

# Valutazione comparativa dell'effetto di tre differenti tipologie di affinante sulle proprietà meccaniche e microstrutturali della lega di alluminio A356 da fonderia

D. Casari, C. Soffritti

*In questo lavoro sono presentati i risultati preliminari di uno studio sperimentale volto a determinare l'effetto di tre differenti tipologie commerciali di affinante a base di titanio e boro sulla resilienza e sulla durezza della lega di alluminio A356 da fonderia. A tal fine la lega di riferimento è stata opportunamente trattata nei forni di mantenimento con i tre affinanti, commercializzati rispettivamente sotto forma di lattina, pastiglia e flusso granulare. In seguito, le leghe sono state colate per gravità all'interno di uno stampo in acciaio appositamente progettato. Dai getti sperimentali sono stati quindi ricavati i campioni per le prove di durezza Brinell e per le prove ad impatto Charpy; tutti i campioni sono stati successivamente sottoposti a trattamento termico T6. È stata monitorata la variazione della durezza durante tutte le fasi del trattamento termico, mentre i test strumentati ad impatto sono stati eseguiti sui provini al termine dell'invecchiamento artificiale. I risultati delle prove dinamiche e di durezza sono stati discussi e messi in relazione con le analisi microstrutturali al microscopio ottico metallografico (OM) e al microscopio elettronico a scansione (SEM) dotato di microsonda EDS. La microstruttura della lega A356 di riferimento e delle leghe affinate è stata caratterizzata in termini di dimensione dello SDAS, profili e superfici di frattura, morfologia del silicio eutettico e presenza di precipitati intermetallici.*

**Parole chiave:** Alluminio e leghe; Fonderia; Affinazione; Metallografia; Prove meccaniche.

## INTRODUZIONE

In relazione ai volumi produttivi, le leghe Al-Si costituiscono circa il 90% delle leghe da fonderia a base alluminio utilizzate nell'industria automobilistica grazie all'alto rapporto resistenza/peso, all'eccellente colabilità, all'elevata resistenza a trazione e tenacità a frattura, al basso coefficiente di espansione termica e alla buona resistenza a corrosione. In particolare, le leghe A356 (Al-Si-Mg) e A319 (Al-Si-Cu-Mg) sono quelle più popolari e maggiormente impiegate per la realizzazione di cerchioni, paraurti, blocco motore, testate dei cilindri ed organi di trasmissione.

In generale, le proprietà meccaniche delle leghe Al-Si sono controllate dalla composizione chimica della lega, ovvero dal contenuto di silicio, magnesio e rame, dalla presenza di impurezze a base ferro, nonché dalla presenza di difetti quali porosità ed inclusioni. Ad esempio, la duttilità di tali leghe si riduce all'aumentare del contenuto di silicio; in aggiunta, più elevata è la percentuale in lega di quest'ultimo elemento maggiori sono la durezza e la colabilità. Per quanto riguarda l'aggiunta di rame, è stato dimostrato che esso aumenta la tenacità a frattura a scapito della duttilità e della resistenza a corrosione; tale comportamento è dovuto principalmente alla precipitazione di particelle di  $\text{CuAl}_2$  all'interno della matrice metallica durante l'invecchiamento. L'altra importante categoria è quella che comprende le leghe Al-Si contenenti magnesio sotto forma di siliciuro ( $\text{Mg}_2\text{Si}$ ); tale composto è generalmente metastabile e di dimensioni, rapporto di aspetto e frazione volumetrica variabili in funzione del tempo di invecchiamento. In aggiunta, le proprietà dei getti in lega Al-Si-Mg sono fortemente influenzate dalla spaziatura interdendritica secondaria (SDAS), nonché dalla morfologia

**Daniele Casari**

Dipartimento di Ingegneria, Università di Ferrara

**Chiara Soffritti**

TekneHub, Tecnopolo dell'Università di Ferrara

**Memoria vincitrice del Premio Aldo Daccò 2012**

e distribuzione delle particelle di silicio eutettico [1,2].

La presenza di ferro nelle leghe Al-Si da fonderia è normalmente considerata deleteria; solo in certe leghe da presoccolata tale elemento viene tollerato se aggiunto in percentuali comprese all'interno di un certo intervallo, poiché facilita la separazione del getto dallo stampo e ne preserva la qualità superficiale. Anche il ferro, come il rame ed il magnesio, precipita nella fase  $\alpha$ -Al eutettica dando origine a fasi intermetalliche con diverse morfologie in relazione alle condizioni di raffreddamento ed al contenuto degli elementi di lega [3]. Un tipico esempio è la cosiddetta "struttura cinese", costituita da cristalli poliedrici e sottili piastrine che appaiono come aghetti la cui lunghezza può essere ridotta diminuendo il tenore di ferro e/o aumentando la velocità di raffreddamento. In presenza di silicio la fase dominante è la  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, mentre in presenza anche di magnesio si può formare in alternativa il composto intermetallico  $\pi$ -Al<sub>8</sub>FeMg<sub>3</sub>Si<sub>6</sub>; entrambe sono notoriamente causa di un deterioramento delle proprietà meccaniche, ed in particolare di duttilità e tenacità [4,5].

A livello industriale, la produzione di leghe di alluminio da fonderia di elevata qualità è possibile grazie all'aggiunta di opportuni elementi di lega (modificanti ed affinanti) all'interno del bagno di alluminio; la contemporanea agitazione del fuso consente una distribuzione più omogenea di tali elementi, incrementando ulteriormente la qualità del getto. L'aggiunta di leghe madri contenenti stronzio modifica la forma delle particelle di silicio eutettico, mentre i prodotti a base di titanio e boro permettono il passaggio da una morfologia di tipo fortemente dendritico della fase  $\alpha$ -Al primaria ad una equiassica. Infine, quando getti in lega Al-Si-Mg sono realizzati per applicazioni nel settore automobilistico, il trattamento termico è essenziale per garantire un incremento della duttilità e della tenacità a frattura attraverso la sferoidizzazione delle particelle di silicio eutettico. È altresì possibile ottenere un aumento del carico di snervamento per effetto della precipitazione di particelle fini di Mg<sub>2</sub>Si nella matrice primaria di  $\alpha$ -Al.

Gli aspetti fondamentali del processo di affinamento del grano sono tuttora oggetto di studio, sia dal punto di vista teorico [6-9], sia da quello della pratica industriale [10-14]. Mentre alcuni autori hanno considerato l'evento di nucleazione come il più importante per una buona affinazione del grano ("nucleant paradigm") [15-19], altri si sono concentrati sull'influenza degli elementi in soluzione ("solute paradigm") [20-22]. Ad oggi gli autori sono concordi nel sostenere che per una buona riuscita del trattamento di affinazione del grano è necessario che sia le particelle di nucleante (TiB<sub>2</sub>, Al<sub>3</sub>Ti) sia gli elementi segreganti siano contemporaneamente presenti nel fuso. La semplice aggiunta di particelle di TiB<sub>2</sub> all'alluminio puro comporta solo un modesto effetto di affinamento del grano; questo avviene perché non sono presenti elementi segreganti. Di conseguenza, non si formerà la zona di sottoraffreddamento costituzionale all'interfaccia necessaria ad incentivare la nucleazione dell'alluminio sulle particelle.

Generalmente l'affinazione del grano nelle leghe di alluminio si ottiene attraverso l'aggiunta in lega di prodotti a base

di Al-Ti o Al-Ti-B. In particolare, essi si trovano sotto forma di pani di composizione Al-10%Ti (Waffle), piccoli lingotti o barre di composizione Al-5Ti-1B e Al-3Ti-1B, e pastiglie o flussi salini contenenti varie percentuali di titanio.

Ad oggi la microscopia ottica risulta la tecnica migliore per valutare i cambiamenti nella microstruttura causati dal processo di affinamento. Anche la prova di resilienza strumentata è una metodologia utile in quanto indaga l'effetto dei parametri di processo e della microstruttura sulla tenacità dinamica a frattura dei materiali ingegneristici. Murali et al. [23] hanno valutato l'influenza della percentuale di magnesio e di ferro sulla resistenza ad impatto di leghe AlSi7Mg0.3; è stato dimostrato che un incremento di entrambi gli elementi all'interno di un certo intervallo comporta una sensibile diminuzione dell'energia assorbita all'impatto. Altri autori [24] hanno investigato invece le proprietà dinamiche di campioni in lega A356-T6, osservando che la modifica allo stronzio e l'aumento della velocità di solidificazione migliorano la resilienza di getti ottenuti da stampi in sabbia e permanenti, e che tale effetto è più pronunciato per basse percentuali di magnesio e ferro. Zhang et al. [25] hanno riportato che il trattamento termico T6 apporta dei benefici alle leghe Al-Si-Mg in termini di duttilità, di incremento della resistenza a snervamento e di resilienza. Tuttavia, per quanto riguarda quest'ultimo aspetto, gli stessi autori hanno mostrato che esiste un intervallo di tempo durante il quale gli effetti negativi dovuti alla solubilizzazione degli elementi di lega prevalgono su quelli positivi associati alla sferoidizzazione e all'ingrossamento delle particelle di silicio eutettico. Alexopoulos et al. [26], studiando l'effetto dei tempi di invecchiamento artificiale sulle proprietà a trazione e ad impatto di leghe A357, hanno osservato che all'aumentare del tempo di invecchiamento aumenta la forza massima ma diminuisce l'energia totale assorbita all'impatto. Merlin et al. [27] hanno valutato la resilienza di cerchi in lega A356-T6 mediante provini Charpy sub-size, distinguendo i contributi di energia assorbita all'innescò e propagazione. In base ai risultati delle prove ad impatto, essi hanno determinato che i difetti di colata in corrispondenza dell'intaglio risultano essere critici sulla resilienza, diventando prevalenti rispetto agli effetti legati alla microstruttura.

In questo lavoro sono presentati i risultati di uno studio preliminare volto a determinare l'effetto di tre tipologie di affinate, sotto forma di lattina, pastiglia e flusso granulare, sulle caratteristiche microstrutturali, sulla resilienza e sulla durezza della lega di alluminio A356 da fonderia. I risultati ottenuti hanno permesso di ricavare utili informazioni relativamente alle dinamiche di interazione fra l'affinante e la lega fusa in fase di solidificazione; tali dinamiche sono state espresse in termini di spaziatura dendritica secondaria (SDAS). Verrà in seguito dimostrata l'influenza di questo importante parametro sulle proprietà meccaniche e sul comportamento a frattura della lega oggetto di indagine.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ni	Ti	B
6,9000	0,1240	0,0075	0,0071	0,3390	<0,0100	0,0128	<0,0030	0,1360	<0,0005
Sn	Ag	Zr	Ca	Pb	Sr	Na	Li	P	Al
<0,0009	<0,0004	0,0010	<0,0010	<0,0012	0,0094	0,0017	0,0008	<0,0010	bal.

**Tab. 1 – Composizione chimica per la lega A356.0 (% in peso).**

*Tab. 1 – Chemical composition (wt. %) of the A356.0 alloy.*

## MATERIALI E METODI

Lo studio è stato realizzato prendendo come lega di riferimento la A356.0, la cui composizione, come risultato della media di tre analisi chimiche effettuate mediante spettroscopia ad emissione ottica (OES), è riportata in Tab. 1.

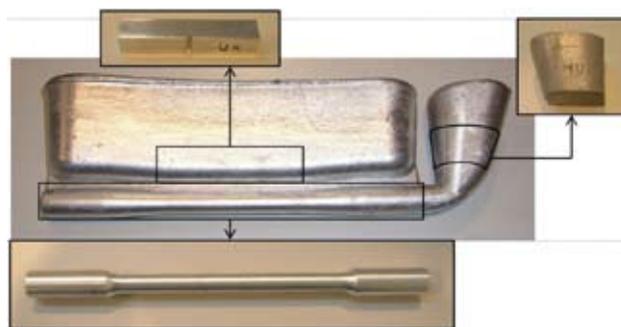
La lega fusa è stata inizialmente modificata con barre di lega madre Al-10%Sr e in seguito sottoposta a un ciclo di degasaggio (con argon) della durata di 10 minuti. Contemporaneamente al ciclo di degasaggio sono stati aggiunti al fuso gli affinanti a base di titanio e boro, denominati rispettivamente A1 (lattina), A2 (pastiglia), A3 (flusso granulare). Data la natura commerciale di questi prodotti, venduti in formati molto diversi tra loro, si è posta particolare attenzione in fase di dosaggio, cercando di aggiungerne la medesima quantità in peso. Tuttavia è opportuno tenere presente che, a causa della diversa composizione chimica, a pari peso non corrisponderà necessariamente un pari contenuto di elementi affinanti, e pertanto un pari grado di affinamento. Durante questa fase l'alluminio è stato mescolato per ottenere un fuso il più possibile omogeneo.

Le leghe così trattate sono state colate per gravità all'interno di uno stampo in acciaio appositamente progettato, nel quale la compensazione dei ritiri di solidificazione è stata ottenuta mediante due materozze. Per ciascuna delle quattro condizioni analizzate (Riferimento e affinanti A1, A2 e A3) sono stati ricavati n°5 getti, la cui geometria è mostrata in Fig. 1. A partire dalla materozza di dimensioni maggiori, in una zona sufficientemente lontana dall'attacco di colata, sono stati ottenuti 20 provini di resilienza Charpy di dimensioni standard 10x10x55 mm (in conformità alla norma UNI EN ISO 148-1). Altrettanti provini di trazione sono stati ricavati dalla zona che costituisce il getto vero e proprio ma non sono stati considerati nel presente lavoro di ricerca, in quanto oggetto di uno studio complementare. Inoltre, provini di durezza sono stati prelevati dalla materozza dell'attacco di colata. Ai provini è stato successivamente applicato un trattamento T6 standard, caratterizzato da una fase di solubilizzazione e da una di invecchiamento artificiale. La solubilizzazione è stata condotta a 540°C, seguita da una tempra in bagno di acqua e glicole, termostato alla temperatura di 25°C; il passaggio dai 540°C ai 25°C del bagno di tempra è stato eseguito in 8 s. Dopo tempra, le provette sono state sottoposte ad invecchiamento artificiale di 6 ore alla temperatura di 160°C con successivo raffreddamento in aria

calma a temperatura ambiente. Nel presente lavoro sono stati analizzati i risultati ottenuti dai soli campioni di resilienza e durezza.

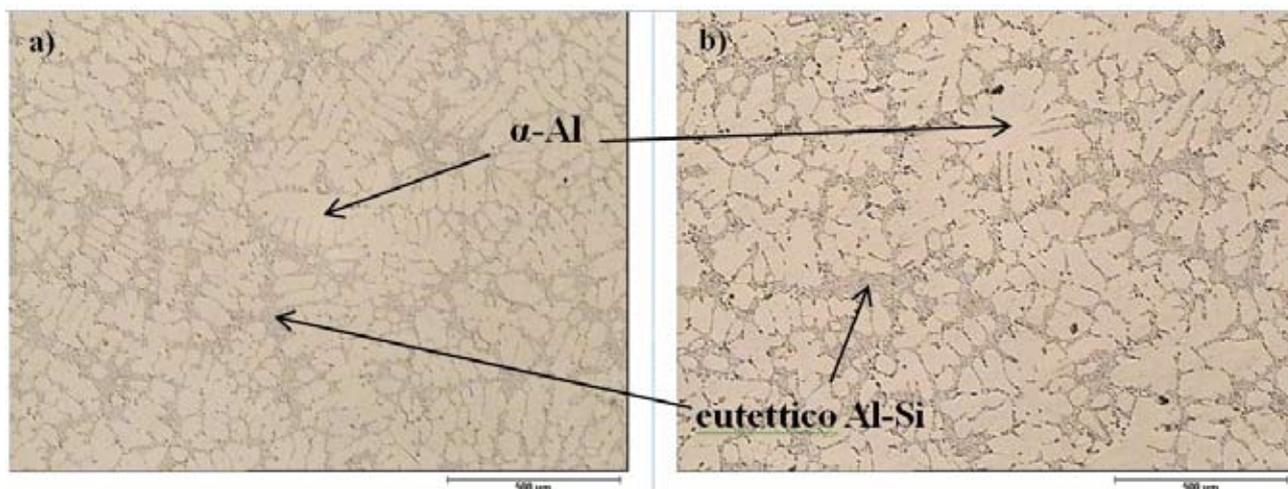
Le prove di durezza Brinell sono state condotte sui provini in condizioni as cast, dopo il trattamento di solubilizzazione e dopo l'invecchiamento artificiale facendo riferimento alla normativa UNI EN ISO 6506-1:2006. In particolare, per le prove è stata utilizzata una sfera di acciaio temprato di diametro 2,5 mm, applicando ai provini un carico di 62,5 kg<sub>f</sub> per 15 s.

Le prove ad impatto sono state effettuate secondo norma ASTM E-23 mediante un pendolo strumentato CEAST da 50 J. La valutazione dell'energia assorbita all'impatto è stata calcolata secondo tre modalità: sulla base dell'angolo di risalita del pendolo (Cv); attraverso un sistema di acquisizione DAS8000 collegato al pendolo, interfacciato con un software apposito (D8EXTWIN 3.26), in grado di misurare l'energia totale di impatto (Wt) integrando la curva forza-spostamento e di distinguere i due contributi complementari dell'energia al carico massimo (Wm) e dell'energia di propagazione della cricca (Wp); mediante integrazione dei dati spuri di forza e spostamento misurati dal sistema di acquisizione tramite foglio di calcolo Excel (Wex).



**Fig. 1 – Getto sperimentale completo di materozze e attacchi di colata. In nero sono indicate le zone da cui sono stati prelevati i provini Charpy, di trazione e di durezza (i provini di trazione sono stati testati e analizzati in uno studio complementare).**

*Fig. 1 – Casting design used in the experiments. The black boxes show the areas where Charpy, tensile and HB hardness specimens were drawn (tensile specimens have been tested and analysed in a complementary work).*



**Fig. 2 – Microstruttura della lega presa in esame nel presente studio: a) Riferimento, b) lega affinata con A3 (flusso granulare).**

*Fig. 2 – Microstructure of the alloy examined in this paper: a) Reference, b) A3 refined alloy (granulated flux).*

I campioni fratturati sono stati sezionati, inglobati in resina fenolica e preparati attraverso procedure standard di levigatura e lucidatura. La microstruttura è stata osservata mediante microscopio ottico metallografico Leica MEF4M dotato di telecamera Watec WAT-221S, ponendo particolare attenzione allo studio del profilo di frattura. La misura dello SDAS è stata effettuata mediante un programma di analisi d'immagine con il metodo della linea intercetta. L'analisi della superficie di frattura e dei composti intermetallici a base ferro è stata condotta utilizzando un microscopio elettronico a scansione Zeiss EVO 40 dotato di microsonda EDS Inca Energy 300.

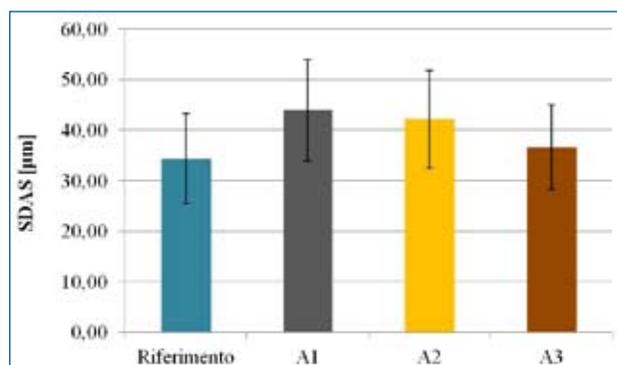
## RISULTATI E DISCUSSIONE

### Analisi microstrutturali

Le microstrutture di alcuni campioni sono mostrate in Fig. 2. È possibile distinguere chiaramente le dendriti di fase primaria  $\alpha$ -Al (Fig. 2a), mentre le zone interdendritiche sono costituite da una matrice di eutettico Al-Si e da composti intermetallici ricchi in ferro, del tipo  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi o  $\alpha$ -AlFeMnSi. Come già osservato in un lavoro precedente [28], l'apporto di affinante alla lega fusa comporta una nucleazione più intensa al raffreddamento, pertanto la morfologia dendritica della fase primaria risulta essere meno evidente (Fig. 2b). Le particelle di Si-eutettico hanno morfologia approssimativamente globulare, come conseguenza del trattamento di modifica allo stronzio eseguito sulla lega fusa. I composti intermetallici rilevati al microscopio ottico sono invece di forma aciculare, in quanto sezioni trasversali di strutture 3-D più estese e di forma lamellare [29].

### MISURA DELLO SDAS

I valori medi dello SDAS sono stati ricavati per tutte e quattro le famiglie di leghe considerate nello studio utilizzando

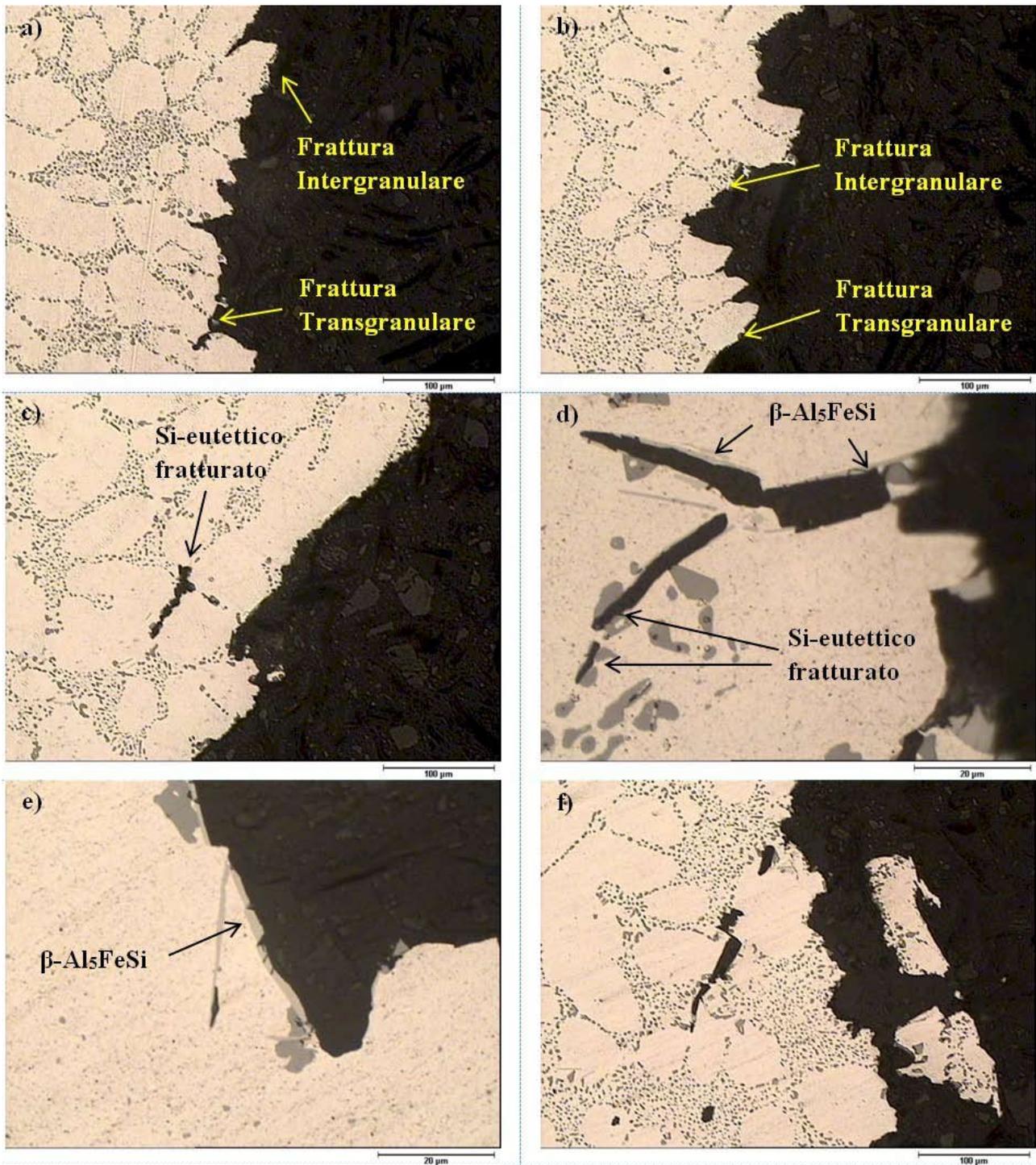


**Fig. 3 – Confronto tra le dimensioni medie dello SDAS per la lega A356 trattata con gli affinanti A1, A2 e A3, rispetto al Riferimento. La deviazione standard è riportata come barra di errore.**

*Fig. 3 – SDAS mean values obtained for the A356 Reference alloy and A1, A2 and A3 refined alloys. Standard deviations are reported as error bars.*

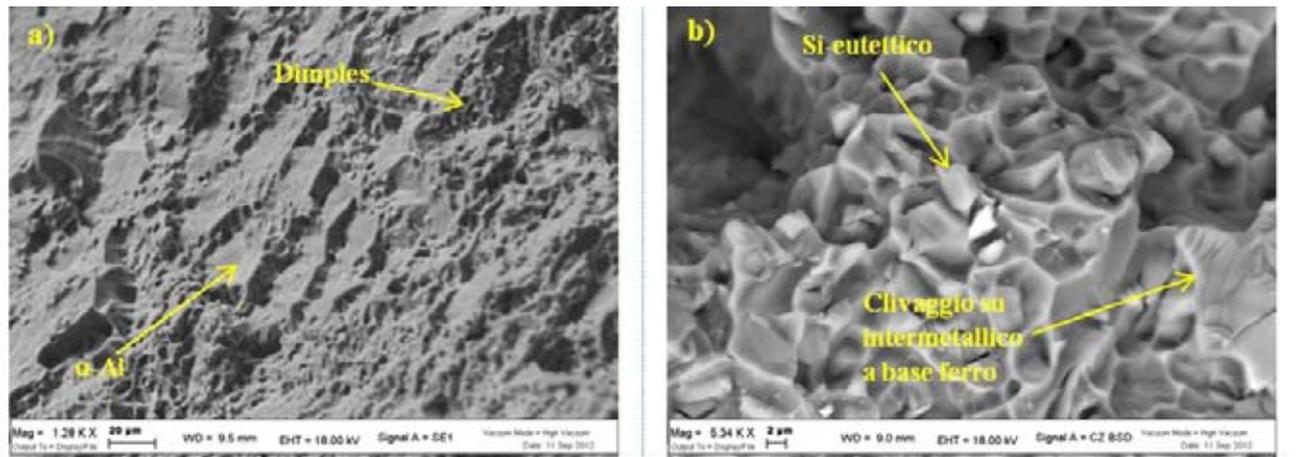
il metodo della linea intercetta. Sono state realizzate circa 150 misurazioni per campione, in modo da ottenere valori statisticamente affidabili. Dal grafico di Fig. 3 si osserva che l'aggiunta degli agenti affinanti comporta un aumento del valore medio dello SDAS, seppur di modesta entità. La lega affinata con A3 (flusso granulare) presenta un valore medio dello SDAS paragonabile con quello del Riferimento non trattato. L'uso degli affinanti A1 (lattina) e A2 (pastiglia) comporta invece valori medi dello SDAS superiori di circa 8-9 µm rispetto al Riferimento.

È noto da letteratura che la dimensione dello SDAS è influenzata prevalentemente dal tempo di solidificazione della lega [30,31]; tuttavia è possibile che la diversa natura degli affinanti A1 e A2 rispetto ad A3, unita ad un mescolamento non sufficiente della lega fusa, abbia causato la formazione di agglomerati di particelle nucleanti,



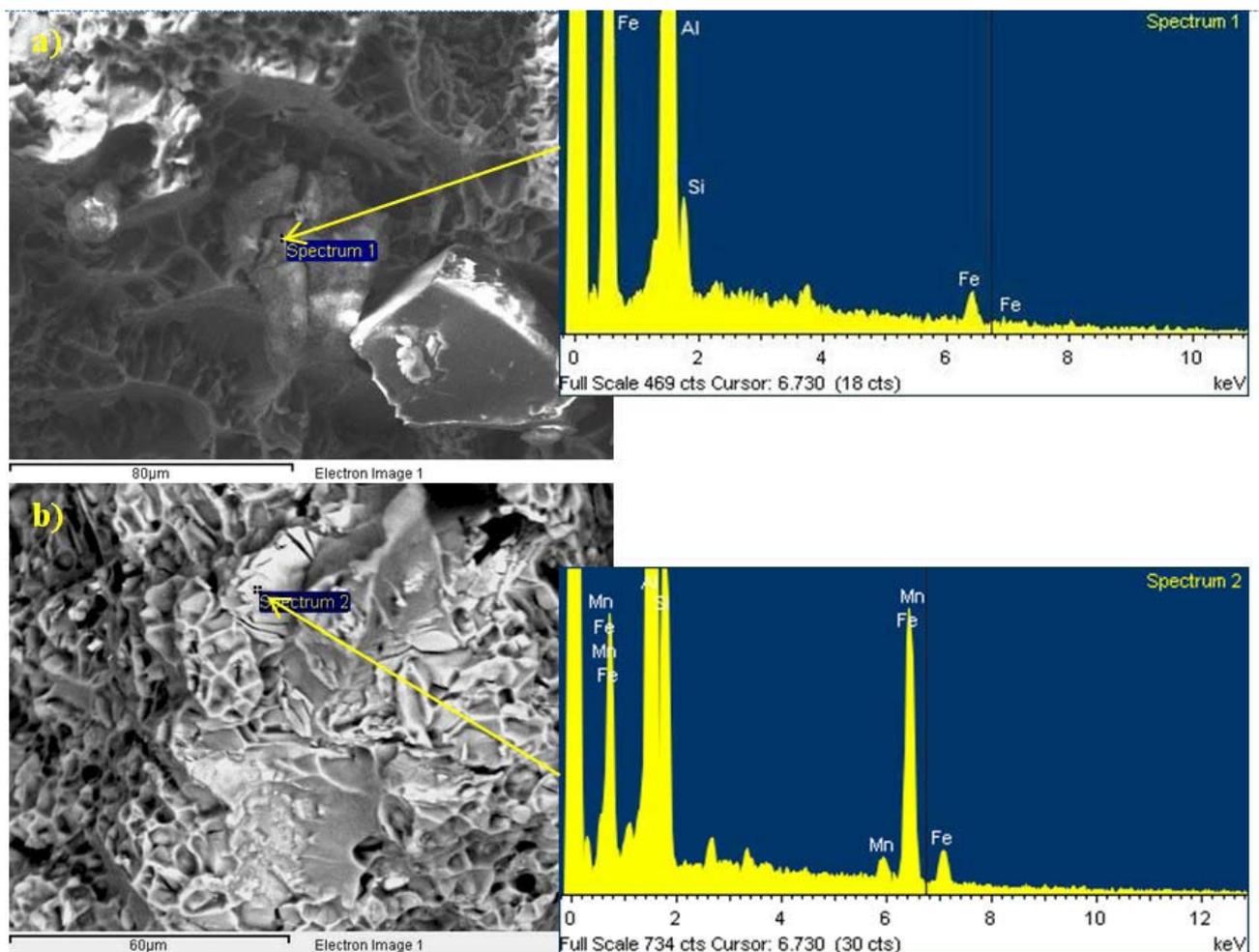
**Fig. 4 - Micrografia ottica dei profili di frattura dei provini Charpy: a) Frattura di tipo misto su Riferimento; b) Frattura di tipo misto su lega affinata con A1 (lattina); c) Presenza di particelle di silicio eutettico fratturate su lega affinata con A2 (pastiglia); d-e) Presenza di intermetallici  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  e di particelle di silicio fratturate lungo il profilo di frattura; f) Formazione di cricche secondarie parallele alla principale.**

*Fig. 4 - Optical micrographs of Charpy fracture profiles: a) Mixed fracture on Reference; b) Mixed fracture on A1 refined alloy (can); c) Si particles along the fracture profile on A2 refined alloy (tab); d-e) Acicular  $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$  intermetallics and fractured eutectic Si particles along the fracture profile; f) Secondary cracks parallel to the main one.*



**Fig. 5 – Superfici di frattura dei campioni di resilienza: a) Frattura di tipo misto transgranulare - intergranulare su Riferimento; b) Microvuoti generati dalla decoesione dell'interfaccia  $\alpha$ -Al/Si-eutettico e presenza di particelle intermetalliche rotte per clivaggio.**

*Fig. 5 – Fracture surfaces of Charpy specimens: a) Mixed transgranular – intergranular fracture on Reference alloy; b) Microvoids produced by the decohesion at the  $\alpha$ -Al/eutectic-Si interface, and presence of cleavage-fractured intermetallic particles.*



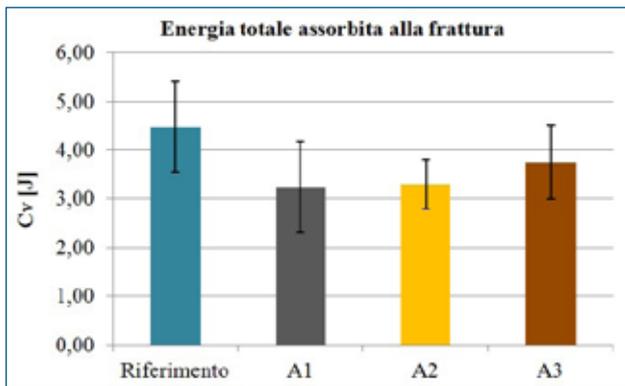
**Fig. 6 – Immagini SEM di precipitati intermetallici  $\beta$ -Al<sub>3</sub>FeSi e  $\alpha$ -AlFeMnSi con relativo spettro EDS; a) Riferimento, b) lega affinata con A2 (pastiglia).**

*Fig. 6 – SEM images and EDS spectra of  $\beta$ -Al<sub>3</sub>FeSi and  $\alpha$ -AlFeMnSi intermetallic compounds; a) Reference, b) A2 refined alloy (tab).*

	Cv [J]	Wt [J]	Wex [J]
Riferimento	4,48 ± 0,93	4,82 ± 1,08	5,11 ± 1,11
A1 (Lattina)	3,24 ± 0,93	3,33 ± 1,06	3,52 ± 1,13
A2 (Pastiglia)	3,29 ± 0,50	3,41 ± 0,54	3,59 ± 0,62
A3 (Granulare)	3,75 ± 0,76	3,97 ± 0,91	4,17 ± 0,94

**Tab. 2 – Energia totale all’impatto misurata dal pendolo (Cv), fornita dal software (Wt) e calcolata mediante foglio Excel dai dati spuri di forza e spostamento determinati dal sistema di acquisizione (Wex).**

Tab. 2 – Total absorbed energy values measured by pendulum (Cv) and calculated by software (Wt) and Excel datasheet (Wex).



**Fig. 7 – Confronto tra le energie totali all’impatto misurate dal pendolo per la lega A356 trattata con gli affinanti A1, A2 e A3, rispetto al Riferimento. La deviazione standard è riportata come barra di errore.**

Fig. 7 – Total absorbed energy obtained by pendulum for the A356 Reference alloy and A1, A2, A3 refined alloys. Standard deviations are reported as error bars.

con successiva mutua interazione dei domini energetici. Di conseguenza, mentre alcune zone del getto hanno effettivamente risentito della presenza di affinante, altre sono state interessate da questi agglomerati inattivi, nelle quali perciò sono nucleate meno strutture dendritiche, ma di dimensioni maggiori. Pertanto, questo si traduce in un valore medio dello SDAS più elevato e in una deviazione standard maggiore per le leghe affinate con A1 e A2. Come si vedrà successivamente, un aumento dello SDAS comporta una diminuzione dell’energia totale assorbita all’impatto.

## ANALISI DEL PROFILO E DELLA SUPERFICIE DI FRATTURA

Sia il Riferimento sia i campioni trattati con le diverse tipologie di affinante mostrano una frattura di tipo misto transgranulare – intergranulare, come già studiato in [2] su leghe appartenenti alla famiglia Al-Si-Mg e modificate allo stronzio. Si nota infatti come il profilo di frattura segua un percorso preferenziale attraverso la fase eutettica, arrivando a lambire, e in alcuni casi separare tra loro, i rami secondari delle dendriti di  $\alpha$ -Al, senza tuttavia fratturarli o deformarli (Fig. 4a e 4b). Caceres et. al [32] hanno inoltre osservato che la frattura non coinvolge la porzione di fase  $\alpha$ -Al dell’eutettico, ma interessa la zona di interfaccia

$\alpha$ -Al/Si-eutettico o le particelle stesse di silicio (Fig. 4c e 4d); anche gli intermetallici aciculari del tipo  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, duri e fragili, costituiscono una zona preferenziale di propagazione della cricca (Fig. 4d e 4e). Questi processi contribuiscono non solo alla propagazione della frattura principale, ma anche alla formazione di cricche secondarie parallele alla stessa (Fig. 4f), in direzione normale allo stato di tensione indotto dalla presenza dell’intaglio a V.

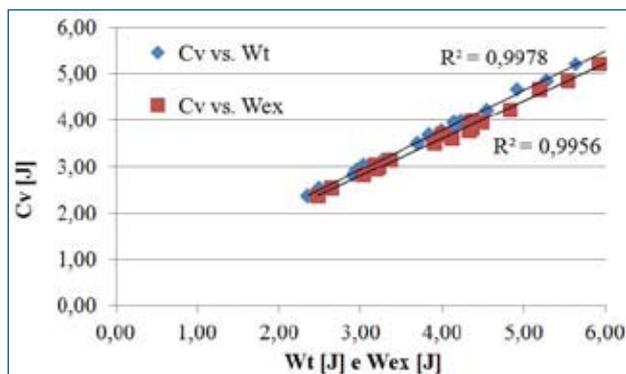
L’analisi al SEM della superficie di frattura dei campioni di resilienza conferma la natura mista transgranulare – intergranulare della frattura. Come si deduce dalle micrografie di Fig. 5, la superficie dei campioni fratturati a trazione si presenta prevalentemente duttile, con presenza di dimples, dovuti alla coalescenza e rottura di microvuoti generati dalla decoesione dell’interfaccia  $\alpha$ -Al/Si-eutettico. Su tutti i campioni analizzati si è rilevata la presenza di intermetallici di Fe sulla superficie di frattura, in posizione interdendritica o affioranti dai microvuoti. La microsonda EDS ha consentito di verificare che si tratta di precipitati intermetallici  $\alpha$ -AlFeMnSi e  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi (Fig. 6). Quando la superficie di frattura incontra questi composti, la rottura avviene per clivaggio.

## PROVE AD IMPATTO

In Tab. 2 sono riportati i valori medi dell’energia totale di impatto misurata dal pendolo (Cv), e quelli calcolati rispettivamente dal software collegato con il sistema di acquisizione dati (Wt) e dai dati spuri di forza e spostamento forniti dal DAS8000 (Wex).

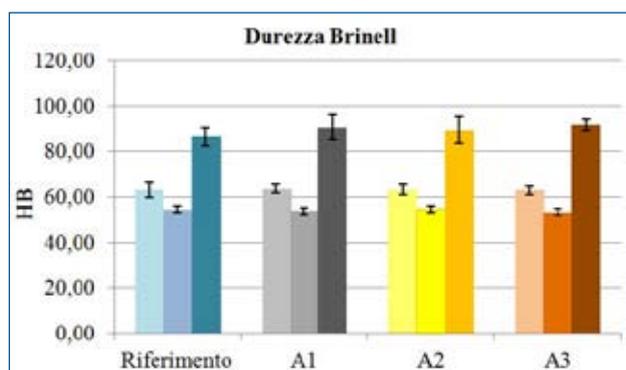
Dai dati di Tab. 2 e dal grafico di Fig. 7 si osserva che l’aggiunta di affinante alla lega fusa comporta una diminuzione dell’energia assorbita in condizioni d’urto. In particolare, la lega affinata con A3 è più performante rispetto a quelle affinate con A1 e A2 in quanto si discosta in misura minore dal valore di energia assorbita dal Riferimento non affinato. Come osservato in precedenza (Fig. 3), a livelli crescenti di SDAS corrisponde pertanto un’energia totale assorbita all’impatto inferiore. Questo comportamento, osservato già in [33,34], trova giustificazione dal punto di vista microstrutturale.

È noto infatti da letteratura [2] che nelle leghe della famiglia Al-Si-Mg affinate allo stronzio una cella dendritica di dimensioni comprese tra i 40  $\mu$ m e gli 80  $\mu$ m, a cui corrisponde in genere uno SDAS di dimensioni comparabili,



**Fig. 8 – Applicazione del metodo di regressione lineare ai valori di energia assorbita misurati dal pendolo (Cv) e quelli calcolati da software (Wt) e foglio di calcolo Excel (Wex).**

Fig. 8 – Linear regression method applied to total absorbed energy values measured by pendulum (Cv) and calculated by software (Wt) and Excel datasheet (Wex).



**Fig. 9 – Confronto tra le durezza Brinell misurate in condizioni as cast, dopo solubilizzazione e dopo invecchiamento artificiale per la lega A356 trattata con gli affinanti A1, A2 e A3, rispetto al Riferimento. La deviazione standard è riportata come barra di errore.**

Fig. 9 – HB hardness mean values measured on the as cast samples, after solution treatment and after artificial aging for the A356 Reference alloy and A1, A2, A3 refined alloys. Standard deviations are reported as error bars.

genera un decremento della duttilità della lega metallica. Questo è dovuto al fatto che si entra in un regime di transizione tra una frattura di tipo intergranulare e una transgranulare; quest'ultima risulta essere prevalente se la lega è caratterizzata da celle dendritiche grossolane. In caso di celle dendritiche di dimensioni elevate, infatti, le particelle di Si-eutettico precipitano tra un ramo secondario e l'altro oltre che a bordo grano e, poiché risultano essere più dure e fragili rispetto alla matrice di  $\alpha$ -Al, forniscono un percorso più favorevole per la propagazione della frattura attraverso l'eutettico compreso tra i rami dendritici di fase primaria rispetto alla più articolata zona intergranulare, che invece richiederebbe un maggior dispendio di energia. Si osserva inoltre che il valore medio dell'energia totale

misurato dal pendolo si discosta da quello calcolato dal software attraverso l'integrazione della curva forza-spostamento, e differisce in misura ancora maggiore da quello determinato attraverso i valori spuri di forza e spostamento forniti dal sistema di acquisizione dati. Ciò nonostante, l'ampiezza di queste deviazioni può essere quantificata attraverso il metodo di regressione lineare, il quale fornisce le seguenti rette di best fitting (Fig. 8).

$$Cv = 0,8546 \cdot Wt + 0,3746 \quad (1)$$

$$Cv = 0,8061 \cdot Wt + 0,3893 \quad (2)$$

## PROVE DI DUREZZA

Le prove di durezza Brinell sono state effettuate in itinere sui provini as cast dopo ogni trattamento termico, in modo tale da potere apprezzare qualitativamente l'andamento della durezza dei materiali allo stato di getto, allo stato solubilizzato e allo stato invecchiato.

Dai valori ricavati è possibile osservare che l'influenza dei prodotti affinanti sulla durezza è trascurabile fintanto che il componente non subisce un invecchiamento. Pertanto, sia in condizioni as cast sia dopo il trattamento di solubilizzazione non sono registrabili particolari differenze di durezza per i provini affinanti con A1, A2 e A3 rispetto al Riferimento. Al contrario, dopo l'invecchiamento artificiale è possibile riscontrare un modesto incremento della durezza media sui provini affinanti; questo aumento è più accentuato per i campioni di lega trattata con A3. Si osserva inoltre che la dispersione dei dati nelle condizioni as cast e dopo solubilizzazione risulta sempre molto contenuta; dopo il trattamento di invecchiamento, la deviazione standard risulta minima solo per provini trattati con A3, probabilmente a causa di una maggiore omogeneità dei precipitati indurenti nella microstruttura.

## CONCLUSIONI

Nel presente studio è stata indagata l'influenza di tre differenti tipi di affinante di origine commerciale, a base di titanio e boro, sulla resilienza e sulla durezza della lega A356.0 da fonderia.

Dalle analisi microstrutturali e meccaniche eseguite sui provini si possono trarre le seguenti conclusioni:

1. l'apporto di agenti affinanti alla lega fusa comporta un aumento del valore medio dello SDAS, seppur di modesta entità. Tale incremento risulta essere più evidente per le leghe trattate con gli affinanti A1 (lattina) e A2 (pastiglia), mentre nel caso di A3 (flusso granulare) la dimensione dello SDAS è paragonabile a quella del Riferimento non affinato;
2. le analisi microstrutturali del profilo e della superficie di frattura evidenziano una frattura di tipo misto transgranulare – intergranulare sia per il Riferimento sia per i campioni affinanti. La frattura coinvolge la zona di interfaccia  $\alpha$ -Al/Si-eutettico o le particelle stesse di silicio; anche gli intermetallici aciculari del tipo  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, duri e fragili, costituiscono

una zona preferenziale di propagazione della cricca;

3. l'aggiunta di affinanante alla lega fusa provoca una diminuzione dell'energia totale assorbita in condizioni d'urto. È probabile che questo fenomeno sia correlato all'aumento del valore medio dello SDAS. L'affinanante A3 è più performante rispetto ad A1 e A2, in quanto la sua natura granulare permette una distribuzione omogenea nel fuso in fase di mescolamento;

4. il valore di energia totale assorbita misurato dal pendolo (Cv) si discosta da quello calcolato dal software (Wt), e differisce in misura ancora maggiore da quello determinato attraverso i valori spuri di forza e spostamento (Wex). Tuttavia, lo scostamento è modesto e quantificabile attraverso il metodo di regressione lineare;

5. l'influenza dei prodotti affinananti sulla durezza è trascurabile fintanto che il componente non subisce invecchiamento. Dopo l'invecchiamento artificiale è possibile riscontrare un modesto incremento della durezza media sui provini affinati rispetto al Riferimento; questo aumento è più accentuato per i campioni di lega trattata con A3.

## RINGRAZIAMENTI

L'attività di ricerca è stata svolta nell'ambito di una pluriennale collaborazione con la Fonderia Scacchetti Leghe Leggere s.r.l. di S. Felice sul Panaro (Modena). Gli autori ringraziano l'azienda per aver messo a disposizione il materiale e le attrezzature per realizzare i campioni, e rivolgono un particolare ringraziamento all'Ing. Lorenzo Pivetti per l'aiuto prestato durante l'attività di fonderia.

Si ringrazia inoltre la ditta SLOM s.r.l. di Medolla (Modena), l'Ing. Tommaso Stabellini per il contributo all'attività sperimentale e all'analisi dei risultati, e l'Ing. Mattia Merlin per i proficui spunti forniti durante l'attività di ricerca.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] R.E. Spear and G.R. Gardner, "Dendrite cell size", AFS Transactions 71 (1963), 209-215.
- [2] C.H. Cáceres, C.J. Davidson and J.R. Griffiths, "The deformation and fracture behavior of an Al-Si-Mg casting alloy", Mater. Sci. Eng. A 197 (1995), 171-179.
- [3] B. Suárez-Pena and J. Asensio-Lozano, "Influence of Sr modification and Ti grain refinement on the morphology of Fe-rich precipitates in eutectic Al-Si die cast alloys", Scripta Mater. 54 (2006), 1543-1548.
- [4] M. Merlin, "Effetto del tenore di ferro e del trattamento termico sulle proprietà microstrutturali e meccaniche di leghe Al-Si-Mg da fonderia", Metall. Ital. 3 (2010), 37-47.
- [5] Z. Ma, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty and S. Valtierra, "Effect of Fe Content and Cooling Rate on the Impact Toughness of Cast 319 and 356 Aluminium Alloys", AFS Transactions (2003), 255-265.
- [6] I. Maxwell and A. Hellawell, "A simple model for grain refinement during solidification", Acta Metall. 23 (1975), 229-237.
- [7] D.G. McCartney, "Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants", Int. Mater. Rev. 34 (1989), 247-260.
- [8] P. Schumacher, A.L. Greer, J. Worth, P.V. Evans, M.A. Kearns, P. Fisher and A.H. Green, "New studies of nucleation mechanisms in Al-alloys: implications for grain-refinement practice", Mater. Sci. Technol. 14 (1998), 394-404.
- [9] A.L. Greer, A.M. Bunn, A. Tronche, P.V. Evans and D.J. Bristow, "Modelling of inoculation of metallic melts: Application to grain refinement of aluminium by Al-Ti-B", Acta Mater. 48 (2000), 2823-2835.
- [10] Y. Birol, "A novel Al-Ti-B alloy for grain refining Al-Si foundry alloys", J. Alloys Compd. 486 (2000), 219-222.
- [11] C. Lee and S. Chen, "Quantities of grains of aluminium and those of TiB<sub>2</sub> and Al<sub>3</sub>Ti particles added in the grain-refining process", Mater. Sci. Eng. A 325 (2002), 242-248.
- [12] C. Limmaneevichitr and W. Eighed, "Novel technique for grain refinement in aluminium casting by Al-Ti-B powder injection", Mater. Sci. Eng. A 355 (2003), 174-179.
- [13] C. Wang, M. Wang, B. Yu, D. Chen, P. Qin, M. Feng and Q. Dai, "The grain refinement behavior of TiB<sub>2</sub> particles prepared with in situ technology", Mater. Sci. Eng. A 459 (2007), 238-243.
- [14] Z. Zhang, X. Bian, Y. Wang and X. Liu, "Microstructure and grain refining performance of melt-spun Al-5Ti-1B master alloy", Mater. Sci. Eng. A 352 (2003), 8-15.
- [15] A. Cibula, J. Inst. Met 76 (1949-50), 321-360.
- [16] P.S. Mohanty and J.E. Gruzleski, "Mechanism of grain refinement in aluminium", Acta Metall. Mater. 43 (1995), 2001-2012.
- [17] G.P. Jones and J. Pearson, Metall. Trans. B 7 (1976), 223-234.
- [18] G.K. Sigworth, Metall. Trans. A 15 (1984), 277-282.
- [19] G.K. Sigworth, Metall. Trans. A 22 (1986), 349-351.
- [20] M. Johnsson and L. Backerud, Z. Metallkd. 87 (1996), 216-220.
- [21] P.A. Tøndel, Ph.D. Thesis, The University of Trondheim, Trondheim, 1994.
- [22] J.A. Spittle and S. Sadli, "Effect of alloy variables on grain-refinement of binary aluminum-alloys with Al-Ti-B", Mater. Sci. Technol. 11 (1995), 533-537.
- [23] S. Murali, K.S. Raman and K.S.S. Murthy, "Effect of magnesium, iron (impurity) and solidification rates on the fracture toughness of Al-7Si-0.3Mg casting alloy", Mater. Sci. Eng. A 151 (1992), 1-10.
- [24] S. Shivkumar, L. Wang and C. Keller, "Impact properties of A356-T6 alloys", J. Mater. Eng. Perform. 3 (1994), 83-90.
- [25] D.L. Zhang, L.H. Zheng and D.H. StJohn, "Effect of a short solution treatment time on microstructure and mechanical properties of modified Al-7 wt.% Si-0.3 wt.% Mg alloy", J. Light Met. 2 (2002), 27-36.
- [26] N.D. Alexopoulos and A. Stylianos, "Impact mechanical behavior of Al-7Si-Mg (A357) cast aluminium alloy. The effect of artificial aging", Mater. Sci. Eng. A 528 (2011), 6303-6312.
- [27] M. Merlin, G. Timelli, F. Bonollo and G.L. Garagnani, "Impact behaviour of A356 alloy for low-pressure die casting automotive wheels", J. Mater. Process. Tech. 209 (2009), 1060-1073.
- [28] D. Casari, M. Merlin, G.L. Garagnani, "Effetto di differenti tipologie di affinanante sulla lega di alluminio da fonderia A356: analisi termica e microstrutturale", Atti del 34° Convegno Nazionale AIM, Trento (2012).
- [29] S. Terzi, J.A. Taylor, Y. Cho, L. Salvo, M. Suery, E. Boller and A.K. Dahle, "Nucleation and Growth Dynamics of the  $\alpha$ -Al/ $\beta$ -Al<sub>3</sub>FeSi Eutectic in a Complex Al-Si-Cu-Fe Alloy", Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference on Aluminium Alloys (2010), 1273-1278.
- [30] J. Campbell, Castings - Second Edition, Elsevier Butterworth-Heinemann, Oxford (2003), 136.
- [31] S.G. Shabestari and M. Malekan, "Thermal analysis study of the effect of the cooling rate on the microstructure and solidification parameters of 319 aluminum alloy", Can. Metall. Q. 3 (2005).
- [32] C.H. Cáceres and J.R. Griffiths, "Damage by the Cracking of Silicon Particles in an Al-7Si-0.4Mg casting alloy", Acta Mater. 44 (1996), 25-33.
- [33] P. Meyer, D. Massinon and P. Guerin, "Influence of Microstructure on the Static and Thermal Fatigue Properties of 319 Alloys", SAE Paper #970705, (1997). SAE International, Warrendale, PA.
- [34] A.M. Samuel and F.H. Samuel, "Parameters controlling the performance of AA319-type alloys Part II. Impact properties and fractography", Metall. Trans. A 26 (1995), 2359-2372.

## A COMPARATIVE EVALUATION OF THE EFFECTS OF THREE DIFFERENT GRAIN REFINERS ON MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF A356 FOUNDRY ALUMINIUM ALLOY

**Keywords:** Aluminium alloys; Foundry; Grain refinement; Impact properties; Brinell Hardness

This paper presents the preliminary results of an experimental investigation on the effects of three commercial titanium and boron based grain refiners on impact toughness and Brinell hardness of A356 foundry aluminium alloy.

A commercial A356 aluminium alloy was used in this study. The molten alloy was modified using several bars of Al-10%Sr master alloy in order to reach 200 ppm of Sr, and then degassed for 10 min by means of argon inert gas. Then, the melt was stirred and grain refined in the holding oven by the addition of three commercial grain refiners in form of can, tab and granulated flux, which were named respectively A1, A2 and A3. After that, the alloys were poured into a steel mould, obtaining a number of 20 castings, n°5 for each experimental condition. HB hardness samples and Charpy impact specimens were subsequently drawn from the castings, and T6 heat treated.

The impact tests were performed on a CEAST instrumented Charpy pendulum, specifically designed for testing light alloy specimens, according to the ASTM E-23 specification. During impact testing the energy absorption was evaluated through the measurement of the pendulum's angle of rise (Cv); total impact energy was also calculated through a dedicated software, connected to a data acquisition system, as the integral of load-displacement curve (Wt), and through the load and displacement data using an Excel datasheet (Wex). HB hardness was measured (according to the UNI EN ISO 6506-1:2006 specification) on the as cast samples, after solution treatment and finally after artificial aging.

Metallographic samples were cut out perpendicularly to the fracture surface, then embedded in phenolic resin and finally prepared via standard grinding and polishing procedures. Microstructural analyses were performed by optical microscopy (OM), paying specific attention to fracture profiles. SDAS measurements were carried out by means of an image analysis program. The fracture surfaces of the Charpy specimens and the Fe-based intermetallic compounds were observed and analysed by scanning electron microscopy (SEM) and by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS).

From the results of microstructural and mechanical analyses performed on the samples, the following conclusions can be drawn:

1. the grain refiners addition leads to a minor increase in SDAS mean values. This increase is more evident for the alloys treated with A1 (can) and A2 (tab) grain refiners, while for A3 (granulated flux) the SDAS size is comparable to the Reference;
2. microstructural analyses of fracture profiles and surfaces reveal a mixed transgranular-intergranular fracture mode for both Reference sample and the refined ones. Fracture involves the  $\alpha$ -Al/eutectic-Si interface and the silicon particles; also brittle Fe-based intermetallic compounds, like  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, create a preferential path for crack propagation;
3. the grain refiners addition causes a decrease in total absorbed energy (Wt). Probably this event is related to the SDAS increase. The A3 grain refiner is more effective than A1 and A2, maybe because of its granular shape, which leads to a more homogeneous distribution of the grain refiner into the melt during stirring;
4. total absorbed energy evaluated through the measurement of the pendulum's angle of rise (Cv) is different to those calculated from the software (Wt) and the Excel datasheet (Wex). However, the deviation is small and can be taken into account using the linear regression method;
5. the effect of grain refiners on HB hardness is negligible until the samples are artificially aged. After aging, the refined samples show a small increase in HB hardness with respect to the Reference. The highest hardness raise is obtained with the A3 grain refiner.