vibrations and with vibrations at (b) 7g and (c) 41g.

delle forze e dei movimenti convettivi nel metallo liquido, riducendo il gradiente termico esistente tra le zone vicino alle pareti dello stampo e le zone centrali del getto [32]. Questo provoca una dispersione delle particelle di SiC ragionevolmente omogenea su scala macroscopica, come intuibile dalle macrografie delle Figure 8c e 8d. Tale miglioramento nella distribuzione del rinforzo è os-

servabile fino a valori di accelerazione di 10g; con accelerazione di 20g, o con vibrazioni di intensità più elevata, le particelle si distribuiscono all'interno del getto creando una serie di macrosegregazioni "concentriche".

L'analisi quantitativa della distribuzione della frazione volumetrica e del numero di particelle di SiC lungo la sezione dei cam-

pioni conferma quanto osservato. La Figura 9a mostra come nei campioni solidificati in assenza di vibrazioni la concentrazione del rinforzo, intesa come numero di particelle o frazione in volume, aumenti procedendo dal bordo del campione verso il cuore del getto stesso. Mediamente la frazione volumetrica ottenuta (9.9vol.%) non si discosta dal valore nominale di SiC, a conferma che il rinforzo nei lingotti originali è stato mantenuto in sospensione in modo adeguato durante le operazioni di rifusione e colata.

Con valori di accelerazione di 7g, la dispersione del rinforzo appare omogenea con una frazione volumetrica media di SiC di ~9.7vol.%, indicando ancora una volta una adeguata preparazione del bagno liquido prima delle colate (Figura 9b). Vibrazioni di intensità pari a 41g inducono apparentemente una distribuzione di SiC che mediamente è costante lungo la sezione del campione (~11.5vol.%), come si può osservare dalla linea di tendenza di Figura 9c. In realtà, le particelle si distribuiscono all'interno del getto creando una serie di macrosegregazioni "concentriche". Si distribuiscono perciò in modo alternato zone con elevate concentrazioni di SiC (~14.5vol.%) e zone impoverite di rinforzo (~7.5vol.%). Si rileva come la distanza tra i centri delle zone ad elevata segregazione di ceramico sia $\sim 1.9 \pm 0.1$ mm. Risulta interessante confrontare questo valore con l'ampiezza di vibrazione impostata, i.e. $D \sim 3.5$ mm. Una possibile spiegazione di questo fenomeno potrebbe ricercarsi nella differenza di densità esistente tra le particelle di SiC ($\rho=3200$ kg/m³ [20]) e il metallo liquido ($\rho=2400$ kg/m³ [20]), e quindi una differente intensità di forza agente sul rinforzo rispetto alla fase liquida; è possibile cioè che la differenza di densità generi una differente risposta inerziale, in termini spaziali, del SiC alle forze indotte dalle vibrazioni meccaniche rispetto al metallo liquido. Altre caratteristiche da tenere in considerazione sono i valori inferiori di conducibilità e diffusività termica del SiC rispetto alla lega di alluminio liquida. Questo implica una inerzia in termini di raffreddamento delle particelle ceramiche rispetto alla matrice liquida. In questo modo le particelle, essendo a temperatura più elevata, possono cedere calore nelle zone immediatamente circostanti e quindi ritardare la solidificazione della matrice circostante [23].

I risultati dell'analisi dello SDAS e della distribuzione del SiC a livello microscopico con il metodo del *Mean Free Path* sono riportati in Tabella 2. In generale, i valori di SDAS evidenziano una microstruttura molto fine, caratterizzata da rami dendritici di dimensioni confrontabili con quelle del particolato e da una velocità del fronte di solidificazione elevata. La distribuzione del rinforzo nei getti è perciò governata da fenomeni di intrappolamento meccanico delle particelle, impossibilitate a muoversi a causa di fronti di solidificazione convergenti [7,17]. Tali valori sembrano indicare inoltre l'indipendenza del tempo di solidificazione, stimato dalle misure di SDAS [39], dall'intensità delle vibrazioni meccaniche indotte sullo stampo metallico. I valori di λ_{fp} evidenziano un incremento, fino a valori di accelerazione di 7g, della distanza media di una singola particella di SiC da tutte le altre particelle ceramiche con l'aumentare dell'intensità di vibrazione, ma, di contro, un peggioramento della distribuzione locale del rinforzo, come indicato dagli elevati valori della deviazione standard [40,41]. Come detto in precedenza, con intensità elevate di vibrazioni (>20g), il fenomeno segregativo raggiunge livelli macroscopici e le tecniche microscopiche di analisi della distribuzione sono poco efficaci. Il *Mean Free Path* di campioni solidificati con accelerazioni di 20g e 29g mostra infatti valori medi praticamente identici con deviazioni standard elevate.

La Figura 10 mostra le distribuzioni del SiC ottenuta utilizzando la tecnica del Nearest-neighbor Distance. Risulta che la distribu-

Vibrazioni	SDAS (μm)	Mean Free Path, λ_{fp} (μm)
0g	13 \pm 3	53 \pm 14
3g	10 \pm 2	64 \pm 34
7g	13 \pm 4	65 \pm 38
20g	14 \pm 3	49 \pm 40
29g	12 \pm 4	50 \pm 40

TAB. 2 Risultati dell'analisi dello SDAS e della distribuzione delle particelle di SiC utilizzando il metodo del Mean Free Path.

Results of SDAS analysis and distribution of SiC particles by using the Mean Free Path method.

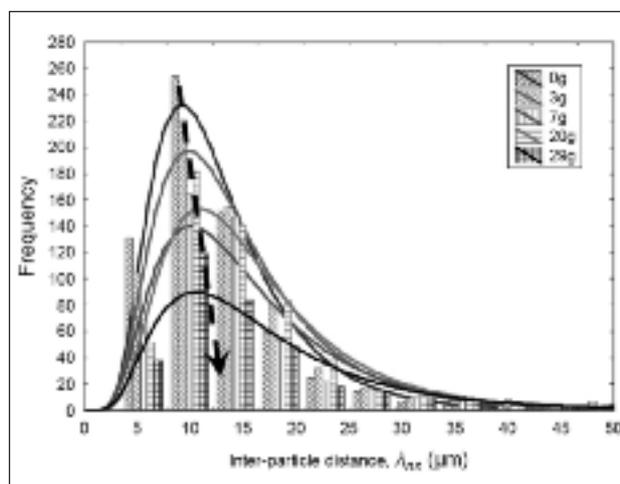


FIG. 10 Distribuzione della distanza tra i centri di gravità di particelle più prossime (λ_{nn}), valutata con il metodo del Nearest-neighbor in provini solidificati in presenza e in assenza di vibrazioni meccaniche.

Distribution of the gravity centers' distance of the SiC particles (λ_{nn}), estimated with the Nearest-neighbor technique, in specimens solidified with and without mechanical vibrations.

zione di λ_{nn} segue una distribuzione Lognormale. La funzione densità di probabilità di tale distribuzione può essere scritta come [42]:

$$f(\lambda_{nn}) = \frac{1}{\lambda_{nn} \sigma \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{(\ln(\lambda_{nn}) - \mu)^2}{2\sigma^2} \right] \quad (3)$$

dove μ e σ sono i parametri di scala e di forma rispettivamente della funzione. Si osserva come il valore medio di λ_{nn} aumenti leggermente al crescere dell'intensità della vibrazione, passando da valori di 13 ± 0.8 μm (0g) a valori di 19 ± 5.3 μm (29g). Anche con l'ausilio di questa metodologia statistica si evidenzia un incremento della deviazione standard all'aumentare dell'accelerazione, sinonimo di un fenomeno di *clustering* del rinforzo.

La matrice (A380) del MMC si caratterizza per una microstruttura costituita da dendriti di soluzione solida α -Al, circondate da una struttura eutettica Al-Si. Sono inoltre riconoscibili ulteriori fasi intermetalliche secondarie tipiche di questa lega, tipo particelle di fasi β -Mg₂Si, π -Al₈Mg₃FeSi₆ e θ -Al₂Cu [43]. È inoltre rilevata l'elevata presenza di fasi intermetalliche ricche in Fe e Mn, dato l'elevato tenore in lega di questi elementi e la scarsa solubilità nella fase α -Al, tipo particelle di fasi β -Al₅FeSi, presenti in forma aciculare, e α -Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂, con morfologia poligonale.

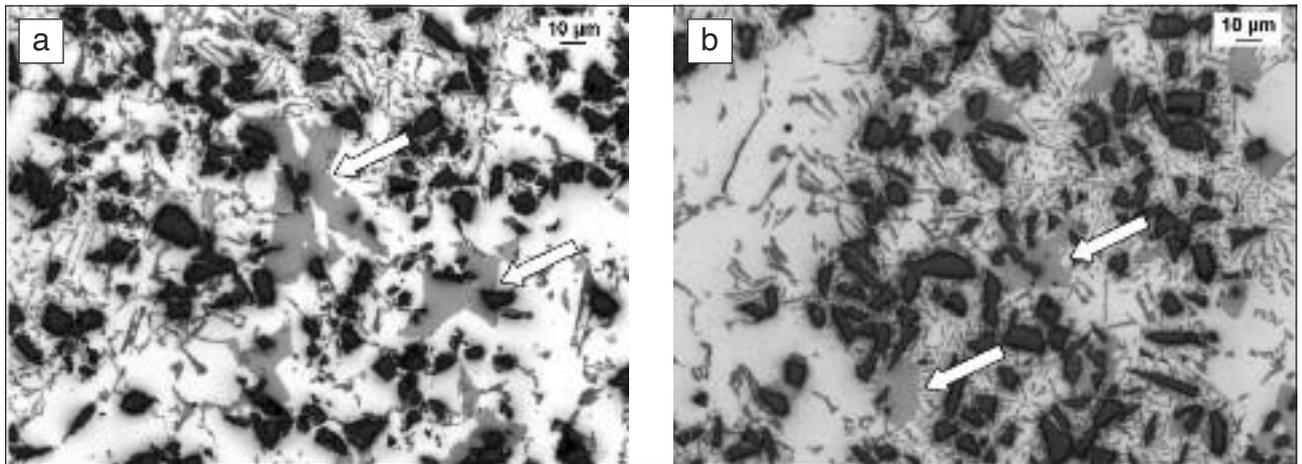


FIG. 11 *Microstruttura di campioni solidificati in (a) assenza di vibrazioni e (b) in presenza di vibrazioni meccaniche di intensità pari a 41g. Le frecce indicano fasi intermetalliche tipo $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$.*

Microstructure of specimens solidified (a) without mechanical vibrations and (b) with vibrations at 41g. Arrows indicate $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ intermetallic particles.

La Figura 11 confronta la dimensione di particelle tipo $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ precipitate nelle zone centrali di campioni solidificati in assenza o in presenza di vibrazioni. Nei provini colati in assenza di vibrazioni, si osserva come le fasi secondarie, ma in generale la microstruttura, siano più grossolane nelle zone centrali, ultime regioni a solidificare. In presenza di vibrazioni, al contrario, le particelle intermetalliche presentano dimensioni pressoché simili procedendo da zone vicino alle pareti dello stampo verso regioni più interne al getto.

In assenza di vibrazioni, la microstruttura mostra la presenza di isole eutettiche costituite da silicio generalmente grossolano e allungato (Figura 12a), alternate a isole caratterizzate da silicio di tipo fine e fibroso (Figura 12b). Una struttura eutettica fibrosa può essere ottenuta attraverso un'elevata velocità di solidificazione (*quench modification*) [44]. Una microstruttura così modificata appare identica a quella ottenuta per via chimica, nonostante il meccanismo di accrescimento del silicio eutettico sia diverso [44]. Se tali condizioni di solidificazione non sono raggiunte nell'intero getto colato, possono però svilupparsi delle di-

somogeneità microstrutturali [45]. In presenza di vibrazioni meccaniche, la microstruttura mostra invece un numero di isole eutettiche modificate maggiore, anche se sono presenti alcune zone costituite da silicio eutettico grossolano e allungato. Dall'analisi dei risultati presenti in letteratura, si evince come la trasformazione dimensionale e morfologica del silicio eutettico dipenda fortemente dai parametri di ampiezza e frequenza di vibrazione impostati, e non possa quindi ridursi al solo parametro di accelerazione [26,28,30,32]. Ulteriori approfondimenti sono quindi richiesti. Altra caratteristica osservata, in accordo con quanto riportato in letteratura [7,10,11,20,21,23], è la nucleazione di fasi intermetalliche e del silicio eutettico sulle particelle ceramiche di SiC (Figura 12b).

L'esame delle macrografie di Figura 13 evidenzia come il grano cristallino del MMC studiato diventi più fine all'aumentare dell'intensità delle vibrazioni. Questo comportamento, in accordo con [25,26,32,38], è spiegabile in termini di frammentazione delle dendriti di $\alpha\text{-Al}$. Le dendriti, in fase di accrescimento, sono frammentate dalla turbolenza del metallo liquido circostante,

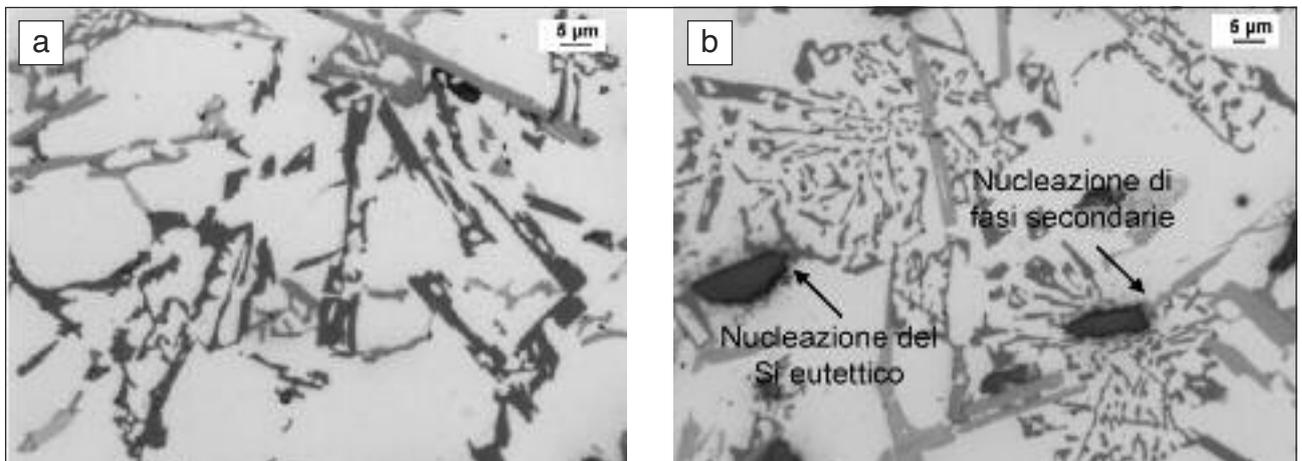


FIG. 12 *Microstruttura di campioni solidificati in assenza di vibrazioni meccaniche. (a) mostra la presenza di isole eutettiche costituite da silicio grossolano e allungato; (b) presenta isole caratterizzate da silicio di tipo fine e fibroso. Si evidenziano inoltre la nucleazione di fasi intermetalliche secondarie e del silicio eutettico sulle particelle di SiC.*

Microstructure of specimens solidified without mechanical vibrations. (a) shows the presence of eutectic islands with coarse and needle-like silicon particles; (b) depicts eutectic islands of fine and fibrous silicon. The nucleation of secondary phases and eutectic silicon on SiC particles is evidenced.

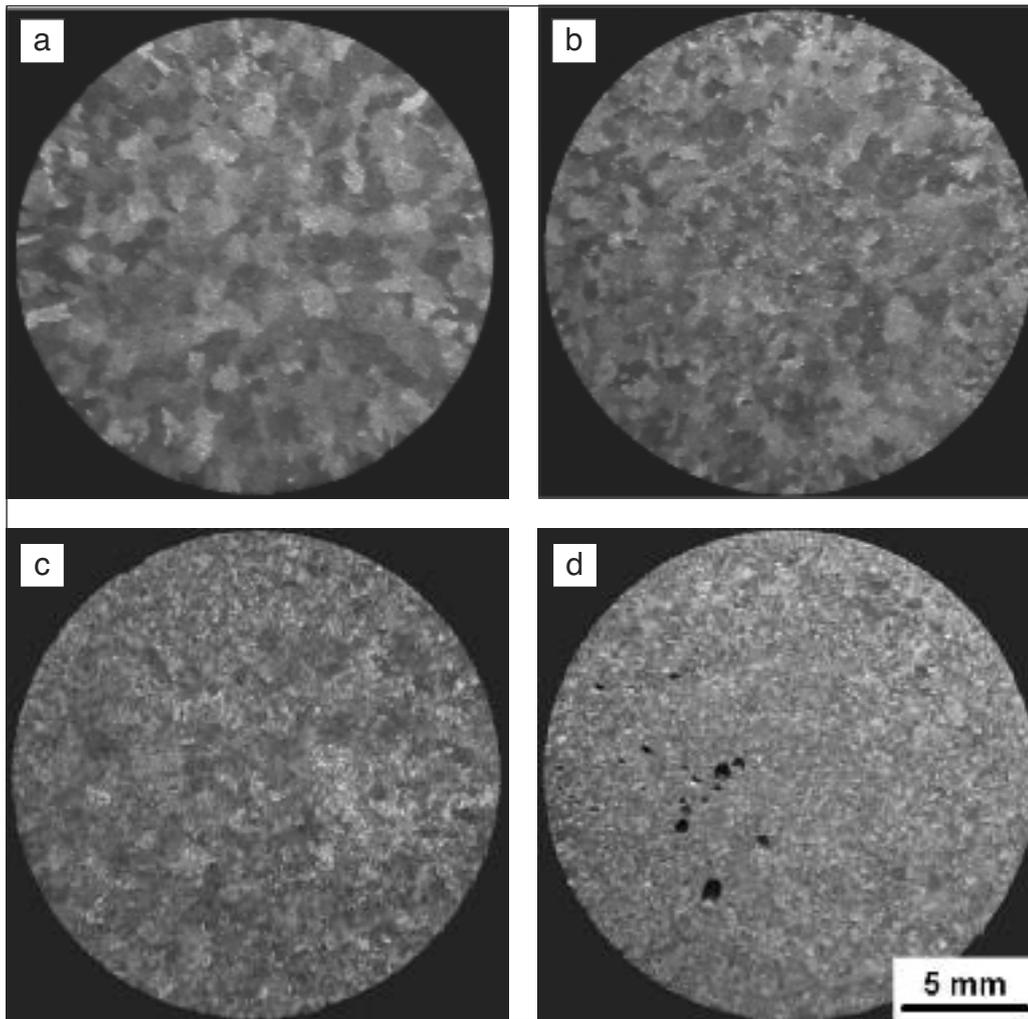


FIG. 13
Macrostruttura dei campioni solidificati in (a) assenza di vibrazioni e in presenza di vibrazioni meccaniche di intensità pari a (b) 7g, (c) 20g e (d) 41g, dopo attacco metallografico.

Macrostructure of specimens in etched condition solidified (a) without mechanical vibrations and with vibrations at (b) 7g, (c) 20g and (d) 41g.

messo in continuo movimento dalle vibrazioni. Campbell [46] osserva come, in condizioni di vibrazioni meccaniche, il numero di Reynolds, R_e , indicante la transizione da regime laminare a turbolento del fluido, sia esprimibile tramite la relazione:

$$R_e = \frac{2\pi d_e \rho f D}{\eta} \quad (4)$$

dove d_e rappresenta il diametro equivalente dei bracci dendritici, ρ e η la densità e la viscosità rispettivamente del metallo liquido, f è la frequenza e D l'ampiezza di vibrazione. Il flusso può considerarsi laminare con R_e inferiore a 10 e turbolento per valori superiori a 1000, mentre nell'intervallo si crea una condizione intermedia. Nel presente lavoro, il numero di Reynolds è compreso nell'intervallo 66-641 per accelerazioni tra 3g e 29g, indicando quindi un regime transitorio; R_e aumenta poi fino a un valore di 1159 in presenza di vibrazioni di intensità pari a 41g. I frammenti dendritici generati, e provenienti dalle zone solide vicino alle pareti dello stampo, sono trasportate da correnti convettive verso le zone più interne del getto. In queste regioni, se la temperatura del metallo liquido è troppo elevata i frammenti di dendrite vengono rifusi; al contrario se la temperatura non è troppo elevata, questi frammenti cristallini possono agire come nucleanti. Tale meccanismo potrebbe spiegare la formazione di grani equiassici fini ed uniformi nell'intera sezione dei getti solidificati in presenza di vibrazioni meccaniche. Campbell riporta come il limite di soglia per una frammentazione dendritica sia rappresentato dalla relazione [38]:

$$f \cdot D = 0,10 \text{ ms}^{-1} \quad (5)$$

In realtà, il prodotto della frequenza e dell'ampiezza di vibrazione dovrebbe superare il valore di 0.01 ms^{-1} per ottenere un'affinazione del 10%, di 0.02 ms^{-1} per un'affinazione del 50% e di 0.1 ms^{-1} per un'affinazione del 90% [38]. La Tabella 3 riporta il prodotto di f e D relativi al presente lavoro, evidenziando come già per valori di accelerazione pari a 29g l'affinazione sia di fatto completa.

L'analisi microstrutturale evidenzia inoltre la presenza di difetti come gocce fredde e film d'ossido intrappolati (Figura 14). Tali difetti costituiscono una discontinuità nella microstruttura del materiale e si osserva come il loro numero aumenti con l'intensità di vibrazioni indotte sullo stampo. La presenza di questi difetti è collegabile direttamente alle condizioni di turbolenza durante le fasi di colata nello stampo posto in vibrazione, e alla turbolenza generata nel metallo liquido dopo colata.

Vibrazioni	f·D (ms ⁻¹)
3g	0.01
7g	0.03
20g	0.07
29g	0.11
41g	0.19

TAB. 3 *Risultati del prodotto della frequenza e dell'ampiezza di vibrazione utilizzati nel presente lavoro.*

Results of the product of frequency and amplitude of vibration used in the present work.

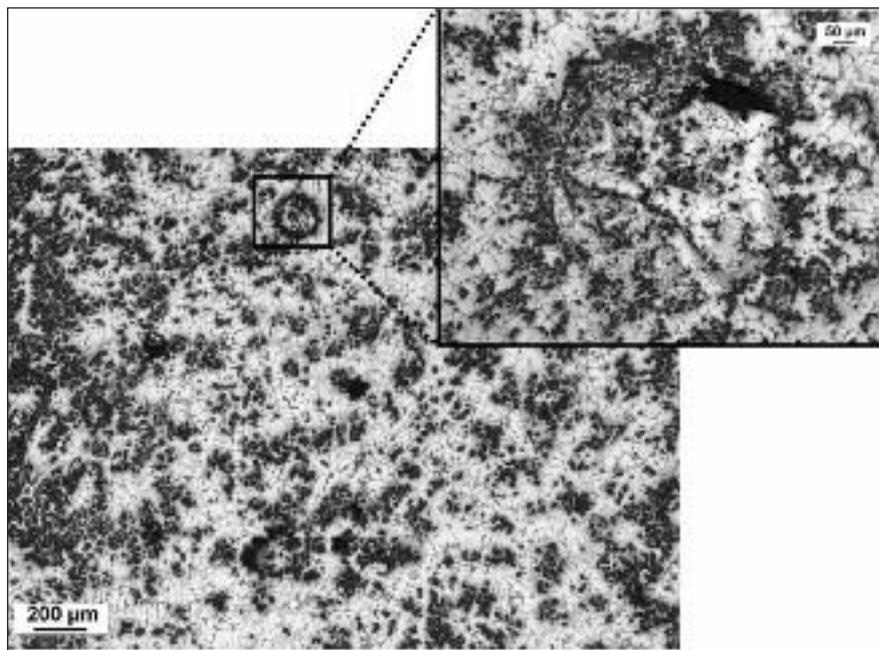


Fig. 14

Micrografia di un campione solidificato in presenza di vibrazioni meccaniche di intensità pari a 41g, dove è evidente la presenza di gocce fredde.

Micrograph of a specimen solidified with a vibration intensity of 41g, where the presence of cold shots is evidenced.

CONCLUSIONI

In questa memoria è stata studiata l'evoluzione microstrutturale di una lega AlSi9Cu3 rafforzata con il 10vol.% di SiC_p e solidificata in presenza di vibrazioni meccaniche indotte su uno stampo metallico. Il materiale è stato colato in presenza di vibrazioni nell'intervallo di accelerazione 0-41 volte l'accelerazione di gravità.

I risultati sperimentali ottenuti hanno consentito di trarre le seguenti conclusioni:

- Nei campioni solidificati in assenza di vibrazioni la concentrazione del rinforzo, intesa come numero di particelle o frazione in volume, aumenta procedendo dal bordo del campione verso il cuore del getto stesso.
- Fino a valori di accelerazione di 7g, la dispersione del rinforzo appare migliore, con buon grado di omogeneità su scala macroscopica.
- Per vibrazioni di intensità superiore a 29g, viene indotta apparentemente una distribuzione di SiC che mediamente è costante lungo la sezione del campione; in realtà, le particelle si distribuiscono all'interno del getto creando una serie di macrosegregazioni "concentriche", alternando zone con elevate concentrazioni di SiC e zone impoverite di rinforzo.
- Su scala microscopica, le tecniche di analisi d'immagine, associate a metodologie di analisi statistiche, hanno evidenziato fenomeni di clustering del rinforzo con l'incremento delle vibrazioni.
- La distribuzione del rinforzo nei getti si è rilevata essere governata da fenomeni di intrappolamento meccanico delle particelle, impossibilitate a muoversi a causa di fronti di solidificazione convergenti.
- Nei provini colati in assenza di vibrazioni, si osserva come le fasi secondarie, ma in generale la microstruttura della matrice, siano più grossolane nelle zone centrali; in presenza di vibrazioni, al contrario, le particelle intermetalliche presentano dimensioni pressoché simili procedendo da zone vicino alle pareti dello stampo verso regioni più interne al getto.
- Le fasi intermetalliche e il silicio eutettico nucleano sulle particelle ceramiche di SiC.
- All'aumentare dell'intensità delle vibrazioni, il grano cristallino del materiale composito colato diventa più fine; cresce però anche il contenuto di porosità.

- Esiste quindi un valore ottimale di intensità delle vibrazioni, compreso tra 3 e 7g, che permette di ottenere contemporaneamente un buon grado di omogeneità di distribuzione del rinforzo, una significativa affinazione del grano e l'assenza di porosità apprezzabili.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori desiderano ringraziare il P.I. G. Mazzacavallo (DTG) e il dr. R. Losco (DTG) per l'esecuzione delle colate e il contributo fornito alle analisi sperimentali. Un particolare ringraziamento ai prof. G. Berti, G. Chitarin e R. Caracciolo (DTG) per aver messo a disposizione parte dell'attrezzatura sperimentale. Si ringraziano inoltre il prof. A. Tiziani e il dr. A. Zonato per le appassionanti e utili discussioni.

BIBLIOGRAFIA

- 1) D.B. MIRACLE, S.L. DONALDSON, Introduction to composites. In: D.B. Miracle and S.L. Donaldson (Eds.), Composites - ASM Handbook, Vol. 21, 3th ed., ASM International, Materials Park, OH (2001), pp.3-17.
- 2) K.U. KAINER, Basics of Metal Matrix Composites. In: K.U. Kainer (Eds.), Metal Matrix Composites, 1st ed., Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., Weinheim (2006) pp.1-54.
- 3) T.W. CLYNE, An introductory overview of MMC systems, types and developments. In: T.W. Clyne (Eds.), Comprehensive Composite Materials, Vol. 3: Metal Matrix Composites, 1st ed., Elsevier, Amsterdam, (2000) pp.1-26.
- 4) G.M. LA VECCHIA, F. D'ERRICO, F. MICARI, Proc. 29th Conv. Naz. AIM, Modena, Italy (2002).
- 5) F. BONOLLO, Metall. Ital. 90 (1999) pp.53-58.
- 6) B. VERLINDEN, L. FROYEN, Aluminium Matrix Composite Materials. In: TALAT CD-ROM, Lecture 1402, (1999), European Aluminium Association, Bruxelles.
- 7) M.K. SURAPPA, J. Mater. Process. Technol. 63 (1997) pp.325-333.
- 8) F. PINNA, Proc. Conv. Tecnologie Innovative nella Fonderia Leghe Leggere, Montichiari, Italy (1998).
- 9) A. VASSEL, Mater. Sci. Eng. A 263 (1999) pp.305-313.
- 10) P. BASSANI, B. PREVITALI, A. TUISSI, S. ARNABOLDI, M. VEDANI, G. VIMERCATI, G.L. GARAGNANI, Proc. 34th Conv. Naz. AIAS, Milano, Italy (2005).
- 11) P. BASSANI, B. PREVITALI, A. TUISSI, M. VEDANI, G. VIMERCATI, S. ARNABOLDI, Metal. Sci. Tech. 23 (2005) pp.3-10.
- 12) S. ARNABOLDI, P. BASSANI, M. PINI, A. TUISSI, M. VEDANI, G. VIMERCATI, Metall. Ital. 99 (2007) pp.19-26.
- 13) J. HASHIM, L. LOONEY, M.S.J. HASHMI, J. Mater. Process. Technol.

- 92-93 (1999) pp.1-7.
- 14) J. HASHIM, L. LOONEY, M.S.J. HASHMI, J. Mater. Process. Technol. 123 (2002) pp.252-257.
 - 15) P.K. ROHATGI, R. ASTHANA, S. DAS, Int. Met. Rev. 31 (1986) pp.115-139.
 - 16) A. MORTENSEN, V. MICHAUD, M.C. FLEMINGS, J. Met. 45 (1993) pp.36-43.
 - 17) P.A. KARNEZIS, G. DURRANT, B. CANTOR, Mater. Charact. 40 (1998) pp.97-109.
 - 18) D.M. STEFANESCU, B.K. DHINDAW, S.A. KACAR, A. MOITRA, Metall. Mater. Trans. A 19 (1988) pp.2847-2854.
 - 19) S. GOWRI, F.H. SAMUEL, Metall. Trans. A 23 (1992) pp.3369-3376.
 - 20) J.C. BAEZ, C. GONZALEZ, M.R. CHAVEZ, M. CASTRO, J. JUAREZ, J. Mater. Process. Technol. 153-154 (2004) pp.531-536.
 - 21) J. BRASZCZY SKI, A. ZYSKA, Mater. Sci. Eng. A 278 (2000) pp.195-203.
 - 22) A.M. SAMUEL, A. GOTMARE, F.H. SAMUEL, Compos. Sci. Technol. 53 (1995) pp.301-315.
 - 23) W. ZHOU, Z.M. XU, J. Mater. Process. Technol. 63 (1997) pp.358-363.
 - 24) T.P. FISHER, Br. Foundryman 66 (1973) pp.71-84.
 - 25) J. BAST, J. HUBLER, C. DOMMASCHK, Adv. Eng. Mater. 6 (2004) pp.550-554.
 - 26) K. KOCATEPE, C.F. BURDETT, J. Mater. Sci. 35 (2000) pp.3327-3335.
 - 27) K. KOCATEPE, Mater. Des. 28 (2007) pp.1767-1775.
 - 28) N. ABU-DHEIR, M. KHRAISHEH, K. SAITO, A. MALE, Mater. Sci. Eng. A 393 (2005) pp.109-117.
 - 29) L. MORARU, J. Phys. 50 (2000) pp.1125-1132.
 - 30) X. JIAN, T.T. MEEK, Q. HAN, Scripta Mater. 54 (2006) pp.893-896.
 - 31) X. JIAN, H. XU, T.T. MEEK, Q. HAN, Mater. Lett. 59 (2005) pp.190-193.
 - 32) J. DESHPANDE, The effect of mechanical mold vibration on the characteristics of Aluminum alloys. M.S. Thesis, Worcester Polytechnic Institute (2006).
 - 33) M.T. ALONSO RASGADO, K. DAVEY, J. Manuf. Sci. Eng. Trans. ASME 124 (2002) pp.435-443.
 - 34) M.T. ALONSO RASGADO, K. DAVEY, J. Mater. Process. Technol. 153-154 (2004) pp.875-880.
 - 35) DURALCAN, Composites for High-Pressure die casings: Mechanical and Physical Property Data. Duralcan, USA, San Diego, CA, (1995).
 - 36) G.F. VANDER VOORT, Metallography Principles and Practise. McGraw-Hill, New York (1984) p.520.
 - 37) C.H. CÁ CERES, B.I. SELLING, Mater. Sci. Eng. A 220 (1996) pp.109-116.
 - 38) J. CAMPBELL, Casting. 2nd ed., Elsevier Butterworth-Heinemann, Oxford (2003), pp.117-147.
 - 39) W. KURZ, D.J. FISHER, Fundamentals of solidification. 3rd ed., Trans. Tech. Publications, Switzerland (1992), pp.65-93.
 - 40) T.W. LEE, C.H. LEE, J. Mater. Sci. 35 (2000) pp.4261-4269.
 - 41) F. BONOLLO, A. TIZIANI, Proc. ECCM-7, London, (1996), vol. 1, pp.401-406.
 - 42) STATISTICA v.7.0, User's Manual, StatSoft Inc., 1995, Tulsa, OK, USA.
 - 43) E. DI RUSSO, The Atlas of microstructures of aluminium casting alloys. Edimet, Brescia, (1993).
 - 44) M.M. MAKHLOUF, H.V. GUTHY, J. of Light Metals 1 (2001) pp.199-218.
 - 45) A. MANENTE, G. TIMELLI, Metall. Ital. 100 (2008) pp.37-50.
 - 46) J. CAMPBELL, Int. Met. Reviews 2 (1981) pp.71-108.

Abstract

Influence of vibration during solidification of aluminium metal matrix composites on microstructure

Keywords:

aluminium alloys, solidification, foundry, metallography

It is well known that vibrations applied to a die during the alloy solidification influence its microstructure and thus the corresponding mechanical properties. In this work the microstructural evolution of an AlSi9Cu3 alloy reinforced with SiC particulate (10vol%) is described. During the material solidification, mechanical vibration, in the range of 0-41 times the gravity acceleration g (Figs. 2,3), has been applied to a steel die (Fig. 1). It is observed that vibrations, up to 10g, promote a quite homogeneous SiC particles dispersion, on macroscopic scale. On the other hand, by using greater accelerations, segregation phenomena and porosity are found into the castings. On microscopic scale, it is shown that clustering phenomena and a general worsening in the reinforcement distribution increase as the vibration intensity increases. Furthermore, it is evidenced that the reinforcement distribution is influenced by the mechanical entrapment of the particles induced by the converging solidification fronts. The metallographic analysis emphasizes a finer microstructure with the increasing vibration intensity. The main results of this work can be thus summarized as follows:

- Without vibrations, the reinforcement segregates to the core of the casting (Figs. 5,8a,8b,9a).
- On macroscopic scale, the reinforcement distribution improves by using mechanical mould vibration with acceleration up to 7g (Fig. 8c,8d,9b).
- Above 29g, concentric segregations of the reinforcement over the entire section of the cast are induced by vibrations (Fig. 9c).
- On microscopic scale, clustering phenomena increase as the vibration intensity increases (Fig. 10).
- Reinforcement distribution is promoted by the mechanical entrapment of the particles induced by the converging solidification fronts.
- Without vibrations, the microstructure, with particular attention to secondary phases, is coarser in the central zone of the cast compared to the outer regions; on the other hand, the size of these phases in samples obtained with vibration results almost uniform over the entire section observed (Fig. 11).
- Intermetallic phases and eutectic silicon nucleate on the SiC particles (Fig. 12).
- The grain refinement and porosity increase as the vibration intensity increases (Figs. 7,13).

It can be concluded that an optimal value of the vibration intensity exists in the range of 3-7g and it promotes a quite uniform distribution of the reinforcement and a significant fine microstructure without appreciable porosity.