



Agenzia Nazionale per le Nuove Tecnologie,  
l'Energia e lo Sviluppo Economico Sostenibile



*Ministero dello Sviluppo Economico*

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Analisi SEM/EDS di schiume AFS

*A. Rinaldi, L. Pilloni*

Report RdS/2011/199

ANALISI SEM/EDS DI SCHIUME AFS

A. Rinaldi, L. Pilloni (ENEA)

Settembre 2011

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

Area: Razionalizzazione e risparmio nell'uso dell'energia elettrica

Progetto: Studio per lo sviluppo di materiali innovativi per il risparmio di energia nel settore elettrico con particolare attenzione ai materiali per i mezzi di trasporto collettivi: Nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

Responsabile Progetto: Giovanni Pede, ENEA

## Inquadramento programmatico.

Il Presente Report si inquadra nella Ricerca di Sistema Elettrico svolta dall'ENEA nell'ambito del relativo Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA.

La Ricerca di Sistema ha come obiettivo l'innovazione del Sistema Elettrico per migliorarne l'economicità, la sicurezza e la compatibilità ambientale, assicurando al Paese le condizioni per uno sviluppo sostenibile.

Per lo svolgimento delle attività di ricerca e sviluppo previste dal Piano Triennale della Ricerca di Sistema Elettrico il Ministero dello Sviluppo Economico ha stipulato Accordi di Programma con ENEA, CNR ed ERSE.

Le attività sono finanziate attraverso un fondo alimentato dalla componente A5 della tariffa di fornitura dell'energia elettrica, il cui ammontare viene stabilito dall'Autorità per l'Energia Elettrica e il Gas.

Nell'Accordo di Programma sono previsti temi di ricerca fondamentale e studi di carattere sistemico e prenormativo a totale beneficio dell'utente di sistema elettrico nazionale.

Le ricerche sono condotte dall'ENEA in collaborazione con le principali Istituzioni universitarie nazionali (oltre 28 Atenei e 65 diversi Dipartimenti coinvolti) e con le partecipate SOTACARBO e FN Nuove Tecnologie Avanzate. Nell'ambito dell'Accordo di Programma Triennale, l'ENEA ha terminato le attività terzo anno di attività.

L'accordo è meglio definito da un piano annuale di realizzazione, suddiviso in Attività. Ogni attività ha un contesto scientifico-programmatico di riferimento, suddiviso in aree e tematiche di ricerca, in ognuna delle quali sono definiti specifici progetti di ricerca, a loro volta suddivisi in obiettivi da perseguire.

Nel dettaglio, l'inquadramento programmatico completo del presente report è il seguente:

**Accordo di Programma MSE-ENEA:** Attività di ricerca e sviluppo di interesse generale per il sistema elettrico nazionale

**Piano Triennale 2006-2008**

**Piano annuale di realizzazione Terza annualità (2008-2009):** da realizzarsi tra l'ottobre 2010 ed il settembre 2011

**Attività:** Risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

**Area di riferimento:** razionalizzazione e risparmio nell'uso dell'energia elettrica

**Tematica di ricerca:** risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto elettrici

**Progetto 3.5:** studio per lo sviluppo di materiali innovativi per il risparmio di energia nel settore elettrico con particolare attenzione ai materiali per i mezzi di trasporto collettivi: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

**Obiettivo E:** Analisi dello stato dell'arte e qualificazione chimico/fisica di AFS standard e sviluppo di processi di schiumatura innovativi

## **SOMMARIO**

	Abstract .....	5
<b>1</b>	<b>ESAME SEM .....</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>ESAME EDS .....</b>	<b>10</b>
<b>3</b>	<b>Risultati .....</b>	<b>19</b>
<b>4</b>	<b>COMMENTO FINALE.....</b>	<b>19</b>

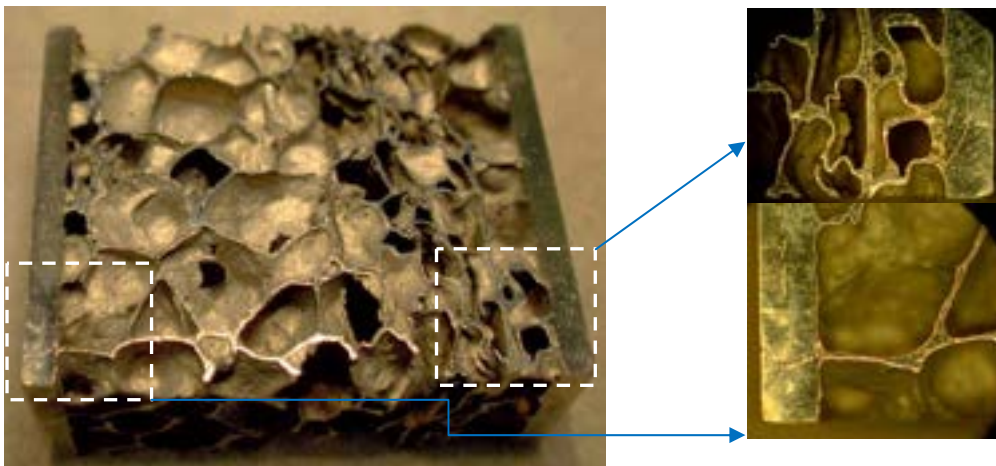
### **Abstract**

Il presente lavoro è svolto nell'ambito del Progetto "Risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto". In particolare esso rappresenta un approfondimento dell'analisi di microscopia SEM-EDS effettuata da RM3 rapporto RdS/2011/200.

Solo la schiuma e' stata oggetto di questa ulteriore caratterizzazione e non i precursori. Inoltre, il campione è stato esaminato con rilevatore EBDS di un SEM a maggiore risoluzione (Field emission vs LaB6) per meglio evidenziare ed analizzare le seconde fasi.

### **1 ESAME SEM**

La preparazione del campione ha previsto il taglio un campione di schiuma/pelle di dimensioni (FILL IN) compatibili con l'alloggiamento del FEG/SEM LEO 35, vedi Figura 1. E' stata esaminata una sola faccia del campione, opportunamente lucidata a specchio e corrispondente ad una sezione trasversale. Il campione non e' stato inglobato durante la lucidatura per non contaminarlo ed osservare le porosità'.



**Figura 1: Foto campione esaminato.**

L'analisi SEM e' stata condotta utilizzando prevalentemente il rilevatore dei retrodiffusi (EBSD detector) per ottenere un buon contrasto composizionale tra le varie fasi presenti, come illustrato nella Figura 2 (ALTO). La maggiore attenzione e' stata rivolta all'esame dell'interfaccia. Come mostrato in Figura 2 (BASSO) ed in Figura 3, la schiuma e la pelle rappresentano due domini microstrutturalmente distinti.

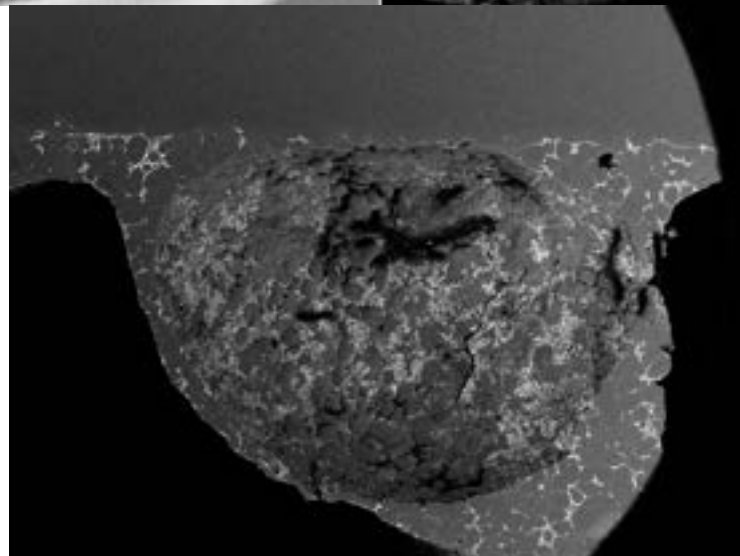
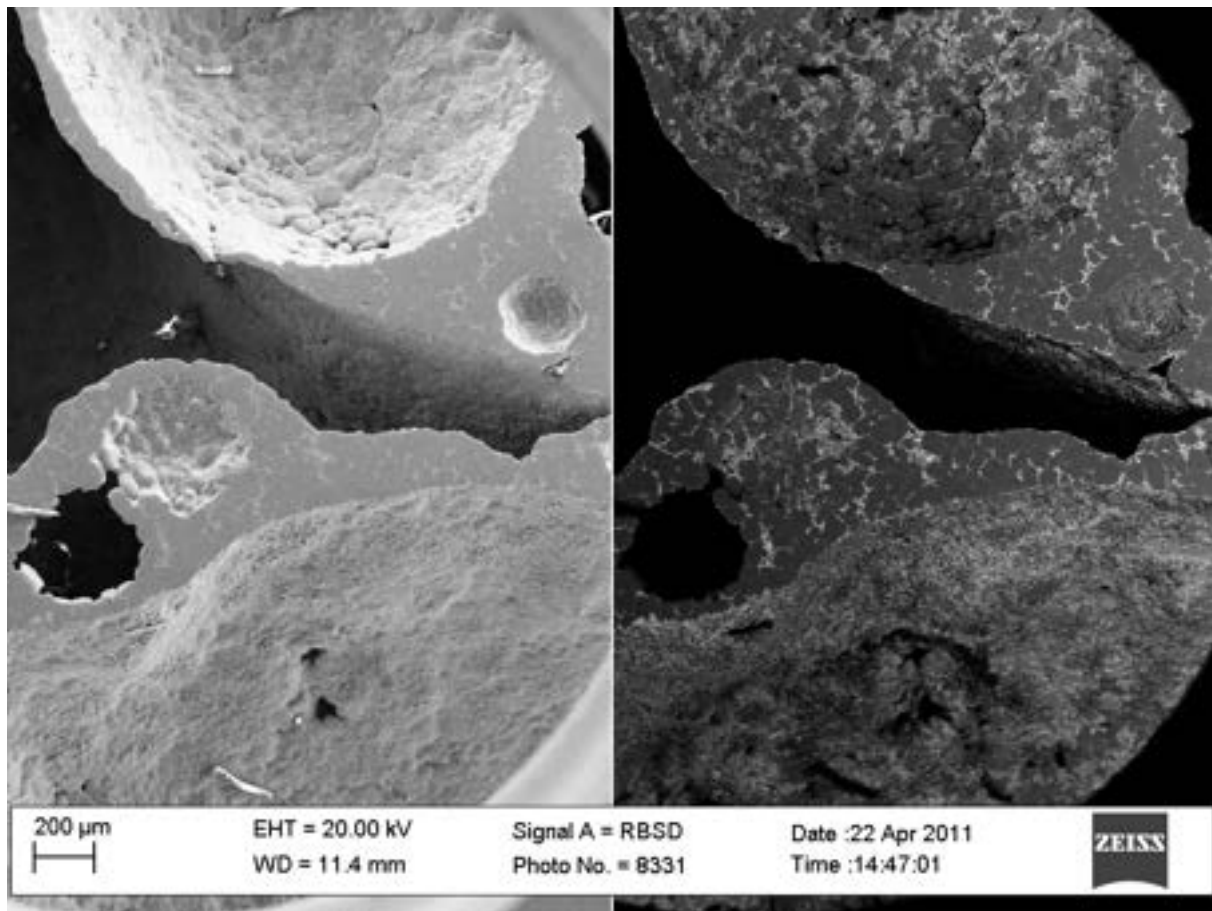
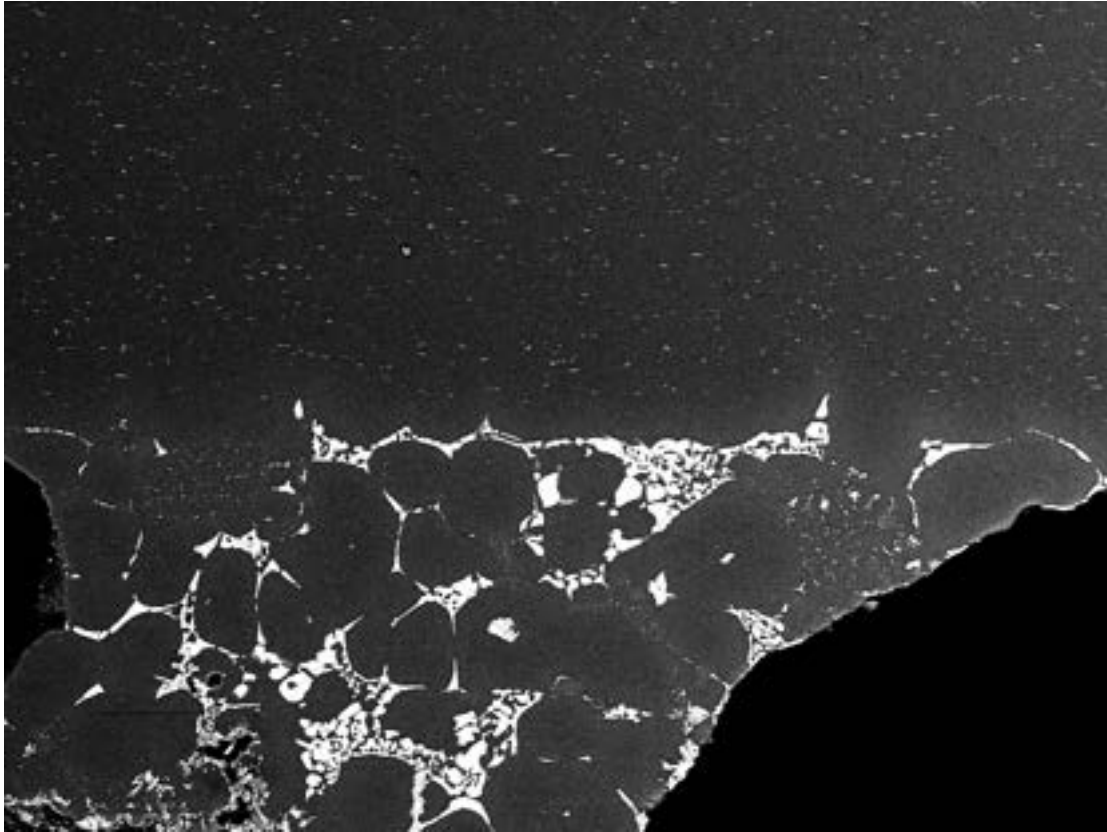


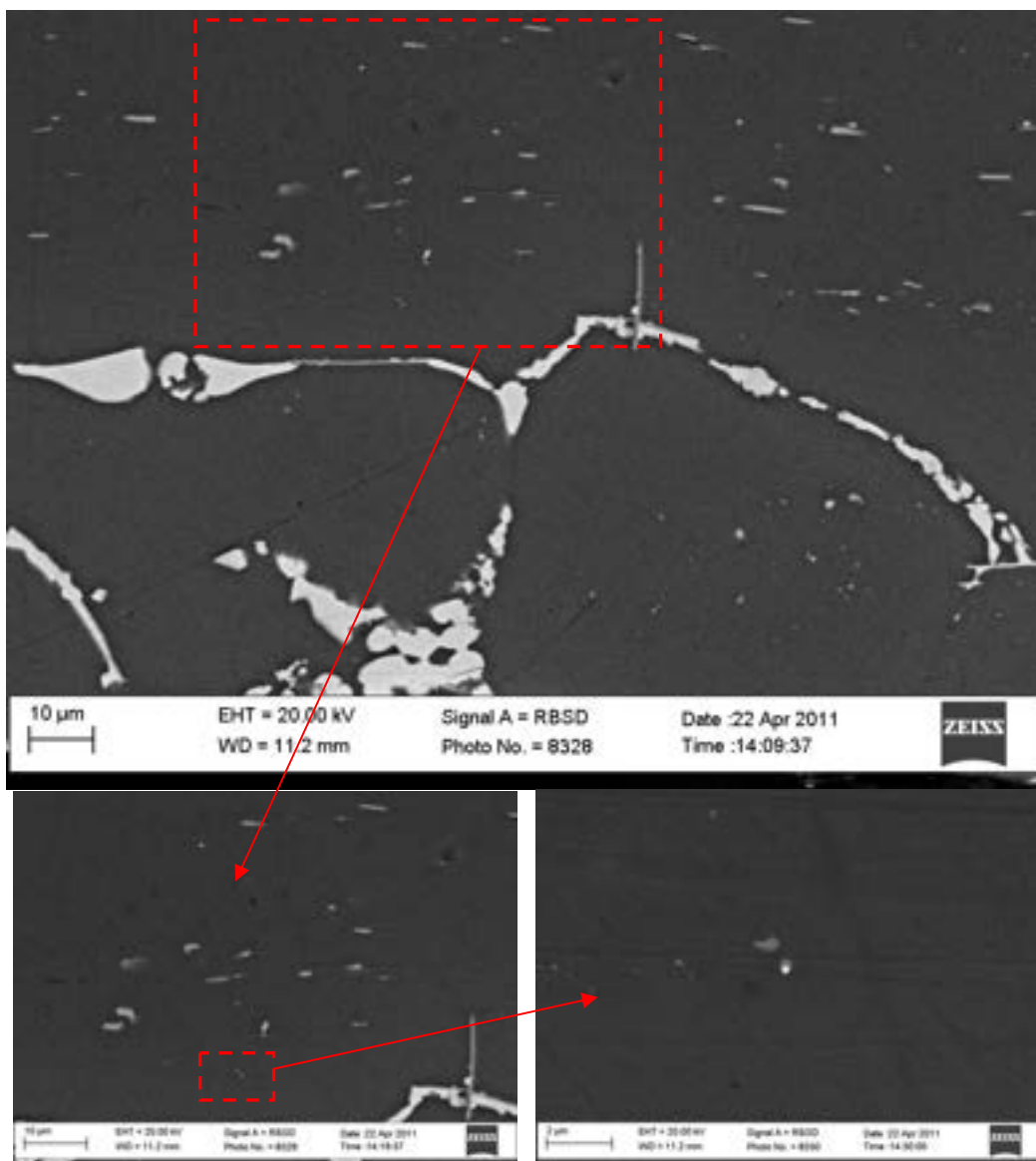
Figura 2: Micrografia SEM della sezione trasversale lucidata. IN ALTO: confronto tra immagine "morfologica" ottenuta da elettroni secondari (sinistra) e quella "composizionale" ottenuta con EBSD (destra) in una regione arbitraria della schiuma. IN BASSO: zona di interfaccia pelle/schiuma - overview.



**Figura 3: Micrografia SEM della sezione trasversale lucidata ottenute con EBSD nella zona di interfaccia pelle/schiuma - ingrandimento.**

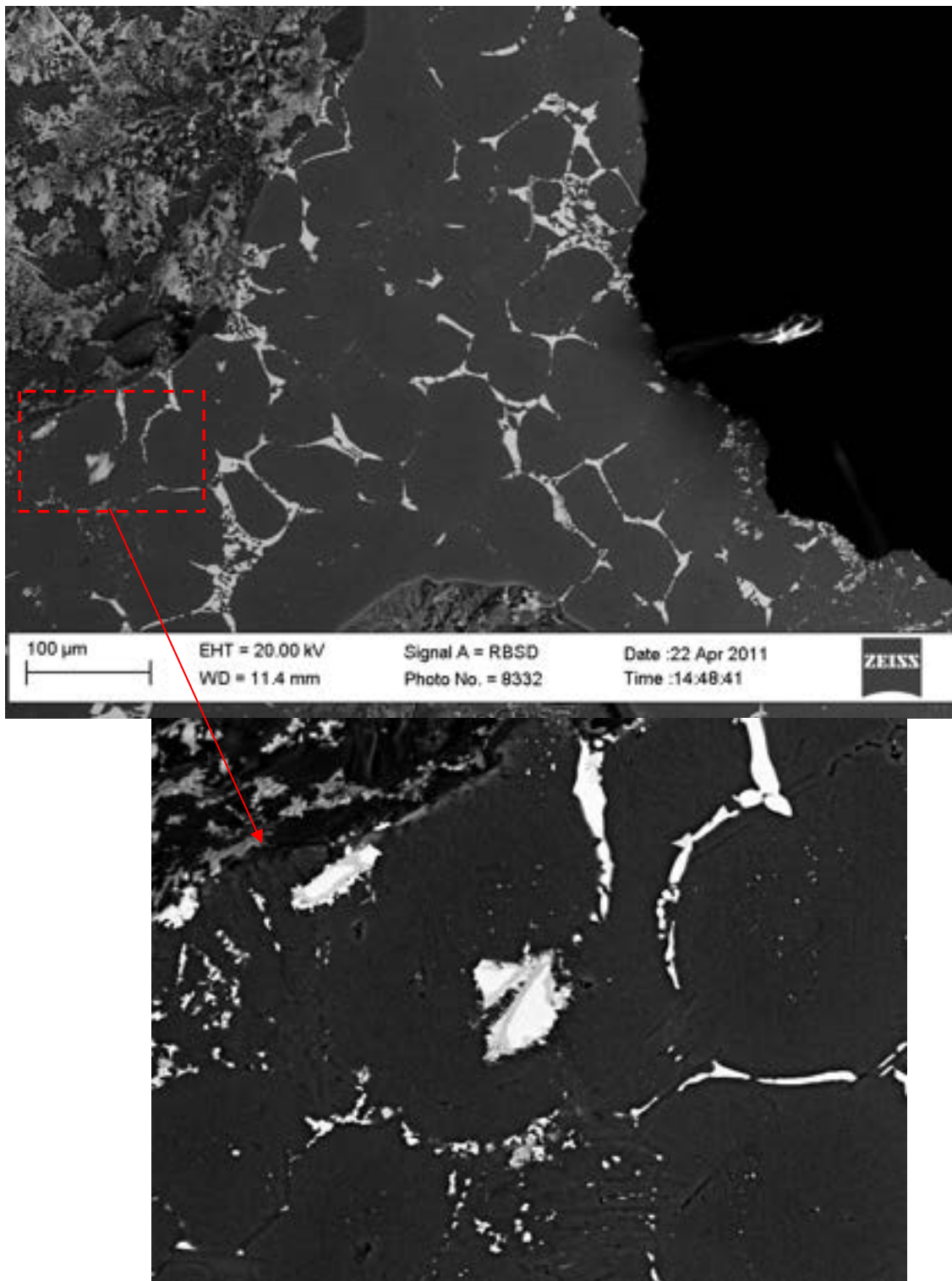
L'EBSD mostra chiaramente che la pelle e la schiuma hanno diversa microstruttura in termini di distribuzione e dimensione delle seconde fasi nella matrice di alluminio. Da queste immagini non emerge alcuna indicazione circa la differenza composizionale tra le matrici di alluminio della pelle e della schiuma. Tuttavia, ad un esame dettagliato, i diversi toni grigio nelle micrografie consentono di distinguere per lo meno 3 fasi differenti, la matrice di alluminio e 2 diverse seconde fasi.

La Figura 4 mostra, in particolare, il dettaglio della pelle, evidenziando che le seconde fasi, contrariamente alla schiuma, sono molto fini, non percolanti e allungate nel verso della laminazione. La Figura 5 mostra che nella schiuma le seconde fasi sono appunto organizzate in forma di reticolo che pervade l'intera matrice alluminosa e rappresentano una quota parte percentuale della microstruttura sostanzialmente maggiore (quantificabile con analisi di immagine se necessario). Il dettaglio ingrandito in Figura 5 mostra chiaramente la presenza di almeno due seconde fasi distinte.



**Figura 4: Micrografie SEM della sezione trasversale lucidata ottenute con EBSD nella zona di interfaccia pelle/schiuma – ingrandimento in dettaglio sulla pelle.**





**Figura 5: Micrografie SEM della sezione trasversale lucidata ottenute con EBSD nella zona della schiuma – ingrandimento in dettaglio sulla sezione della parete della struttura schiumosa.**

## 2 ESAME EDS

La microanalisi EDS ha permesso di approfondire la caratterizzazione della microstruttura con informazioni composizionali. I risultati salienti sono riassumibili come segue

- a) La seconda fase della pelle indicata dal puntatore nelle figure 6 e 7 (sito interesse 1) è un composto Al-Fe-Cu;
- b) Il dettaglio in figura 8 (sito interesse 1) evidenzia l'ulteriore presenza di Pb;
- c) Le seconde fasi della schiuma indicate dal puntatore nelle figure 9 e 10 (sito interesse 1) è un composto Al-Cu, con rame in concentrazione molto maggiore che nella pelle;
- d) Figura 11 (sito interesse 2), la seconda fase aghiforme all'interfaccia torna a contenere Fe;
- e) La seconda fase della schiuma indicata dal puntatore in figura 12 (sito interesse 5) conferma le osservazioni al punto c), i.e. composto Al- Cu ad alta concentrazione di rame;
- f) La **matrice** della schiuma nei punti indicati nelle figure 13 e 14 (sito interesse 5) indicano una lega Al-Cu-Ti e probabilmente Zr (Figura 14) o altro elemento;
- g) Le seconde fasi della schiuma nei punti indicati nelle figure 15 e 16 (sito interesse 6) indica una lega Ti-Si-Al (Al per effetto trasparenza) nel core piu' chiaro e Al-Ti-Si-Cu nella corona (a meno di effetti di trasparenza per Al e Cu);
- h) Lo spettro somma del sito 6 in figura 17 indica la presenza di Al-Ti-Cu;
- i) La seconda fase della schiuma indicate dal puntatore nelle figure 18 e 19 (sito interesse 7) indicano rispettivamente Al-Fe-Cu+Zr-Si (a meno di trasparenze) e Al-Cu (come c) ed e) );
- j) La **matrice** della pelle nella figura 20 (sito interesse 8) sembra essere una lega Al con Ag (vedi zoom spettro) diversamente dalla schiuma f);

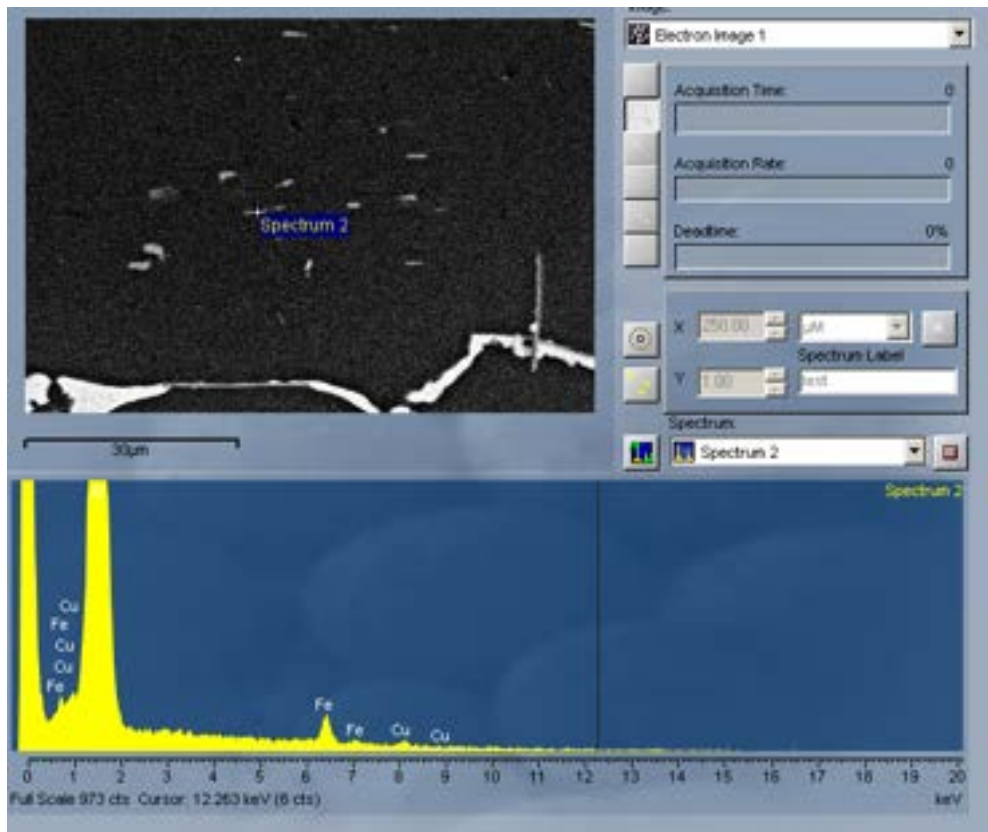


Figura 6: EDS sito di interesse 1, seconda fase nella pelle.

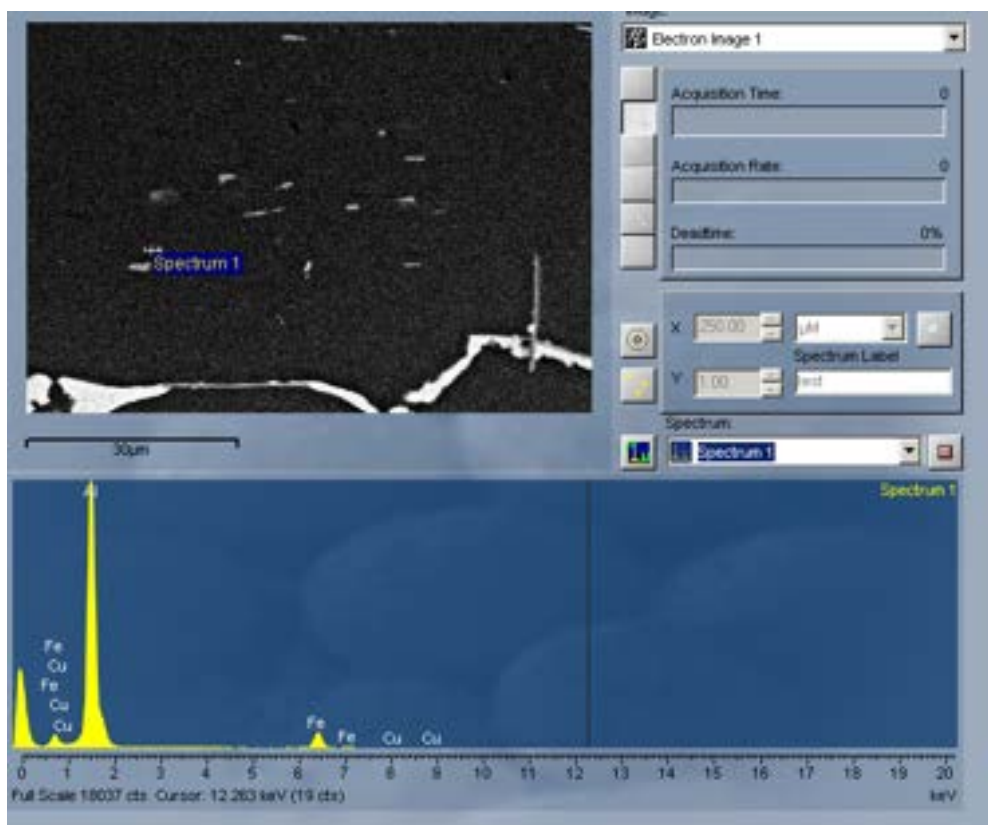


Figura 7: EDS sito di interesse 1, seconda fase nella pelle.

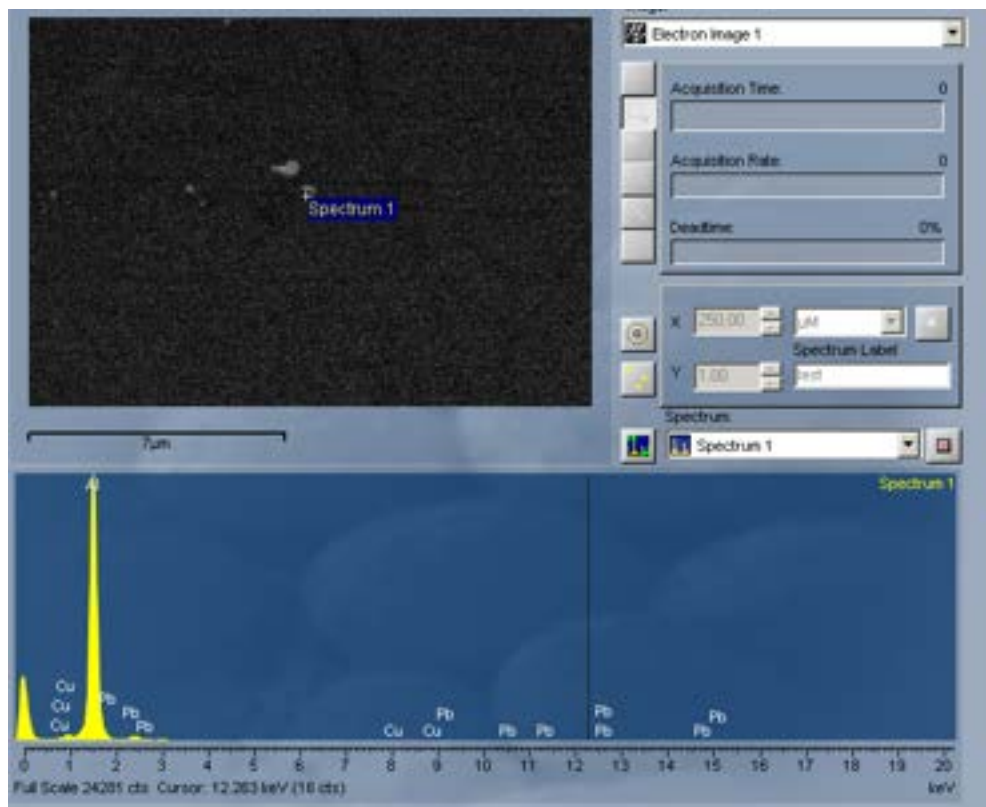


Figura 8: EDS sito di interesse 1, seconda fase nella pelle, dettaglio spot piu' chiaro.

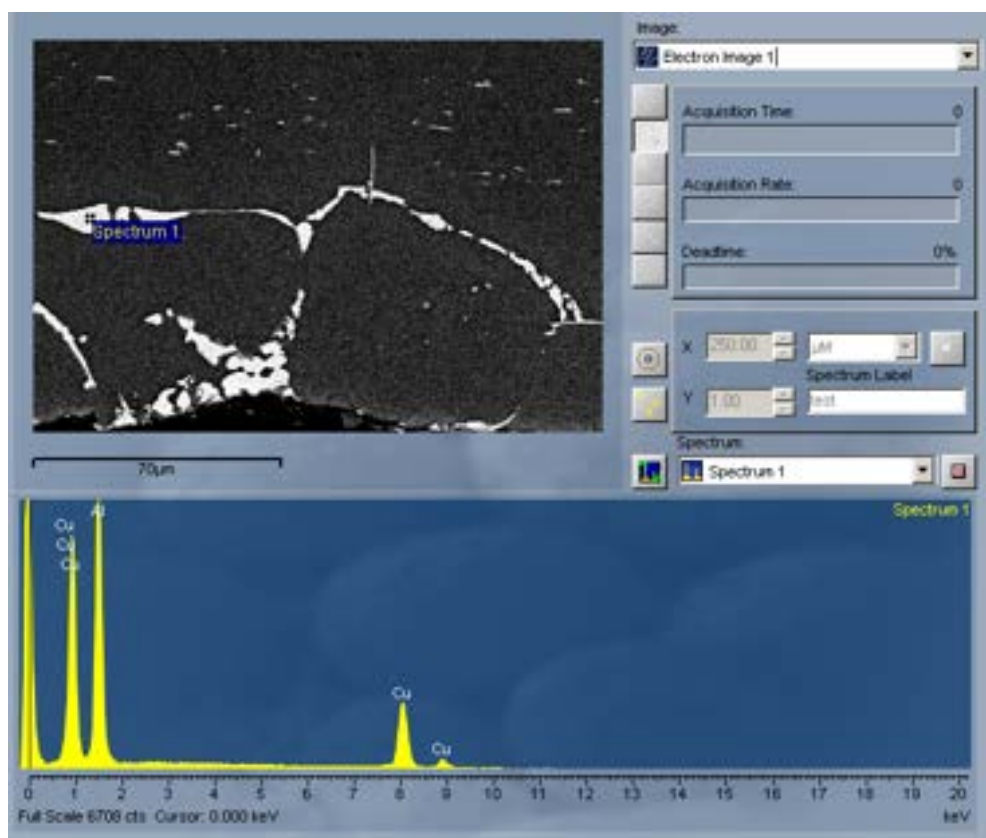


Figura 9: EDS sito di interesse 1, seconda fase nella schiuma.

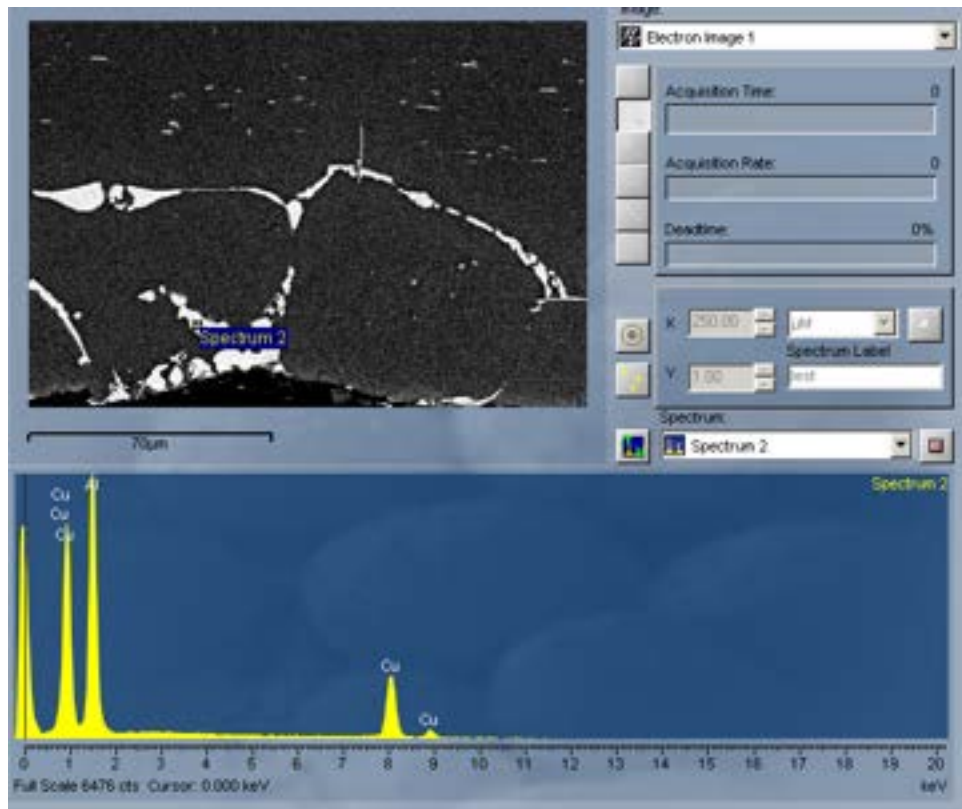


Figura 10: EDS sito di interesse 1, seconda fase nella schiuma.

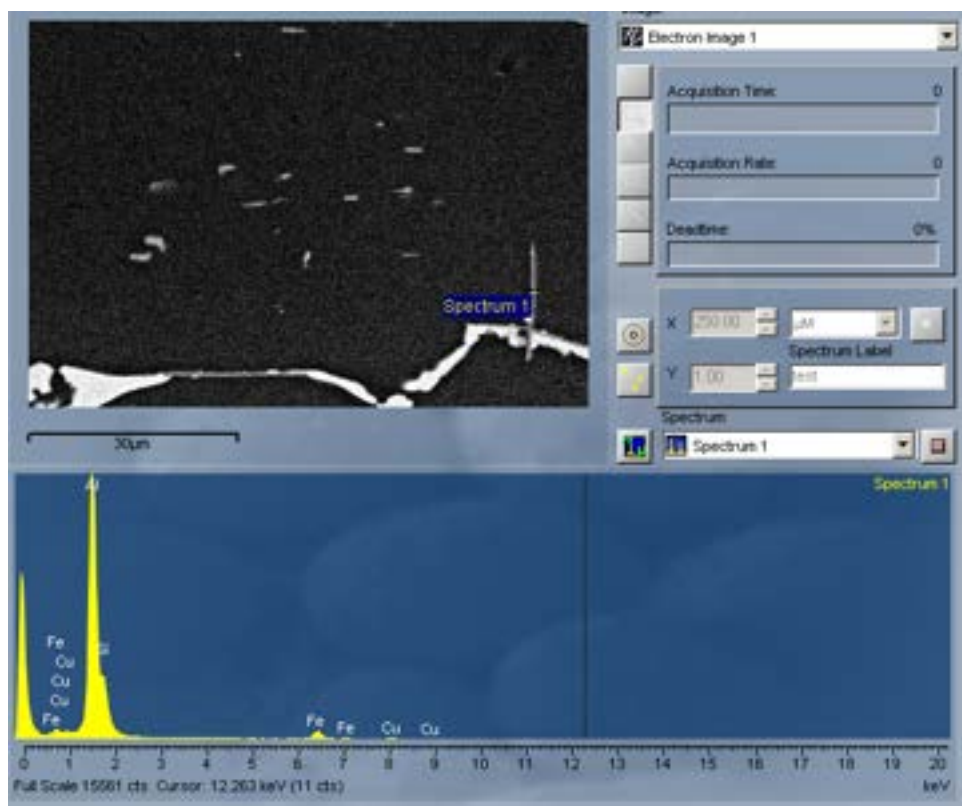


Figura 11: EDS sito di interesse 2 (zoom dal precedente), seconda fase all'interfaccia pelle/schiuma.

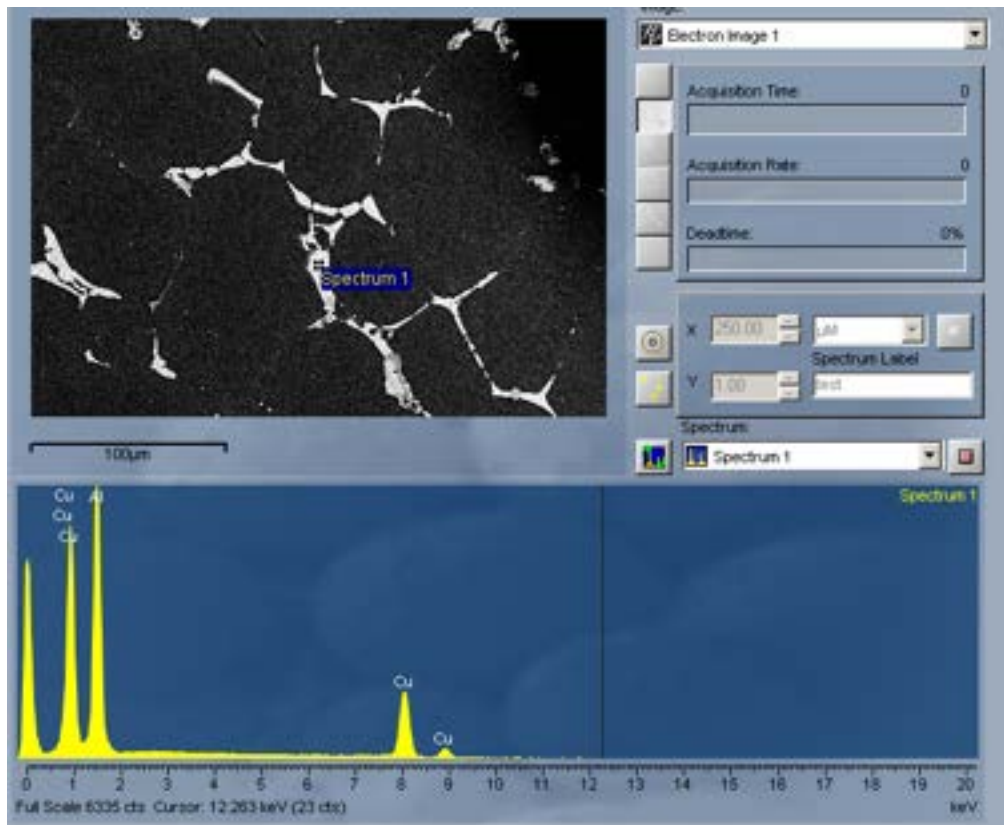


Figura 12: EDS sito di interesse 5, seconda fase nella schiuma.

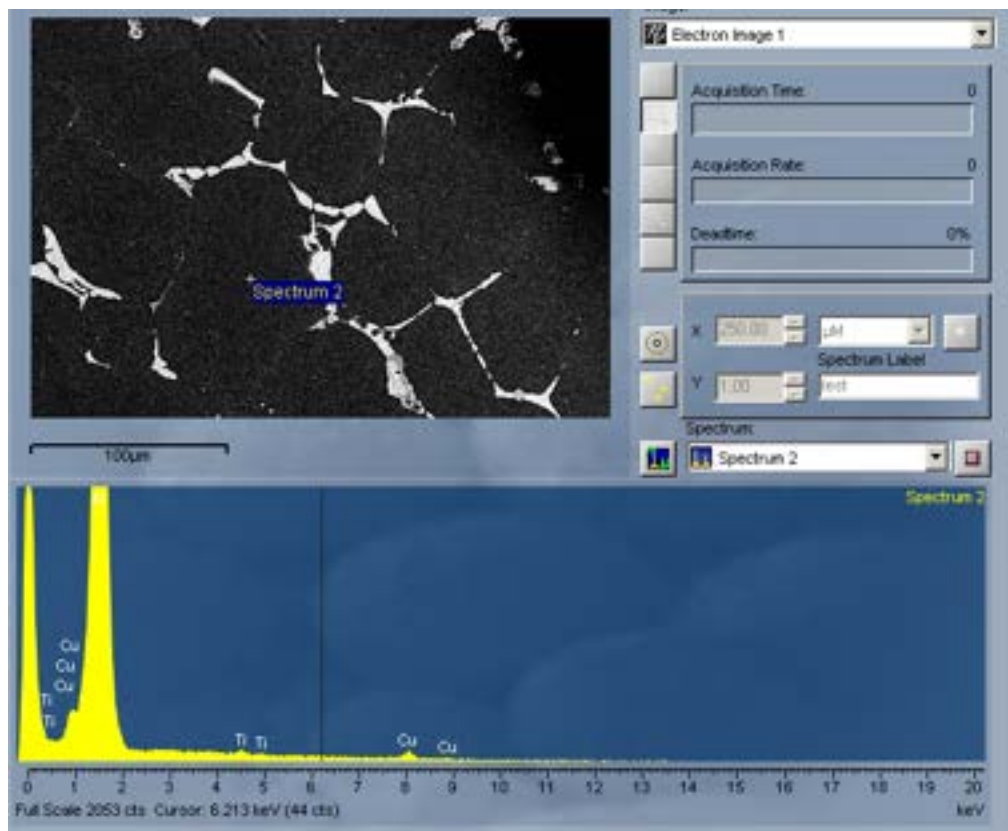


Figura 13: EDS sito di interesse 5, matrice nella schiuma.

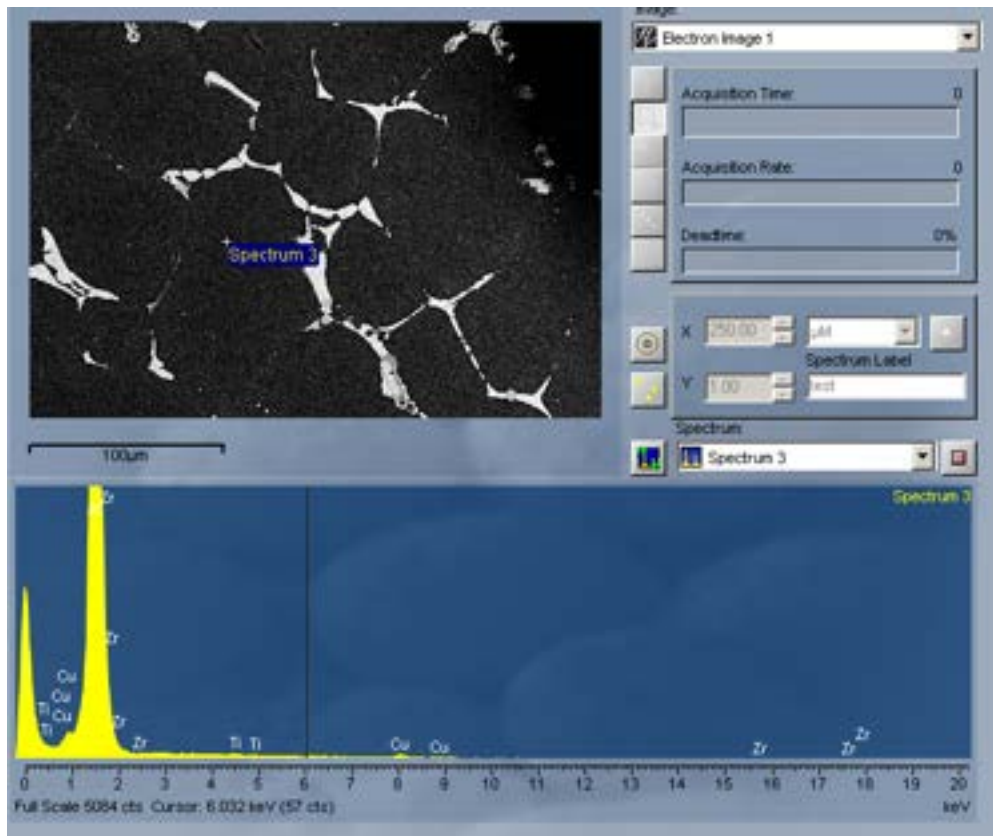


Figura 14: EDS sito di interesse 5, matrice nella schiuma.

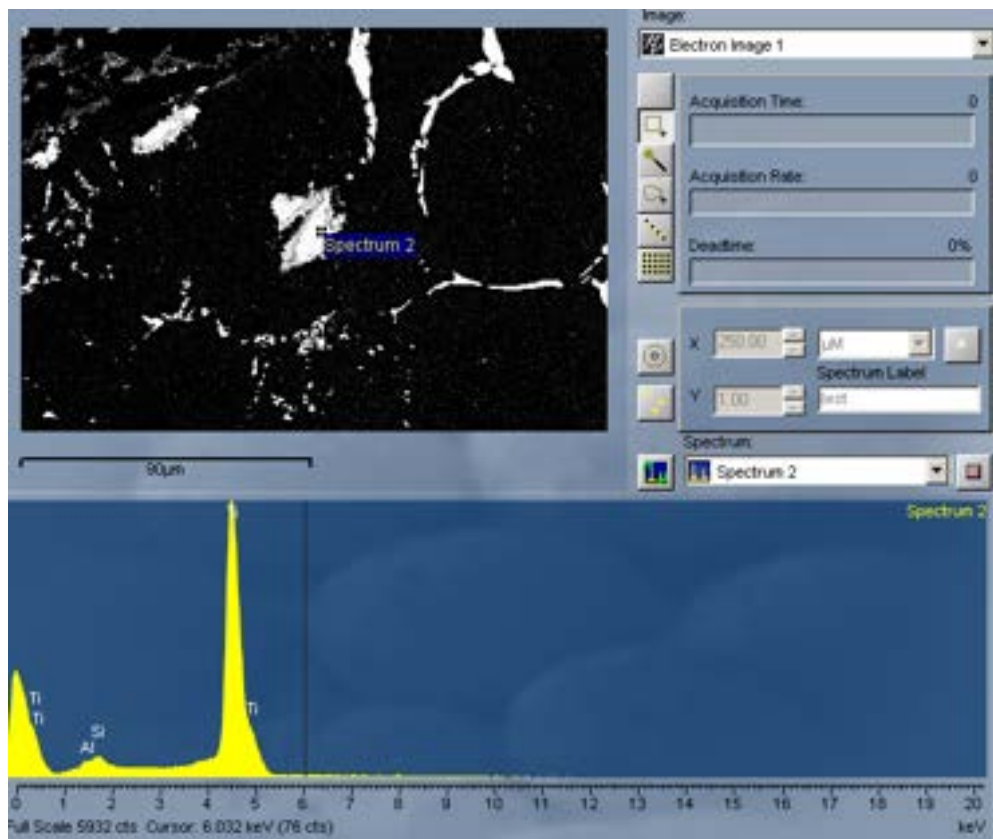


Figura 15: EDS sito di interesse 6, seconda fase piu' chiara nella schiuma.

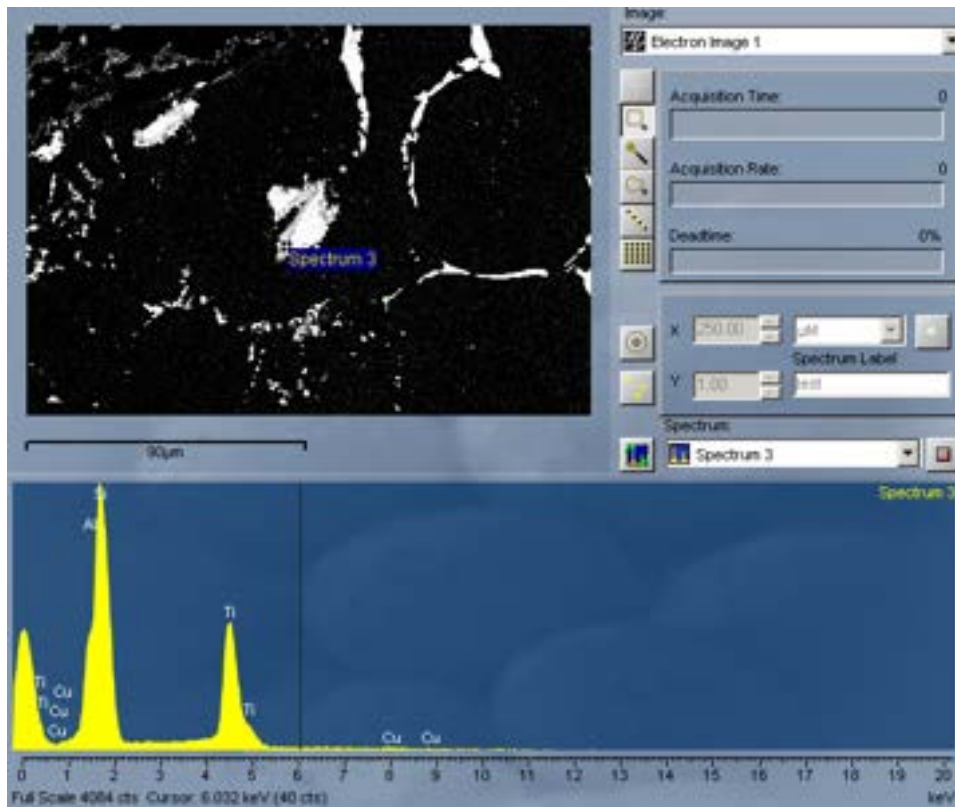


Figura 16: EDS sito di interesse 6, seconda fase , corona meno chiara nella schiuma.

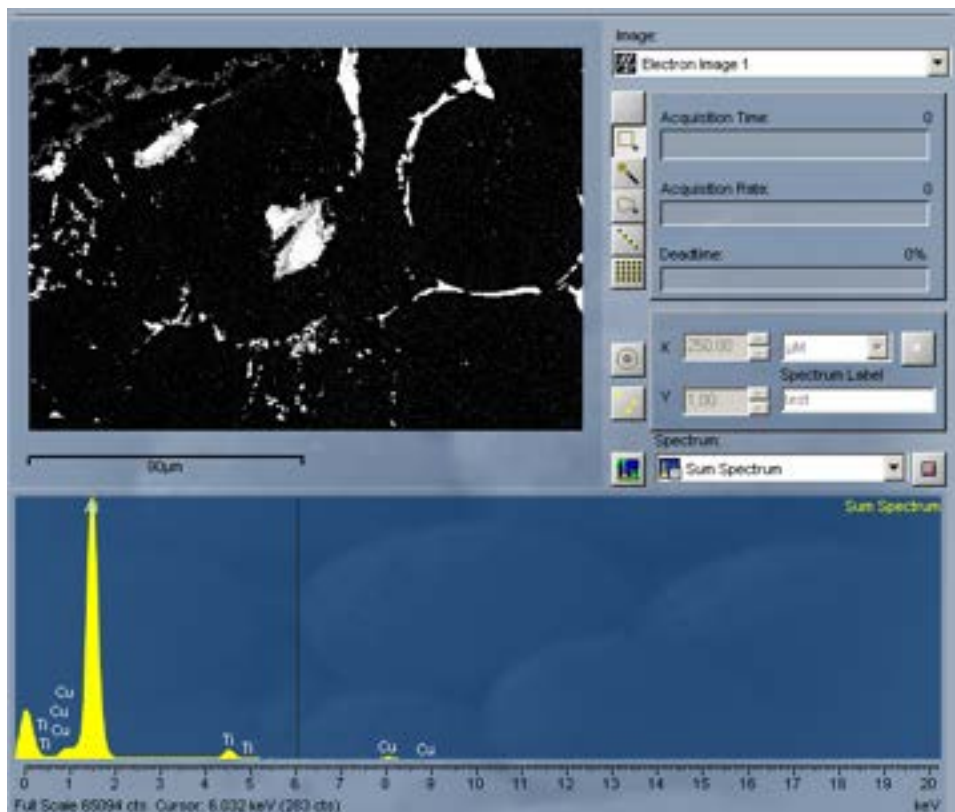


Figura 17: EDS sito di interesse 6, schiuma - spettro "somma" di tutta l'area visibile.



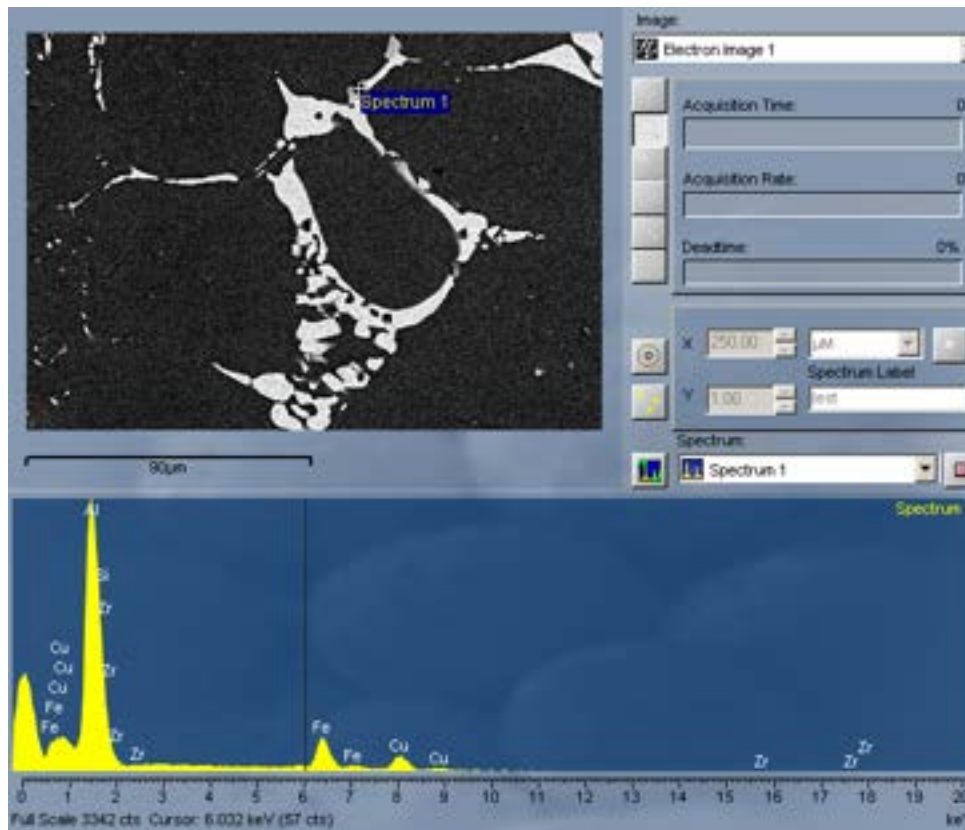


Figura 18: EDS sito di interesse 7, seconda fase dal colore meno chiaro nella schiuma.

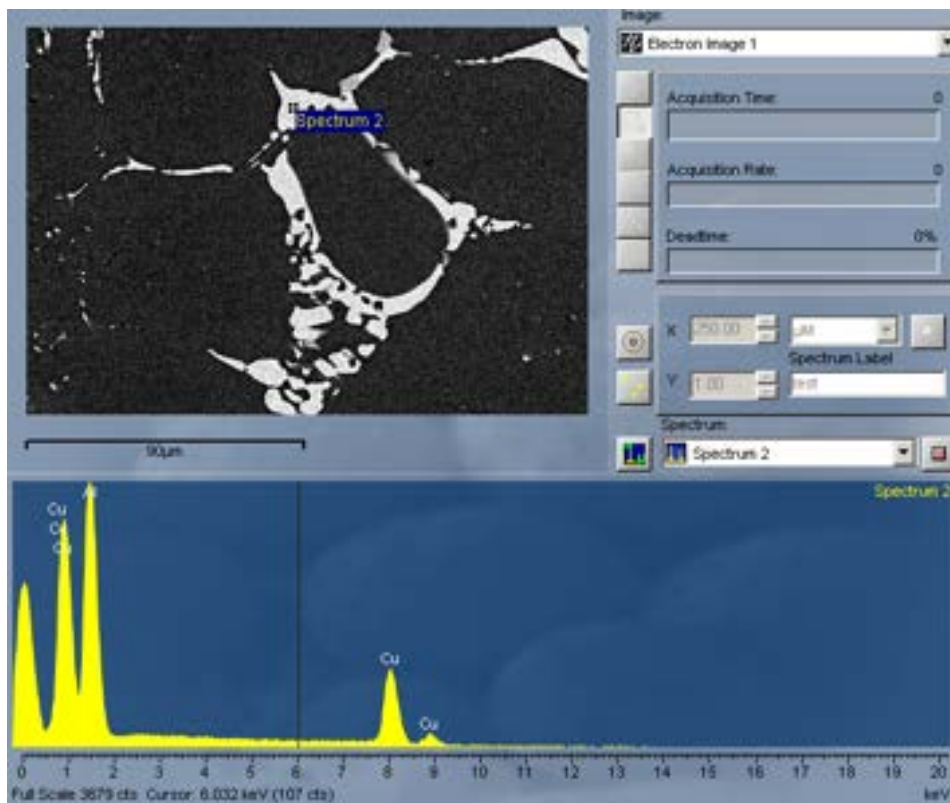


Figura 19: EDS sito di interesse 7, seconda fase dal colore più chiaro nella schiuma.

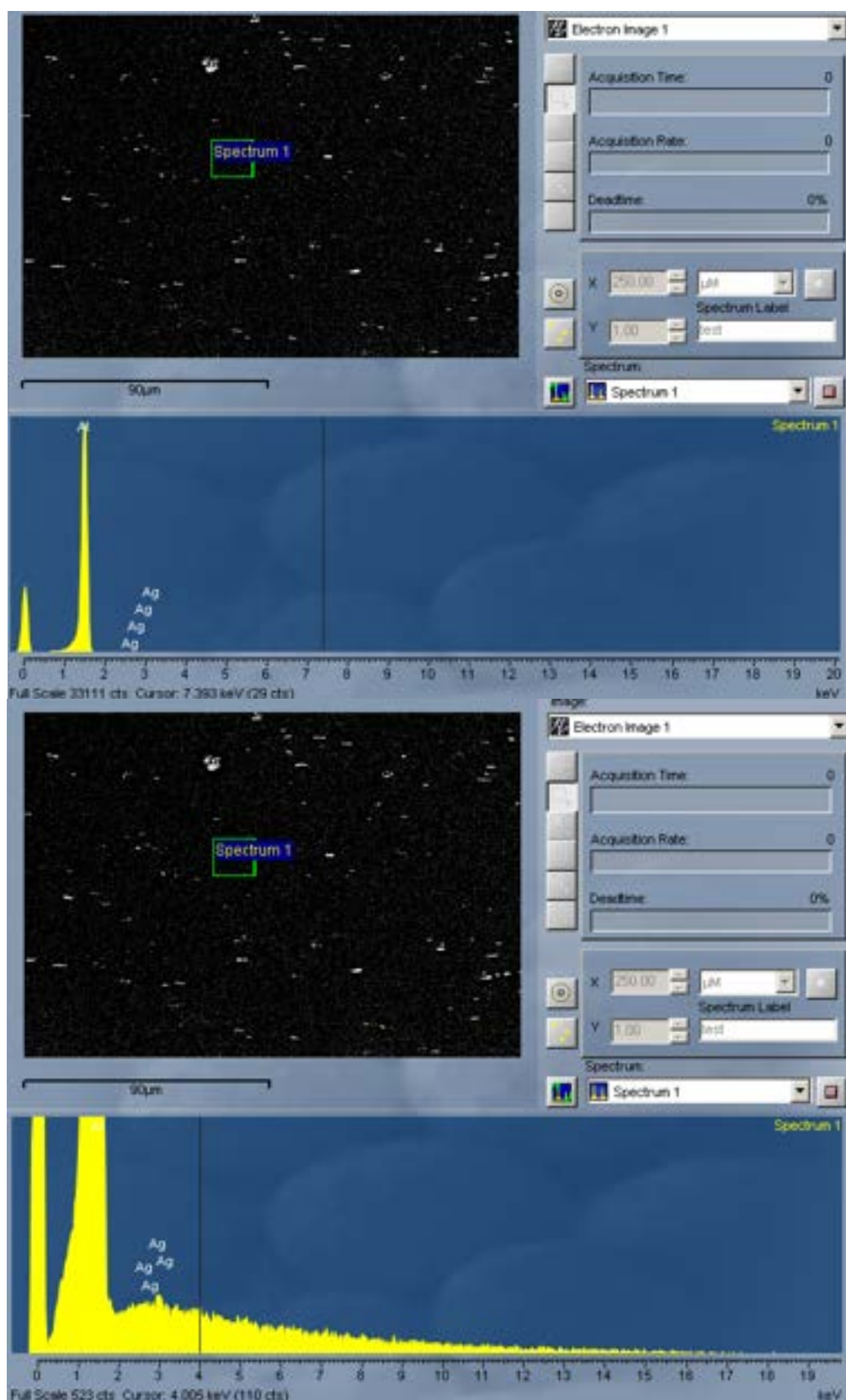


Figura 20: EDS sito di interesse 8, eds somma nella pelle (sotto, uno zoom dello spettro per evidenziare Ag).

### **3 Risultati**

Il composito AFS, ad una prima analisi e trascurando effetti di trasparenza, restituisce le seguenti fasi:

#### **PELLE**

- matrice Al-Ag
- seconda fase 1: Al-Fe-Cu
- seconda fase 2: Al-Fe-Cu-Pb

#### **SCHIUMA**

- matrice Al-Cu-Ti e probabilmente Zr;
- seconda fase 1: Al-Cu , ricche in Cu;
- seconda fase 2: Ti-Si-Al (nella corona legge Al-Ti-Si-Cu)
- seconda fase 3: Al-Fe-Cu-Zr-Si

### **4 COMMENTO FINALE**

Le conclusioni dimensionali e composizionali ottenute per la schiuma confermano l'analisi SEM-EDS di RM3. Gli approfondimenti effettuati hanno permesso di evidenziare la presenza di Ag nella pelle ed affinare la classificazione delle seconde fasi presenti nella schiuma grazie alla maggiore risoluzione del microscopio impiegato.

Si nota che Ag è solo nella pelle, possibilmente assieme a piccole tracce di Pb. Inoltre il Si si vede anche in lega ma si ipotizza possa rimanere per la maggior parte localizzato in forma di SiC sulle pareti della schiuma (le bolle).