

# COMPORTAMENTO A FRATTURA DI UN COMPOSITO A MATRICE DI ALLUMINIO OTTENUTO CON LA TECNICA DELL'INFILTRAZIONE SENZA PRESSIONE

Ferdinando Felli e Andrea Brotzu

*Dipartimento ICMMPM, Università "La Sapienza" di Roma*

*Via Eudossiana 18 - 00184 Roma*

## Sommario

È stato studiato il comportamento a frattura nei termini di tenacità e di velocità di propagazione della cricca di fatica di un composito a matrice di alluminio (Al-2.2Mg) e rinforzo ceramico discontinuo (particelle di  $Al_2O_3$  in frazione volumetrica del 35%) realizzato con la tecnica dell'infiltrazione senza pressione (Primex®). Vengono confrontati i risultati ottenuti con quelli di altri compositi precedentemente studiati realizzati con la tecnica dello squeeze casting.

## Abstract

*Toughness and fatigue crack growth rate of a discontinuously reinforced aluminium matrix composite (Al-2.2Mg-35% $Al_2O_3(p)$ ) are determined. This composite was manufactured by a pressurless infiltration technique (Primex®). The results are compared with those of another composite, manufactured by the squeeze casting technique, previously studied.*

## 1. Introduzione

Le più importanti esigenze dell'industria automobilistica sono sicuramente: migliorare le prestazioni dei veicoli (aumentare la potenza specifica dei motori, riducendo contemporaneamente l'emissione di sostanze inquinanti), ridurre i costi, e tutto ciò non a scapito della sicurezza e della qualità. I compositi a matrice metallica, specialmente quelli a matrice di alluminio, soddisfano molti dei requisiti richiesti ai materiali da questo settore, proprio in virtù di alcune delle loro particolari proprietà: bassa densità, elevato modulo e resistenza specifici, resistenza all'usura, basso coefficiente di dilatazione termica, etc.[1-3] Per quanto riguarda le prestazioni, tra i tanti tipi di compositi sviluppati, quelli a matrice di alluminio rinforzati con rinforzo discontinuo (Discontinuously Reinforced Aluminium, DRA) si collocano, rispetto agli altri compositi in una posizione soddisfacente grazie alle loro proprietà ed ad una maggior facilità di fabbricazione.

La tabella 1 mostra alcune potenziali applicazioni dei DRA nel settore automobilistico ed i motivi che li rendono idonei per quei componenti.

I miglioramenti ottenibili utilizzando questi materiali sono: riduzione del consumo di carburante, del peso e delle emissioni; miglioramento delle prestazioni; riduzione dei rumori, delle vibrazioni, dell'incidenza della manutenzione.

L'impiego di questi materiali è ancora limitato in virtù sia della scarsa conoscenza che i progettisti hanno di questa classe di materiali, che del loro costo non certo tra i più bassi.

Uno dei principali ostacoli nell'applicazione dei DRA è il loro comportamento fragile rispetto alle leghe

non rinforzate, come si evince dai bassi valori della deformazione a frattura e dai bassi valori della tenacità a frattura che li caratterizzano. Per esempio, mentre i valori del  $K_{IC}$  della maggior parte dei compositi oscillano intorno a  $16 \pm 6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , quelli delle leghe di alluminio non rinforzate variano in un campo che va da 27 a  $40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . [4,5]

Attualmente molti studi sono finalizzati a comprendere l'influenza sulle caratteristiche del materiale di alcuni fattori come: la composizione ed il trattamento termico della matrice; la composizione, le dimensioni e la distribuzione del rinforzo; il ruolo dell'interfaccia; etc. È chiaro che un incremento della frazione volumetrica del rinforzo ceramico aumenta la componente fragile.

Inoltre si cerca di essere molto cauti nella loro applicazione in strutture facilmente soggette a fatica. Questo avviene non tanto perché tali materiali possiedano un comportamento catastrofico se sottoposti a sollecitazioni cicliche, ma, sia perché esistono tuttora molte incertezze ed osservazioni contrastanti sulla loro risposta a questo tipo di sollecitazioni, sia perché le esperienze a cui far riferimento sono ancora in numero limitato. [6-9] In letteratura vengono riportati sia aumenti che diminuzioni della vita a fatica totale dei compositi rispetto alle leghe monolitiche. Per quanto riguarda la velocità di propagazione della cricca il discorso è ancora più complicato. Di solito si osserva da una parte un miglior comportamento (velocità di propagazione più basse) in prossimità della soglia, dall'altra una maggiore sensibilità della cricca all'aumento del  $\Delta K$  (pendenza del

*Tabella 1 Potenziali applicazioni dei DRA nel settore automobilistico.*

<b>Sistema</b>	<b>Componente</b>	<b>Giustificazione</b>
Motore	Testa del pistone	Elevata temperatura, fatica, creep, usura
	Fascia elastica del cilindro	Usura, riduzione di peso
	Braccio del bilanciere	Peso, rigidità, usura
	Valvole	Elevata temperatura, fatica, creep, usura
	Monoblocco	Usura, grippaggio, attrito, peso
	Biella	Rigidità specifica, peso
Sospensioni	Montante	Rigidità
	Trasmissione	Forcella del cambio
Semiassie		Rigidità specifica, fatica
Cambio		Usura, peso
Cerchi		Peso
Custodie	Supporto della scatola del cambio	Usura, peso
	Supporto del differenziale	Usura, peso
	Contenitori per pompe	Peso
Freni	Dischi	Usura, peso
	Tamburi	Usura, peso

tratto di Paris maggiore) La conseguenza è che in genere le curve del composito e della lega non rinforzata si intersecano. Non è comunque raro trovare in letteratura dati che mostrano aumenti o riduzioni della velocità di propagazione della cricca nel composito rispetto alle leghe monolitiche ad ogni livello di carico.

Esistono diverse tecniche per la produzione dei compositi a matrice metallica, tra le quali si possono citare: il diffusion bonding, la metallurgia delle polveri, varie tecniche di colata, di infiltrazione e di deposizione, etc. Le tecniche più complicate (per esempio la metallurgia delle polveri) da una parte forniscono i materiali con le migliori prestazioni, dall'altra sono certamente meno economiche. Per l'impiego nel settore automobilistico è di fondamentale importanza che il materiale abbia un costo il più possibile ridotto.

I compositi rinforzati con rinforzo discontinuo (particelle, fibre corte o whiskers) sono i meno costosi e proprio per questo sono quelli che hanno trovato una più ampia applicazione in un settore dal largo consumo come quello automobilistico. Rispetto agli altri tipi di compositi infatti presentano il vantaggio di poter essere prodotti impiegando i metodi di produzione simili a quelli già impiegati per la fabbricazione dei materiali monolitici.

Tra le tecniche che prevedono l'utilizzo dell'alluminio fuso, quelle di infiltrazione sono forse le più promettenti. Per ottenere un buon legame interfacciale di solito si ricorre all'applicazione di una forte pressione sul metallo fuso sia durante l'infiltrazione che durante la solidificazione. Ciò comporta l'impiego di impianti complicati e costosi, che innalzano in ultima analisi il prezzo del prodotto finale. Recentemente è stato sviluppato un processo di infiltrazione molto interessante che si basa su di una particolare tecnica di infiltrazione senza pressione. E' stato osservato che sotto alcune specifiche condizioni è possibile ottenere dei pezzi con buone proprietà senza l'applicazione di alcuna forza esterna. Ciò consente di ridurre al minimo le sollecitazioni a cui è sottoposto il rinforzo durante la produzione del composito e quindi di ridurre il numero di particelle danneggiate alla fine del processo di fabbricazione. Questa tecnica è stata brevettata dalla Lanxide con il nome di Primex® (pressureless metal infiltration process) per i compositi a matrice metallica e Dimox® (direct metal oxidation process) per quelli a matrice ceramica. Attualmente esistono già molti componenti realizzati con queste tecniche. [10-12]

Un lingotto di alluminio viene posto sopra un letto contenente il materiale di rinforzo che si trova all'interno di uno stampo in materiale refrattario. Il tutto viene posto all'interno di un forno con atmosfera controllata priva di ossigeno contenente azoto. Successivamente si incrementa la temperatura (200 °C/h) fino alla temperatura massima voluta e lo si mantiene a tale temperatura per un prefissato tempo, quindi lo si lascia raffreddare fino a 675°C prima di rimuovere lo stampo dal forno e lasciarlo raffreddare fino a temperatura ambiente

I parametri che influenzano il processo sono principalmente: la composizione della lega (in particolare il tenore di magnesio), la temperatura ed il tempo del processo, il contenuto di azoto nell'atmosfera del forno. Si è visto che soltanto con la presenza simultanea del magnesio e dell'azoto e sotto precise condizioni operative, si ottiene l'infiltrazione spontanea del rinforzo. Basta l'assenza di uno di questi due elementi perché l'infiltrazione sia insufficiente. Il magnesio agisce sulla bagnabilità del rinforzo, nel senso che fa diminuire la tensione superficiale del metallo, l'angolo di contatto e la tensione solido liquido, in più promuove la formazione di reazioni all'interfaccia. L'effetto dell'azoto non è ancora chiaro, l'unica cosa certa è che solo l'azione sinergica dei due elementi fa sì che avvenga l'infiltrazione spontanea.

Con questo lavoro si è voluto studiare in un DRA realizzato con questa tecnica il comportamento a frattura, particolarmente per quanto riguarda la tenacità e la fatica in termini di velocità di propagazione della cricca.

## 2. Materiali e tecniche

Il materiale esaminato è un composito in lega di alluminio e magnesio al 2.2 %, rinforzato con particelle

di allumina in frazione volumetrica pari al 35% e prodotto mediante la tecnica dell'infiltrazione senza pressione.

I provini sono stati prelevati mediante taglio da piastre di 10 mm di spessore.

Sono state eseguite prove di trazione per la determinazione di  $R_m$ ,  $R_{0.2}$ ,  $A\%$  ed  $E$ , prove di tenacità con provini del tipo CT secondo la norma ASTM E399 e prove per la determinazione della velocità di propagazione della cricca di fatica sempre con provini del tipo CT secondo la norma ASTM E647. Le prove di fatica sono state eseguite con una macchina XSFP 853 della ditta Italsigma di Forlì. I carichi sono generati da un elettromagnete ed opportunamente amplificati. I carichi, sinusoidali, avevano rapporti  $R=P_{min}/P_{max}$  pari a 0.7, 0.5, 0.3 e 0.15 con carico massimo di 3500 N e frequenza 10 Hz. Le prove sono state eseguite in condizioni ambientali di laboratorio. La misura della cricca è stata effettuata mediante un microscopio ottico ( $\times 40$ ). Le misure sono state elaborate con opportuni programmi per la determinazione dei valori  $da/dN$  vs.  $\Delta K$ . I punti sperimentali sono stati elaborati con i modelli semiempirici di Paris [13] e di Collipriest [14].

È stato effettuato un accurato esame metallografico delle strutture del composito e frattografico delle superfici di frattura con microscopio ottico ed elettronico (SEM) corredato da analisi EDS:

### 3. Risultati e discussione

#### 3.1 Analisi metallografica.

In figura 1 si riporta una micrografia ottica in cui si può notare come le particelle di rinforzo presentino una forte irregolarità nella loro distribuzione all'interno della matrice; esse tendono a raggrupparsi in agglomerati (clusters). Analizzando la struttura ad ingrandimenti maggiori (fig. 2a e b) questi agglomerati appaiono di due tipi: alcuni sono bene infiltrati dalla matrice, mentre altri risultano scarsamente infiltrati. È stata calcolata l'estensione occupata dai clusters e si è ottenuto un valore pari a circa il 60 %. La restante parte del materiale non coperta dagli agglomerati è costituita dalla matrice in cui si trovano disperse alcune particelle di dimensioni non troppo elevate. Le dimensioni medie delle particelle di  $Al_2O_3$  si aggirano intorno ai 4  $\mu$  m. Si osserva che esistono particelle piccole e grandi. Le prime hanno forma e dimensioni abbastanza omogenee ed i clusters formati principalmente da queste sono ben infiltrati dalla matrice. Le seconde hanno forme svariate e si trovano in genere raggruppate nei clusters scarsamente infiltrati dalla matrice. Le particelle sono tutte integre, contrariamente a quanto è stato osservato in altri lavori riguardanti compositi simili prodotti con altre tecnologie come per esempio lo squeeze casting o il compocasting. Ciò rappresenta sicuramente un vantaggio dal momento che il rinforzo sarà in grado di sopportare meglio il carico trasferitogli dalla matrice durante le sollecitazioni meccaniche esterne.

Per quanto riguarda la matrice essa è costituita da una lega di alluminio contenente circa il 2.2 % di magnesio, come confermato anche dall'analisi EDS. Non è stata notata la presenza di alcun precipitato di dimensioni risolubili. Per quanto riguarda il magnesio si nota invece una sua maggiore concentrazione associata a presenza di ossigeno ai bordi dei clusters; ciò fa supporre che in queste zone si possa essere formato lo spinello  $MgAl_2O_4$  od altri composti del magnesio come  $MgO$ . [15,16]

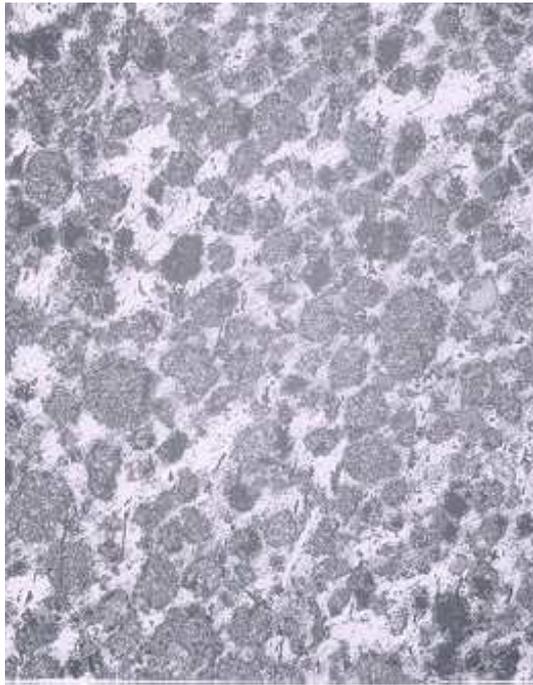


Figura 1 Micrografia del composito ( $\times 100$ )

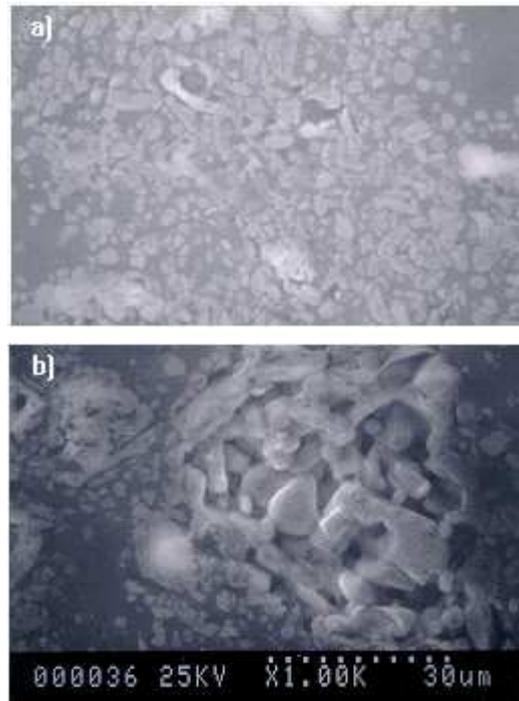


Figura 2 Struttura degli agglomerati

### 3.2 Prove meccaniche

In tabella 2 sono riportate le proprietà meccaniche desunte dalle prove di trazione e di tenacità sul composito esaminato, confrontate con quelle di altri compositi precedentemente studiati realizzati con la tecnica dello squeeze casting [17,18] e con quelle di due leghe monolitiche Al-Mg. Si osserva chiaramente che si ottiene un valore elevato solo per quanto riguarda il modulo elastico E, mentre è molto basso il valore dell'allungamento a rottura A%. Il valore della tenacità ( $K_{IC}$ ), indicato in tabella come valore medio di tre prove (13.9, 14.0 e 14.1), confrontato con quelli degli altri compositi, si colloca nella fascia di valori caratteristici di questa classe di materiali, tenendo però presente che questo composito contiene una quantità maggiore di rinforzo.

Il valore della tenacità può anche essere orientativamente confrontato con quello relativo ad una lega Al-4.4 Mg. Ci si rende subito conto che l'aggiunta del rinforzo ceramico provoca un sensibile infragilimento del materiale, peraltro già evidente dal confronto dell'allungamento a rottura del composito con quello della lega non rinforzata.

I valori sperimentali delle prove di fatica eseguite hanno fornito i grafici riportati in figura 3. Relativamente a ciascun rapporto di carico, dalle curve a vs. N, sono stati elaborati sia i punti sperimentali da/dN vs.  $\Delta K$ , che le curve di Collipriest che interpolano mediante

Tabella 2 Proprietà meccaniche del composito studiato confrontate con quelle di compositi realizzati con una diversa tecnica e di leghe Al-Mg non rinforzate.

Composito	$R_m$ MPa	$R_{0.2}$ MPa	A%	E GPa	$K_{IC}$ MPa $\sqrt{m}$
Al-2.2 Mg+ 35%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (P)	205	155	1.95	135	14

A356+15%SiC(p)	330	317	0.75	90	16
AS9C1G+20% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> FC	250	145	2.5	88	11.5
2014+20% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub> FC	343	327	0.5	92	13.1
Al-2Mg	200	65	18	70	---
Al-4.4Mg (5083)	290	145	25	70.3	27

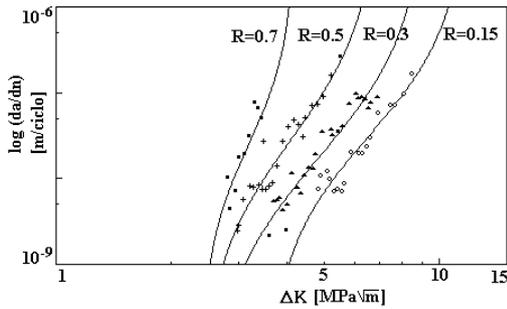


Figura 3 Curve da/dN vs  $\Delta K$  del composito esaminato a diversi R

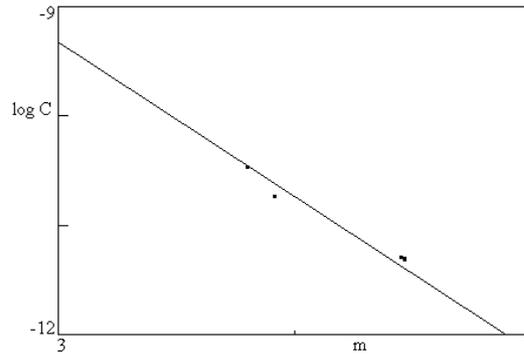


Figura 4 Relazione tra i coefficienti C e m dell'equazione di Collipriest

Tabella 3 Coefficienti della relazione di Collipriest e  $\Delta K_{th}$

R	$\Delta K_{th}$	C	m
0.7	1.9	$2.031 \times 10^{-11}$	3.625882
0.5	2.4	$3.526 \times 10^{-11}$	3.807442
0.3	2.9	$1.898 \times 10^{-11}$	3.92134
0.15	3.8	$5.048 \times 10^{-12}$	4.468367

un'equazione semiempirica i dati sperimentali. Nella tabella 3 sono riportati i valori dei coefficienti della relazione di Collipriest C e m derivanti dall'interpolazione ed i valori del  $\Delta K_{th}$  ottenuti mediante il metodo grafico proposto nella norma ASTM E647. Per ciascuna prova sono stati individuati i punti sperimentali con velocità inferiore a  $1 \times 10^{-8}$  m/ciclo, questi punti sono stati interpolati con una retta di Paris. Il punto di intersezione tra queste rette ed una retta parallela all'asse delle ascisse ( $\Delta K$ ) e che interseca quello delle ordinate (da/dN) in corrispondenza del valore  $1 \times 10^{-10}$  m/ciclo, fornisce il valore cercato. In figura 4 sono mostrati i valori di log C riportati in funzione di m. Il grado di correlazione della retta che interpola su tale piano i punti relativi alle varie prove è pari a 0.98.

Osservando il grafico di figura 3, si può notare come ci sia un sensibile spostamento delle curve verso sinistra al diminuire di R. Ciò è segno della notevole influenza che hanno gli effetti di chiusura sulla propagazione della cricca di fatica in questo materiale. Gli effetti di chiusura sono principalmente dovuti alle deflessioni che subisce la cricca durante la propagazione ed agli sfasamenti tra le due superfici di frattura che fanno sì che si producano dei precontatti tra le due superfici che impediscono la completa chiusura della cricca stessa. L'importanza di questo fenomeno è stata discussa in un precedente lavoro presentato in IGF 13[19].

Nelle figure 5a e b vengono confrontate le velocità di propagazione della cricca di fatica del composito in esame con quelle degli altri compositi riportati in tabella 2 rispettivamente per  $R=0.15$  e  $R=0.3$ . Il composito in esame presenta un miglior comportamento a fatica e questo si evince dal fatto che le curve ad esso relative sono spostate più a destra rispetto a quelle degli altri tre materiali. Soltanto il composito A356+15%SiC<sub>p</sub> si avvicina al materiale esaminato. Tuttavia questo comportamento si riscontra solo a  $R=0.15$ . Ad elevati valori di  $\Delta K$  le due curve si intersecano. In questa zona la velocità di propagazione della cricca risulta principalmente influenzata dal valore della tenacità a frattura del materiale che in effetti per il composito A356+15%SiC<sub>p</sub> è maggiore. I valori del  $\Delta K_{th}$  sono confrontabili tra loro per tutti i compositi specialmente per il valore

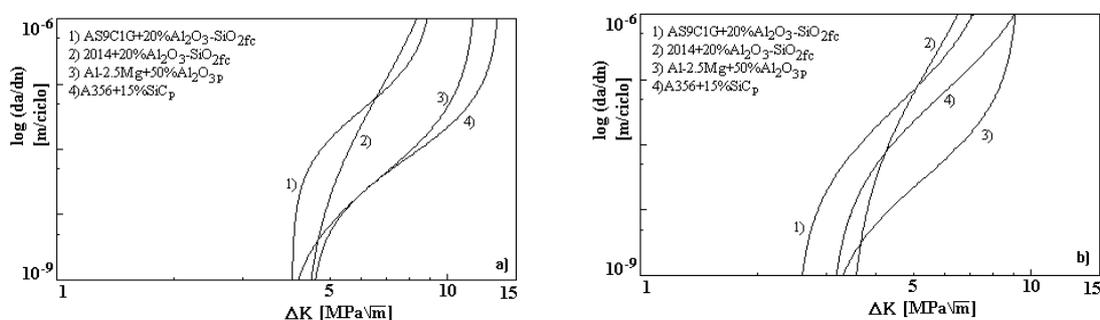


Figura 5 Confronti tra le curve di Collipriest del composito esaminato e di altri tre compositi realizzati con una differente tecnica a  $R=0.15$  (a) e  $R=0.3$  (b).

più basso del rapporto di carico R. Un'altra osservazione emerge dall'analisi dei grafici: la pendenza del tratto di propagazione stabile per il composito esaminato (zona di validità della legge di Paris) è analoga a quella degli altri compositi fatta eccezione per il composito 2014+20%(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+SiO<sub>2</sub>)<sub>fc</sub>. Come è stato osservato anche da altri studiosi [8], il fatto che quest'ultimo composito abbia una matrice molto meno duttile e più altoresistenziale delle altre può rappresentare un vantaggio nella zona del threshold perché la cricca impiega più tempo per innescarsi e cominciare a propagare. D'altro canto rappresenta anche uno svantaggio perché gli incrementi della velocità di propagazione della cricca sono più elevati rispetto agli altri compositi, e ciò rende meno controllabile il suo avanzamento.

### 3.3 Analisi frattografica

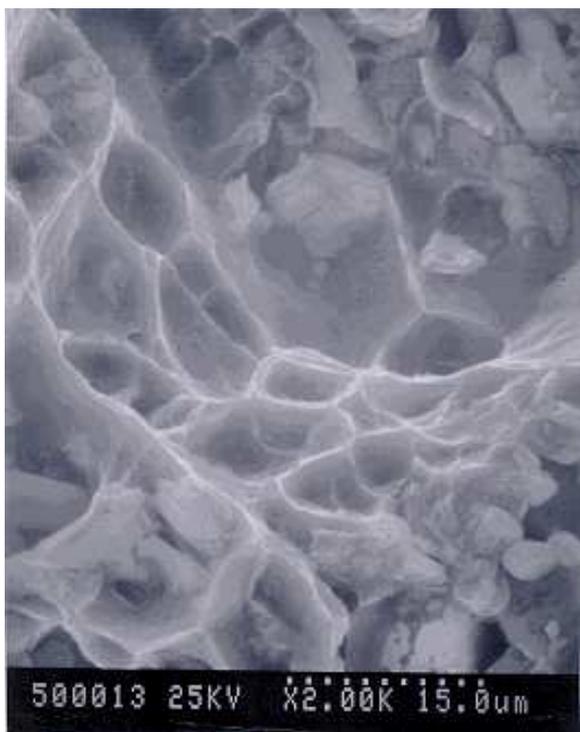
Tutte le superfici di frattura del materiale in esame sono caratterizzate da una struttura a rete con la matrice che scorre in maniera plastica attorno agli agglomerati (figure 6 e 7). All'interno degli agglomerati non vengono mai individuate particelle di allumina fratturate; esse risultano in genere decoese. Soltanto sulle superfici di frattura dei provini rotti a fatica e soltanto nelle zone corrispondenti ad elevate sollecitazioni vengono individuate sporadicamente particelle fratturate.

La matrice, come già detto, cede in maniera essenzialmente duttile. Sulle superfici dei provini rotti a trazione (trazione e tenacità) sulla rete di matrice deformata che circonda gli agglomerati sono chiaramente visibili i dimples caratteristici della frattura duttile (figura 6). Su quelle dei provini rotti a

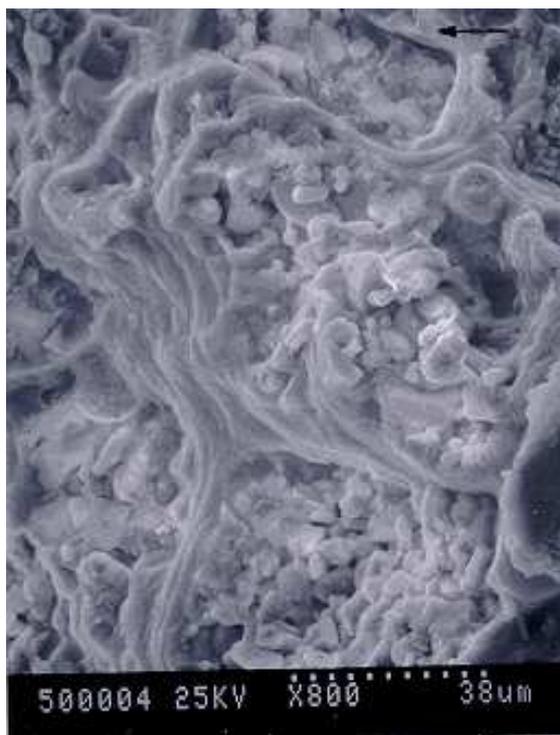
fatica sono invece chiaramente visibili striatura di fatica (figura7).

#### 4. Conclusioni

Il composito Al-2.2 Mg+35%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(p) realizzato con la tecnica dell'infiltrazione senza pressione presenta un comportamento fratturistico confrontabile con quello degli altri compositi realizzati con tecniche più sofisticate e costose. In particolare la tenacità si colloca nei valori medi caratteristici di questa classe di compositi, mentre le velocità di propagazione della cricca di fatica sono inferiori. Tutto questo è ottenibile anche con una maggiore frazione volumetrica di rinforzo rispetto agli altri compositi. Ciò comporta anche un incremento significativo del modulo elastico E.



*Figura 6 Superficie di frattura di un provino rotto a trazione (K<sub>IC</sub>).*



*Figura 7 Superficie di frattura di un provino rotto a fatica.*

#### Bibliografia

1. P. Appendino, F. Cipri, F. Taricco, L. De Donatis, in "I materiali compositi a matrice metallica: fabbricazione, proprietà e applicazioni"(AIM), 221, aprile 92
2. P. Rohatgi, *IOM*, 10, aprile 1991
3. J.E. Allison, G.S. Cole, *JOM*, 93, gennaio 93
4. A. Mortensen, in "Fabrication of particulate reinforced metal composites", Montreal, settembre 1990, ASM International, 217.
5. W. H. Hunt, J.T.M. Osman, J.J. Lewandoski, *JOM*,30, gennaio 1993.
6. M. Levin, B. Karlsson, *Composites*, 24, 288, (1993)
7. N. J. Hurd, *Mat. Sci. Tech*, 4, 513, 1988.
8. N.J. Musson, T.M. Yue, *Mater. Sci. Eng.*, A135, 237, (1991)

9. Y. Sugimura, S. Suresh, *Metall. Trans A*, 23A, 2231, (1992)
10. M.K Aghajanian, M.A. Rocazella, J.T. Burke, S.D. Keck, *J. Mater. Sci.*, 26, 447, (1991)
11. Y. Kajkawa, T. Nukami, M.C. Fleming, *Met. Mat. Trans A*, 26A, 2155, (1995)
12. A.W. Urquhart, *Mat Sci. Eng.*, A144, 75, (1991).
13. P.C. Paris, F. Erdogan, *J Basic Eng.*, 85n, 528, (1963)
14. J.E. Collipriest, R.Y. Ehret, C. Thatcher, "*Fracture mechanics equation for cyclic crack growth*", Technology utilisation report MFS 22447 NASA USA (1973)
15. C.G. Levi, G.J. Abbaschian, R. Mehrabian, *Met. Trans A*, 9A, 697, (1978)
16. J.C. Lee, J. Lee, H.I. Lee, *Scr. Mat.*, 35, 721, (1996)
17. F. Felli, A. Brotzu, E. Di Russo, F. Pinna, *Mat. Sci. Tech.*, 13, 420, (1997)
18. F. Felli, A. Brotzu, E. Di Russo, F. Pinna, in *Euromat 95*, Padova Venezia, Settembre 1995, vol. 1, 131.
19. F. Felli, A. Brotzu, in *IGF 13*, Cassino 27-28 maggio 1997, 359.

## Atti del convegno

[ [Precedente](#) ] [ [Successiva](#) ]

Versione HTML realizzata da

