



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PALERMO

SCUOLA POLITECNICA

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica

Dipartimento di Ingegneria Chimica, Gestionale, Informatica, Meccanica

**ANALISI DELLE PROPRIETÀ MECCANICHE DI
BILLETTE DI ALLUMINIO OTTENUTE TRAMITE
FRICTION CONSOLIDATION**

TESI DI LAUREA DI

BRUNA ANSELMO BARBOSA

RELATORI

**PROF. LIVAN FRATINI
PROF. GIANLUCA BUFFA**

CORRELATORE

ING. DARIO BAFFARI

ANNO ACCADEMICO 2017 - 2018

MAGISTRALE





UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

Ouro Preto, 19 de dezembro de 2019.

DECLARAÇÃO

Declaro para os devidos fins que a aluna Bruna Anselmo Barbosa, matrícula: 12.1.4022, apresentou o Trabalho Final de Curso (Monografia) no dia 18 de Outubro de 2018 às 08:30 na Aula Rubino, Edifício 7 -Departimento di Ingegneria Meccanica- Università degli Studi di Palermo, sob a orientação dos Professores DSc. Livan Fratini e DSc. Gianluca Buffa e co-orientação do Eng. Dario Baffari.

Título do trabalho: Analisi delle Proprietà Meccaniche di Billette di Alluminio Ottenute Tramite Friction Consolidation

Membros da banca: Livan Fratini, Gianluca Buffa, Leonardo D'Acquisto, Emiliano Pipitone, Giuseppe Marannano, Giovanni Petrucci, e Giuseppe Pitarresi.

Após as observações dos avaliadores, em comum acordo os presentes consideram a aluna APROVADA.

Atenciosamente,

Prof. DSc. Washington Luís Vieira da Silva
Professor responsável pela disciplina de Trabalho Final de Curso

Resumo

O uso em larga escala das ligas de alumínio é associado, entre outros fatores, à excelente combinação entre baixo peso específico e elevada resistência mecânica, que em alguns casos é comparável a do aço estrutural. Estas características são fundamentais para aplicação industrial, como em barcos, aeronaves e automóveis, e fazem destas ligas um importante grupo de materiais por conta do elevado valor tecnológico das mesmas.

O processo de produção do alumínio primário passa da extração da bauxita, ao refinamento e, em seguida, à obtenção da alumina, de onde se obtém o alumínio líquido, que é fundido em ligotes de diversos tamanhos e formas, a depender da finalidade no futuro.

Além das inúmeras vantagens ambientais (tais como a redução da geração de resíduos, redução da emissão de gases de efeito estufa e redução da demanda energética para a produção primária), a reciclagem das ligas de alumínio traz um enorme benefício econômico porque é um processo muito menos dispendioso e pode ser realizado infinitas vezes para este tipo de material. A título de exemplo: estima-se que a reciclagem por refusão para obter alumínio secundário, aquele derivado do trabalho do alumínio descartado, consome apenas 5% da energia total necessária para a produção de alumínio primário.

Porém, os métodos convencionais (como a refusão e a metalurgia do pó) apresentam altas taxas de perdas em todas as fases de seus processos de reciclagem, chegando a consideráveis 50% do volume inicial de material trabalhado, e geram resíduos de difícil reuso ou até mesmo perigosos à saúde e ao meio ambiente. Uma outra limitação desses métodos, é que a maioria deles é de difícil aplicação aos resíduos de processos industriais de fabricação (o cavaco), o mais difícil entre os tipos de resíduo de ligas de alumínio a ser reciclado, por conta da sua forma alongada e espiral, dimensões pequenas, contaminação das suas superfícies por óxidos, óleo lubrificante, entre outros.

Se faz então necessário o desenvolvimento de novos métodos que permitam de modo fácil, eficiente, barato e sustentável tornar reutilizável este tipo de material. São chamados de processos diretos de reciclagem (ou mesmo reciclagem ao estado sólido) os métodos que reciclam o material trabalhado diretamente da sua forma sólida, sem passar por nenhum processo de reconfiguração da forma física (trituração, refusão, etc.) do material, baseando-se apenas na deformação plástica severa do material, poupando energia e reduzindo perdas.

Este trabalho trata em particular da utilização do *Friction Stir Consolidation* (FSC), um processo ao estado sólido, para reciclagem de cavaco de liga de alumínio e posterior análise de algumas propriedades físicas e mecânicas dos corpos de prova obtidos e sua relação com os diversos valores de alguns dos parâmetros de processo (massa, rotação e tempo de aplicação de carga) utilizados para a fabricação dos mesmos.

Indice

Introduzione	9
1. L'alluminio e le sue leghe	10
1.1. L'alluminio.....	10
1.2. Le leghe di alluminio	11
1.2.1 Generalità.....	11
1.2.2 Classificazioni.....	14
1.2.3 Applicazioni.....	19
1.3. Incrudimento, recupero, ricristallizzazione ed accrescimento del grano	20
2. La produzione e il riciclo delle leghe di alluminio.....	25
2.1 La produzione di alluminio primario e delle sue leghe.....	25
2.1.1 Problematiche ambientali	28
2.2 La produzione di alluminio secondario - il riciclo.....	31
2.2.1 Motivazioni.....	31
2.2.2 I metodi convenzionali di riciclo	33
2.2.3 I metodi innovativi di riciclo	37
3. Metodi allo stato solido	40
3.1 Friction Consolidation.....	40
3.2 Solid Diffusion Bonding	46
4. Procedura sperimentale	49
4.1 Attrezzatura realizzata.....	49
4.1.1 Macchina utensile	49
4.1.2 Sistema di acquisizione.....	50
4.1.3 Utensili.....	50
4.2 Materiale	52

4.3	Parametri di processo ed esecuzione delle prove sperimentali	53
4.3.1	Parametri di processo variati.....	53
4.3.2	Esecuzione delle prove sperimentali e problematiche	54
4.4	Preparazione metallografica.....	55
4.5	Analisi metallografiche	57
4.6	Analisi di durezza.....	60
5.	Risultati.....	62
5.1	Analisi metallografiche	62
5.2	Analisi di durezza.....	68
	Conclusioni	70
	Bibliografia	71
	Elenco delle Figure	74
	Elenco delle Tabelle.....	77

Introduzione

L'uso su larga scala delle leghe di alluminio è associato, tra altri fattori, all'eccellente combinazione tra basso peso specifico e elevata resistenza meccanica, che in alcuni casi è uguale all'acciaio strutturale. Queste caratteristiche sono fondamentali per applicazioni industriali, come navi, aeroplani e automobili, e rendono queste leghe un importante gruppo di materiali a causa del loro elevato valore tecnologico.

Il processo di produzione di alluminio primario passa dall'estrazione della bauxite, al processo di raffinazione e all'ottenimento dell'allumina, da cui si ottiene l'alluminio liquido, che viene fuso in diversi lingotti, in base allo scopo futuro.

Oltre a numerosi vantaggi ambientali (riduzione della produzione di rifiuti, dell'emissioni di gas a effetto serra, della domanda di energia), il riciclaggio di questo materiale rappresenta un considerevole vantaggio economico perché è un processo più economico e può essere fatto all'infinito. Si stima che il riciclaggio mediante rifusione per ottenere alluminio secondario, quello derivato dalla lavorazione del metallo di scarto, consumi solo 5% dell'energia totale necessaria per ottenere l'alluminio primario. Tuttavia, i metodi convenzionali (come la rifusione e la metallurgia delle polveri) presentano perdite in tutte le fasi del processo di riciclaggio, che possono raggiungere 50% del volume iniziale di materiale, e generare pericolosi rifiuti, oltre ad essere di complicata applicazione ai trucioli derivati dalla lavorazione dell'alluminio, il più difficile tra i tipi di scarti di alluminio da riciclare, a causa della loro forma allungata e spirale, piccole dimensioni, contaminazione superficiale con ossidi, olio lubrificante, ecc.

È necessario lo sviluppo di nuovi metodi che possano rendere questo materiale riutilizzabile in modo economico, efficiente e sostenibile. Sono i processi diretti di riciclaggio (oppure riciclaggio allo stato solido) quelli che riciclano il materiale direttamente dalla sua forma solida, evitando la fase di fusione, risparmiando energia e riducendo la perdita di materiale. Questi sono basati su una deformazione plastica severa.

Questa tesi tratterà in particolare l'applicazione del processo di *Friction Stir Consolidation* (FSC), un processo allo stato solido, al riciclo di trucioli di lega di alluminio e l'analisi delle proprietà meccaniche dei prodotti ottenuti a diversi valori di parametro di processo.

1. L'alluminio e le sue leghe

1.1. L'alluminio

L'alluminio è il terzo elemento più diffuso (8,07% della crosta terrestre) sul pianeta Terra ed il primo degli elementi metallici [1]. In natura, si trova sempre combinato ad altri elementi in numerosi minerali, essendo la bauxite, costituita di allumina e diversi ossidi di alluminio, la sua principale fonte di estrazione. L'alluminio primario, quello estratto dal minerale (o di prima fusione), ha una purezza compresa tra 99 e 99.9%. Questo costituisce il materiale di partenza per la produzione delle sue leghe. L'alluminio secondario (o di seconda fusione) è invece destinato alla produzione di leghe speciali o per applicazioni particolari.

Tabella 1. Proprietà dell'alluminio puro

Numero atomico	13
Struttura cristallina	CFC
Massa molare	26,98
Densità (solido)	2,7 g/cm ³
Capacità termica per unità di massa	0,92 kJ/kgK
Conducibilità termica	238 W/mK
Conducibilità elettrica	37,7 m/Ω·mm ²
Coefficiente di espansione termica	23,5x10 ⁻⁶ K ⁻¹
Temperatura di fusione (99,99% Al)	660 °C
Carico di rottura alla trazione	55-90 MPa
Modulo di elasticità	66,6 GPa
Allungamento %	48
Durezza Brinell	18 HB

Le proprietà meccaniche dell'alluminio puro (Tab. 1), a parte il Modulo di Young, cambiano al variare della purezza del metallo e della grandezza dei grani.

Secondo Davis [2], dal punto di vista industriale, le proprietà più interessanti dell'alluminio puro sono la bassa densità (pari a circa un terzo di quella dell'acciaio o delle leghe di rame), l'elevata resistenza alla corrosione (che fa che la sua riciclabilità sia molto alta), le buone conducibilità elettriche e termiche, la resistenza meccanica comparabile a

molti acciai, la buona saldabilità e l'elevata riflessibilità. È non-ferromagnetico, atossico, di facile finitura superficiale e adeguato ai processi di fabbricazione di metallo più utilizzati. L'alluminio è, tuttavia, un elemento altamente reattivo e l'efficace resistenza alla corrosione dipende dalla completezza con cui il film protettivo di ossido di alluminio, l'allumina, si forma.

Le limitazioni dell'alluminio sono invece la bassa durezza, la bassa resistenza ad usura e la bassa temperatura di fusione. Quest'ultima è estremamente sensibile alla purezza del metallo. Per una purezza di 99,99%, la T_f è di 660°C. Per 99,95% la T_f è invece di 635°C. Date le povere proprietà meccaniche, l'alluminio puro trova scarse applicazioni nell'industria.

1.2. Le leghe di alluminio

1.2.1 Generalità

Le proprietà fisiche migliori sono viste generalmente nell'alluminio puro. Le proprietà meccaniche massime sono invece ottenibili con le sue leghe, questo perché quando si combina con altri elementi, le caratteristiche di questo metallo cambiano radicalmente. Le dette leghe leggere sono largamente utilizzate nell'industria, sviluppate e adatte al loro scopo futuro.

Pochi elementi si prestano a costituire un numero così elevato di leghe, perché gran parte degli elementi metallici sono solubili nell'alluminio. Tuttavia gli elementi leganti più utilizzati per l'alluminio a costituire le leghe madri sono: rame (Cu), silicio (Si), Zinco (Zn), manganese (Mn) e magnesio (Mg). Questi caratterizzano la lega e definiscono le principali proprietà e devono esser aggiunti in concentrazioni e temperature di efficace solubilità (Tab. 2). Altri elementi cosiddetti correttivi che migliorano alcuna caratteristica particolare o fanno modifiche strutturali o tecnologiche di interesse come affinamento del grano, neutralizzazione di impurità, spostamento della temperatura di ricristallizzazione, l'incremento di resistenza ad elevata temperatura, ecc., possono esser aggiunti in minori proporzioni alle leghe basi.

Tabella 2. Solubilità dei principali elementi leganti in alluminio

Elemento	Temperatura (°C)	Massima solubilità (% m/m)
Cu	548	5,65
Si	577	1,65
Zn	443	70,0
Mn	658	1,82
Mg	450	17,4

Ogni elemento modifica le proprietà meccaniche in un modo diverso:

- Rame: consente l'indurimento per precipitazione, aumenta la resistenza meccanica (soprattutto a caldo) e diminuisce la resistenza alla corrosione.
- Silicio: migliora la colabilità, aumenta la resistenza alla corrosione e riduce il coefficiente di espansione termica.
- Zinco: migliora le proprietà meccaniche resistenziali, soprattutto se associato al magnesio.
- Manganese: aumenta la resistenza meccanica e alla corrosione.
- Magnesio: diminuisce la densità, migliora la resistenza alla corrosione in ambienti alcalini e marini.

Una lega è denominata binaria, ternaria o quaternaria se vengono aggiunti uno, due o tre elementi all'alluminio, rispettivamente.

Le caratteristiche fisiche delle leghe di alluminio si approssimano a quelle viste per il metallo puro, con eccezione della temperatura di fusione, che varia tra i 510 ed i 650°C a causa della variazione di purezza. Il peso specifico varia tra 2,66 e 2,85 gr/cm³ e le conducibilità termiche ed elettriche sono ancora elevate.

Per le proprietà meccaniche le differenze sono invece enormi (Fig. 1). La resistenza a trazione della lega 1080-0 è di 650 kg/cm² e della lega 7075-T6 è di 5.800 kg/cm², ad esempio [3]. Le leghe delle serie 5000 e 6000 sono classificate con resistenza alla corrosione ai massimi livelli. Le serie 2000 e 7000 hanno questa stessa proprietà classificata da insufficiente a pessima. Il modulo di elasticità cambia al variare del tipo di elemento aggiunto (Fig. 2): Cu, Si, Mn e Ni hanno in generale l'effetto di innalzamento del modulo di Young mentre Mg ha in generale l'effetto opposto, tranne quando sottoposto a trattamenti

particolari. Le leghe con elevato tenore di Cu possono raggiungere moduli di elasticità pari a 74GPa [4].

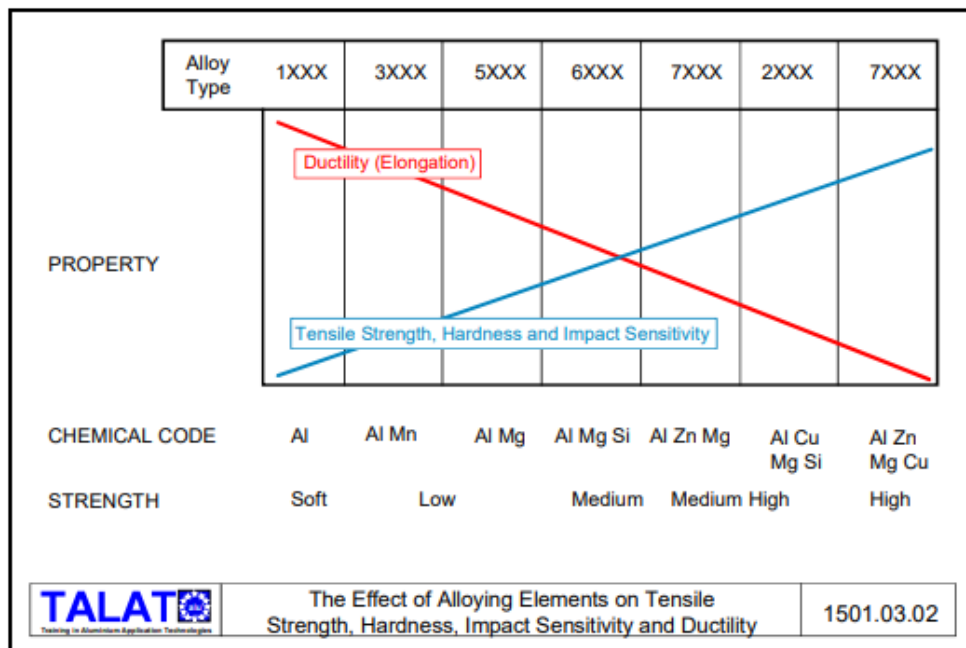


Figura 1. L'effetto degli elementi leganti su diverse proprietà meccaniche [5]

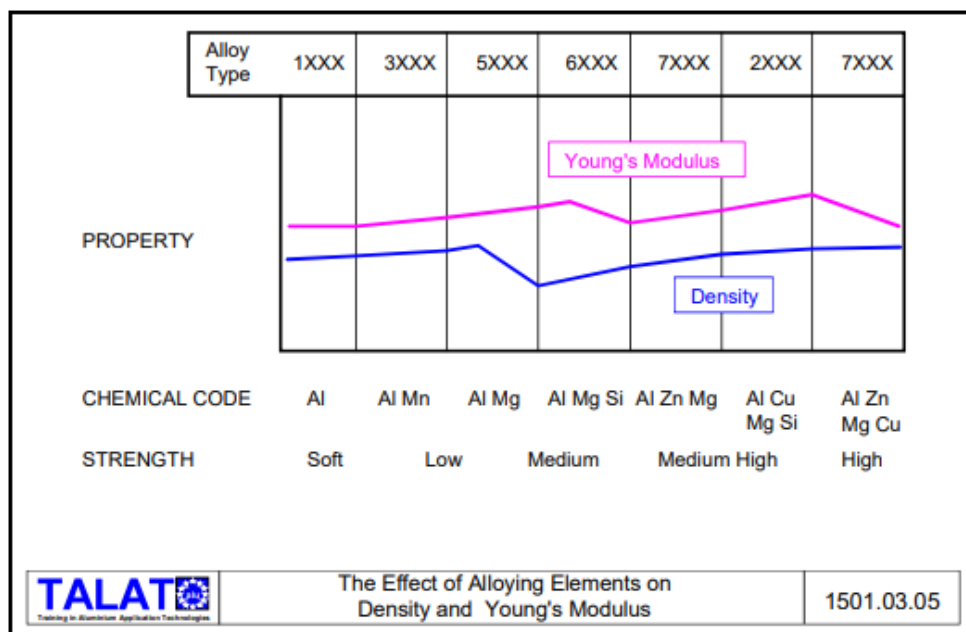


Figura 2. L'effetto degli elementi leganti sul modulo di Young e sulla densità

1.2.2 Classificazioni

Le leghe vengono caratterizzati in base ad alcuni criteri:

1.2.2.1 In base al processo di trasformazione

In questo caso, le leghe sono divise in due grandi famiglie principali.

- **Leghe da fonderia:** destinate alla realizzazione di getti, il metallo è fuso direttamente nella sua forma finale attraverso sistemi di colata diversi. Sono le leghe di bassa temperatura di fusione ed alte fluidità e colabilità (capacità di, allo stato liquido, riempire una forma riproducendone con precisione le complessità, con buone finiture superficiali e tolleranze dimensionali). Gli inconvenienti possono derivare dall'alto coefficiente di dilatazione, che può indurre l'apparizione di tensioni residuali, dalla tendenza all'assorbimento dell'idrogeno, che aumenta la porosità del materiale e conseguentemente riduce la resistenza meccanica, e dall'elevata percentuale (3,5% - 8,5%) di ritiro (Fig. 3).

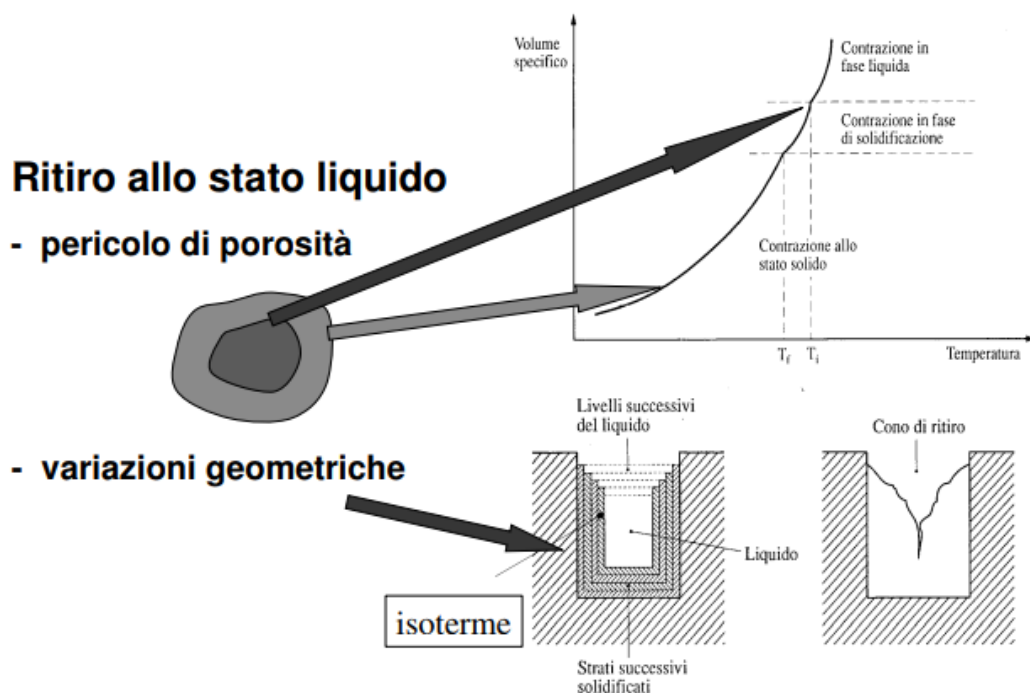


Figura 3. Fenomeno del ritiro da solidificazione

L'elemento legante più frequente in queste leghe è il silicio, che migliora la fluidità e la resistenza alla corrosione, abbassa il punto di fusione (che si converte in risparmio di energia) ed il coefficiente di dilatazione α , nelle leghe ipereutettiche ($Si > 12\%$), provoca incremento di durezza e resistenza ad usura e peggioramento

della lavorabilità all'utensile. Le leghe Al-Si con tenori di silicio prossimi all'eutettico non sono suscettibili di trattamento termico.

- Leghe da deformazione plastica: destinate a lavorazioni per deformazione plastica, sia a caldo che a freddo, il metallo fuso è lavorato meccanicamente secondo vari procedimenti (laminazione, estrusione, stampaggio, forgiatura). Sono leghe caratterizzate da una elevata malleabilità o duttilità, che permette di ottenere profili molto complessi e/o sottili.

1.2.2.2 In base agli elementi leganti

La nomenclatura americana *International Alloy Designations for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys* da *The Aluminium Association* [6], la più diffusa, prevede per le leghe da deformazione plastica l'impiego di quattro numeri, essendo il primo la serie degli elementi leganti (Tab. 3), il secondo indica eventuali modifiche rispetto alla composizione originale (che sarebbe rappresentata per 0) ed il terzo e quarto rappresentano il grado di purezza per la serie 1XXX, e per tutte le altre serie hanno lo scopo di catalogazione. Accanto la sigla numerica possono essere rappresentati i trattamenti, come si vede nella figura 4.

Tabella 3. Nomenclatura delle leghe da deformazione plastica

Serie	Elemento legante
1xxx	-
2xxx	Cu
3xxx	Mn
4xxx	Si
5xxx	Mg
6xxx	Mg+Si
7xxx	Zn
8xxx	Altri

F	Grezzo di fabbricazione	
O	Ricotto	
H (+ cifre)	Incrudito	H1: Solo incrudito H2: incrudito + rinvenuto H3: incrudito + stabilizzato
W	Solubilizzato	
T (+ cifre)	Trattato termicamente in modo diverso dai precedenti	T1: invecchiato naturalmente T2: invecchiato naturalmente dopo lavorazione T3: solubilizzato + deformato a freddo T4: solubilizzato + invecchiato naturalmente T5: invecchiato artificialmente T6: solubilizzato + invecchiato artificialmente T7: solubilizzato + stabilizzato T8: solubilizzato + deformato a freddo + invecchiato artificialmente T9: solubilizzato + invecchiato artificialmente + deformato T10: lavorato a caldo + deformato a freddo + invecchiato artificialmente

Figura 4. Nomenclatura per i diversi trattamenti delle leghe da deformazione plastica

Secondo Kaufman [7], le proprietà generali e limitazioni della serie 1xxx (Al) sono le basse proprietà meccaniche, eccellente resistenza alla corrosione, buona lavorabilità ed elevate conducibilità termiche ed elettriche. Questa serie è dell'alluminio commerciale con purezza minima di 99%.

La serie 2xxx (Al-Cu) è caratterizzata da alta resistenza meccanica a caldo e bassa resistenza alla corrosione. Le sue proprietà sono confrontabili con quelle di un acciaio dolce.

La serie 3xxx (Al-Mn) è caratterizzata da buona lavorabilità per deformazione plastica e media resistenza meccanica. Il manganese provoca l'incremento considerevole della resistenza alla corrosione. Adeguata a lavori di saldatura e brasatura.

La serie 4xxx (Al-Si) è caratterizzata da buona colabilità, ottime fluidità e finitura superficiale e modesta duttilità. Le leghe composte soltanto da Al-Si hanno da media a bassa

resistenza meccanica ed alla corrosione. Quelle incrementate con rame e/o magnesio hanno invece un incremento della resistenza meccanica.

La serie 5xxx (Al-Mg) è caratterizzata da una ottima resistenza meccanica (la più elevata tra i non trattabili termicamente), anche ad alte temperature (Mg<3%), e alla corrosione, è molto utilizzata in ambiente marino ed è adeguata alle lavorazioni plastiche e appresenta ottima saldabilità.

La serie 6xxx (Al-Mg-Si) è caratterizzata da buona formabilità, eccellente resistenza alla corrosione e media resistenza meccanica, facilmente ottenuta tramite quasi tutti i processi di fabbricazioni più utilizzati.

La serie 7xxx (Al-Zn) è caratterizzata da notevole resistenza ad alta temperatura, confrontabile con quella di un acciaio strutturale. Quando associata al rame e al magnesio, raggiunge i valori di resistenza meccanica più elevati di tutte le leghe di alluminio. La resistenza alla corrosione è modesta e può richiedere trattamento.

La nomenclatura delle leghe da fonderia ha una lettera, che indica variazioni chimiche rispetto alla lega originale, e quattro numeri nel formato Y - xxx.x, essendo il primo numero l'indicatore del principale elemento legante, il secondo e il terzo indicano la concentrazione di alluminio nella serie 1xx.x e hanno lo scopo di catalogazione per le altre seri e l'ultimo numero, decimale, indica la forma del prodotto (Tab. 4).

Tabella 4. Nomenclatura americana delle leghe da fonderia

Serie	Elemento legante
1xx.x	-
2xx.x	Cu
3xx.x	Si+ [Cu e/o Mg]
4xx.x	Si
5xx.x	Mg
7xx.x	Zn
8xx.x	Sn
9xx.x	Altri

I numeri decimali possono assumere i valori:

- 0, se le caratteristiche della lega sono riferite al pezzo colato.

- 1, se le caratteristiche della lega sono riferite al metallo usato per la colata e se si tratta di una lega commerciale.
- 2, pure se le caratteristiche della lega sono riferite al metallo usato per la colata, ma in questo caso solo è valido per le leghe speciali o di uso molto particolare.

Per quanto riguarda le principali caratteristiche delle leghe da fonderia, si può generalizzare la performance di ogni serie come dato nella tabella 5, dall'1 (elevato) al 5 (basso).

Tabella 5. Classificazione delle leghe da fonderia in diverse proprietà

Class	Fluidity	Cracking	Tightness	Corrosion	Finishing	Joining
1xx.0				1	1	1
2xx.0	3	4	3	4	1-3	2-4
3xx.0	1-2	1-2	1-2	2-3	3-4	1-3
4xx.0	1	1	1	2-3	4-5	1
5xx.0	5	4	4-5	3	1-2	3
7xx.0	3	4	4	4	1-2	4
8xx.0	4	5	5	5	3	5

Esistono diversi altri sistemi di classificazione delle leghe di alluminio in base alla composizione chimica.

1.2.2.3 In base al trattamento di bonifica

Sono suddivise in:

- Trattabili termicamente: sono le leghe delle serie 2xxx, 7xxx, 6xxx, 2xx.0, 3xx.0, 4xx.0, 7xx.0 e 8xx.0, le cui proprietà migliorano significativamente tramite trattamenti termici.
- Non trattabili termicamente: sono le leghe delle serie 1xxx, 3xxx, 5xxx, 1xx.0 e 5xx.0, le cui proprietà non migliorano (o possono anche peggiorare) tramite trattamenti termici. In questo caso, l'incremento di durezza solo avviene tramite lavorazioni plastiche a freddo, tramite in generale l'incrudimento del materiale.

La serie 4xxx è in generale non termicamente trattabile ma ci sono delle leghe nella serie che possono sfruttare dei trattamenti termici. L'opposto per la serie 8xxx, che è in generale trattabile termicamente ma ha delle leghe che non rispondono bene ai trattamenti termici.

1.2.3 Applicazioni

L'alluminio e le sue leghe vengono utilizzati in generale quando si desidera leggerezza (si trova fra i materiali strutturali di minore densità), elevata resistenza meccanica e alla corrosione (principalmente quell'atmosfera ma anche in ambienti più aggressivi) e duttilità (possono produrre foglie sottilissimi anche a basse temperature).

Il loro utilizzo va dagli elementi decorativi agli strutturali (Fig. 5), avendo enormi applicazioni principalmente nei settori aeronautici, automobilistici, ferroviari, di accessori domestici e alimentari. La bassa densità risparmia combustibile e aumenta l'efficienza dei mezzi di trasporto. Ad esempio, 1kg di alluminio in una macchina riduce in 19kg l'emissione di gas a effetto serra durante tutta la sua vita utile, rispetto all'antecessore acciaio. Ad ogni 10% di peso ridotto dovuto alla sostituzione di acciai per alluminio, si risparmia circa 5%-7% di combustibile [8]. L'atossicità è ideale per l'uso nell'industria di alimenti. E la qualità estetica delle superfici è una caratteristica importante alle applicazioni decorative. Questi e altri tanti vantaggi fanno delle leghe di alluminio materiali di vasta applicazione.

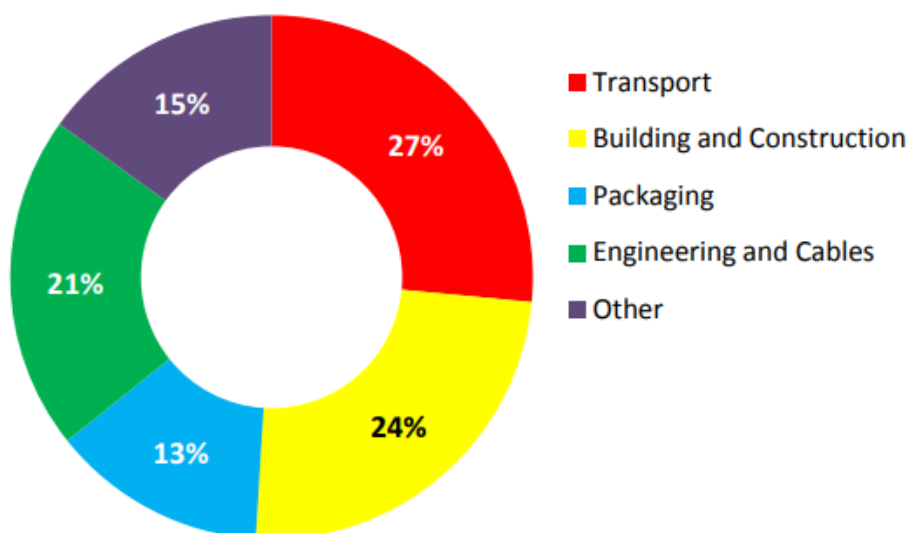


Figura 5. Applicazioni delle leghe di alluminio nel mercato mondiale [9]

Le principali applicazioni di ogni serie sono:

- Serie 1xxx (alluminio puro): in impianti chimici, corpi riflettenti, scambiatori di calore, conduttori e condensatori elettrici, applicazioni architettoniche e decorative.

- Serie 2xxx: in strutture che richiedono elevati rapporti resistenza/peso, come ruote di velivoli e mezzi di trasporto terrestre, strutture aeronautiche, sospensioni automobilistiche, con basse temperature di lavoro (fino a 150°C).
- Serie 3xxx: in utensili e contenitori di sostanze alimentari e chimiche, serbatoi recipienti in pressione, tubazioni, tetti per l'edilizia civile e segnaletica stradale. Ideale alla fabbricazione di stampati.
- Serie 4xxx: in pistoni forgiati di automobili, getti di forma complessa a tenuta di pressione, fili, arami e materiale lucidante. Utilizzata pure come materiale aggiunto nella saldatura.
- Serie 5xxx: in carrozzerie, gru, tubature di olio combustibile e gasolio, applicazioni marine, strutture saldate e criogeniche.
- Serie 6xxx: in applicazioni architettoniche, strutture saldate e pezzi lavorati a caldo, parti di aeri e mobili, parapetti di ponti.
- Serie 7xxx: in strutture aeronautiche e di mezzi di trasporto, in strutture molto sollecitate, che devono avere elevata resistenza meccanica.
- Serie 2xx.0: in volanti, ruote di camion ed aeri, tubazioni, componenti di lavatrici, cilindri e pistoni automobilistici ed ingranaggi.
- Serie 3xx.0: in scatole di trasmissione, ruote, blocchi di motore, pistoni, ingranaggi, cilindri, pompe, nell'edilizia civile e componenti di fissazione in aeri, missili e navi. Applicazioni ad alte temperature e pressioni.
- Serie 4xx.0: in tappi e scatole, pistoni di macchine e aeri, uso decorativo e nell'industria aerospaziale. Prodotti di forme complesse.
- Serie 5xx.0: in parti strutturali dell'industria chimica, di alimenti e navale. Applicazioni di elevata resistenza alla corrosione ed elevata lavorabilità.
- Serie 7xx.0: applicazioni molto simili a quelle della serie 5xx.0.
- Serie 8xx.0: nella fabbricazione di boccole, bitte e cuscinetti.

1.3. Incrudimento, recupero, ricristallizzazione ed accrescimento del grano

La lavorazione meccanica (estrusione, laminazione, trafilatura, forgiatura, stampaggio, ecc.) comporta l'incremento della temperatura dei metalli sottoposti a questi processi. Se questa si alza al di sotto della temperatura di ricristallizzazione del materiale, il

processo provoca l'aumento della resistenza meccanica e della durezza, oltre che modificare la forma fisica, a causa dei difetti chiamati dislocazioni che se moltiplicano e scorrono su differenti piani cristallini (Fig. 6), interagiscono fino a quando si bloccano e impediscono di muoversi. Lo scorrimento delle dislocazioni presenti nel materiale causa la deformazione plastica, che a sua volta causa la moltiplicazione delle dislocazioni (aumento della densità di dislocazioni).

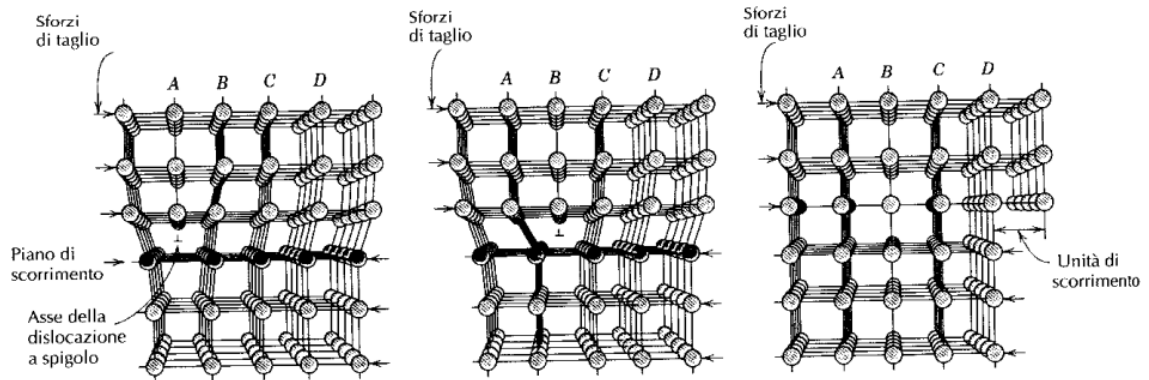


Figura 6. Moto di una dislocazione su piano di scorrimento

Le dislocazioni si bloccano in modo a richiedere ogni volta sollecitazioni sempre più elevate per riprendere il loro movimento e dare continuità alla deformazione del materiale, risultando nell'incremento della resistenza e della durezza. Il processo descritto si tratta di una lavorazione a freddo o incrudimento, ed è caratterizzato da una struttura con livelli elevati di tensione residua interna e forte orientamento dei grani (Fig. 7).

Se la temperatura si alza invece al di sopra della temperatura di ricristallizzazione, questa si tratta di una lavorazione a caldo. In questi casi, la resistenza meccanica normalmente non aumenta più delle condizioni raggiunte col processo di ricottura. Le dislocazioni formano una struttura poligonale a minore contenuto energetico, sbloccando il loro scorrimento e riducendo parzialmente le tensioni interne (recupero o recovery), risultando quindi in un piccolo decremento nella resistenza meccanica. Se la temperatura viene mantenuta per una durata opportuna, si formano nuovi grani equiassici esenti da deformazione da nuclei molto piccoli (ricristallizzazione primaria), finché tutta la struttura venga completamente ricristallizzata ed i difetti e le tensioni rimossi, nel caso di assenza di applicazione di uno sforzo esterno. Secondo Callister [10], durante la ricristallizzazione, le proprietà meccaniche vengono ripristinate ai valori che avevano in precedenza alla lavorazione a freddo. Il metallo diviene più soffice, meno resistente ma più duttile. La

ricristallizzazione dei metalli lavorati a freddo può venire usata per affinare la struttura dei grani, perché i nuovi grani formati hanno dimensioni minori dei grani lavorati a freddo. Il trattamento termico di ricottura è il risultato del recupero seguito dalla ricristallizzazione.

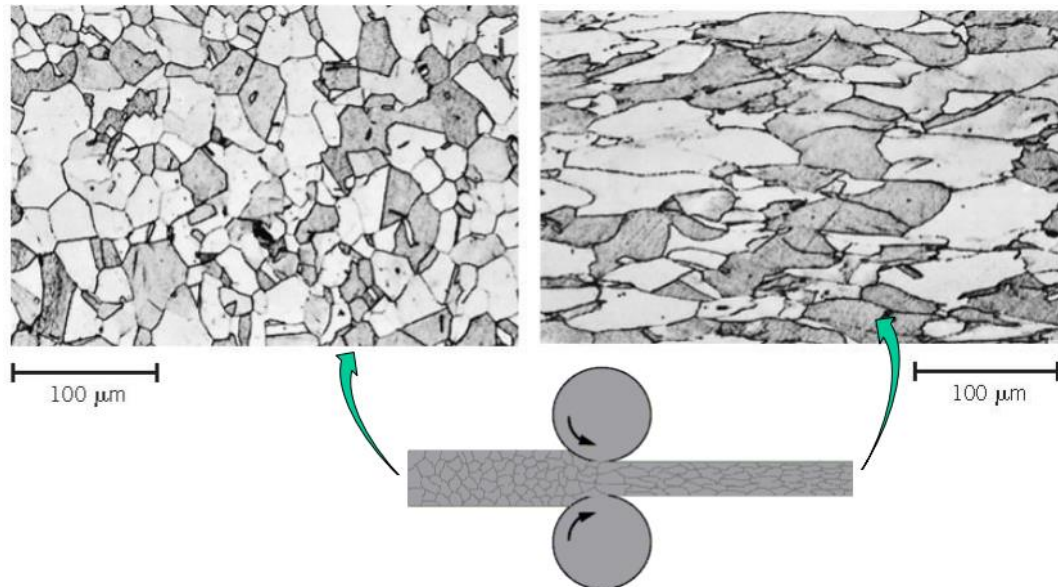


Figura 7. Grani prima (equiassici) e dopo (allungati) deformazione plastica

La ricristallizzazione è un processo la cui estensione dipende dal tempo e dalla temperatura. Il grado di ricristallizzazione cresce col tempo, come si può notare nelle micrografie di un ottone nelle figure 8(a-d). Ed il comportamento alla ricristallizzazione di un metallo viene specificato in termini di temperatura di ricristallizzazione, la temperatura a cui la ricristallizzazione si completa in 1 ora. Se la temperatura viene mantenuta elevata dopo la completa ricristallizzazione del materiale, i grani crescono (Fig. 8(e-f)). All'inizio l'accrescimento (o ricristallizzazione secondaria) avviene in modo uniforme però certi grani crescono preferenzialmente in modo anormale a spese di quelli più piccoli, che scompaiono. La crescita del grano e la dimensione media dei grani aumentano col tempo e con la temperatura.

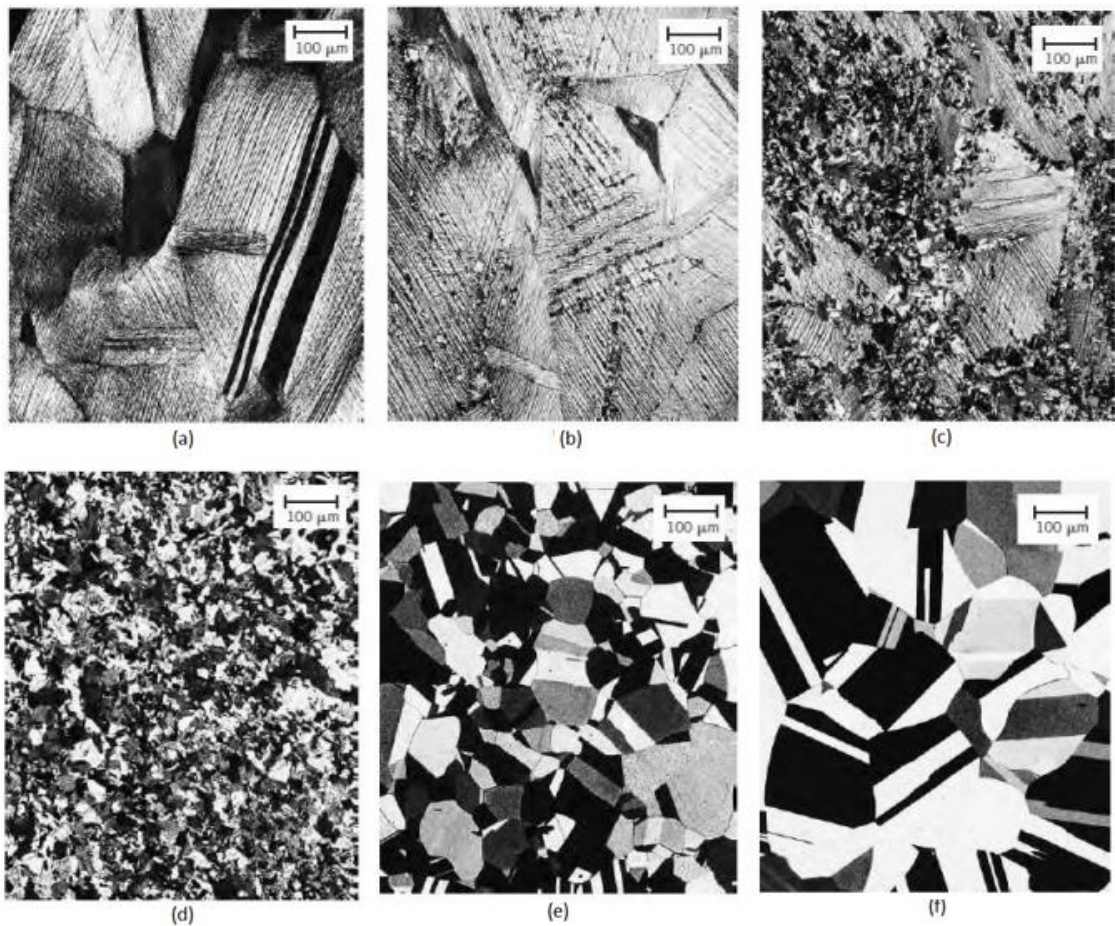


Figura 8. Micrografie a 75x dei diversi stadi della ricristallizzazione e della crescita del grano di un ottone. (a) Struttura del grano dopo lavorazione a freddo. (b) Inizio della ricristallizzazione: 3s a 580°C. (c) 4s a 580°C. (d) Ricristallizzazione completa: 8s a 580°C. (e) Aumento del grano: 15min a 580°C. (f) Aumento del grano: dopo 10min a 700°C

Le proprietà meccaniche, cioè resistenza, durezza e tenacità, a temperatura ambiente di un metallo a grana fine sono in generale superiori di quelle a grana grossolano (Fig. 9). Se il grano cristallino di una lega è più grosso di quello desiderato, si può affinare deformando plasticamente il materiale e sottoponendolo a trattamento termico di ricristallizzazione.

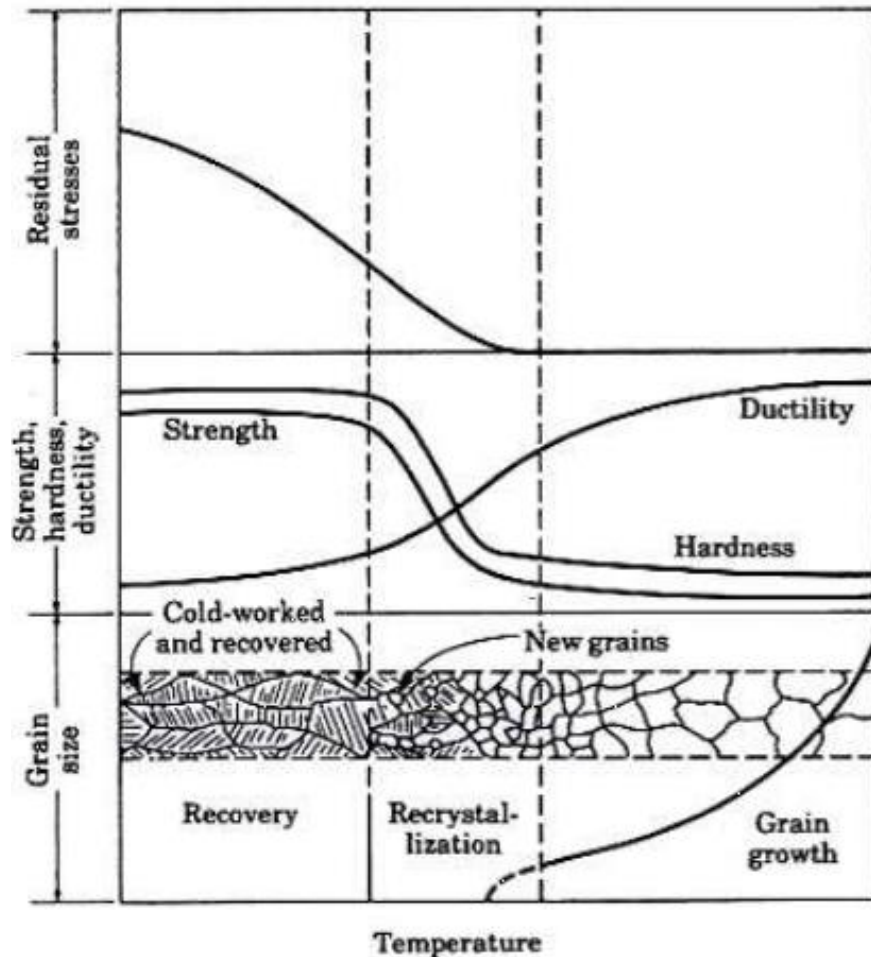


Figura 9. Proprietà meccaniche e tensioni residue durante recupero, ricristallizzazione e accrescimento dei grani

Tipicamente, la temperatura di ricristallizzazione si trova tra un terzo e la metà della temperatura di fusione del metallo o della lega ma dipende da alcuni fattori:

- Al crescere della **percentuale di lavorazione a freddo (LF%)**, che può essere ricavata utilizzando l'equazione $LF\% = \left(\frac{A_0 - A_d}{A_0} \right) \times 100$, aumenta la velocità di ricristallizzazione, abbassando la temperatura di ricristallizzazione che si avvicina a un valore limite o una costante alle alte deformazioni. Esiste un valore critico di lavorazione a freddo al di sotto del quale la ricristallizzazione non si può verificare, normalmente compreso tra 2% e 20% di lavorazione a freddo.
- I materiali di alto grado di **purezza** ricristallizzano più rapidamente che le loro leghe. All'aggiungere di elementi leganti al metallo puro, aumenta la temperatura di ricristallizzazione, che per i metalli puri è circa $0,3T_f$ e per alcune leghe è circa $0,7T_f$.

2. La produzione e il riciclo delle leghe di alluminio

2.1 La produzione di alluminio primario e delle sue leghe

La principale fonte per produrre alluminio a livello industriale è la roccia sedimentare bauxite, che contiene principalmente ossidi di alluminio (la *böhmite* e la *gibbsite*, $\text{AlO}(\text{OH})$ e $\text{Al}(\text{OH})_3$, rispettivamente), ossidi di ferro, silicati ed ossidi di titanio. Fu scoperta dal geologo francese Pierre Berthier nel 1821, a Les Baux-de-Provence in Francia, dove sono state aperte le prime cave. In generale le riserve di bauxite sono a cielo aperto e l'attività estrattiva è preceduta da studi volti a ridurre il suo impatto ambientale.

Identificato per la prima volta dall'inglese Humphry Davy nel 1807 ed isolato nel 1827 dal tedesco Friedrich Wöhler, soltanto nel 1854 il francese Henri Sainte-Claire Deville scoprì un metodo fattibile a livello industriale di produrre l'alluminio, che prima era più costoso dell'oro. Nel 1888 l'austriaco Karl Josef Bayer brevettò il processo Bayer per la produzione dell'ossido di alluminio usato come carica nell'elettrolisi e ha condotto ad una riduzione importante dei costi dell'alluminio metallico.

La attuale produzione di alluminio dalla bauxite (primario) è suddivisa in due macro processi. Dal *processo Bayer* [11] si ottiene l'idrossido di alluminio che viene trattato per l'ottenimento di allumina (Al_2O_3) pura: la bauxite viene spezzata e macinata, mescolata a una soluzione di soda caustica (15% NaOH) e pompata in una grossa autoclave, impianto utilizzato per sterilizzazione tramite calore umido di alta pressione. L'allumina è disciolta in una soluzione di alluminato di sodio. Nella figura 10 si vedono le reazioni chimiche e lo schema rappresentativo del processo Bayer. Restano in sospensione tutti gli altri componenti della bauxite. Le sostanze insolubili vengono separate per decantazione e filtrazione, costituendo dei "fanghi rossi", dovuto all'elevato contenuto di ossido di ferro. La soluzione di alluminato di sodio viene raffreddata e, in serbatoi di precipitazione, viene aggiunto l'idrato di alluminio. L'alluminato di sodio si decompone, formando cristalli di allumina idrata.

L'allumina idrata viene lavata, filtrata e calcinata in forni rotativi a 1000°C – 1100°C , ottenendo così allumina idrata di elevata purezza (99% Al_2O_3 , 0,01-0,03% Fe_2O_3 , 0,01-0,02% SiO_2 e 0,3-0,6% Na_2O) in forma di polvere bianca fine ed inerte. Le effettive condizioni di processo (temperatura, tempo di residenza, e concentrazione caustica), e quindi i costi, sono influenzati dal tipo di bauxite da trattare. Un impianto Bayer per l'allumina è

progettato per trattare una bauxite specifica e non può essere utilizzato per trattare una bauxite troppo differente senza apportare modifiche all'impianto stesso.

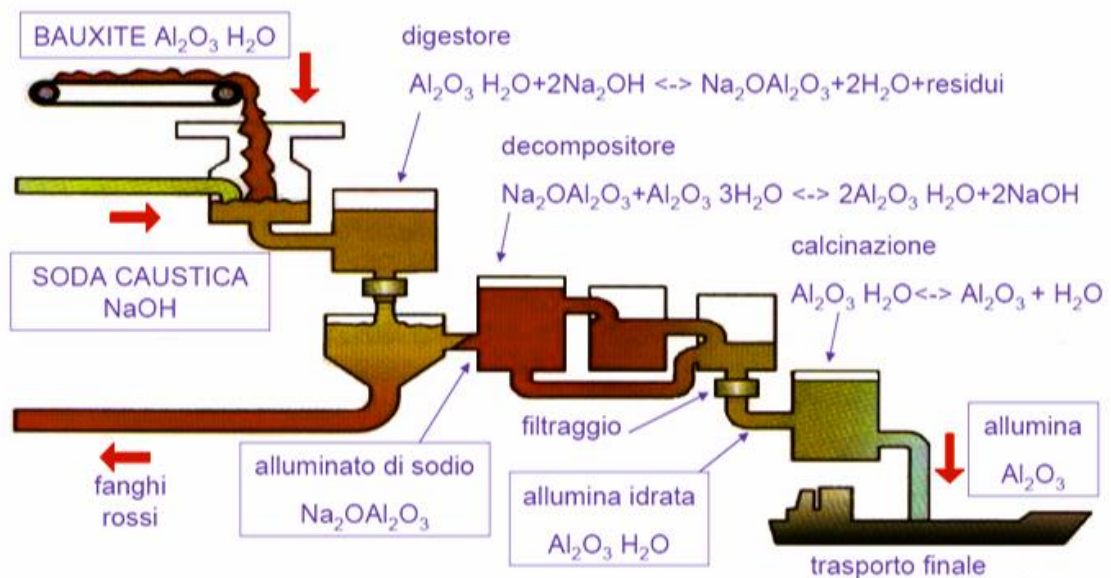
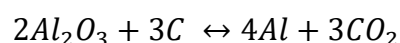


Figura 10. Processo Bayer: i passi e le loro reazioni chimiche

Ottenuta l'allumina si procede col *processo Hall-Heroult* [12], attraverso l'elettrolisi dell'allumina in alluminio e ossigeno in celle elettrolitiche, costruite in acciaio e mattoni refrattari su cui è disposta una suola di grafite che funziona da catodo, collegate ad un generatore di corrente continua. Il processo viene condotto su un elettrolita fuso costituito essenzialmente da una mistura di criolite ($3\text{NaF} \cdot \text{AlF}_3$) fusa con additivi utilizzati per ridurre la temperatura di funzionamento della cella elettrolitica a valori accettabili (960°C - 980°C) e per ottenere la giusta densità e conduttività del bagno necessarie alla separazione dell'alluminio. Barre rettangolari di grafite vengono immerse nel fuso fin quasi a contatto con il fondo della cella e funzionano da anodo. L'alluminio viene ottenuto allo stato liquido e, a causa del suo peso specifico maggiore di quello del bagno, si deposita sul fondo della cella, mentre l'ossigeno che si libera all'anodo reagisce l'elettrodo di grafite producendo CO_2 (Fig. 11) e provocandone il progressivo consumo per combustione, secondo la reazione complessiva:



La purezza dell'alluminio ottenuto è di circa 99,6%. Una successiva raffinazione può aumentarne fino al 99,99%.

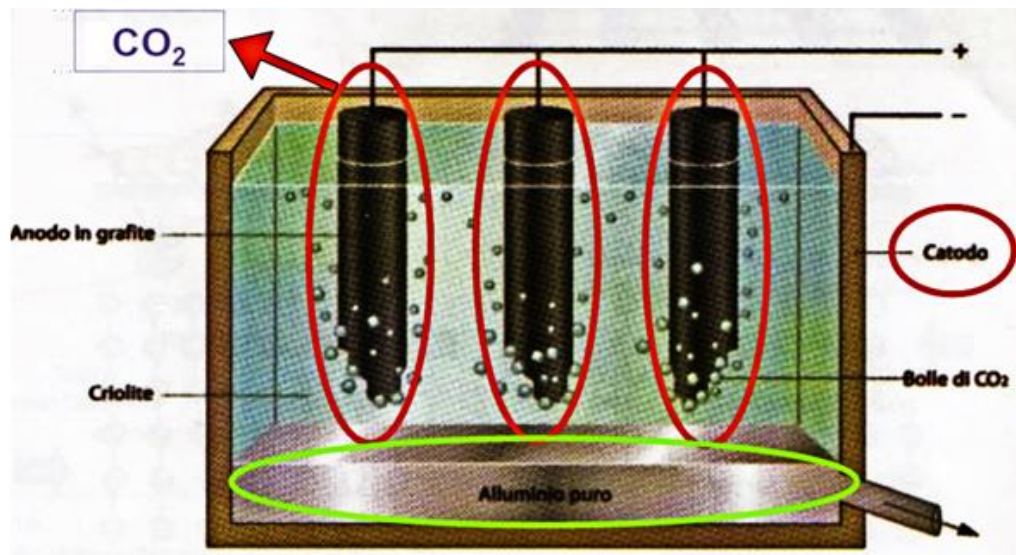


Figura 11. Processo Hall-Heroult

Esistono nel mondo giacimenti di bauxite di tipologia diversa, di differenti concentrazioni di allumina, che hanno applicazioni diverse. I depositi di ottima qualità, per la produzione di alluminio, contengono più del 45% di ossido di alluminio, meno del 12% di ossido di ferro e meno dell'8% di silicio (la principale impurezza dannosa) e sono presenti nelle regioni tropicali o semitropicali (Fig. 12). Secondo l' United States Geological Survey [13], i principali produttori mondiali sono Australia, Cina, Brasile, India e Guinea, in ordine.

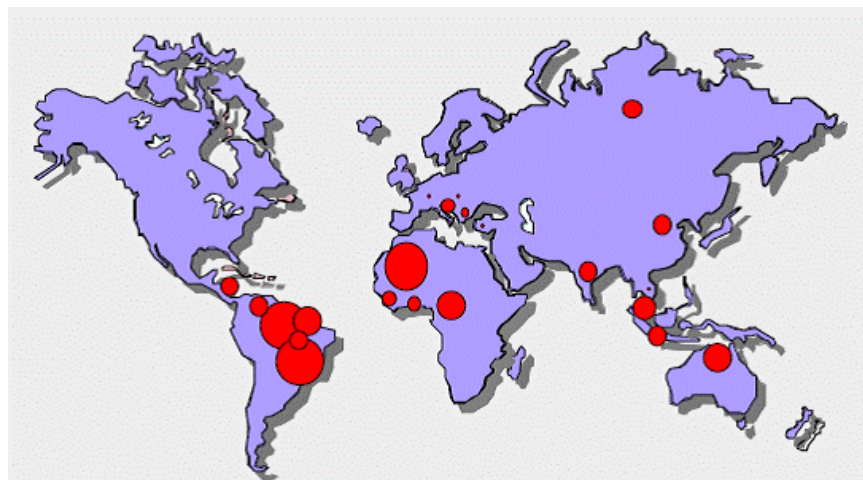


Figura 12. Principali depositi di bauxite

L'alluminio puro ha poca applicabilità nell'industria. La maggior parte va destinata alla fabbricazione di leghe. Dipendendo dalla finalità desiderata, vengono aggiunti

all'alluminio degli elementi leganti, introdotti in concentrazioni diverse, che forniscono le precise caratteristiche al materiale. I vari elementi destinati alla preparazione di leghe binarie o complesse possono essere aggiunti sostanzialmente in due modi:

- per introduzione diretta dell'elemento nell'alluminio fuso: impiegato per quegli elementi che presentano punto di fusione inferiore o uguale a quello dell'alluminio (Sn, Zn e Mg) o assai più elevato, com'è il caso del silicio, che presenta un punto di fusione di 1414°C.
- per introduzione di una lega nell'alluminio fuso: essendo la lega sempre di alluminio, generalmente binaria e precedentemente realizzata contenendo il legante nella massima percentuale possibile, questa lega è detta "lega madre". Il metodo viene applicato per tutti gli elementi che, pur disciogliendosi egualmente nell'alluminio fuso, in ragione principalmente della loro elevata temperatura di fusione, presentano una velocità di dissoluzione piuttosto bassa.

2.1.1 Problematiche ambientali

2.1.1.1. I fanghi rossi

Durante la estrazione di alluminio, gli idrossidi di ferro sono disidratati, formando una soluzione solida di Fe_2O_3 , che cristallizza e diventa il principale componente dei fanghi rossi (*red mud*). La sua composizione chimica tipica è [14]: 30%-60% di Fe_2O_3 , 11%-20% di Al_2O_3 , 2,5%-14% di SiO_2 , tracce-11% di TiO_2 , tracce-11% di CaO e 1,5%-8% di Na_2O .

I fanghi rossi sono diluiti e filtrati ad alta pressione, dove sono recuperati alcuni componenti. Presentano elevata alcalinità (pH maggiore di 11) ed un basso contenuto di solidi. Inoltre, i solidi in sospensione contengono alta percentuale di particelle fini. La combinazione di questi fattori chimici e fisici crea notevoli difficoltà nella manipolazione, stoccaggio e risanamento o utilizzo del *red mud*. Il loro smaltimento o recupero è ancora a livello di sperimentazione e non esistono forme di trattamento definitivo.

Come non hanno ancora usi commerciali, sono pompati e scaricati in laghetti artificiali o in mare. Sono rifiuti pericolosi ed i depositi superficiali devono essere costruiti e gestiti con particolari attenzioni per evitare contaminazioni dei terreni circostanti, incidenti (Fig. 13 e 14) e per impedire che materiale pulverulento sia disperso in aria provocando

effetti dannosi per la salute: queste polveri sono di natura fortemente alcalina e causano effetti irritanti per la pelle, gli occhi e l'apparato respiratorio.



Figure 13 e 14. Immagini aeree del disastro in Ungheria nel 2010. I fanghi rossi hanno distrutto 3 piccole province e contaminato diversi fiumi

Da notare che il *red mud* generato negli impianti di produzione di allumina ammonta a circa 1,5 volte l'allumina estratta dal processo Bayer e a circa 4 volte l'alluminio prodotto [12]. Questo significa che le quantità sono enormi (Fig. 15). Solamente negli ultimi anni sono stati promossi degli studi e delle sperimentazioni per un adeguato trattamento di questi rifiuti. In alcuni casi l'elevato tenore di alluminio nel materiale ha consigliato di modificare il ciclo produttivo al fine di ridurre la carica alcalina, in modo tale da ottenere un fango inerte che può essere utilizzato per ricolmare le miniere esaurite come substrato per il

reimpianto della vegetazione originaria o per altri scopi agricoli o come materiale di riporto per le zone costiere. Infine è stato sperimentato l'utilizzo dei fanghi rossi anche nella produzione di materiali da costruzione.



Figura 15. Depositi di *red mud* a Portovesme, Sardegna

2.1.1.2 Gli inquinanti

Durante i diversi passi del processo Hall-Heroult, sono generati enormi quantità di inquinanti liquidi, gassosi e solidi: fluoruri gassosi e particolati, polvere di carbone, anidride carbonica e solforosa, biossido d'azoto, idrogeno solforato, solfuro di carbonio, esafluoruro di zolfo, fluorocarburi gassosi, fumi di allumina e cloruro di sodio. I liquidi derivano dal raffreddamento di cappe, stampi di colata, bobine dei forni elettrici, dalle acque di laveria e dai sistemi di lavaggio inseriti lungo il percorso di uscita dei fumi. I gassosi sono emessi dalle celle elettrolitiche e dai forni degli impianti ausiliari. I solidi sono costituiti da quelle scorie che non possono essere reintrodotti nel ciclo produttivo e devono essere smaltite in apposite discariche. I fumi che si formano sono densi, caldi (tra 200°C - 500°C), fastidiosi e devono essere trattati prima dell'immissione in atmosfera. I fumi che però non sono captati rendono indispensabile l'adozione di severe misure di igiene ambientale. Circa 0,8% di tutta l'emissione mondiale di gas a effetto serra deriva dalla produzione di alluminio [8].

2.2 La produzione di alluminio secondario - il riciclo

2.2.1 Motivazioni

Il processo necessario per produrre l'alluminio primario è estremamente oneroso dal punto di vista energetico e ha seri impatti ambientali e sociali se i rigetti generati non vengono ben gestiti. L'industria primaria del metallo consuma 2% della fornitura mondiale di energia elettrica, essendo uno dei materiali di maggior consumo energetico primario [15], come si vede nella figura 16. Per la produzione di 1 kg di alluminio con purezza 99,6%, i processi Bayer e Hall-Heroult richiedono 4kg di bauxite (dai quali si estraggono 2kg di allumina) e 45kWh di energia [16], rendendo il costo totale fortemente dipendente dal costo dell'energia.

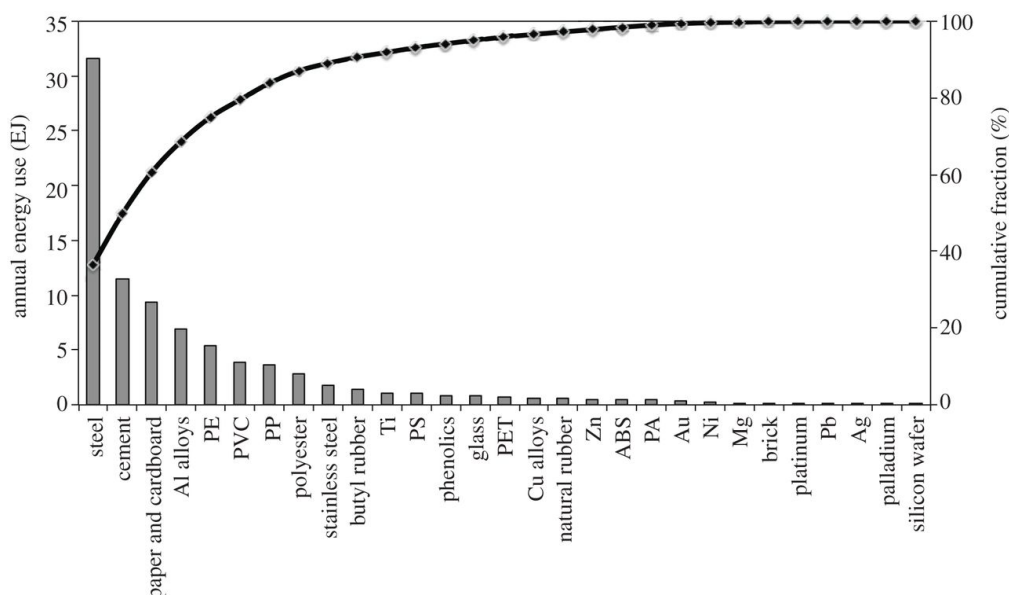


Figura 16. Consumo di energia primaria di diversi materiali [15]

Considerando che dalle 45 milioni di tonnellate di alluminio prodotte annualmente negli anni 2000, solo circa 32 milioni di tonnellate sono di alluminio primario e che, dal 2005 al 2050 il rapporto di crescita del consumo di alluminio si trova tra 2,6 e 3,5 (Fig. 17, lo stesso rapporto per gli acciai è di 1,8-2,2) i costi della produzione e il volume di rifiuti contaminanti generati raggiungono proporzioni colossali. Si fa quindi ricorso con sempre maggiore frequenza alla pratica del recupero di alluminio attraverso il riciclaggio, ossia la produzione di alluminio secondario.

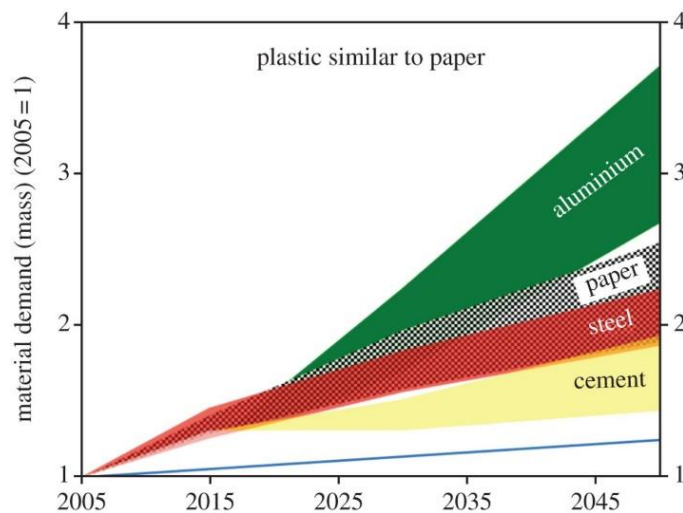


Figura 17. Previsione della domanda di alluminio

L'industria di alluminio secondario diventa estremamente attrattiva quando considerati i suoi diversi vantaggi, sia economici che ambientali, e rappresenta un importante passo alla sostenibilità per tutta l'industria di alluminio. Il riciclaggio è l'unico metodo alternativo al processo di fabbricazione dell'alluminio applicabile a livello industriale. La produzione di alluminio secondario tramite processi convenzionali risparmia 95% dell'energia richiesta per la produzione della medesima quantità di alluminio primario (mentre piombo, acciaio e rame raggiungono 65%, 74% e 85%, rispettivamente [16]), produce 90% meno residui solidi, emette 95% meno gas a effetto serra e la sua riciclabilità permette che il materiale sia recuperato, in modo facile ed economico, al 100% infinite volte senza perdere le sue proprietà originali, se questo non contiene elevate quantità di sostanze sintetiche, metalli e sporcizia.

L'utilizzo industriale dell'alluminio riciclato è vasto, includendo la produzione di beni durevoli e non durevoli, nell'industria automobilistica, aerospaziale, militare, delle costruzioni e negli utensili domestici.

Il nome 'secondario' non deve esser visto come un indice di qualità del materiale ma solamente come un indicativo della sua origine. Mentre il nome 'primario' si riferisce all'alluminio estratto dal minerale, il 'secondario' è quello che deriva da prodotti giunti alla fine del ciclo di vita e da trucioli provenienti dalla produzione o dalla lavorazione ed è, in generale, un perfetto sostituto del metallo primario.

La sfida dell'industria secondaria è lo sviluppo di leghe (principalmente quelle da deformazione plastica, che hanno una minore tolleranza agli elementi leganti di quelle leghe

da fonderia) che possono esser fabbricate utilizzando alluminio riciclato, a causa degli effetti in generale negativi di altri elementi chimici nei processi convenzionali. In modo particolare, trucioli da diverse leghe e di diverse composizioni e concentrazioni rendono complicato il controllo del tenore di impurezze e l'ottenimento di una lega di composizione catalogata. L'alternativa è lo sviluppo di nuovi metodi di riciclo, metodi più efficienti di separazione del materiale ad essere riciclato o di rimozione dell'eccesso di elementi leganti. Tuttavia, i benefici della pratica si mostrano sufficientemente grandi e attirano sempre più attenzione.

2.2.2 I metodi convenzionali di riciclo

I primi riprocessi degli scarti sono successi dovuto al facile accesso dei produttori primari ai trucioli di lavorazione, generati durante la fabbricazione delle leghe da fonderia e da deformazione plastica. Attualmente, il riciclo convenzionale di rottami di alluminio è un complesso processo interattivo (Fig. 18).

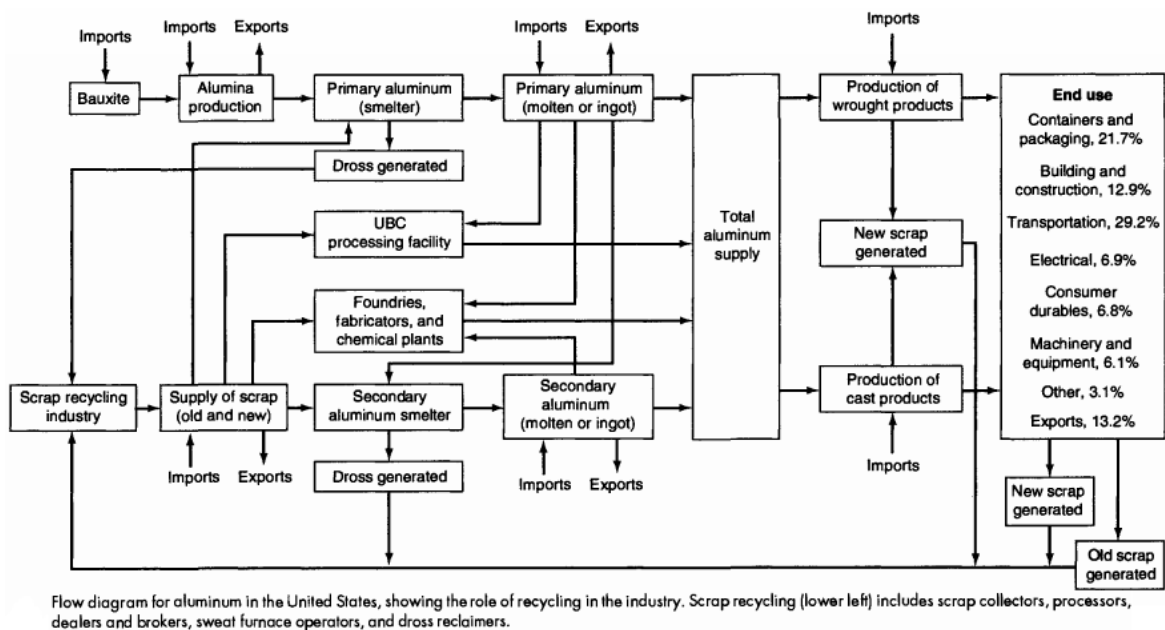


Figura 18. Il loop dell'alluminio negli Stati Uniti, dalla produzione al riciclo

Lo svolgere dell'attività di produzione di alluminio secondario esige la comprensione del flusso locale (o globale) realizzato dal materiale prima del suo scarto, partendo dall'estrazione della bauxite, passando per trasporti, produttori intermediari, stoccaggio, fino

al consumatore finale, considerando poi i centri di raccolta, fonderie secondarie, processori di metallo, nuovi consumatori, tempi di vita utile dei prodotti, ecc.

I cosiddetti metodi convenzionali sono quelli che recuperano gli scarti tramite processi di rifusione. Questi possono essere suddivisi in ‘vecchi’ o ‘nuovi’ scarti. Il primo gruppo consiste nei rottami scartati dai consumatori, dopo raggiungere il loro fine vita utile. Contaminati e probabilmente di composizione chimica sconosciuta, richiedono trattamenti preliminari (selezione, pulizia) prima della rifusione. Il secondo gruppo si riferisce agli scarti ottenuti dai processi di fabbricazione e manifattura. La loro composizione chimica è, in generale, conosciuta e non ci sono contaminazioni in grandi quantità, vanno fusi senza trattamenti preliminari.

I trattamenti preliminari hanno i medesimi scopi: rimuovere rottami di non-alluminio, ridurre le impurezze e aumentare la densità relativa (principalmente nel caso dei trucioli (Fig. 19), che possono anche essere schiacciati e/o compressi prima della rifusione per uniformizzare le dimensioni). Alcuni sono: triturazione, separazione magnetica o d’aria, separazione manuale. Dopo una selezione e la pulizia (se necessari), gli scarti sono avviati in fonderia. L’alluminio viene portato alla temperatura di circa 500°C per essere depurato da eventuali vernici, lubrificanti o sostanze aderenti. Terminato questo processo, l’alluminio viene fuso a circa 800°C per ottenere alluminio liquido, che viene poi lavorato in lingotti o placche utili a realizzare semilavorati o nuovi prodotti.

Molti aspetti determinano l’efficienza del processo e devono esser ponderate per assicurare buoni parametri di lavoro. La composizione delle leghe secondarie è strettamente collegata alla qualità degli scarti. Si deve considerare che l’alluminio riciclato ha una quantità di impurezze maggiore dell’alluminio primario, però con la selezione adeguata degli scarti, la qualità delle leghe secondarie ottenute può raggiungere livelli paragonabili all’alluminio dalla bauxite. Il ferro è uno dei parametri di distinzione tra loro, perché la sua rimozione non avviene in modo facile o economico dal metallo fuso [17]. La sua presenza, di solito in basse concentrazioni nell’alluminio primario, modifica le proprietà meccaniche finali ottenute e, di conseguenza, l’applicazione delle leghe. In generale, le leghe primarie vengono applicate nei casi dove si richiede resistenza meccanica e alla corrosione, duttilità, lavorabilità, saldabilità e conducibilità elettrica. Le leghe secondarie vengono invece applicate nei casi che richiedono buona colabilità ad alte pressioni.

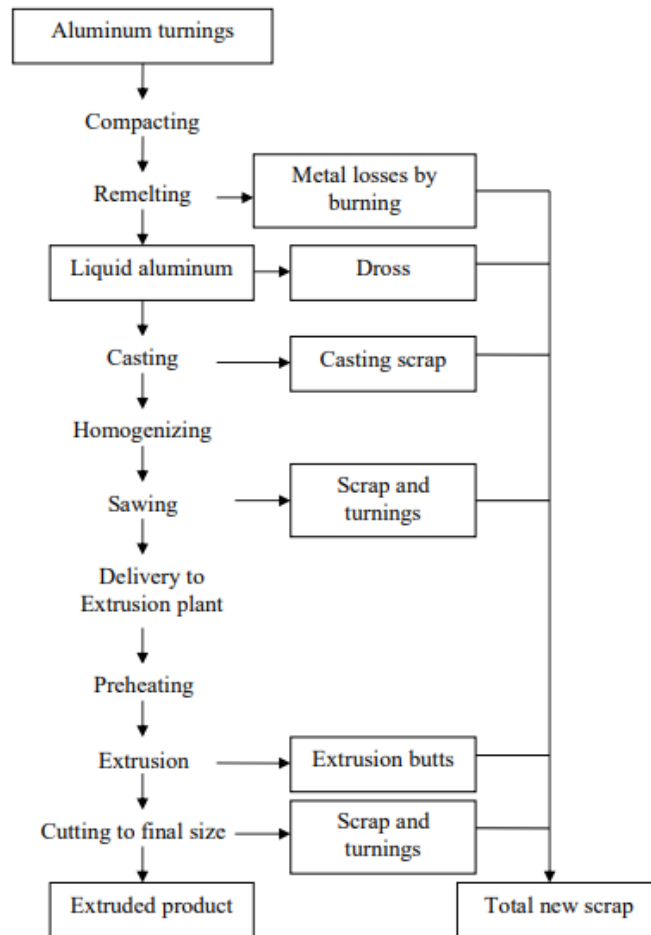


Figura 19. Schema rappresentativo del riciclo di trucioli di alluminio

La selezione del forno (elettrico, rotativo o a riverbero) utilizzato per la rifusione è un aspetto critico e dipende dalla qualità, dalla quantità, dalla precedenza e dalla dimensione degli scarti, dalle condizioni di operazione, dal costo dell'energia e dal prodotto finale desiderato. L'obiettivo è sempre quello di generare i maggiori rapporti di materiale fuso per unità di volume, utilizzando meno combustibile e meno tempo per ciclo, all'aumentare dell'efficienza termica.

2.2.2.1 Le problematiche

La domanda di energia del processo di riciclo tramite rifusione tende a crescere significativamente nonostante gli sforzi per la sua ottimizzazione [18]. L'efficienza dell'impianto di fusione ed il suo consumo energetico dipendono dal livello di purezza del materiale, delle sue condizioni di pulizia e altri fattori, esigendo trattamenti preliminari degli

scarti, che migliorano la riciclabilità e diminuiscono le perdite di materiale però incrementano il costo del processo e possono annullare i suoi benefici economici.

Ci sono perdite in ogni fase dei processi convenzionali di riciclaggio di alluminio. Ad esempio, le perdite causate dall'ossidazione del metallo durante la fusione, o dalle scorie dalla superficie del fuso che si mescolano al materiale e lo contaminano, oppure le perdite di materiale dovuto alla lavorazione dei lingotti di alluminio. Alla fine non più del 54% del metallo viene trasformato durante il processo nel prodotto finale (Fig. 20) e la perdita di alluminio può raggiungere il 50% [19], dai quali il 10%-20% sono perdite permanenti [20].

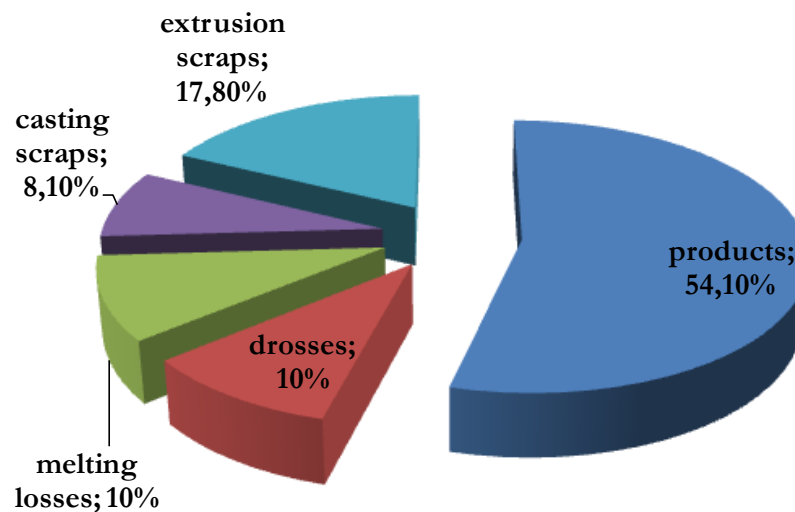


Figura 20. Perdite di materiale con i processi convenzionali [20]

La produzione di alluminio secondario dai trucioli dalla lavorazione diventa particolarmente complicata, questo è il più difficile tra i tipi di scarti di alluminio da riciclare, a causa della loro forma, allungata e spirale, dimensioni variabili a seconda della lavorazione e dei parametri di processo, bassa densità relativa e contaminazione superficiale con ossidi, olio lubrificante, ecc. [21], richiedendo quindi trattamenti preliminari anche se sono scarti nuovi. Queste sono problematiche comuni al riciclo di trucioli di tutte le leghe leggere (alluminio, magnesio e titanio).

Le tecniche di riciclaggio convenzionali generano residui pericolosi, anche se in minori proporzioni rispetto alla produzione primaria, residui questi che richiedono la loro eliminazione o adeguato stoccaggio, un'operazione che può avere costi elevati. Alcuni dei residui, quando in contatto con l'acqua, formano sostanze tossici o inquinanti, come HCl, NH₃, CH₄, PH₃, H₂, and H₂S. Sono pure responsabili per le perdite di materiale, se

considerato che le concentrazioni di Al recuperabile nei residui può raggiungere il 70% e il recupero rappresenta un incremento dei costi e del consumo di energia.

2.2.3 I metodi innovativi di riciclo

2.2.3.1 Motivazioni

Gli aspetti negativi rendono i processi convenzionali ancora poco efficaci e rendendo necessario lo sviluppo di nuove tecniche di riciclo dell'alluminio e dei suoi trucioli, che, come visto nella figura 21, rappresentano la più grossa parte degli scarti di alluminio riciclati negli Stati Uniti, i maggiori importatori mondiali di alluminio [22], e una delle più grosse parti degli scarti disponibile (Fig. 22). L'attività di riciclo dei trucioli di alluminio è quindi di alto impatto economico ed ambientale a livello mondiale, se considerato l'elevato tasso di volume prodotto in tutto il mondo dai processi di lavorazione.



Figura 21. Produzione di alluminio secondario negli Stati Uniti, dal 1998 al 2017 [17]

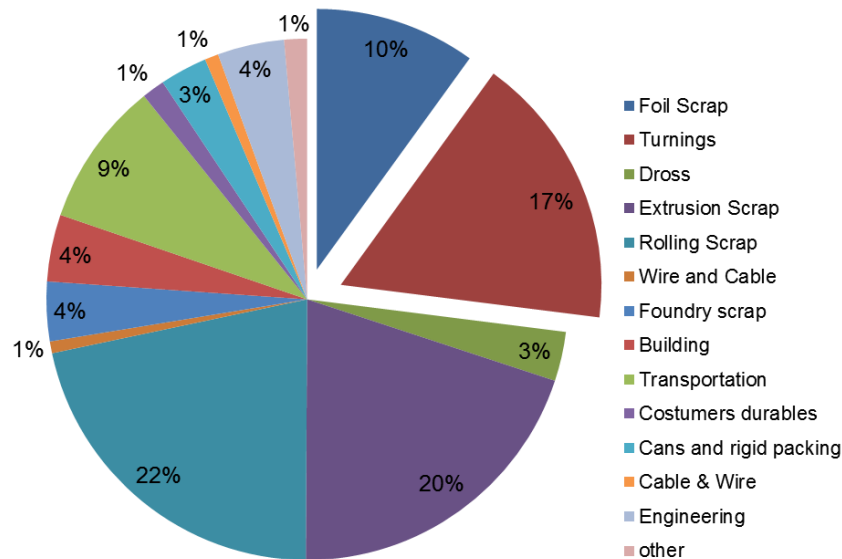


Figura 22. Scarti di alluminio [20]

Al fine di eliminare gli svantaggi dei metodi convenzionali dal processo di riciclo degli scarti di alluminio e di altre leghe leggere, sono stati sviluppate negli ultimi anni le “tecniche dirette” di recupero, oppure *solid state recycling*. Queste si basano nell’utilizzo degli scarti, schiacciati [23] o no [24], al loro stato solido. I trucioli sono pre-compattati, e lavorati su severa deformazione plastica, evitando quindi la fase di rifusione e le sue problematiche.

I metodi diretti sono relativamente semplici, consumano poca energia e non producono rigetti pericolosi. Le dimensioni e forme corrette dei trucioli al tipo di lavorazione plastica utilizzata sono essenziali a una buona pre-compattazione e alla qualità finale dei prodotti, motivo per il quale si deve scegliere bene il metodo ed i parametri di frantumazione, caso necessario. Per quanto riguarda la pre-compressione, quelle a caldo e a freddo non mostrano differenze significative sulla qualità dei prodotti finali [24].

Nel caso del riciclaggio diretto per estrusione a caldo (Fig. 23), uno dei notevoli vantaggi è il tasso di recupero di materiale, che può raggiungere 95% contro circa il 50% dei processi convenzionali [19], essendo soltanto 1,9% delle perdite permanente. Anche il consumo di energia varia considerevolmente: da 16-19 GJ/t, dai metodi convenzionali, a 5-6 GJ/t, dai metodi diretti. Riducono inoltre la manodopera necessaria per tonnellata di materiale prodotto, l'emissione di inquinanti gassosi, la produzione di rifiuti e l'estrazione di

minerale, oltre ad ottenere un prodotto finale con buone proprietà meccaniche, come studi precedenti hanno comprovato [25].

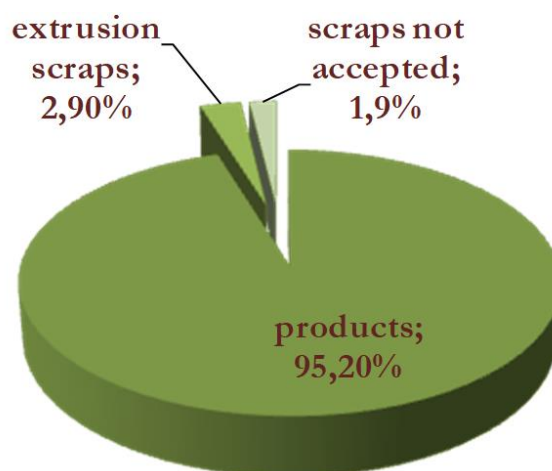


Figura 23. Perdite del Friction Extrusion [20]

Uno dei metodi diretti di riciclo dei trucioli di alluminio è il *Friction Consolidation*, oggetto di questa tesi, che verrà esposto nei capitoli successivi.

3. Metodi allo stato solido

3.1 Friction Consolidation

Come in tutti i processi dal gruppo *Friction Stir Process* (FSP), originato dal processo *Friction Stir Welding* (FSW), l'alterazione delle proprietà meccaniche del materiale o lega lavorato dovuto all'alterazioni della struttura cristallina avviene tramite severa deformazione plastica, dovuto all'attrito dal movimento rotativo della matrice sul carico di materiale (Fig. 24). Il termo FSP è stato proposto per la prima volta nel 1999 da Mishra et al. [26] e, da allora, sono stati sviluppati diversi metodi basati su questo principio di funzionamento. Con questi processi è possibile, ad esempio, creare uno strato di grani raffinati in una area di interesse, senza interferire nelle proprietà della struttura restante [27] (Fig. 25), tranne la zona termicamente alterata all'intorno della zona principale di attrito. Per i FSP, la zona più importante è quella tra le zone citate, che determina le proprietà dell'area modificata [28].

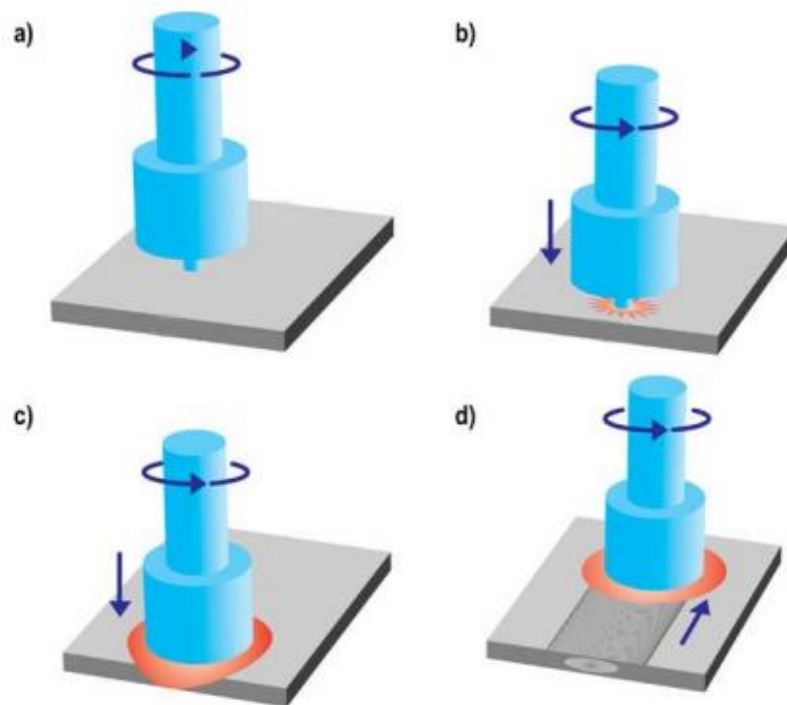


Figura 24. Friction Stir Process: (a) Utensile e materiale prima del contatto. (b) Primo contatto tra punzone e materiale e conseguente generazione di deformazione calore. (c) Penetrazione dell'utensile nel materiale, che entra in contatto con la matrice, ed espansione della zona termicamente alterata a causa dell'attrito e della deformazione. (d) Inizio del moto relativo, definendo la zona di raffinamento dei grani

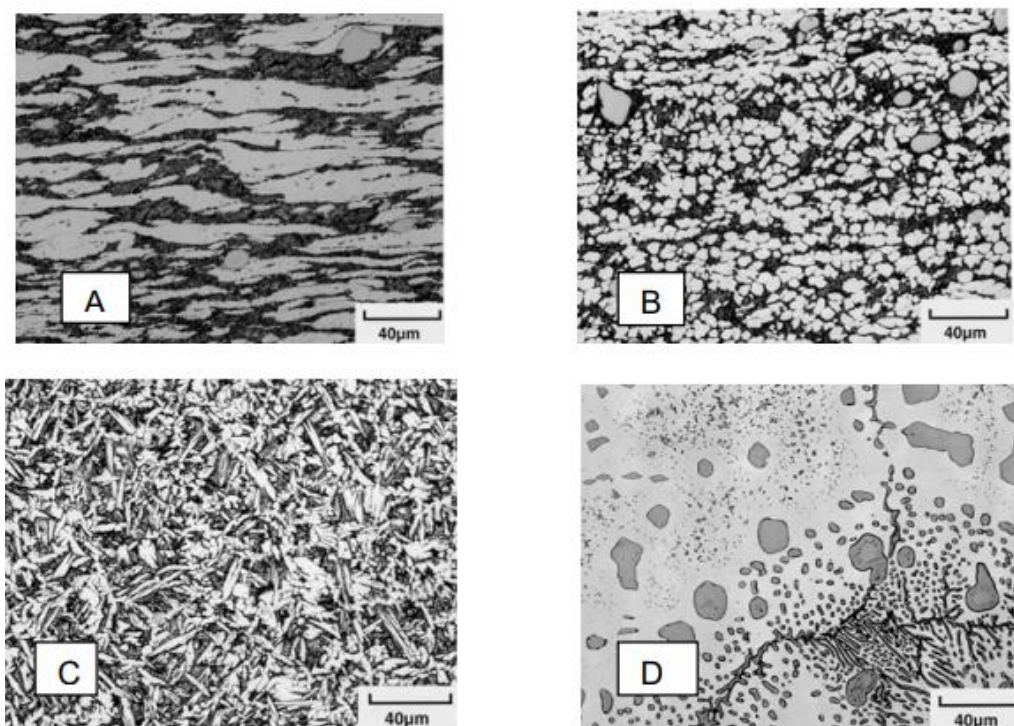


Figura 25. Diverse strutture cristalline ottenute in bronzo NiAl tramite Friction Stir Process. (b) corrisponde allo stato di raffinamento dei grani [27]

A differenza del FSP, che visa soltanto modificare localmente le proprietà meccaniche, il FSW è un processo di unione (Fig. 26 e 27), sviluppato per i casi di leghe o condizioni di lavoro che non possono esser sottoposti ai processi convenzionali di saldatura, basati sulla fusione della zona di giunzione tra i materiali.

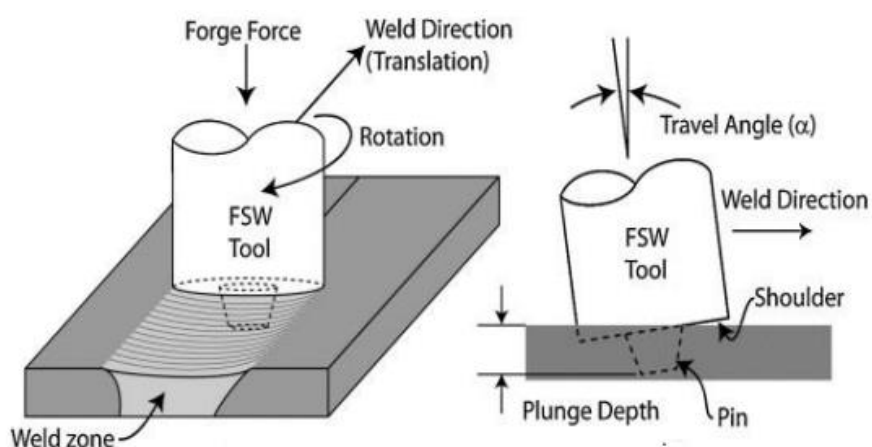


Figura 26. Friction Stir Welding

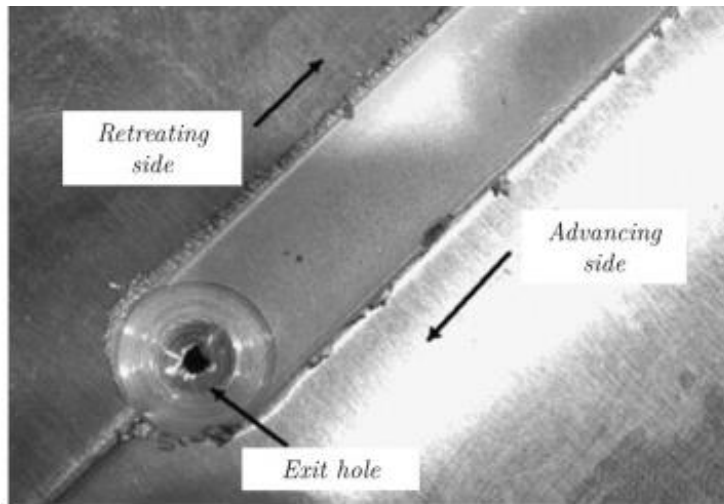


Figura 27. Saldatura tramite Friction Stir Welding

Altro *Friction Stir Process* è il *Friction Stir Consolidation* (FSC), che è stato brevettato negli anni 90 dal *The Welding Institute* (Cambridge, UK). Deriva dai fondamenti del *Friction Stir Extrusion* (FSE), un altro metodo FS, di riciclo allo stato solido, che, a sua volta, consiste in una estrusione convenzionale modificata. La differenza fondamentale è che nella FSE (Fig. 28) la matrice cilindrica non consumabile realizza un movimento rotativo intorno all'asse di estrusione, con la funzione di distribuire uniformemente la deformazione plastica per tutta la massa di carico (scarti inizialmente divisi), al fine di consolidarla prima di estruderla [29]. Il calore generato dall'attrito e dalla deformazione plastica distribuita per la matrice rotatoria provoca il consolidamento e la successiva estrusione del materiale caricato (Fig. 29).

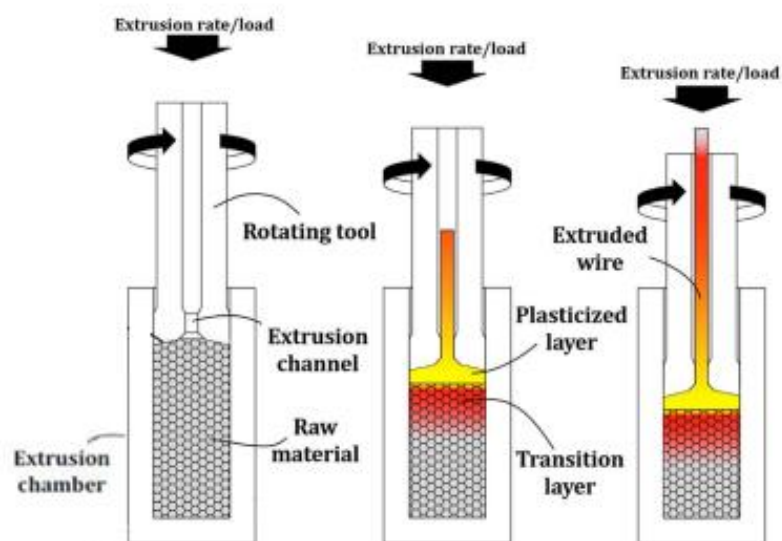


Figura 28. Friction Stir Extrusion

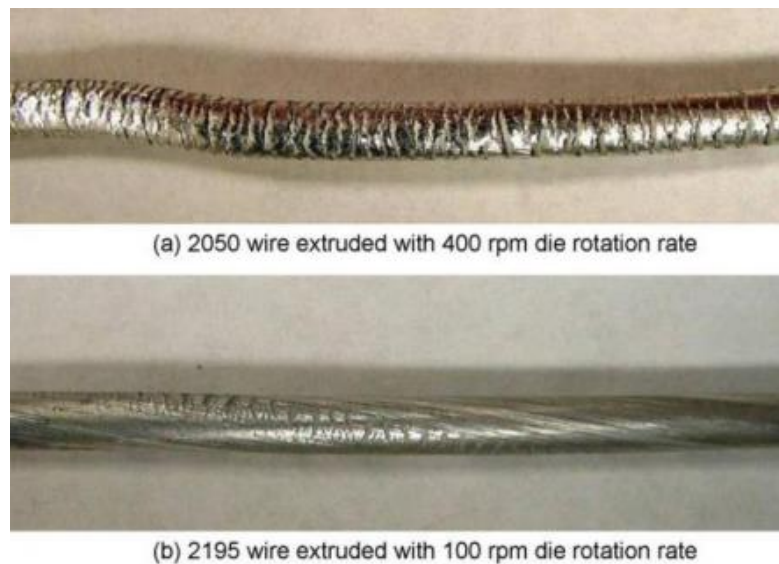


Figura 29. Prodotti ottenuti tramite Friction Stir Extrusion

A differenza del FSE, la matrice rotativa nel FSC (Fig. 30) non ha un foro di uscita caratteristico dall'estrusione. In questo caso, la matrice viene premuta su metallo o lega, che è confinato in una camera. Il calore generato dall'attrito e dal flusso plastico distribuito per la matrice rotatoria provoca un ammorbidimento del materiale. Durante la rotazione e la compressione, le lacune interparticellari sono diminuite e quindi le particelle ammorbidite vengono saldate insieme e consolidate [30].

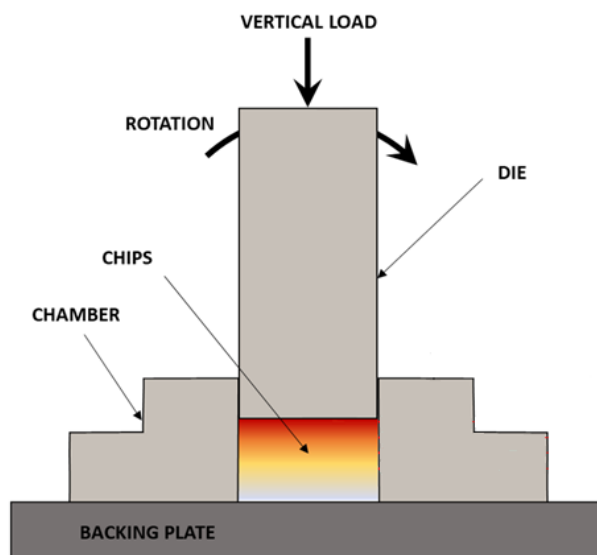


Figura 30. Friction Stir Consolidation

Essendo un processo diretto, cioè allo stato solido, le temperature di lavoro raggiunte durante il FSC si trovano sempre al di sotto del punto di fusione del materiale ad essere lavorato, evitando così le problematiche correlate ai metodi convenzionali, basati sulla fusione del materiale. Però le temperature possono ancora raggiungere valori elevati e l'utensile non può mai interagire col materiale o con l'ambiente. Si deve scegliere quindi l'utensile con la resistenza meccanica ad alte temperature adeguata alle condizioni di lavoro e al materiale lavorato. Per fare una buona scelta, il materiale dell'utensile deve avere:

- Elevata resistenza meccanica ad alta temperatura: per sopportare il carico applicato anche quando il sistema raggiunga elevate temperature.
- Elevato coefficiente di attrito col materiale ad essere lavorato: per massimizzare il contatto tra loro e la produzione di calore e deformazione.
- Inerzia chimica rispetto al materiale da lavorare: per evitare l'usura dell'utensile.
- Durezza: deve essere più duro del materiale lavorato e non usurarsi quando in contatto con la geometria particolare dei trucioli.
- Bassa conducibilità termica: materiali che dissipano il calore, diminuiscono la temperatura del processo e possono implicare direttamente nella qualità del prodotto finale.

Le dimensioni dell'utensile (Fig. 31) interferiscono direttamente nella quantità di calore generato e, conseguentemente, nella temperatura durante il processo, parametro essenziale al *bonding* ("saldatura") degli scarti, al raffinamento completo dei grani (di conseguenza alle proprietà meccaniche) e all'integrità fisica finale del prodotto.



Figura 31. Geometrie di utensile proposte da Li, Baffari e Reynolds

Ad esempio, nel FSC le parti stazionarie (camera e back plate) attuano come dissipatori di calore, riducendo la temperatura di processo, e limitando il flusso di deformazione degli scarti vicini alle loro pareti. Questa limitazione strutturale impedisce la completa ricristallizzazione dei grani in queste zone [31] e provoca un gradiente delle proprietà nel provino.

Il *Friction Consolidation* può trasformare polveri metalliche o rifiuti metallici, come trucioli, direttamente in un disco metallico completamente denso e funzionale, si mostrando un metodo adeguato alla produzione di materiale e leghe secondarie dagli scarti di lavorazione, i più difficili tipi di scarti da riciclare. Il processo si mostra efficiente nel consolidare di trucioli di dimensioni non omogenee e anche con la presenza di contaminanti in piccole quantità, evitando completamente i trattamenti preliminari di taglio e purificazione/pulizia ancora necessari ad alcuni dei processi allo stato solido (caso le impurezze si trovino entro valori tollerabili di concentrazione). Nel caso dello strato di ossidi, caratteristico dai trucioli di lavorazione, questo si rompe sotto applicazione di forza e attrito e viene consolidato insieme al metallo. Le perdite di materiale durante il FC sono quasi nulle, sebbene la finitura superficiale e le tolleranze dimensionali ottenute non siano di eccellente qualità, come si può osservare nella figura 32.

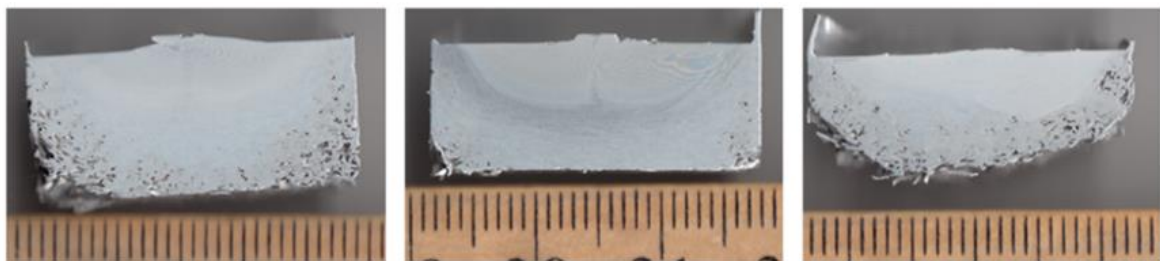


Figura 32. Sezione trasversale di billette di lega di alluminio ottenute tramite FC

Il FSC è un processo di un unico passo: la miscelazione, compattazione e *bonding* dei metalli avvengono insieme, tramite la matrice rotatoria che, con l'applicazione di carico, provoca una deformazione meccanica che promuove l'aumento della temperatura e la dissipazione di calore, senza necessità di interventi durante il procedimento. Neanche dispositivi particolari, lubrificanti o atmosfera controllata sono richiesti. Caratteristiche queste che rappresentano risparmio di tempo, energia e manodopera e riduzione dei costi, in confronto con metodi convenzionali e altri metodi diretti [32].

Le condizioni di processo ideali al *bonding* dei trucioli dipendono dai parametri tecnologici e geometrici scelti. Alcuni sono: velocità di rotazione dell'utensile, tipo e dimensioni dell'utensile, condizioni della lega lavorata e tempo di carico. Considerando che il *Friction Consolidation* è una tecnologia molto recente, ancora si trova poca informazione in letteratura, e non si conosce l'effetto di alcuni di questi parametri sull'evoluzione del flusso plastico, sulla temperatura o sulle proprietà meccaniche osservate nei prodotti finali.

3.2 Solid Diffusion Bonding

Il passaggio analogo a quello visto dai metodi convenzionali ai metodi *solid state recycling* è successo per il processo di saldatura. Le problematiche associate ai metodi convenzionali di saldatura e le loro limitazioni di applicazione, principalmente quando si tratta di leghe leggere, hanno fatto necessario lo sviluppo di nuove tecnologie di giunzione basate sullo stato solido dei materiali, ossia che lavorassero al di sotto delle temperature di fusione dei metalli coinvolti nel processo di unione.

Il cosiddetto *solid diffusion bonding* è in realtà una tecnica che porta delle caratteristiche sia della saldatura con fase liquida sia della saldatura allo stato solido [33]. Il suo principale meccanismo è l'interdiffusione degli atomi sulle interfacce. Per la maggior parte dei metalli, il processo solo viene condotto in atmosfera controllata al fine di evitare l'ossidazione indesiderata delle superfici. Però i metalli che hanno film di ossidi termodinamicamente instabili alla temperatura di *bonding* possono esser sottoposti al processo senza necessariamente un'atmosfera speciale.

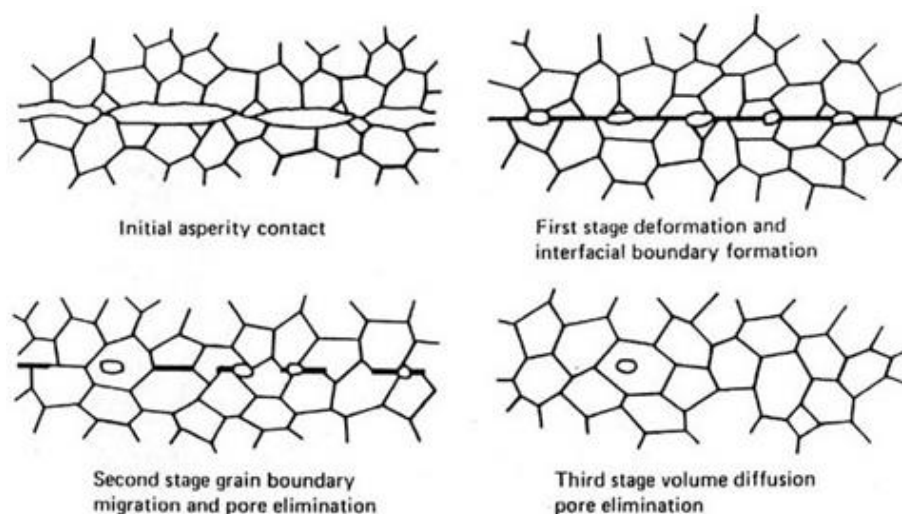


Figura 33. Fasi del Solid Diffusion Bonding

Il metodo consiste nella giunzione di materiali ad elevate temperature (50-90% del loro punto di fusione) e applicazione di carico per il tempo necessario alla unione (Fig. 33). La giunzione avviene quindi tramite deformazione plastica locale, che facilita l'interdiffusione degli atomi. Il processo produce giunzioni di alta qualità, senza discontinuità o porosità apparenti (Fig. 34).



Figura 34. Qualità della giunzione ottenuta tramite Solid Bonding

Permette il collegamento di materiali di comportamenti termici diversi (Fig. 35). Mantengono le proprietà dal materiale prima del procedimento se controllati i parametri di processo durante il *bonding*, tra altri tanti vantaggi.

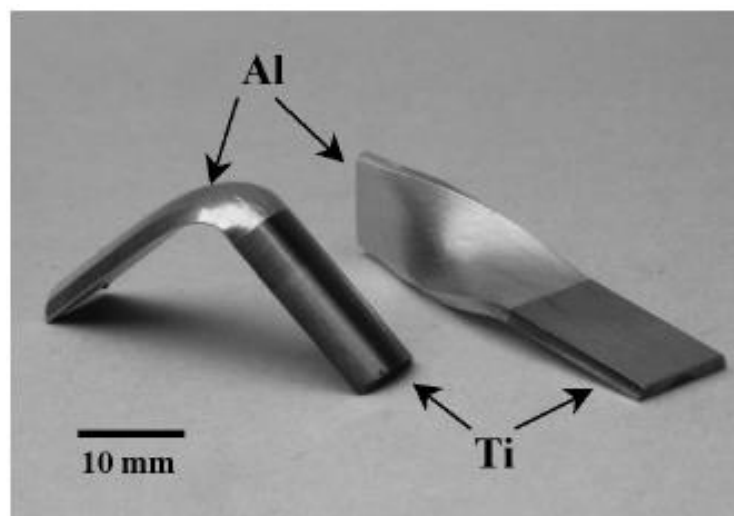


Figura 35. Giunzioni di materiali di diversi comportamenti termici dopo prove di torsione e flessione. Le giunzioni non presentano rischio o comportamento preferenziale di rottura

Come limitazioni, esige trattamento della superficie. Eccesso di ossidi o contaminazioni nelle superfici ad esser saldate riducono la resistenza nella zona di giunzione. Ossidi chimicamente stabili alla temperatura di *bonding* sono pure una difficoltà in più e possono richiedere più tempo di processo dei metodi convenzionali. Gli ossidi che invece si scogliono o si decompongono alla temperatura di *bonding* possono essere sottoposti a questo processo senza troppi trattamenti preliminari.

4. Procedura sperimentale

4.1 Attrezzatura realizzata

4.1.1 Macchina utensile

Lo sperimento è stato condotto su una macchina ESAB FSW LEGIO 3ST (Fig. 36), progettata per saldature del tipo *friction stir* lineari (assi X e Z). La testa di saldatura, di controllo idraulico, ha un limite massimo di applicazione di forze verticali pari a 25kN e velocità di saldatura fino a 2 m/min [34]. L'utensile è azionato da un motore elettrico ed è dotato di un sistema di raffreddamento a liquido per minimizzare l'usura dei suoi componenti.

Il macchinario possiede un sistema di controllo tramite computer touch screen specificamente sviluppato per FSW, che acquisisce e registra i principali dati dal processo (velocità di saldatura, posizione sull'asse orizzontale X e sull'asse verticale Z, velocità di rotazione dell'utensile, forza verticale lungo l'asse Z, corrente assorbita dal motore elettrico e coppia all'utensile). L'operatore è in grado di controllare il processo (asse Z, di controllo idraulico) mediante un preciso controllo della forza e dello spostamento, rendendo eseguibile l'adattamento del macchinario all'esecuzione del processo di *friction consolidation*.



Figura 36. ESAB FSW LEGIO 3ST

4.1.2 Sistema di acquisizione

Il sistema di acquisizione integrato nella cabina dell'ESAB (Fig. 37a) ha la funzione di evitare continui smontaggi e tarature. I dati dell'assorbimento elettrico durante le prove sono stati affidati a una tesista gestionale per l'analisi. Il coefficiente di carico $\cos(\Phi)$ della macchina è stato valutato misurando direttamente lo sfasamento tra corrente e tensione di alimentazione durante il funzionamento utilizzando uno spettrometro Tektronix TDS5054B opportunamente schermato (Fig. 37b).

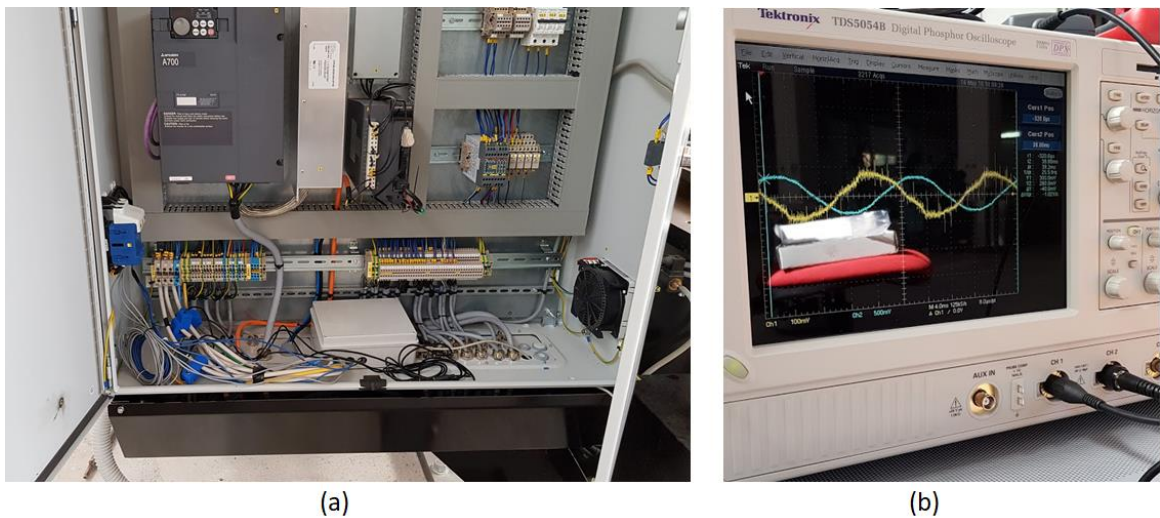


Figura 37. Sistema di acquisizione e spettrometro utilizzati

4.1.3 Utensili

L'apparecchiatura per la realizzazione delle prove sperimentali di friction consolidation è composta da una camera di dimensioni $\Phi 25$ mm x 40 mm fabbricata in acciaio temprato AISI H13 con shoulder piano, matrice anche in acciaio temprato, back plate e sistema di acquisizione. La matrice è scomponibile in due parti per facilitare le operazioni di svuotamento (Fig. 38). Sono state installate spine sulla flangia per garantire il centraggio della camera tra una prova e l'altra (Fig. 39).



Figura 38. Matrice scomponibile

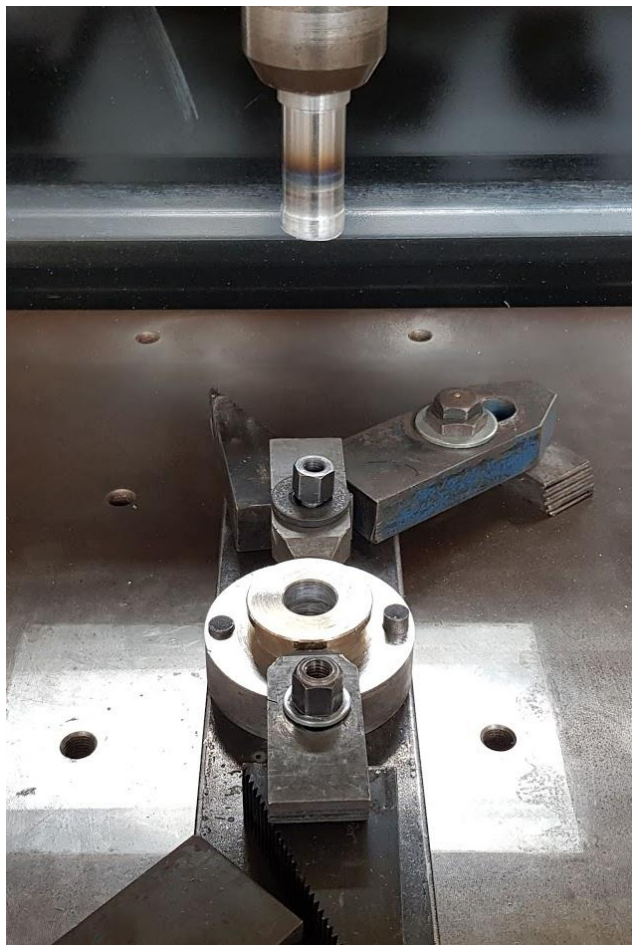


Figura 39. Spine installate

4.2 Materiale

È stata utilizzata una barra cilindrica di lega di alluminio di diametro $\Phi 30\text{mm}$ ridotta in trucioli utilizzando il tornio (Fig. 40).



Figura 40. Truciolo di alluminio utilizzato durante le prove sperimentali

Per ricavare la composizione chimica del metallo, è stata utilizzata la spettroscopia UV-visibile. La tecnica si basa sul principio che ogni elemento chimico ha il suo spettro caratteristico quando passa a uno stato eccitato. Una luce proveniente da una sorgente standard attraversa un prisma e viene frazionata in modo tale da attraversare il materiale oggetto di studio, che si eccita all'assorbire parte della luce. La parte riflessa viene trasformata in segnali elettrici. Questi dati vengono letti in forma di spettro (assorbimento \times lunghezza d'onda), che consente di determinare la concentrazione della sostanza che lo produce.

L'analisi del metallo tramite spettroscopia UV-visibile ha fornito una composizione chimica di una lega appartenente alla serie 2xxx, il cui principale elemento legante è il rame (Cu), che presenta la maggior percentuale di concentrazione tra gli altri elementi, ad eccezione dell'alluminio ovviamente. Da un confronto con database web e manuali, la composizione ricavata coincide meglio con quella della lega AA2024.

Secondo *The Aluminium Association (AA)* [6], la lega AA2024 ha la seguente composizione chimica (Tab. 6) e densità media (Tab. 7):

Tabella 6. Composizione chimica della lega AA2024

Elemento	%
Si	0,50
Fe	0,50
Cu	3,8-4,9
Mn	0,3-0,9
Mg	1,2-1,8
Cr	0,10
Zn	0,25
Ti	0,15

Tabella 7. Densità della lega AA2024

Designation	Density	
	lbs/in. ³	(kg/m ³) x 10 ³
2023	0.100	2.77
2024	0.100	2.78
2024A	0.100	2.77
2124	0.100	2.78
2224	0.100	2.77

4.3 Parametri di processo ed esecuzione delle prove sperimentali

4.3.1 Parametri di processo variati

Le prove sperimentali sono state eseguite seguendo il piano sperimentale 3x3x3, come riportato sulla tabella 8.

Tabella 8. Parametri di processo impostati durante le prove sperimentali

Forza [kN]	20		
Massa carica [g]	10	15	20
Rotazione utensile [RPM]	500	1000	1500
Tempo di carico [s]	10	30	40

4.3.2 Esecuzione delle prove sperimentali e problematiche

La procedura di prova consiste nei seguenti passi:

- Caricamento dei trucioli nella camera.
- Pre-compattazione dei trucioli nella camera con forza di 5kN. Questa fase, come è stato già discusso, non è un trattamento preliminare obbligatorio all'esecuzione del processo *Friction Consolidation*, ma è stata realizzata a fine di ospitare la carica maggiore di trucioli nella camera. Per questo motivo, questa fase non è stata considerata nel computo energetico.
- Settaggio dello 0 della macchina a circa 1.5mm dalla superficie dei trucioli compattati.
- Spegnimento dei motori della macchina.
- Avviamento del sistema di acquisizione dell'assorbimento elettrico.
- Riaccensione dei motori, per portare la macchina allo stato di stand-by.
- Avviamento della prova, con controllo in spostamento, a una velocità di avanzamento di 0.5mm/s fino al raggiungimento di un carico di 5kN sull'utensile.
- Passaggio al controllo in forza con carico iniziale di 5kN, portato tramite *override* manuale e graduale al valore di prova di 20kN. Da questo punto si è iniziato a contare il tempo di consolidamento.
- Trascorso il tempo t , si interrompe manualmente la prova. L'utensile smette di ruotare solo dopo essere stato estratto dalla camera per evitare il grippaggio dello stesso.
- Spegnimento dei motori della macchina.
- Arrestamento del sistema di acquisizione dell'assorbimento elettrico.
- Smontaggio della matrice.
- Espulsione della billetta utilizzando un maglio di alluminio.

Sono state eseguite 27 prove (Tab. 9).

Tabella 9. Dati di processo delle billette ottenute

Prova	Massa [g]	Tempo [s]	Rotazione [RPM]
1	15	40	500
2	15	30	500
3	15	30	1000
4	15	40	1000
5	10	30	500
6	10	40	500
7	10	30	1000
8	10	40	1000
9	15	10	500
10	10	10	500
11	15	10	1000
12	10	10	1000
13	20	10	500
14	20	10	1000
15	15	30	1500
16	15	10	1500
17	15	40	1500
18	20	10	1500
19	20	30	1500
20	20	40	1500
21	10	10	1500
22	10	30	1500
23	10	40	1500
24	20	30	500
25	20	30	1000
26	20	40	1000
27	20	40	500

4.4 Preparazione metallografica

Per realizzare le analisi metallografiche, le billette ottenute sono state tagliate a freddo a metà lungo il diametro utilizzando una troncatrice ed inglobate a due a due in resina fenolica termoindurente sfruttando una inglobatrice Remelt IPA 30-E (Fig. 41), che porta i grani di resina alla temperatura di polimerizzazione (170°C) sotto una pressione di 4,5 bar per 25 minuti. I provini risultano quindi inglobati in un blocco cilindrico in modo tale da affacciare le sezioni trasversali degli stessi (Fig. 42).



Figura 41. Inglobatrice Remelt IPA 30-E e pulitrice Presi Mecapol P260

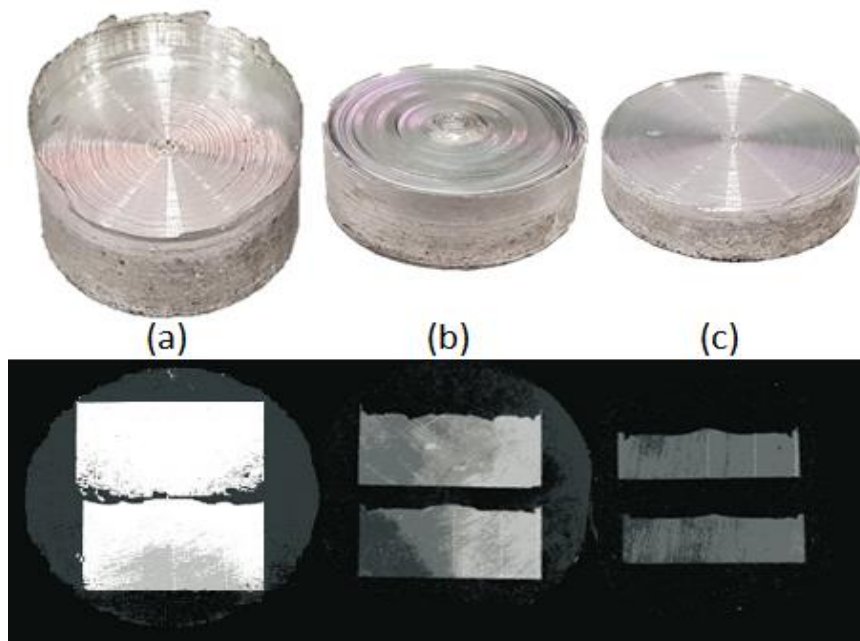


Figura 42. Billette ottenute con 20g (a), 15g (b) e 10g (c) di trucioli, prima e dopo taglio e inglobamento

Le superfici da analizzare sono state levigate con la pulitrice metallografica Presi Mecapol P260 (Fig. 41), come da norma ASTM E407-09 (passate successive di carta abrasiva a base di SiC fino a 1200 sotto getto d'acqua, per evitare l'aumento della temperatura dovuto all'attrito e possibili alterazioni locali della microstruttura dei provini). Le superfici sono state in seguito lucidate con panni e paste diamantate ($4\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$) e attaccate per immersione col reagente proposto da Dix e Keller per circa 25 secondi, al fine

di evidenziare i bordi dei grani e effettuare le misure degli stessi. La composizione chimica del reagente Dix e Keller viene riportata in tabella 10 [35].

Tabella 10. Composizione chimica del reagente Dix e Keller

HF	HNO ₃	HCl	H ₂ O
1%	2,5%	1,5%	95%

4.5 Analisi metallografiche

Utilizzando un microscopio ottico invertito per metallografia Olympus QX51 (Fig. 43) con una fotocamera Nikon D10 accoppiata per l'acquisizione delle immagini, le billette sono state osservate e fotografate per la seguente misurazione dei bordi di grano.



Figura 43. Microscopio ottico metallografico Olympus QX51

I grani sono stati misurati su tre linee parallele sulle sue sezioni longitudinali (Fig. 44, in rosso). Le linee di misura sono state poste rispettivamente a 0mm (linea 0), a 6.25mm (o $R/2$, linea 1) e a 12mm (o R , linea 2) dall'asse della billetta. Sono state fatte immagini a 5x o 10x, quest'ultimo soltanto per i provini i cui grani non si potevano distinguere con chiarezza allo zoom di 5x.

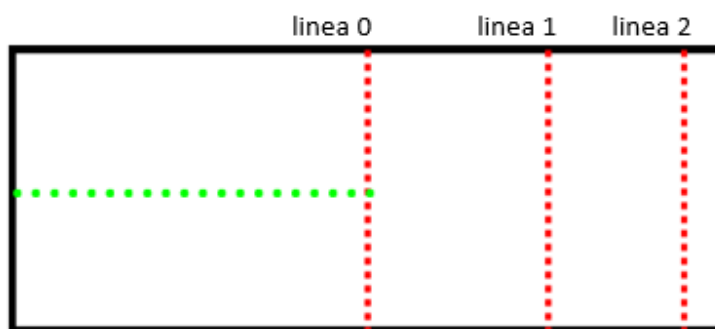


Figura 44. Linee di misurazione dei grani (rosso) e della durezza (verde) sulla sezione trasversale della billetta

Col software ImageJ debitamente configurato secondo le impostazioni del microscopio utilizzato (Fig. 45), si è inserita la scala referente alla lente utilizzata per fare la immagine (5x o 10x). Sono state misurati 5 o 10 grani, al variare dell'uniformità dell'area dei grani, in ogni 1 mm² (definiti con l'ausilio di una griglia, Fig. 46a), partendo dalla superficie di maggiore ricristallizzazione, dove i grani hanno minori dimensioni rispetto al resto della struttura, in ciascuna delle tre linee di riferimento finché non si poteva più distinguere i grani. La misurazione delle aree dei grani è stata fatta cliccando sulla voce di disegno *freehand selections*, che consente di evidenziare il bordo di un grano (Fig. 46b), ed in seguito cliccando sulle voci *analyze > measure*. Si apre una finestra con i dati, incluso dell'area [μm^2] (Fig 46c).

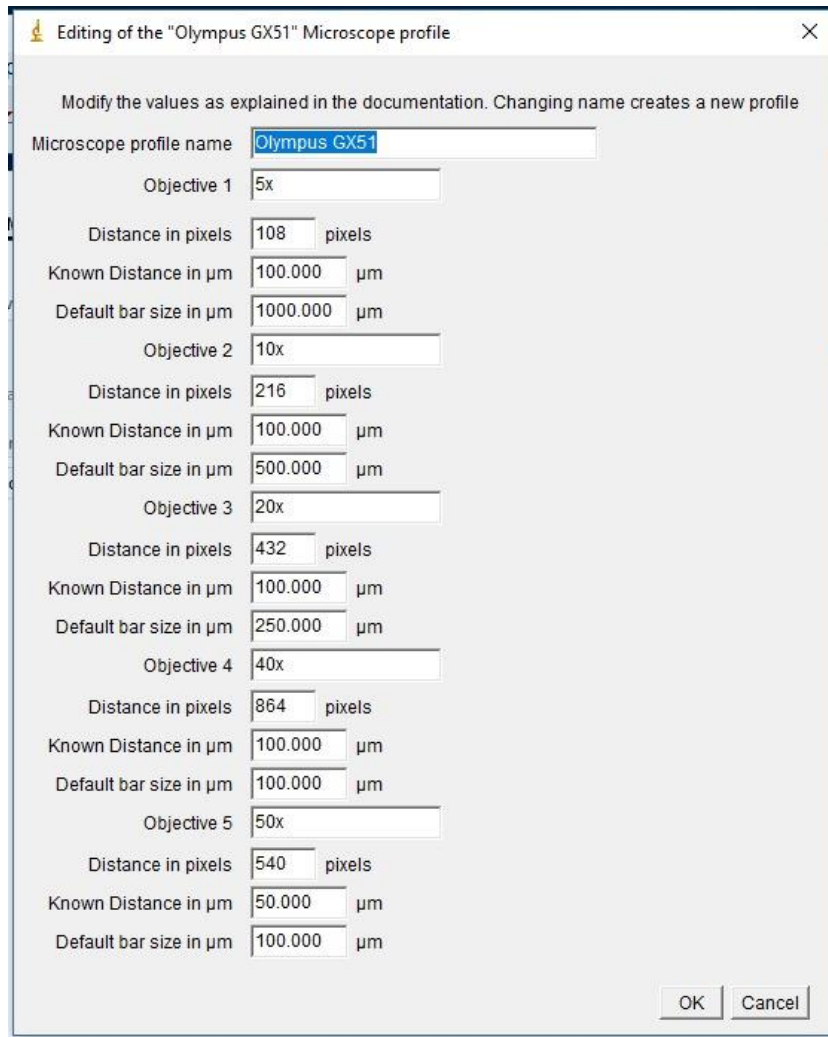


Figura 45. Impostazioni del microscopio

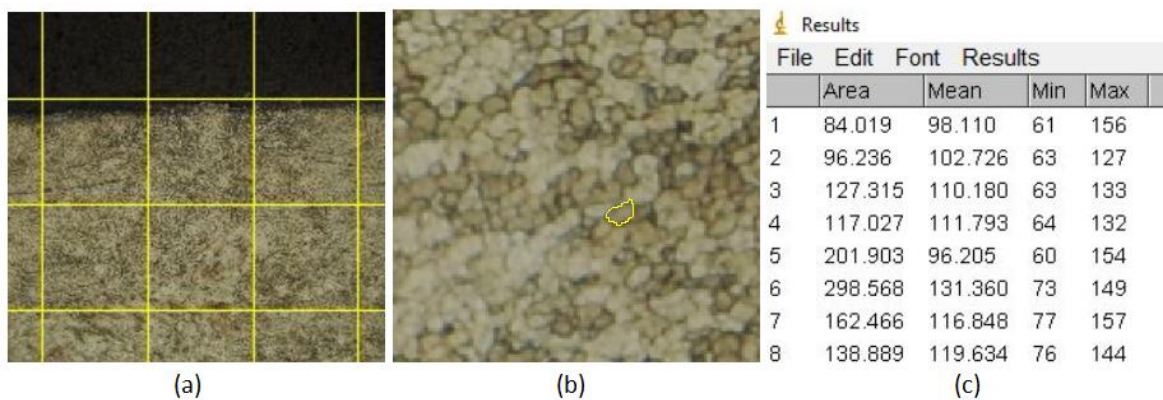


Figura 46. Dettagli del software ImageJ

Approssimando la forma dei grani alla forma di un cerchio, dai dati di area misurati è stato ricavato un valore di diametro medio equivalente per ogni millimetro delle tre linee di ogni provino analizzato tramite l'equazione $d_{eq} = \sqrt{\frac{4 \times area}{\pi}}$.

4.6 Analisi di durezza

La linea di riferimento utilizzata nelle prove di durezza (Fig. 44, in verde) parte dal centro all'estremità della billetta ad una altezza pari a $h/2$, essendo h l'altezza totale. Utilizzando il durometro Vickers Brinell Remet HBV 30 A (Fig. 47), con carico di prova di $F = 500\text{gf}$ e tempo di applicazione di carico di 10s, sono state fatte le impronte delle prove con una spaziatura di 1 mm tra due punti di misurazioni, cioè 12 punti in ogni provino.

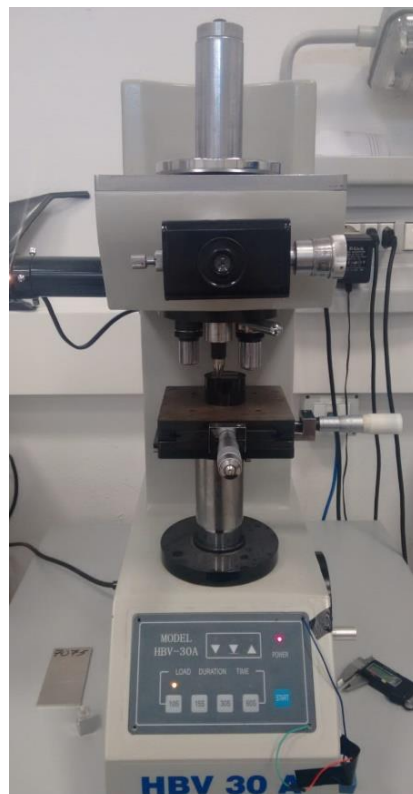


Figura 47. Durometro Vickers Brinell Remet HBV 30 A

Realizzate le prove di durezza, sono state fotografate tutte le impronte di tutte le billette utilizzando il microscopio invertito (Fig. 48a). Sono state misurate le lunghezze delle

diagonali delle impronte lasciate dal penetratore di diamante sulla superficie del provino tramite il software ImageJ: impostate le specificazioni del microscopio ed inserita la scala referente alla lente utilizzata nell'immagine, si clicca sulla voce di disegno *straight*, *segmented of freehand lines*, or *arrows*, che consente di disegnare linee rette (Fig. 48b), ed in seguito si clicca sulle voci *analyze > measure*. Si apre una finestra con i dati, incluso della lunghezza delle linee [μm] (Fig. 48c).

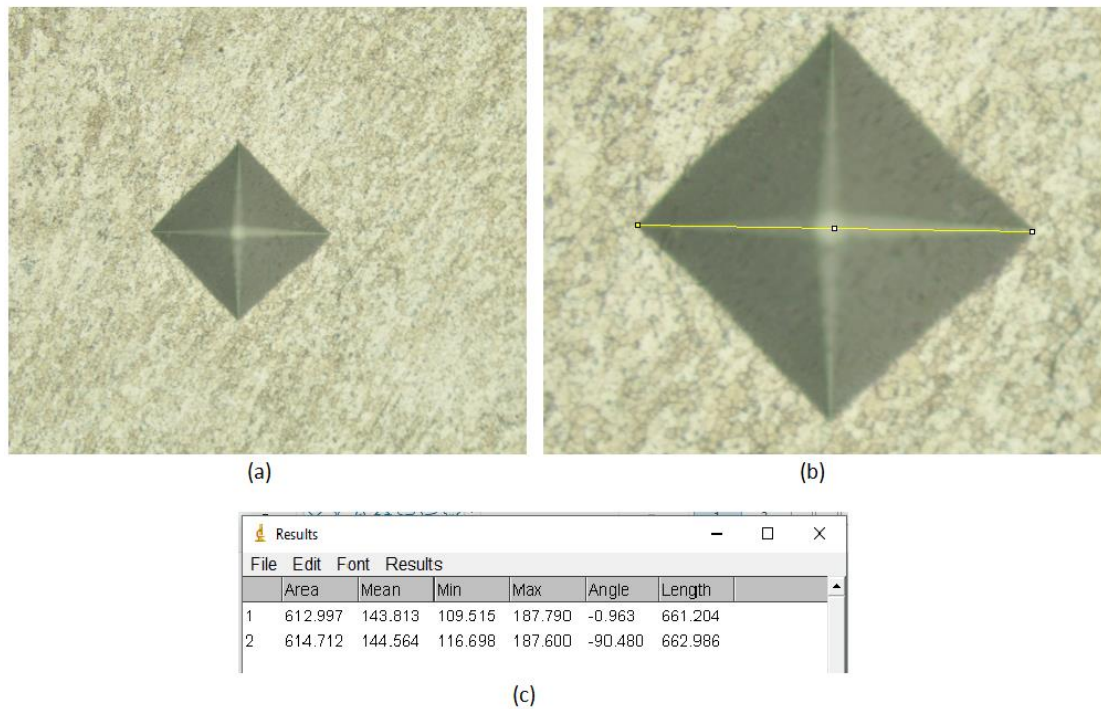


Figura 48. Impronta della prova di microdurezza e dettagli del software ImageJ

I dati registrati nella colonna '*length*' sono stati utilizzati per ricavare la durezza Vickers HV tramite l'equazione $HV = 1854 \times F/d^2$, essendo d la media aritmetica delle diagonali dell'impronta.

5. Risultati

5.1 Analisi metallografiche

Le analisi metallografiche e di durezza sono state eseguite nei 27 provini, ciascuno ottenuto imponendo ciascuna delle 27 possibili combinazioni dei parametri variabili proposti (3 valori di massa di carica di trucioli, 3 valori di rotazione dell'utensile e 3 valori di tempo di applicazione di carico) al processo. Come già accennato, l'elevata finitura superficiale non è un aspetto caratteristico dal *Friction Consolidation* (Fig. 49). Per $m = 10g$ e $m = 15g$, l'alta rotazione ai 3 valori di tempo di carico e la rotazione media a elevato tempo di carico hanno prodotto le forme più irregolari. Per $m = 20g$, l'alta rotazione a elevato tempo di carico e la bassa rotazione ai 3 valori tempo di carico hanno prodotto le geometrie più irregolari. Ossia, un'elevata velocità di rotazione dell'utensile combinata a lunghi tempi di applicazione di carico è risultata in elevata rugosità. Soltanto per un elevato valore di massa l'evento occorre anche a bassa velocità di rotazione per tutti i tempi di applicazione di carico e a basso tempo di carico per tutte le rotazioni, dovuto al non completo consolidamento dei trucioli (Fig. 50). Queste ultime condizioni di lavorazione sono le uniche a non formare dischi solidi di bordi ben definiti, a causa dell'insufficiente flusso di deformazione e calore per tutta la massa di materiale nella zona più lontana dall'utensile e vicina alle pareti della camera, che dissipano energia.

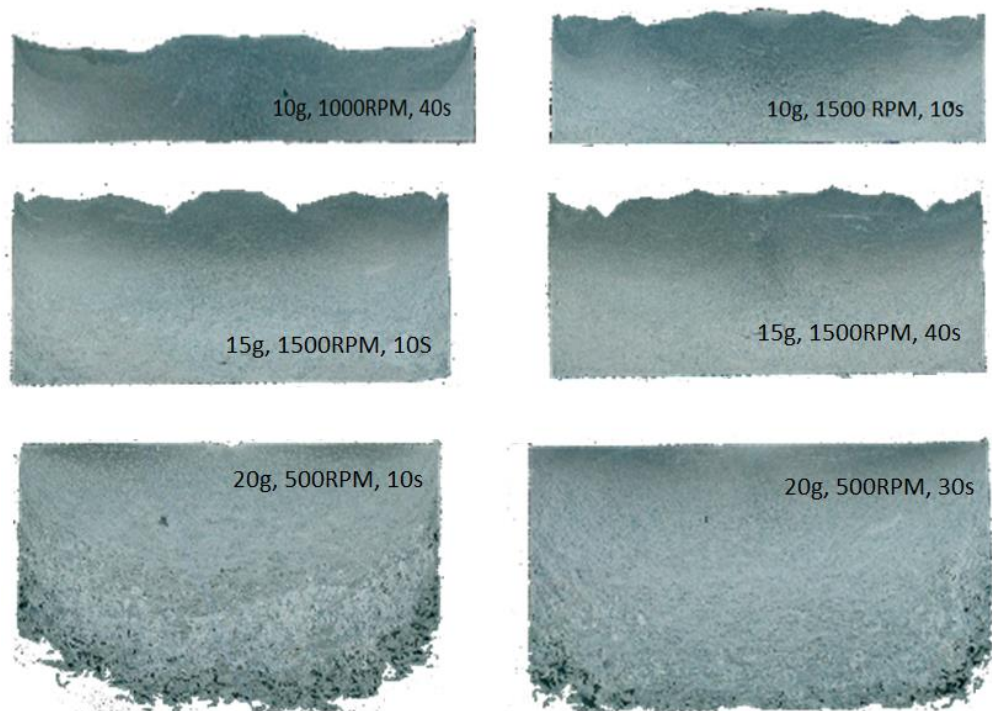


Figura 49. Finitura di alcuni dei provini

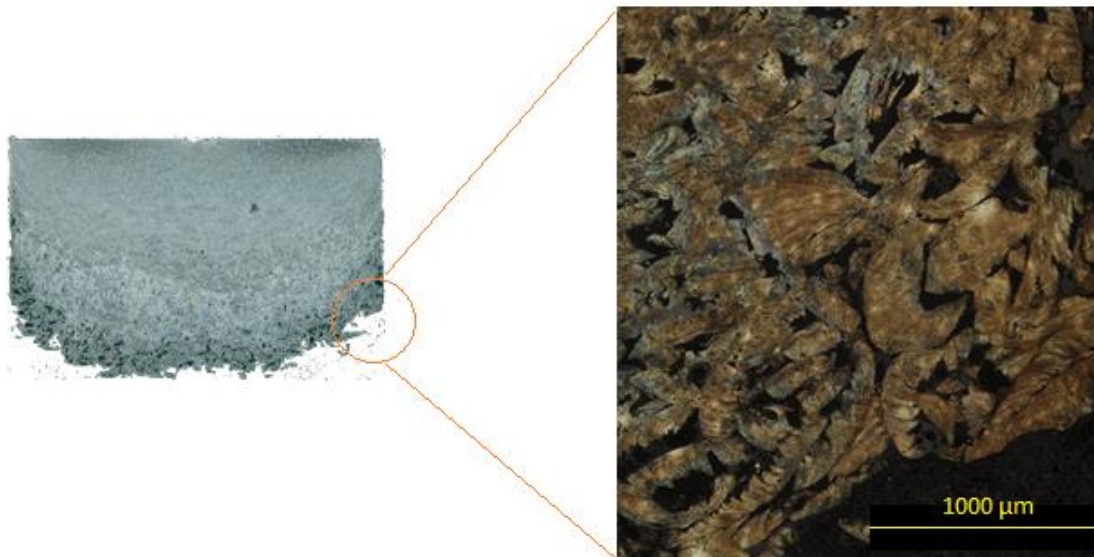


Figura 50. Dettaglio della billetta di 20g ottenuta a 500RPM e $t = 10s$

Per quanto riguarda le analisi dei grani, tutte le billette hanno presentato lo stesso comportamento in tutte le linee di osservazione in termini di ricristallizzazione e consolidamento dovuto alla deformazione plastica e conseguente innalzamento della temperatura durante il processo (Fig. 51).

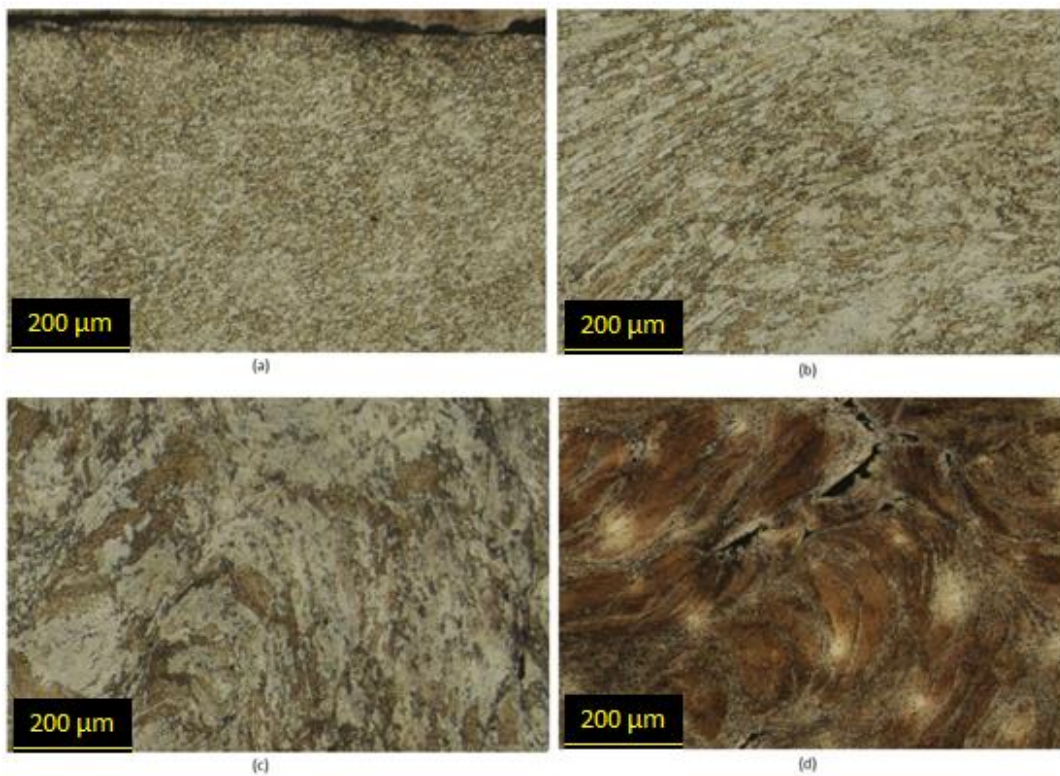


Figura 51. Fasi di cristallizzazione di billetta prodotta con 20g di trucioli, rotazione di 1500RPM e tempo di carico di 30s, linea 0 a 5x

La zona (a) è quella in contatto con l'utensile. Raggiunge le temperature e deformazioni più elevate durante il processo ed è la prima a essere deformata e consolidata dovuto al calore generato dall'attrito tra materiale e utensile. Caratterizzata dall'assenza di bordi di trucioli e vuoti e da grani di minori dimensioni, equiassiali e di valori di aree uniformi, dovuto a una fase di ricristallizzazione completa. Il calore e la deformazione generati nella zona (a) vengono distribuiti alle altre zone.

Nella zona (b) invece si vedono grani orientati di dimensioni diverse e maggiori rispetto ai quelli della zona precedente. La temperatura di ricristallizzazione in questa zona non è stata mantenuta per un tempo abbastanza lungo, non occorrendo la ricristallizzazione dei grani ma il loro recupero.

Nella zona (c) i bordi dei grani diventano difficili da distinguere, il trend prosegue fino allo stato (d), zona in cui non si vedono più grani. A causa dell'aumento della temperatura e deformazione, il materiale viene ammorbidito ed i vuoti si chiudono, essendo "saldati" tramite solid bonding, ma il consolidamento non è stato completamente realizzato. Le zone (b) e (c) non hanno vuoti, questi sono visti invece nella zona (d) in maggior frequenza nei casi a $m=20g$ già accennati (Fig. 50) e in pochi altri casi in minor frequenza, principalmente vicino ai bordi laterali e inferiore della billetta, zone di minore temperatura e flusso di deformazione dovuto al contatto con i componenti della macchina (come già accennato).

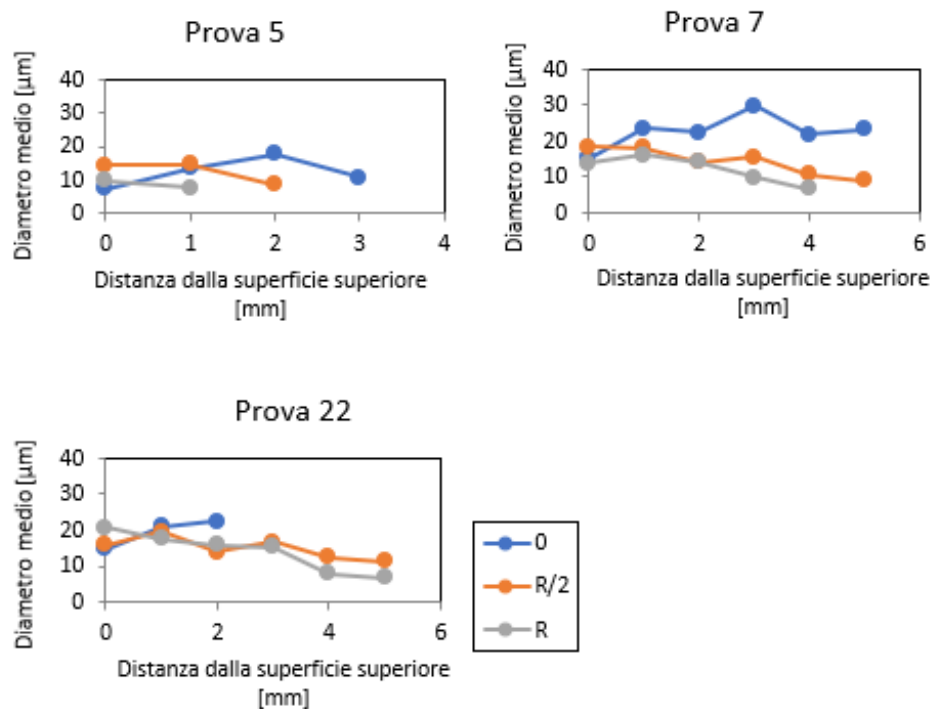


Figura 52. Billette di 10g ottenute a $t=30s$ e rotazioni di 500, 1000 e 1500 RPM rispettivamente

Fissati i valori di massa di carico m e di tempo di carico t , la rotazione r di 1000 RPM è stata quella a produrre provini con grani di diametro massimo maggiore (Fig. 52) e la rotazione r di 500 RPM invece ha prodotto i provini con grani di diametro massimo minore.

Fissati m e r , non si vede dalle misure fatte una relazione chiara tra tempo di carico e diametro massimo dei grani. Fissati r e t , i grani di diametro massimo minori sono stati prodotti con carico di trucioli $m = 20g$ ed i maggiori con $m = 15g$. Ossia, il valore di $m = 20g$ ha raggiunto temperature e deformazione più basse, non essendo favorevole al fenomeno di ricristallizzazione e crescita di grani. Considerando tutte le possibilità di combinazione fra tempo e rotazione e fissando il valore di massa, il minore diametro massimo per ciascuna delle masse è stato ottenuto con $t = 10s$ e $r = 500RPM$, condizioni di minore generazione di calore e deformazione (Fig. 53).

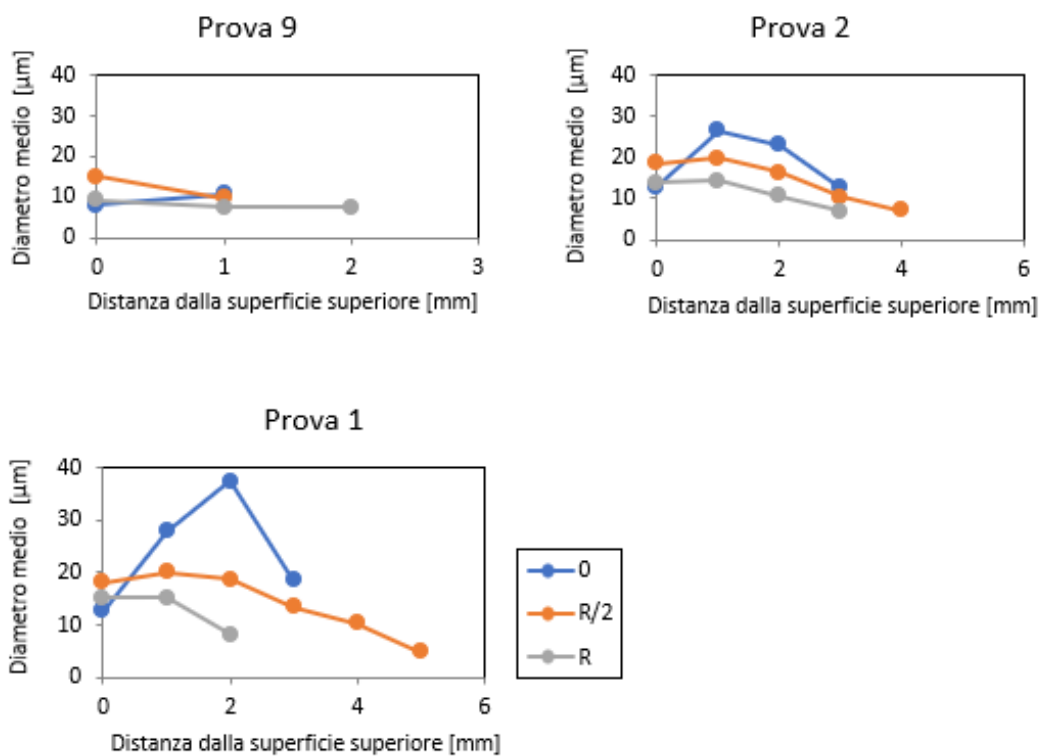


Figura 53. Billette di 15g ottenute a 500 RPM e tempi di carico pari a 10, 30 e 40s rispettivamente

Fissati m e t , tanto maggiore la rotazione maggiore l'estensione della zona di ricristallizzazione e recupero, partendo dalla superficie superiore, in cui si osservano grani ancora distinguibili (Fig. 54). Lo stesso per i tempi di carico pari a 10s e 30s, fissati m e r . Confrontando i dati ottenuti a $t=30s$ e a $t=40s$, non si vede una tendenza di aumento della zona di ricristallizzazione con l'imposizione di quest'incremento di tempo al processo (Fig. 55).

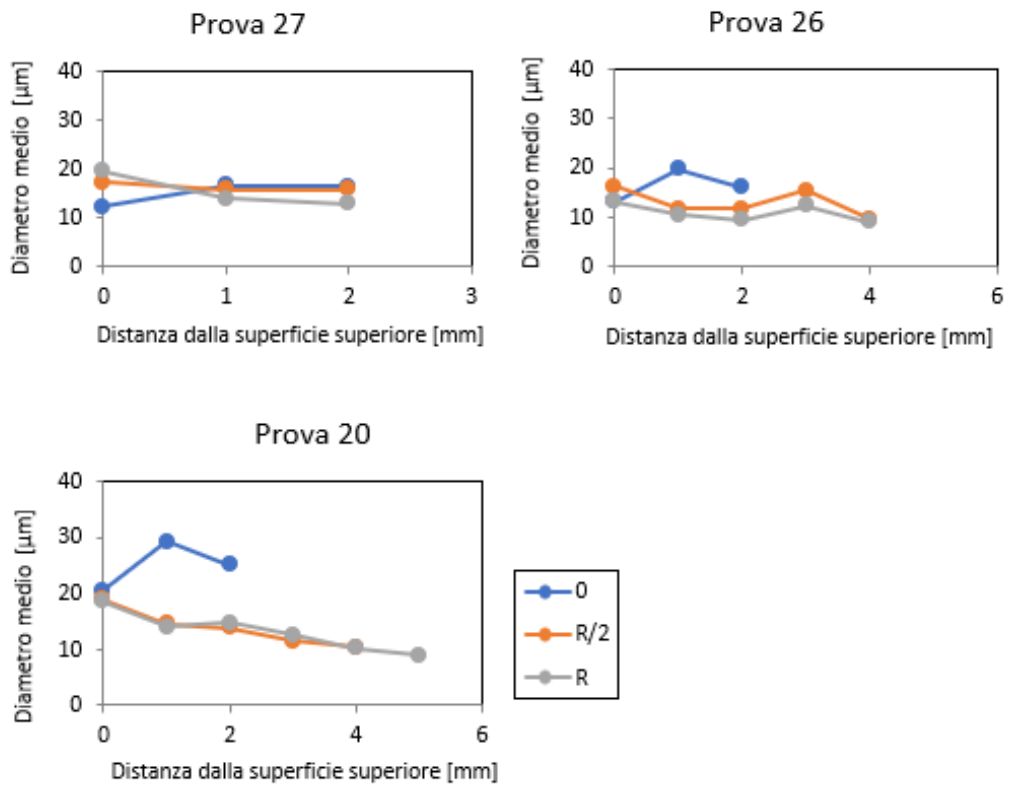


Figura 54. Estensione della regione di ricristallizzazione e recupero di billette di 20g ottenute a t =40s e 500, 1000 e 1500 RPM rispettivamente

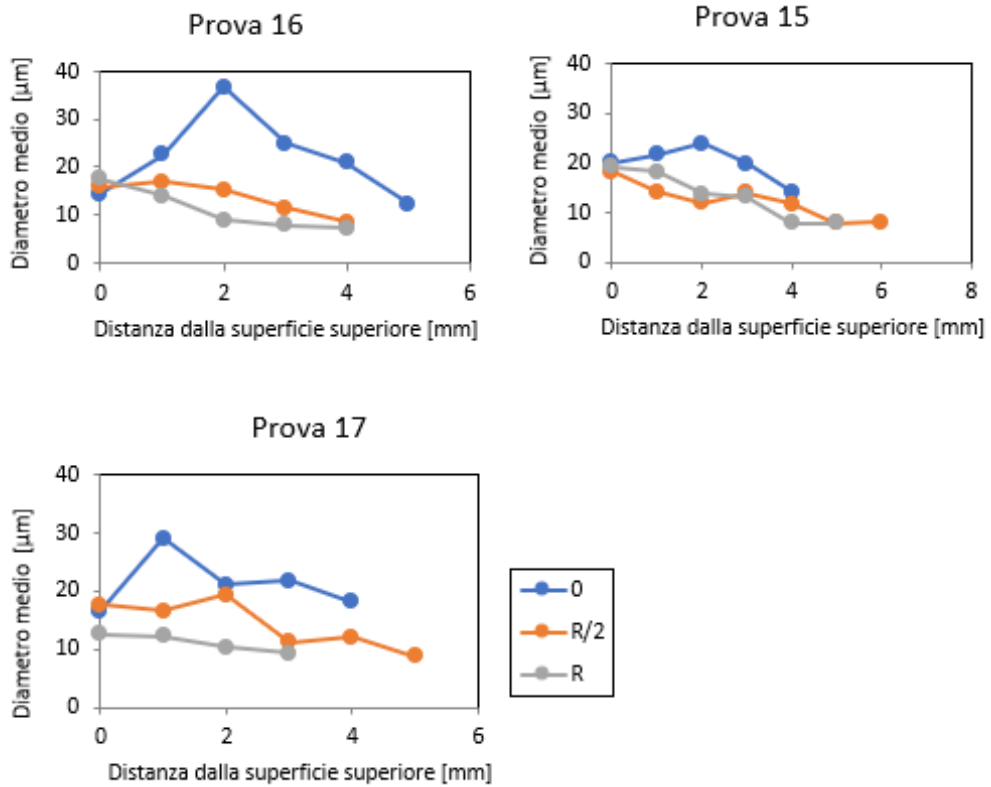


Figura 55. Estensione della regione di ricristallizzazione e recupero di billette di 15g ottenute a 1500 RPM e tempi di carico di 10, 30 e 40s rispettivamente

Fissati invece t e r , non si vede dalle misure fatte una relazione chiara tra massa di carico ed estensione della zona di ricristallizzazione e recupero, a eccezione dei casi a $m=20g$, dove è stata registrata una media inferiore rispetto agli altri valori di massa.

La linea a $R/2$ dal centro della billeta (linea 1, Fig. 56) è quella in cui la zona di ricristallizzazione e recupero si estende di più nella maggior parte dei casi analizzati (21/27), mentre le linee 0 e 2 hanno gli stessi tassi nell'analisi delle zone di cristallizzazione più corte, mostrando un maggior flusso di deformazione e gradiente di temperatura più elevato nella linea 1 e una minore influenza dell'attrito con l'utensile nella zona centrale (linea 0) e nella zona vicina alle pareti dei componenti della macchina (linea 2). La linea 0 è quella che presenta, in generale, grani più grossi rispetto alle altre linee, dato un provino.

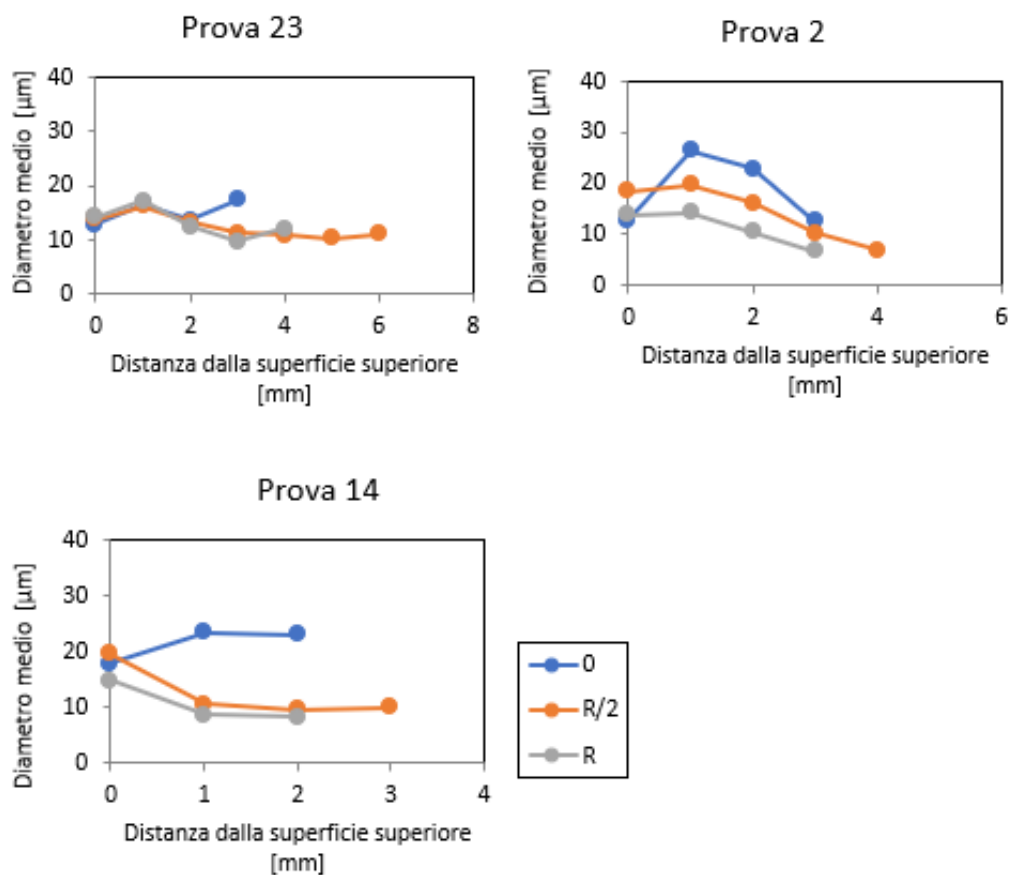


Figura 56. Confronto dell'estensione della zona di ricristallizzazione e recupero tra le linee 0, R/2 e R a diverse condizioni di fabbricazione, [10g, 40s, 1500RPM], [15g, 30s e 500RPM] e [20g, 10s e 1000RPM] rispettivamente

5.2 Analisi di durezza

Dovuto al consolidamento incompleto di parte della struttura di alcune billette, le analisi di durezza sono state pregiudicate. La figura 57 mostra due impronte dalla prova di durezza. La prima è dal provino 7, di 10g ottenuto a $r=1000\text{RPM}$ e $t=10\text{s}$. Si vede che la linea di osservazione a $h/2$ ricade nella zona di ricristallizzazione (Fig. 51a), che, a causa dei grani equiasiali e del suo completo consolidamento, presenta proprietà omogenee. Mentre la linea a $h/2$, dal provino 13, di 20g, ottenuto a $r=500\text{RPM}$ e $t=10\text{s}$, ricade nella zona di saldatura e consolidamento incompleto, dove ancora ci sono vuoti tra i trucioli. Per questi casi, il comportamento dei dati presenta brusche variazioni che non corrispondono a un eventuale aumento o riduzione locale della durezza del materiale ma a una difettosità del processo di consolidamento (Fig. 58), a causa della bassa area di influenza dell'utensile utilizzato in una massa di materiale troppo alta.

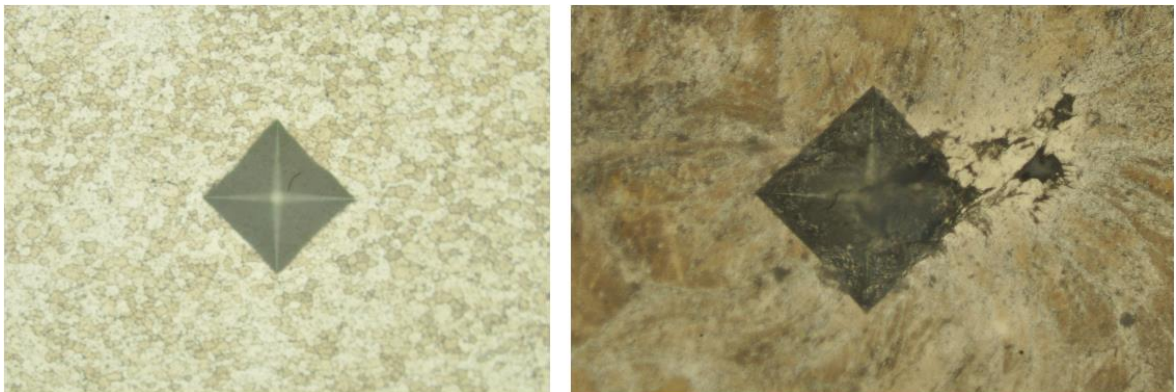


Figura 57. Impronte dalle prove di durezza in billette ottenute a diversi parametri di processo, entrambe a 9mm dal bordo laterale

La problematica è successa anche ad alcuni dei provini prodotti con $m=15\text{g}$, i cui parametri di processo non hanno contribuito per un completo consolidamento del materiale. Per i casi dove non è occorso questo problema, in confronto con $m=10\text{g}$, alle stesse condizioni di tempo e rotazione, $m=15\text{g}$ presenta risultato leggermente meno elevato (Fig. 59), ancora a causa di una minore influenza dell'utensile su una massa maggiore.

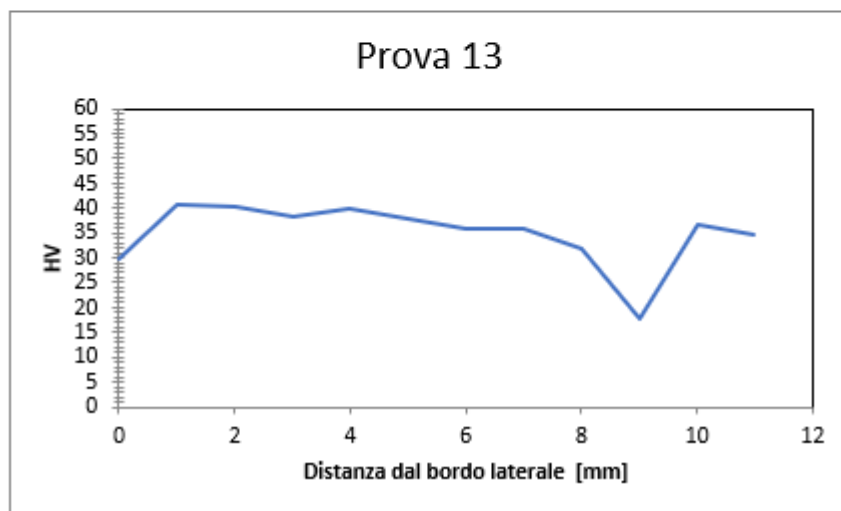
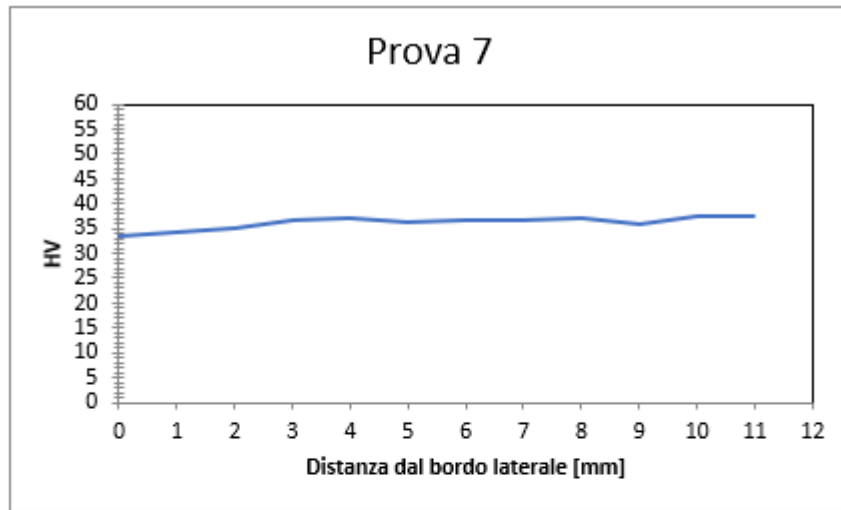


Figura 58. Durezza delle billette 7 e 13, misurata in diversi stati della struttura del materiale

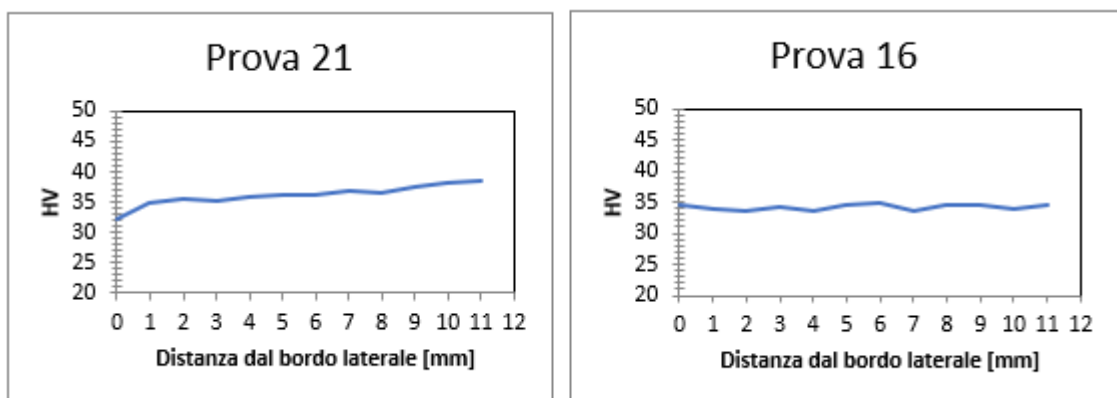


Figura 59. Durezza di provini di 10g e 15g rispettivamente, entrambi a 1500RPM e 10s

Conclusioni

Nel presente lavoro di tesa si è svolta l'analisi delle proprietà meccaniche di billette ottenute dai trucioli di leghe di alluminio tramite il processo *Friction Consolidation*, con lo scopo di analizzare l'efficacia di questo processo come metodo di riciclo degli scarti dell'alluminio e le sue leghe, secondo la qualità dei suoi prodotti.

Considerando le implicazioni ambientali, economiche ed energetiche della produzione dell'alluminio e delle sue leghe, si mostra fondamentale la ricerca di nuovi metodi di riciclo di questi materiali.

L'analisi sperimentale, realizzata a diversi valori di rotazione (500 RPM, 1000 RPM e 1500 RPM), massa di materiale utilizzato (10 g, 15 g e 20 g) e tempo di applicazione del carico (10 s, 30 s e 40 s), ha consentito di associare i parametri di controllo del processo alle caratteristiche strutturali e meccaniche ottenute nelle billette.

La combinazione di elevata massa (20g) e bassa rotazione (500RPM) ha prodotto billette con bordi poco definiti. Alte rotazioni (1000RPM e 1500RPM) ed elevati tempi di processo (30s e 40s) ha prodotto billette migliore livello di consolidamento.

È stato possibile osservare le fasi di consolidamento, dal *solid bonding* alla ricristallizzazione dei grani, l'influenza della massa di materiale sulla struttura cristallina finale per la completezza del consolidamento e la differenza di comportamento delle zone in contatto con l'utensile (zone di maggior temperatura e deformazione) o in contatto con le pareti della camera (zone di minore temperatura e deformazione).

Come accennato, per i parametri di processo utilizzati nelle prove sperimentali, andare oltre 30s di processo non cambia i risultati ottenuti per quanto riguarda l'estensione della zona di ricristallizzazione e recupero.

L'importanza dell'utensile sulla qualità del consolidamento e del prodotto finale è stata riaffermata nelle prove di durezza, dove l'influenza dell'utensile sull'area della billetta si è mostrata insufficiente per produrre dischi di omogenee proprietà meccaniche nei casi di studio caratterizzati da 20 g di materiale processato.

Si è lasciata ad eventuali sviluppi futuri la possibilità di applicazione e/o progettazione di differenti utensili in modo tale a massimizzare l'area di influenza sul materiale e la generazione di calore e flusso di deformazione.

Bibliografia

- [1] M. H. Jacobs, *Introduction to Aluminium as an Engineering Material*, vol. Lecture 12. 1999.
- [2] J. R. Davis, *Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys*. Chagrin Falls, Ohio: ASM International, 1999.
- [3] C. Pirozzi, "Ottimizzazione di Processi FSW 'Butt Joint', 'Lap Joint' mediante RSM," UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI NAPOLI, 2007.
- [4] M. Cavallini, V. Di Cocco, and F. Iacoviello, "Materiali Metallici," Roma, 2014.
- [5] R. Cobden and A. Banbury, "Aluminium: Physical Properties, Characteristics and Alloys," 1994.
- [6] The Aluminum Association Inc., "International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys," *Alum. Assoc. Arlington, Virginia*, no. April 2006, p. 28, 2006.
- [7] J. G. Kaufman, "Understanding Wrought and Cast Aluminum Alloys Designations," in *Introduction to Aluminium Alloys and Tempers*, Materials Park, Ohio: ASM International, 2000, pp. 23–37.
- [8] J. Cui and H. J. Roven, "Recycling of automotive aluminum," *Dep. Mater. Sci. Eng. Nor. Univ. Sci. Technol.*, vol. 20, no. 11, pp. 2057–2063, 2010.
- [9] International Aluminum Institute, "Global Aluminium Recycling : A Cornerstone of Sustainable Development," *Int. Alum. Inst.*, pp. 1–36, 2009.
- [10] W. D. Callister Jr., *Scienza e Ingegneria dei Materiali: Una Introduzione*, 5th Editio. Salt Lake City, Utah: EdiSES, 1999.
- [11] D. Colombo and M. Pallua, "Il Processo Bayer," *Università degli Studi di Trento*, 2005. [Online]. Available: [http://www.ing.unitn.it/~colombo/PROCESSO BAYER/web/Processo Bayer.htm#_Toc110236798](http://www.ing.unitn.it/~colombo/PROCESSO_BAYER/web/Processo Bayer.htm#_Toc110236798).
- [12] A. Grosso, "Tailing del Processo Bayer : analisi dell ' alcalinità e studio del processo industriale di filtropressatura al fine di ridurre l ' impatto ambientale," Università degli Studi di Bologna, 2012.
- [13] E. L. Bray, "Bauxite and alumina - Mineral Commodity Summaries - Minerals Yearbook - U.S. Geological Survey," 2009.
- [14] D. Colombo, "Metallurgia dei Metalli non Ferrosi," *UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI TRENTO*, 2011. [Online]. Available:

- <http://www.ing.unitn.it/~colombo/ALLUMINIO PRODUZIONE/Pagina web.htm>.
- [15] T. G. Gutowski, S. Sahni, J. M. Allwood, M. F. Ashby, and E. Worrell, “The energy required to produce materials: Constraints on energy-intensity improvements, parameters of demand,” *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 371, no. 1986, 2013.
- [16] S. K. Das and W. Yin, “Global perspectives: Trends in the global aluminum fabrication industry,” *Jom*, vol. 59, no. 2, pp. 83–87, 2007.
- [17] S. Capuzzi and G. Timelli, “Preparation and Melting of Scrap in Aluminum Recycling : A Review,” *Met. 2018, mdpi*, p. 24, 2018.
- [18] S. Shamsudin, M. Lajis, and Z. W. Zhong, “Evolutionary in Solid State Recycling Techniques of Aluminium: A review,” *Procedia CIRP - 13th Glob. Conf. Sustain. Manuf. - Decoupling Growth from Resour. Use*, vol. 40, pp. 256–261, 2016.
- [19] J. Gronostajski, H. Marciniak, and A. Matuszak, “New methods of aluminium and aluminium-alloy chips recycling,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 106, no. 1–3, pp. 34–39, 2000.
- [20] M. Ashby, *Materials and the Environment: Eco-informed Material Choice*, 2nd ed., vol. 12, no. 9. 2013.
- [21] H. Amini Mashhadi, A. Moloodi, M. Golestanipour, and E. Z. V. Karimi, “Recycling of aluminium alloy turning scrap via cold pressing and melting with salt flux,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 7, pp. 3138–3142, 2009.
- [22] I. International Trade Centre, “TRADE MAP - List of importers for 7601 Unwrought aluminium in 2017,” 2018. [Online]. Available: https://www.trademap.org/Country_SelProduct.aspx?nvp.
- [23] J. Z. Gronostajski, J. W. Kaczmar, H. Marciniak, and A. Matuszak, “Direct recycling of aluminium chips into extruded products,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 64, no. 1–3, pp. 149–156, 1997.
- [24] J. B. Fogagnolo, E. M. Ruiz-Navas, M. A. Simón, and M. A. Martinez, “Recycling of aluminium alloy and aluminium matrix composite chips by pressing and hot extrusion,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 143–144, no. 1, pp. 792–795, 2003.
- [25] J. S. Lee, Y. Chino, H. Hosokawa, K. Shimojima, Y. Yamada, and M. Mabuchi, “Deformation Characteristics at Elevated Temperature in Recycled 5083 Aluminum Alloy by Solid State Recycling,” *Mater. Trans.*, vol. 46, no. 12, pp. 2637–2640, 2005.
- [26] R. . S. Mishra, M. . W. Mahoney, S. . X. McFadden, N. . a. Mara, and A. . K.

- Mukherjee, “High strain rate superplasticity in a friction stir processed 7075 Al alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 42, no. 2, pp. 163–168, 1999.
- [27] M. W. Mahoney and S. P. Lynch, “Friction-Stir Processing,” Melbourne/Thousand Oaks, 2006.
- [28] M. S. Węglowski, “Friction stir processing – State of the art,” *Arch. Civ. Mech. Eng.*, vol. 18, no. 1, pp. 114–129, 2017.
- [29] X. Li, “Study of Friction Extrusion and Consolidation,” 2016.
- [30] X. Li, D. Baffari, and A. P. Reynolds, “Friction stir consolidation of aluminum machining chips,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 94, no. 5–8, pp. 2031–2042, 2018.
- [31] W. Tang and A. P. Reynolds, “Friction consolidation of aluminum chips,” *The Minerals, Metals & Materials Society*, Columbia, SC, pp. 289–298, 2011.
- [32] D. Baffari, A. P. Reynolds, X. Li, and L. Fratini, “Bonding prediction in friction stir consolidation of aluminum alloys: A preliminary study,” in *AIP Conference Proceedings*, 2018, vol. 1960, no. May, pp. 3–10.
- [33] A. Shirzad, “Diffusion bonding,” *University of Cambridge*, 2012. .
- [34] ESAB, “A modular Friction Stir Welding system.” [Online]. Available: https://mam.esab.com:8443/assets/1/BDBA5CC688D14EBE822C00D265DF8E7D/doc/2D220CE6C8434C7F868A712D4B2D3B51/AUT_1065-en_US-FactSheet_Main-01.pdf.
- [35] L. F. Mondolfo, *Metallography of Aluminum Alloys*, 1^o Edition. New York: J. Wiley & Sons, Inc., 1943.

Elenco delle Figure

Figura 1. L'effetto degli elementi leganti su diverse proprietà meccaniche [5]	13
Figura 2. L'effetto degli elementi leganti sul modulo di Young e sulla densità	13
Figura 3. Fenomeno del ritiro da solidificazione	14
Figura 4. Nomenclatura per i diversi trattamenti delle leghe da deformazione plastica	16
Figura 5. Applicazioni delle leghe di alluminio nel mercato mondiale [9]	19
Figura 6. Moto di una dislocazione su piano di scorrimento	21
Figura 7. Grani prima (equiassici) e dopo (allungati) deformazione plastica	22
Figura 8. Micrografie a 75x dei diversi stadi della ricristallizzazione e della crescita del grano di un ottone. (a) Struttura del grano dopo lavorazione a freddo. (b) Inizio della ricristallizzazione: 3s a 580°C. (c) 4s a 580°C. (d) Ricristallizzazione completa: 8s a 580°C. (e) Aumento del grano: 15min a 580°C. (f) Aumento del grano: dopo 10min a 700°C.....	23
Figura 9. Proprietà meccaniche e tensioni residuali durante recupero, ricristallizzazione e accrescimento dei grani	24
Figura 10. Processo Bayer: i passi e le loro reazioni chimiche	26
Figura 11. Processo Hall-Heroult.....	27
Figura 12. Principali depositi di bauxite.....	27
Figure 13 e 14. Immagini aeree del disastro in Ungheria nel 2010. I fanghi rossi hanno distrutto 3 piccole province e contaminato diversi fiumi	29
Figura 15. Depositi di <i>red mud</i> a Portovesme, Sardegna.....	30
Figura 16. Consumo di energia primaria di diversi materiali [15]	31
Figura 17. Previsione della domanda di alluminio	32
Figura 18. Il loop dell'alluminio negli Stati Uniti, dalla produzione al riciclo	33
Figura 19. Schema rappresentativo del riciclo di trucioli di alluminio	35
Figura 20. Perdite di materiale con i processi convenzionali [20].....	36
Figura 21. Produzione di alluminio secondario negli Stati Uniti, dal 1998 al 2017 [17].....	37

Figura 22. Scarti di alluminio [20].....	38
Figura 23. Perdite del Friction Extrusion [20].....	39
Figura 24. Friction Stir Process: (a) Utensile e materiale prima del contatto. (b) Primo contatto tra punzone e materiale e conseguente generazione di deformazione calore. (c) Penetrazione dell'utensile nel materiale, che entra in contatto con la matrice, ed espansione della zona termicamente alterata a causa dell'attrito e della deformazione. (d) Inizio del moto relativo, definendo la zona di raffinamento dei grani	40
Figura 25. Diverse strutture cristalline ottenute in bronzo NiAl tramite Friction Stir Process. (b) corrisponde allo stato di raffinamento dei grani [27].....	41
Figura 26. Friction Stir Welding	41
Figura 27. Saldatura tramite Friction Stir Welding.....	42
Figura 28. Friction Stir Extrusion	42
Figura 29. Prodotti ottenuti tramite Friction Stir Extrusion.....	43
Figura 30. Friction Stir Consolidation	43
Figura 31. Geometrie di utensile proposte da Li, Baffari e Reynolds	44
Figura 32. Sezione trasversale di billette di lega di alluminio ottenute tramite FC.....	45
Figura 33. Fasi del Solid Diffusion Bonding.....	46
Figura 34. Qualità della giunzione ottenuta tramite Solid Bonding	47
Figura 35. Giunzioni di materiali di diversi comportamenti termici dopo prove di torsione e flessione. Le giunzioni non presentano rischio o comportamento preferenziale di rottura.	47
Figura 36. ESAB FSW LEGIO 3ST	49
Figura 37. Sistema di acquisizione e spettrometro utilizzati	50
Figura 38. Matrice scomponibile	51
Figura 39. Spine installate	51
Figura 40. Truciolo di alluminio utilizzato durante le prove sperimentali	52
Figura 41. Inglobatrice Remelt IPA 30-E e pulitrice Presi Mecapol P260	56
Figura 42. Billette ottenute con 20g (a), 15g (b) e 10g (c) di trucioli, prima e dopo taglio e inglobamento	56

Figura 43. Microscopio ottico metallografico Olympus QX51	57
Figura 44. Linee di misurazione dei grani (rosso) e della durezza (verde) sulla sezione trasversale della billetta	58
Figura 45. Impostazioni del microscopio	59
Figura 46. Dettagli del software ImageJ	59
Figura 47. Durometro Vickers Brinell Remet HBV 30 A.....	60
Figura 48. Impronta della prova di microdurezza e dettagli del software ImageJ.....	61
Figura 49. Finitura di alcuni dei provini	62
Figura 50. Dettaglio della billetta di 20g ottenuta a 500RPM e t =10s	63
Figura 51. Fasi di cristallizzazione di billetta prodotta con 20g di trucioli, rotazione di 1500RPM e tempo di carico di 30s, linea 0 a 5x	63
Figura 52. Billette di 10g ottenute a t =30s e rotazioni di 500, 1000 e 1500 RPM rispettivamente.....	64
Figura 53. Billette di 15g ottenute a 500 RPM e tempi di carico pari a 10, 30 e 40s rispettivamente.....	65
Figura 54. Estensione della regione di ricristallizzazione e recupero di billette di 20g ottenute a t =40s e 500, 1000 e 1500 RPM rispettivamente	66
Figura 55. Estensione della regione di ricristallizzazione e recupero di billette di 15g ottenute a 1500 RPM e tempi di carico di 10, 30 e 40s rispettivamente	66
Figura 56. Confronto dell'estensione della zona di ricristallizzazione e recupero tra le linee 0, R/2 e R a diverse condizioni di fabbricazione, [10g, 40s, 1500RPM], [15g, 30s e 500RPM] e [20g, 10s e 1000RPM] rispettivamente.....	67
Figura 57. Impronte dalle prove di durezza in billette ottenute a diversi parametri di processo, entrambe a 9mm dal bordo laterale.....	68
Figura 58. Durezza delle billette 7 e 13, misurata in diversi stati della struttura del materiale	69
Figura 59. Durezza di provini di 10g e 15g rispettivamente, entrambi a 1500RPM e 10s..	69

Elenco delle Tabelle

Tabella 1. Proprietà dell'alluminio puro.....	10
Tabella 2. Solubilità dei principali elementi leganti in alluminio.....	12
Tabella 3. Nomenclatura delle leghe da deformazione plastica.....	15
Tabella 4. Nomenclatura americana delle leghe da fonderia	17
Tabella 5. Classificazione delle leghe da fonderia in diverse proprietà.....	18
Tabella 6. Composizione chimica della lega AA2024	53
Tabella 7. Densità della lega AA2024.....	53
Tabella 8. Parametri di processo impostati durante le prove sperimentali	53
Tabella 9. Dati di processo delle billette ottenute	55
Tabella 10. Composizione chimica del reagente Dix e Keller.....	57