

Produzione e caratterizzazione di compositi a matrice in lega di alluminio rinforzati con schiuma ceramica

F. Bonollo, A. Gregori, D. Giantin, A. Tiziani

La ricerca di materiali e tecniche produttive sufficientemente economiche è diventato un aspetto essenziale per l'estensione delle potenzialità applicative dei compositi a matrice di alluminio. In questo lavoro viene illustrata la produzione, con la tecnica dell'infiltrazione sotto pressione di gas inerte, di materiali compositi a matrice in lega Al-Si, rinforzati con una schiuma ceramica (SiC) di facile reperibilità. La caratterizzazione dei materiali così ottenuti ha consentito di verificare la formazione di una buona interfaccia tra matrice e rinforzo e l'assenza di porosità. Le caratteristiche di microdurezza della matrice sono risultate influenzate dalla tipologia di schiuma impiegata, per effetto delle differenti condizioni di solidificazione.

Parole chiave: compositi, alluminio e sue leghe, caratterizzazione

INTRODUZIONE

E' stato più volte sottolineato come l'effettiva applicazione industriale dei compositi a matrice metallica richieda imprescindibilmente il contenimento dei costi delle materie prime e dei processi produttivi [1-2]. Dal punto di vista delle materie prime, i maggiori oneri economici sono associati alla tipologia di rinforzo impiegato. Si passa dai costi elevati delle fibre lunghe a quelli via via più contenuti delle fibre corte e delle particelle. Talora però, per motivi sia prestazionali (localizzazione del rinforzo) che operativi (movimentazione e caricamento del rinforzo nello stampo), è necessario ricorrere alle cosiddette preforme, cioè a sistemi pre-assemblati di rinforzo, aventi geometrie e frazioni volumetriche opportune. Questo implica il ricorso a tecnologie non banali, con relativo incremento dei costi. E' però indubbiamente interessante osservare come, negli ultimi anni, vi sia stato un crescente interesse per la realizzazione e l'utilizzo di materiali (sia metallici che ceramici) in forma schiumosa: si tratta dei cosiddetti *foams* [3]. Gli impieghi dei foams metallici sono essenzialmente legati alle tematiche dell'assorbimento di energia e dei pannelli con caratteristiche strutturali e/o isolanti. I foams ceramici trovano invece un significativo utilizzo come sistemi di filtrazione, anche ad elevate temperature (ad esempio nell'ambito della fonderia della ghisa) [4]. Si tratta, in questo caso, di materiali a costi indubbiamente contenuti, disponibili con ampia varietà di geometrie, facilmente manipolabili. In altri termini, essi costituiscono una promettente tipologia di preforma. Dal punto di vista invece dei processi produttivi, la tecnica dell'infiltrazione sotto pressione di gas inerte consente l'ottenimento di forme quasi finite, con un approccio, teorico e metodologico, non molto diverso dalla tecnologia della colata in bassa pressione, ampiamente impiegata nell'industria dell'alluminio. L'infiltrazione è un processo relativamente rapido (che minimizza quindi la possibilità di reazioni indesiderate tra matrice e rinforzo), e di cui esistono già esempi

applicativi industriali per la realizzazione di compositi [5-9]. La realizzazione, adottando l'infiltrazione sotto pressione, di materiali a matrice di alluminio rinforzati con schiuma ceramica rappresenta pertanto una interessante possibilità di sviluppo per il settore dei compositi. L'utilizzo delle schiume come preforme in un composito a matrice metallica non sembra avere controindicazioni: la presenza di una estesa superficie a contatto con il metallo liquido si traduce, a solidificazione avvenuta, in una grande superficie di contatto tra la fase metallica e la fase di rinforzo e questo favorisce i trasferimenti di carico quando il composito viene sottoposto a sollecitazioni esterne. D'altra parte, l'elevato grado di vuoti favorisce il flusso del metallo liquido, minimizzando, in ultima analisi, il rischio di avere zone con porosità dovuta a mancata infiltrazione. Si tratta quindi di valutare la fattibilità e le potenzialità applicative di questo tipo di compositi. Lo scopo di questo lavoro è proprio descrivere l'applicazione della tecnica dell'infiltrazione per la produzione di materiali compositi rinforzati con schiuma ceramica, verificando nel contempo le caratteristiche microstrutturali ottenibili.

MATERIE PRIME E PROCESSO PRODUTTIVO

I compositi sono stati realizzati impiegando come matrice una lega del tipo A 354, la cui composizione nominale è Al-Si9-Cu2-Mg. Il rinforzo, come più sopra accennato, è sotto forma di schiuma ceramica. In particolare, sono state prese in esame 3 tipologie di foams in carburo di silicio (Figura 1), caratterizzate da diverso grado di porosità: 10, 20 e 30 *ppi* (*pores per inch*).

Questi foams vengono realizzati depositando del carburo di silicio su un'anima di supporto costituita da una schiuma poliuretana. Tale schiuma viene ottenuta mescolando i componenti base in un'atmosfera inerte, dove avvengono reazioni eteri-esteri, e soffiando quindi il liquido in un apposito canale del diametro di 1-1.5 m. La successiva fase di reticolazione trasforma la schiuma da una struttura a celle chiuse a un reticolo con il 98% di porosità aperta e irrobustisce la matrice poliuretana conferendole resistenza. La fase finale della produzione è il taglio dell'anima in poliuretano nelle dimensioni volute, mediante macchine a getto d'acqua ad alta pressione, che permettono di mantenere tolleranze inferiori a 0.2 mm.

F. Bonollo, A. Gregori, A. Tiziani
Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali,
Università di Padova, sede di Vicenza

D. Giantin
Venezia Tecnologie SpA, Porto Marghera (VE)

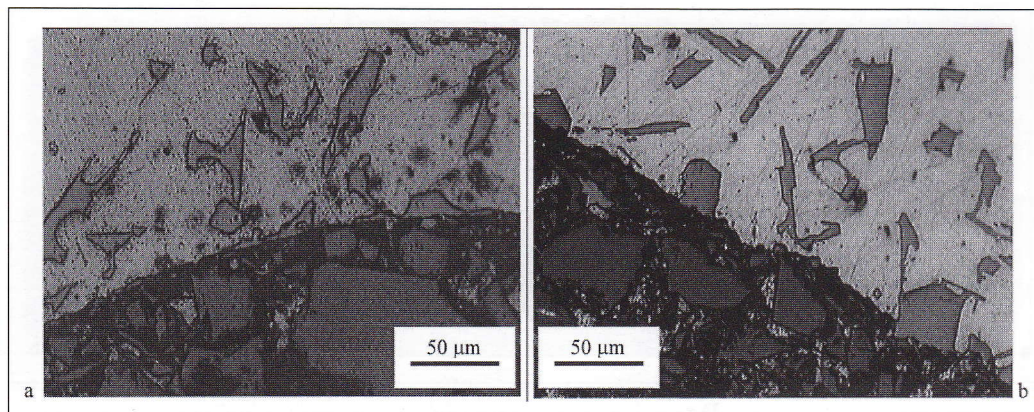


Figura 7: Micrografia ottica dell'interfaccia matrice-foam nel caso di preforma da 20 ppi (a) e da 30 ppi (b).

Figure 7: Matrix-foam interface for 20 ppi (a) and 30 ppi (b) preforms.

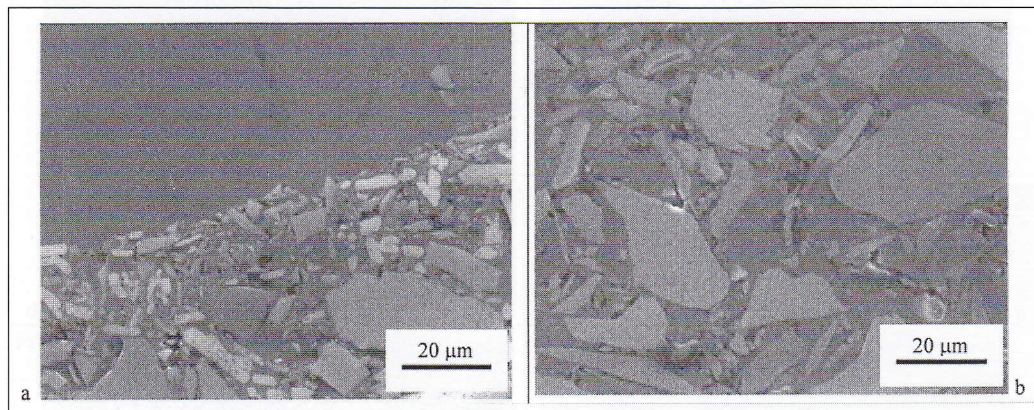


Figura 8: Immagine SEM dell'interfaccia matrice-foam (a) e infiltrazione del foam da parte della matrice (b).

Figure 8: Matrix-foam interface (a) and infiltration of foam by matrix (b).

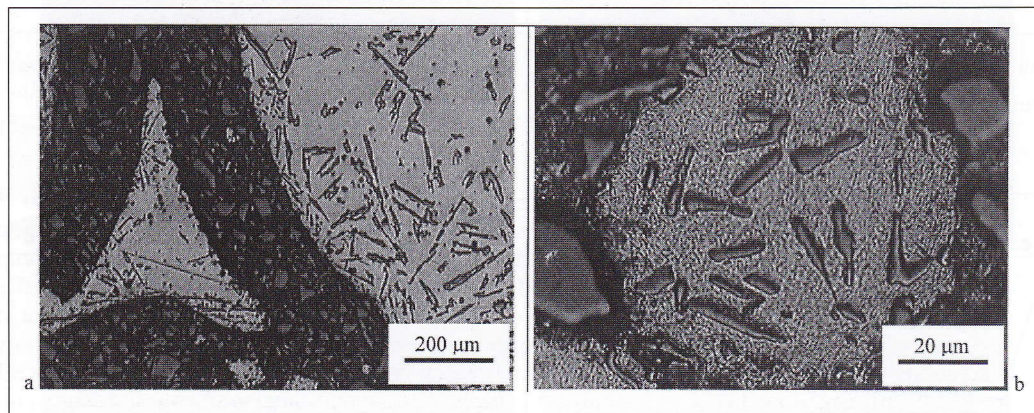


Figura 9: Microstruttura nella regione porosa della schiuma ceramica.

Figure 9: Microstructure in the porous region of the ceramic foam.

dei vuoti della preforma, anche nel caso di pressioni applicate relativamente ridotte.

L'aspetto microstrutturale della matrice è assimilabile a quello tipico della lega A354 colata in gravità [10]. Il procedimento d'infiltrazione impiegato utilizza un livello di pressione relativamente ridotto, per cui il metallo liquido, una volta penetrato nelle cavità della preforma, solidifica in condizioni simili a quelle che si verificano in condizioni di pressione atmosferica.

Le regioni prive di rinforzo (Figura 6), la cui ampiezza diminuisce ovviamente passando dalle preforme da 10 ppi a quelle da 30 ppi, presentano la microstruttura tipica della lega di alluminio costituente la matrice. Si individua la fase primaria ricca di alluminio, circondata dall'eutettico alluminio-silicio (il silicio appare grigio, con una morfologia prevalentemente aciculare). E' presente anche una fase di colore grigio chiaro, probabilmente un precipitato del tipo (Al-Fe-Mn-Si).

Si osserva, in generale, che i cristalli di silicio sembrano essere più piccoli e più numerosi diminuendo le dimensioni delle celle delle preforme. Ciò è dovuto probabilmente all'incremento dell'area superficiale del rinforzo, quindi all'

l'aumento dei siti preferenziali per la nucleazione eterogenea dei cristalli di silicio (come è ben evidente dalle micrografie riportate in Figura 7) e ad un più efficiente smaltimento del calore.

In sostanza, le condizioni di solidificazione del metallo liquido all'interno della preforma variano con le caratteristiche dimensionali di quest'ultima. All'inizio dell'infiltrazione, il metallo liquido e la preforma sono a temperature notevolmente differenti, pari rispettivamente a 700°C e a 480°C. Il gradiente di temperatura all'interfaccia matrice-preforma è quindi ben significativo e tende certamente ad aumentare al crescere della superficie specifica della schiuma ceramica (passando cioè dalle schiume da 10 ppi, a quelle da 20 e da 30 ppi). Questo provoca evidentemente un crescente affinamento della microstruttura della matrice.

Per quanto concerne invece l'interfaccia tra la schiuma ceramica e la matrice, questa si presenta sempre molto netta, con una adesione molto buona (Figure 7-8). Non si osserva alcuna reazione tra alluminio e SiC, grazie sia all'elevata percentuale di silicio contenuto nella matrice (che sposta verso sinistra l'equilibrio $4Al + 3SiC \leftrightarrow Al_4C_3 + 3Si$) che ai limitati tempi di contatto tra lega liquida e rinforzo [11]. E' inol-

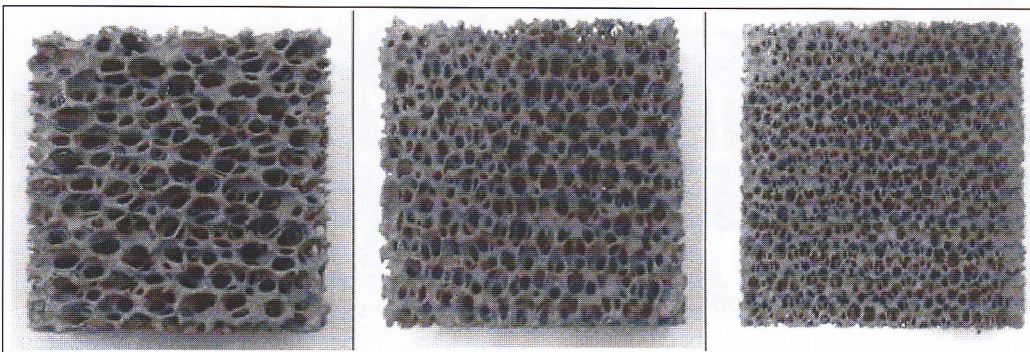


Figura 1: Tipi di foams impiegati: da sinistra a destra 10, 20 e 30 ppi.

Figure 1: Types of foams employed in the study: from left to right, 10, 20 and 30 ppi.

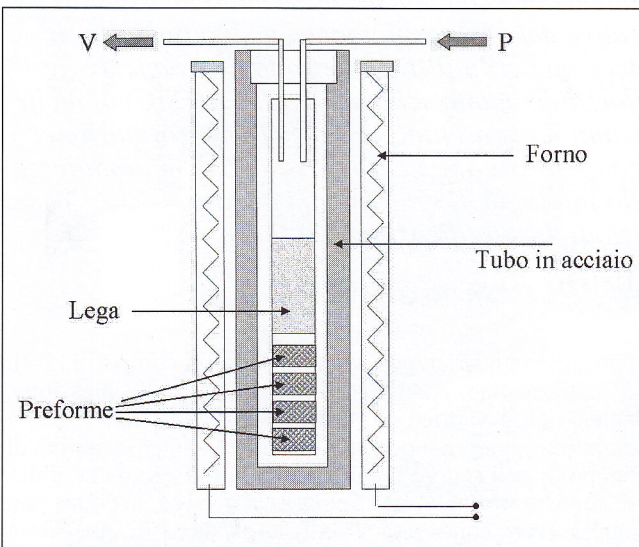


Figura 2: Schema generale dell'apparecchiatura per l'infiltrazione.

Figure 2: General view of the infiltration equipment.

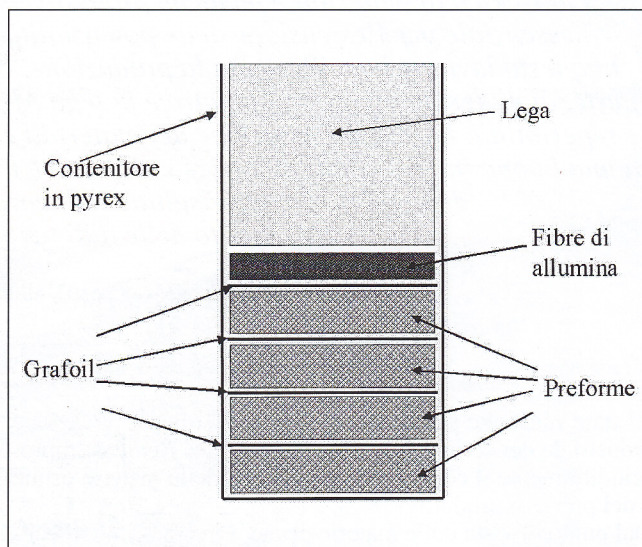


Figura 3: Schema dell'assieme preforme-carica di metallo.

Figure 3: Scheme of the preforms-metal assembly.

Il ricoprimento avviene per mezzo di una sospensione acquosa del materiale ceramico finemente polverizzato, nella quale viene immersa l'anima in poliuretano. Viene quindi effettuata la sinterizzazione delle polveri ceramiche; l'elevata temperatura impiegata determina nel contempo la liquefazione dell'anima in poliuretano e quindi la sua espulsione.

Le schiume impiegate come preforme in questo lavoro hanno una sezione quadrata, con lato di 4.5 cm, e spessore di 2 cm. La fabbricazione dei tre compositi è stata eseguita presso Venezia Tecnologie SpA di Porto Marghera (VE), con la macchina di infiltrazione schematizzata in Figura 2. Tale apparecchiatura consiste essenzialmente in un recipiente a pressione all'interno del quale è posto un forno a resistenza. Il rinforzo e la matrice metallica vengono posti all'interno di un tubo di vetro (Figura 3) che a sua volta viene inserito in un tubo di acciaio. Durante la fase di riscaldamento all'interno del tubo viene fatto il vuoto per poi applicare, a fusione del metallo avvenuta, una pressione che agisce sulla superficie del fuso. Nella parte superiore del tubo, oltre ai due condotti per l'evacuazione dell'aria e l'immissione dei gas inerti, è presente un sistema che permette il controllo del livello del metallo liquido.

L'assieme preforme-carica di metallo viene preriscaldato ad una temperatura inferiore di 100 °C al punto di solidus della lega di alluminio per un periodo di tre ore. Alla fine del periodo di preriscaldamento viene fatto il vuoto nel recipiente a pressione e la temperatura viene innalzata fino a 700 °C per poi applicare, a fusione del metallo avvenuta, una pressione di 5 MPa, che viene mantenuta per un periodo di circa 60 minuti. Il dispositivo di riscaldamento viene disattivato non appena la pressione ha raggiunto il livello di regime. Dopo il ri-

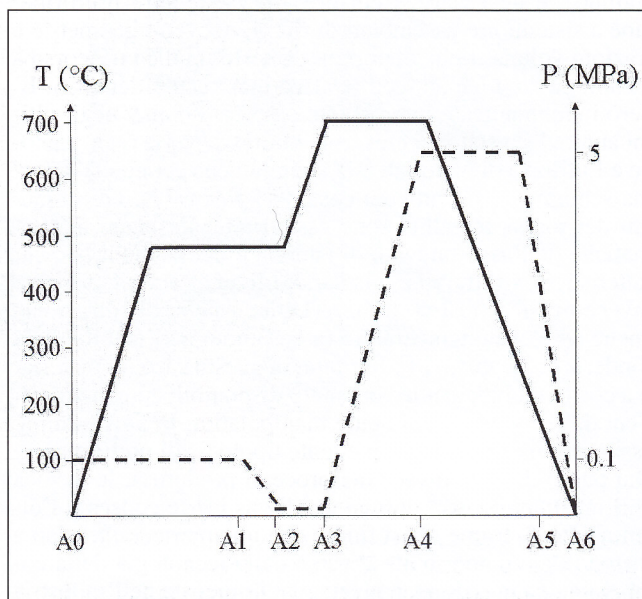


Figura 4: Andamento di temperatura (—) e pressione (- - -) durante la produzione del composito: A₀-A₂, preriscaldamento preforme (3h); A₁-A₂, depressurizzazione; A₂-A₄, fusione lega; A₃-A₄, pressurizzazione; A₄-A₅, mantenimento pressione (1h); A₅-A₆, rilascio pressione.

Figure 4: Temperature (—) and pressure (- - -) evolution during the production of the composites: A₀-A₂, pre-heating of the preforms (3h); A₁-A₂, outgassing; A₂-A₄, melting of alloys; A₃-A₄, pressure application; A₄-A₅, pressure holding (1h); A₅-A₆, outgassing.

Figura 5: Macrografia di uno dei compositi prodotti prima e dopo il taglio (a); particolare della superficie sezionata (b).

Figure 5: Macrograph of one of the composites produced, before and after cutting (a); particular of the surface after sectioning (b).

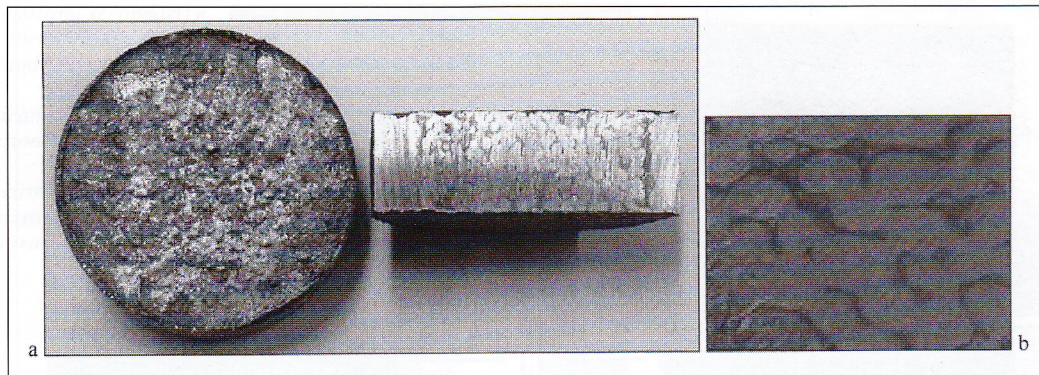
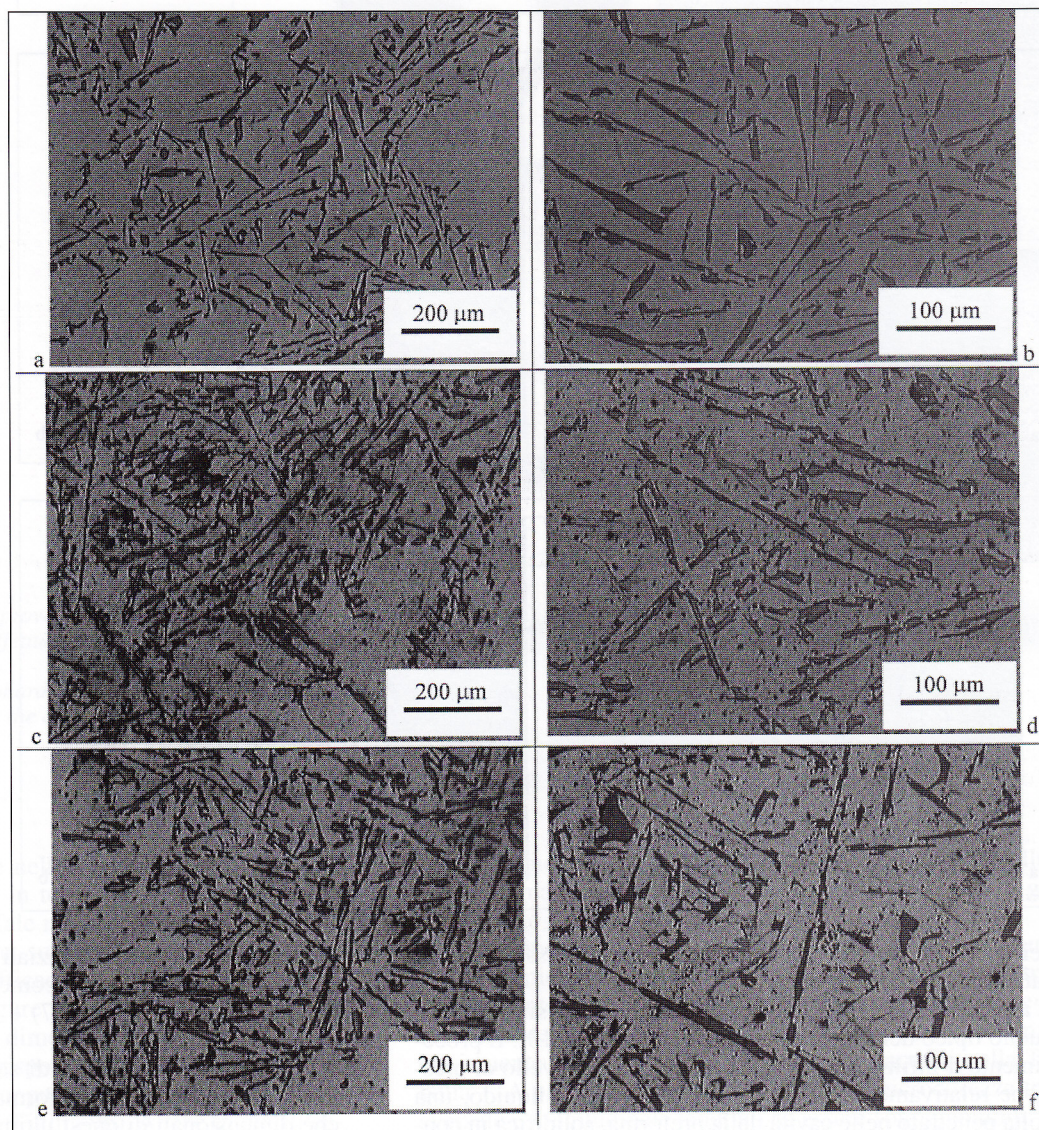


Figura 6: Microstruttura della matrice al variare del foam impiegato: 10 ppi (a,b), 20 ppi (c,d), 30 ppi (e,f).

Figure 6: Microstructure of the matrix, in the different foams employed: 10 ppi (a,b), 20 ppi (c,d), 30 ppi (e,f).



lascio della pressione, il lingotto di materiale composito viene lasciato all'interno del recipiente per un periodo di 12 ore. L'intero ciclo produttivo è illustrato in Figura 4.

Un esempio dei compositi prodotti è illustrato in Figura 5a; al centro è visibile il materiale dopo il sezionamento: è evidente il reticolo cellulare semi-continuo corrispondente alla schiuma ceramica, riportato anche nella macrografia di Figura 5b.

CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURALE

Lo studio delle caratteristiche microstrutturali del composito è stato effettuato mediante microscopia ottica, interfacciata ad un sistema di analisi di immagine, e mediante un microscopio

elettronico a scansione (SEM) dotato di microsonda EDX. A livello preliminare, è stata valutata con l'analisi di immagine la percentuale di rinforzo presente nel composito. Tale percentuale aumenta man mano che le celle della schiuma ceramica divengono più fini: si passa dal 16% (preforma da 10 ppi), al 20% (preforma da 20 ppi), al 30% (preforma da 30 ppi). Nel passaggio da 10 a 30 ppi, la trama del rinforzo assume via via una maggiore continuità anche a livello bidimensionale, mentre è ovviamente sempre continua nelle 3 dimensioni.

L'esame metallografico non ha rivelato, in alcuno dei tre compositi prodotti, la presenza di zone con porosità dovuta a mancata infiltrazione, a conferma del fatto che l'architettura della preforma stessa consente il completo riempimento

esente da porosità. La geometria delle schiume ceramiche ben si adatta infatti all'infiltrazione: la lega fusa riesce a penetrare efficacemente anche le microporosità proprie del rinforzo, assicurando così una efficace adesione interfacciale. Grazie alla composizione ricca in silicio della matrice e alla velocità del processo, non si sono formati prodotti interfacciali indesiderati, quali il carburo di alluminio. Si è d'altra parte verificata la presenza di ossidi di alluminio e di spinelli Al-Mg. E' stato inoltre verificato come le differenti dimensioni delle microporosità della schiuma influenzino la microstruttura (a causa di diverse velocità di raffreddamento) e quindi la microdurezza della matrice. E' chiaro come a questo punto diventino particolarmente interessanti ulteriori approfondimenti sul comportamento tecnologico di questi materiali, soprattutto in termini di comportamento ad usura. Su questo argomento sono già in corso prove sperimentali.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

[1] F. Bonollo, L. Ceschini, Rassegna critica delle tecniche di produzione di materiali compositi a matrice metallica, Atti 28° Conv. Naz. AIM, Milano (2000).
 [2] F. Bonollo, Compositi a matrice di alluminio: stato dell'arte e prospettive di impiego, Metall. Ital., 91, 11-12 (1999), pp 53-58.
 [3] A. Evans, J.W. Hutchinson, Cellular metals, Curr. Op.

Sol. St. Mat. Sci., 3 (1998), pp 288-303.
 [4] J.R. Schmahl, L.S. Aubrey, Filtration with reticulated Silicon Carbide foam: an effective means for inclusion removal in gray and nodular iron casting, Atti CONAF 95 (1995), pp 481-497.
 [5] T.W. Clyne, An introduction to metal matrix composites, Cambridge Press (1993).
 [6] A. Mortensen, V. Michaud, M.C. Flemings, Pressure infiltration processing of reinforced Aluminum, J. Met., 45 (1993), pp 36-43.
 [7] I. Tangerini, Preparazione e lavorazioni secondarie di materiali compositi a matrice metallica, Atti Conv. Naz. I Compositi a Matrice Metallica, Milano (1992), pp 47-59.
 [8] E. Carreno-Morelli, T. Cutard, R. Schaller, C. Bonjour, Processing and characterization of aluminium-based MMCs produced by gas pressure infiltration, Mat. Sci. Eng., A251 (1998), pp 48-57.
 [9] J.A. Cornie, Advanced pressure infiltration casting technology produces near-absolute net-shape metal matrix composites components cost competitively, Mat. Tech., 10 (1995), pp 43-48.
 [10] E. Di Russo, Atlante Metallografico delle leghe di alluminio, EDIMET, Brescia (1992).
 [11] D.J. Lloyd, Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites, Int. Mat. Rev., 39 (1994), pp 1-23.

A B S T R A C T

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ALUMINUM MATRIX COMPOSITES REINFORCED BY A CERAMIC FOAM

The manufacturing, by means of pressure-assisted infiltration, of Aluminium matrix composites reinforced by a ceramic foam can be an interesting chance, both for technical and economical reasons. In fact, the high specific surface of foams allows an efficient load transfer between the matrix and the reinforcement; on the other hand, foams have a high voids content, leading to an easy molten metal flow during infiltration. This paper was aimed at evaluating the feasibility of such a kind of composite, studying also the microstructural features of these materials.

The matrix was an A 354 alloy (Al-Si9-Cu2-Mg), while Silicon Carbide foams (Figure 1), having three different pores average size (10, 20 and 30 pores per inch, ppi), were employed as the reinforcement. These foams had a square section (4.5 cm x 4.5 cm), with a thickness of 2 cm.

The composites were manufactured at Venezia Tecnologie SpA, with the infiltration machine schematically shown in Figures 2-3. The preform-metal assembly was pre-heated at a temperature 100°C lower than the liquidus temperature of the alloy, for a period of three hours. After evacuation, the temperature was raised up to 700 °C and then a 5 MPa pressure was applied by means of an inert gas and kept for about 60 min. When the pressure reached the abovementioned value, temperature was lowered and after 12 hours the composite was extracted by the infiltration machine. The development of the manufacturing cycle is illustrated in Figure 4, while in Figure 5 it is given an example of the composites produced.

The amount of the reinforcing phase in the composite is a function of the foam characteristics. By means of image analysis, the area fraction was evaluated to be 16% for the 10 ppi preforms, 20% for the 20 ppi preforms and 30% for the 30 ppi preforms.

The microstructure of the matrix is similar to that typical of a gravity cast A354 alloy. In the regions not containing reinforcement (Figure 6) the primary Al-rich phase can be identified, surrounded by the Al-Si eutectic; a light gray phase is also present, probably being a (Al-Fe-Mn-Si) precipitate.

Increasing the surface area of the foams (i.e. passing from 10 to 30 ppi), the heterogeneous nucleation of Si crystals is increased and the heat transfer is improved, leading to a finer microstructure (Figure 7).

For what concerns the foam-matrix interface, it always shows a good adhesion (Figures 7-8), and there is no evidence of reaction between Aluminium and SiC. In the foams, there are also some internal cavities, which are efficiently infiltrated by the matrix (Figures 7-8). In some cases, they have a relatively big size, with a triangular shape (Figure 9a), being placed at "triple points" among the foam cells; in some other cases, they are smaller and spherical (Figure 9b), and are located inside the cell walls.

The EDX analysis of element distribution in the regions corresponding to the infiltration of the matrix into the foam internal cavities (Figure 10) suggests also the presence of Aluminium Oxide particles and of an Al-Mg spinel, accordingly to literature information.

Microhardness ($HV_{0.1}$) tests were carried out on the matrix, both in the longitudinal (L) and in the cross (T) sections of the composites (with reference to the infiltration direction). Table 1 collects the results. The same composite, usually shows similar T and L values, due to the isotropic effect induced by the spatial distribution of the preform. On the other hand, there is a significant effect due to the type of foam employed: smaller cell size increase microhardness values, in agreement with the finer microstructure observed. Further investigations are in progress to understand the technological behaviour of these materials, mainly in terms of wear resistance.

Figura 10: Immagine SEM (elettroni secondari) e mappatura degli elementi in corrispondenza delle microporosità della schiuma ceramica infiltrate dalla matrice (NB: le aree più scure indicano una più elevata concentrazione degli elementi).

Figure 10: Secondary electron image and EDS mapping of elements in the micro-porous region of the foam, infiltrated by the matrix.

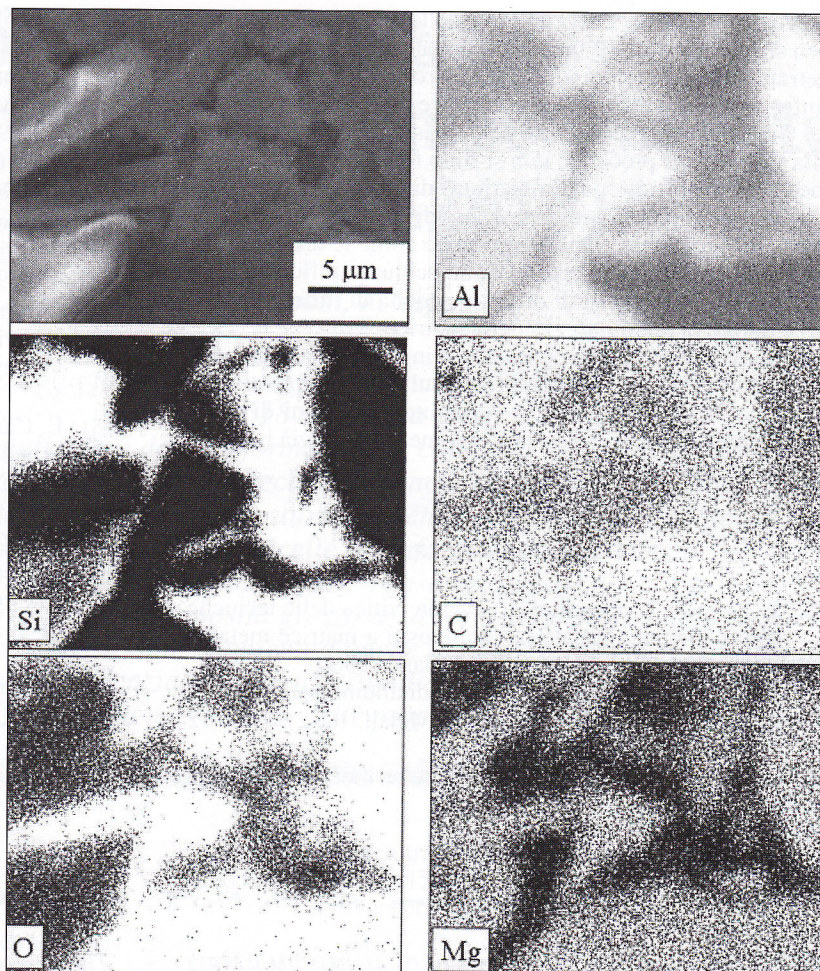


Tabella 1: Risultati delle prove di microdurezza effettuate sui compositi.

Table 1: Results of the microhardness tests carried out on the composite matrix.

Composito	Microdurezza (HV _{0.1}) sez. Trasversale	Microdurezza (HV _{0.1}) sez. Longitudinale
A354-schiuma da 10 ppi	60 ± 4	55 ± 4
A354-schiuma da 20 ppi	62 ± 2	60 ± 2
A354-schiuma da 30 ppi	72 ± 2	68 ± 2

È interessante notare come nella schiuma, oltre alla porosità macroscopica misurata in termini di ppi, esiste anche una microporosità interna. Tale microporosità è di tipo fine, in corrispondenza della zona superficiale delle celle costituenti la schiuma, e viene efficacemente infiltrata dalla matrice, come si nota nelle Figure 7 e 8. In taluni casi, questi pori sono caratterizzati da dimensioni maggiori e da una geometria triangolare in corrispondenza delle giunzioni "triple" delle celle (Figura 9a), oppure da una forma sferica nelle "pareti" delle celle stesse (Figura 9b). Anche in questi casi l'infiltrazione da parte della lega è completa, a vantaggio ovviamente dell'adesione matrice-rinforzo. Tali porosità sono certamente dovute al procedimento di fabbricazione delle preforme, in particolare alla liquefazione della schiuma poliuretana durante la fase iniziale della sinterizzazione del ceramico.

Le mappature effettuate al SEM con la microsonda EDX, proprio in corrispondenza delle microporosità della schiuma infiltrate dalla matrice, forniscono ulteriori informazioni (Figura 10).

L'esame della distribuzione degli elementi evidenzia infatti: la ovvia sovrapposizione tra silicio e carbonio, le regioni occupate dalla matrice di alluminio, alcune particelle individuabili come ossido di alluminio, la probabile formazione di uno spinello Al-Mg, nelle zone

in cui sono presenti contemporaneamente i segnali di alluminio, magnesio e ossigeno, analogamente a quanto già osservato in letteratura [11].

Sui 3 compositi prodotti sono state effettuate infine alcune prove di microdurezza (HV_{0.1}), su provini sezionati sia trasversalmente (T) che longitudinalmente (L) alla direzione di infiltrazione. Le prove sono state condotte in corrispondenza ovviamente della matrice. I risultati sono raccolti nella Tabella 1. A parità di composito, i valori di microdurezza trasversale e longitudinale tendono ad essere sovrapponibili: la geometria della preforma induce in sostanza una isotropia nelle caratteristiche della matrice. Maggiormente apprezzabile è invece l'effetto del tipo di schiuma ceramica impiegata. Al diminuire delle dimensioni delle celle, la microdurezza aumenta, grazie al fatto che la microstruttura, come più sopra osservato, diviene via via più fine.

CONCLUSIONI

E' stata verificata, in questo lavoro, la realizzabilità, mediante infiltrazione sotto pressione di gas inerte, di un composito a matrice in lega di alluminio, rinforzato con schiume ceramiche. Il processo produttivo non ha dato infatti luogo ad alcun problema, portando all'ottenimento di un materiale