# Caratterizzazione microstrutturale e meccanica di giunti in composito AA6061/20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> ottenuti mediante Friction Stir Welding

# L. Ceschini, A. Casagrande, G. Minak, A. Morri, F. Tarterini

Nel presente articolo vengono descritti i risultati delle caratterizzazioni microstrutturali e meccaniche effettuate su giunti in composito AA6061/20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub>, ottenuti mediante Friction Stir Welding (FSW). Le analisi microstrutturali hanno evidenziato un sostanziale affinamento ed arrotondamento delle particelle di rinforzo nella zona FSW, indotto dall'utensile, oltre ad una diminuzione delle dimensioni dei grani della matrice, probabilmente conseguente a fenomeni di riscristallizzazione dinamica nel corso della saldatura. Non sono stati evidenziati fenomeni di segregazione del rinforzo, porosità o altri difetti microstrutturali tipici di processi di saldatura per fusione. I profili di microdurezza interparticellare hanno mostrato una diminuzione delle stessa in corrispondenza del cordone, che è stata correlata ad un probabile sovrainvecchiamento della matrice, generato dal calore sviluppato per attrito. Le prove di trazione hanno fornito un'efficienza del giunto pari a circa il 72%, rispetto alla resistenza a trazione. Le prove di fatica oligociclica hanno mostrato che il composito saldato resiste ad un numero di cicli inferiore fino ad un ordine di grandezza rispetto al composito base. Le analisi frattografiche hanno evidenziato meccanismi di frattura sostanzialmente analoghi per il composito saldato e non.

Parole chiave: materiali compositi, saldatura, alluminio e leghe, microstruttura, prove meccaniche

## **INTRODUZIONE**

Oltre agli studi volti alla ottimizzazione dei processi di produzione dei compositi a matrice metallica (CMM), la ricerca tecnologica tende ora ad indirizzarsi verso i processi di trasformazione degli stessi, per l'ottenimento di componenti ingegneristici affidabili e ad elevate prestazioni. In relazione a questo aspetto, sono stati pubblicati molti studi riguardanti sia i processi di deformazione plastica e lavorazione per asportazione di truciolo, che di saldatura [1-5]. Per quanto attiene ai processi di saldatura, è stato dimostrato che i compositi a matrice in lega di alluminio e rinforzo particellare sono potenzialmente saldabili, purché lo siano le corrispondenti leghe costituenti la matrice. Sembra, inoltre, che la maggior parte dei procedimenti di saldatura adatti alle leghe monolitiche sia applicabile anche ai corrispondenti CMM, seppure con una maggiore cautela e con la necessità di una più accurata messa a punto dei parametri di saldatura, sia nei processi di saldatura in fase liquida che solida. I processi di saldatura per fusione, quali ad esempio i metodi TIG e MIG, inducono nei CMM i tipici difetti riscontrabili anche nelle corrispondenti leghe della matrice. Nel caso dei compositi si aggiungono, inoltre, problematiche ulteriori connesse alla presenza del rinforzo ed in particolare: possibili reazioni chimiche tra la matrice allo stato fuso ed il rinforzo ceramico, con formazione di fasi infragilenti indesiderate all'interfaccia e/o nella matrice; segregazione del rinforzo nelle zone interdendritiche, con conseguente diminuzione locale di

L. Ceschini, A. Casagrande, A. Morri, F. Tarterini Istituto di Metallurgia, Università di Bologna, V.le Risorgimento 4, I- 40136 Bologna G. Minak DIEM, Università di Bologna, V.le Risorgimento 2, I- 40136 Bologna Memoria presentata al 30° Convegno nazionale AIM, Vicenza 17-19 novembre 2004 tenacità; maggiore presenza di porosità, poiché i gas intrappolati risultano più difficilmente eliminabili dal metallo fuso, per la tendenza delle particelle di rinforzo ad aderire alla superficie delle bolle di gas, rallentandone la risalita; presenza di tensioni residue dovute ai diversi coefficienti d'espansione termica di rinforzo e matrice. I processi di saldatura allo stato solido applicabili ai CMM sono principalmente la saldatura per diffusione (Diffusion Bonding) e la saldatura per attrito, con la più recente e promettente variante del processo di Friction Stir Welding (FSW) [6-11]. La FSW è un procedimento relativamente nuovo (brevettato nel 1991 dal TWI, The Welding Institute di Cambridge) che permette di realizzare saldature a piena penetrazione sfruttando il riscaldamento sviluppato per attrito, senza portare a fusione il materiale [12-15]. La saldatrice è sostanzialmente una macchina utensile, di concezione analoga ad una fresa, il cui elemento principale è composto da una punta (solitamente cilindrica o conica) e da una spalla. La punta presenta spesso una lavorazione elicoidale, che serve a migliorare il rimescolamento del materiale all'interno del giunto. Durante l'esecuzione della saldatura, l'utensile ruota attorno al proprio asse e trasla lungo la linea di giunzione, generando, per attrito, il calore necessario a plasticizzare il materiale dei lembi da unire. La spalla (shoulder) è responsabile della maggior parte della potenza termica generata per attrito. La punta (probe o pin) avanza all'interno del materiale da saldare "muovendo" il materiale plasticizzato. Un attento controllo dei valori di temperatura e forza, generati dal processo, permette di raggiungere il necessario livello di affidabilità di tale processo, garantendo l'esecuzione di saldature quasi esenti da difetti. Numerosi dati di letteratura indicano, infatti, che il processo FSW consente l'ottenimento di giunzioni ad elevata efficienza su una vasta gamma di materiali, quali, ad esempio: leghe di alluminio, rame, magnesio, compositi a matrice metallica con rinforzo discontinuo, termopolimeri [16]. Essa consente inoltre di saldare materiali dissimili, difficili o addirittura non saldabili con tecniche convenzionali. L'obiettivo di questo lavoro è stato di valutare l'effetto della FSW sulla microstruttura e sulle proprietà meccaniche (durezza, trazione e fatica a basso numero di cicli) del composito a matrice in lega AA6061 rinforzata con il 20% in vol. di particelle di Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## MATERIALI E PROCEDURA SPERIMENTALE

E' stato studiato un composito a matrice in lega AA6061 (Al-Mg-Si) rinforzato con il 20% in vol. di particelle di  $Al_2O_3$  (AA6061/20% vol. $Al_2O_{3p}$ ) di produzione Duralcan (USA). La lega 6061 della matrice ha la composizione chimica nominale riportata in Tabella I. La billetta ( $\phi$ =153 mm), prodotta mediante Compocasting [17], è stata estrusa da Metalba SpA, alla temperatura di 480 °C, in una sola passata, fino al raggiungimento di una barra a sezione rettangolare (100x7 mm<sup>2</sup>). Il composito è stato quindi sottoposto a trattamento termico T6: comprendente una solubilizzazione a 560 °C per 2 h, seguita da tempra in acqua a 25 °C e successivo invecchiamento a 177 °C per 10 h.

|          | Si   | Fe   | Cu   | Mn   | Mg   | Zn    | Ti   | Cr   |
|----------|------|------|------|------|------|-------|------|------|
| AA6061 ( | 0.65 | 0.15 | 0.18 | 0.10 | 0.97 | 0.009 | 0.02 | 0.19 |

*Tabella I – Composizione chimica nominale (% in peso) della matrice in lega AA6061.* 

Table I – Chemical composition (wt%) of the AA 6061 matrix.

Le giunzioni FSW sugli estrusi (spessore 7 mm) sono state realizzate presso il centro di ricerche GKSS di Geesthacht (Amburgo) [11].

La caratterizzazione microstrutturale del composito, prima e dopo la saldatura, è stata effettuata con tecniche di microscopia ottica (OM) con analisi d'immagine (utilizzando il software Image Pro-Plus) e di microscopia elettronica a scansione (SEM) con microsonda a dispersione di energia (EDS). I campioni sono stati preparati con tecniche standard di preparazione metallografica ed attaccati chimicamente con un reattivo costituito da 5 cc HF, 10 cc  $H_2SO_4$ , 85 cc  $H_2O$ .

Sono state effettuate misure di durezza Brinell (HB), con carico di 500 kg e sfera avente diametro di 10 mm; sono stati, inoltre, eseguiti profili di microdurezza Vickers interparticellare con carico di 20 g (HV<sub>0.02</sub>) su sezioni trasversali dei giunti, al fine di valutare gli effetti del processo FSW sulla matrice del composito.

Le prove di trazione e di fatica oligociclica sono state condotte su una macchina servoidraulica (INSTRON 8032), dotata di cella di carico da 100 kN; le deformazioni sono state misurate con estensometro a coltelli, posizionato sul tratto utile dei provini. I provini aventi la geometria riportata in Fig.2, sono stati ricavati mediante lavorazione con utensile diamantato, con asse di trazione ortogonale alla direzione di estrusione e di saldatura; le dimensioni del tratto utile erano pari rispettivamente a:  $L_0=25$  mm, W=12 mm per quelli di trazione;  $L_0=20$  mm, W=7 mm per quelli di fatica, entrambi con spessore a=7 mm. Le prove di trazione sono state condotte secondo normativa ISO/TTA2-97 [18], in controllo di deformazione, con una velocità pari a 2·10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> su tutto il campo, sia delle deformazioni elastiche che plastiche. Le prove di fatica oligociclica sono state effettuate secondo normative ASTM E606-98 [19], in controllo di deformazione, con rapporto di carico R=-1, alla frequenza di 0,1 Hz. E' stata utilizzata una forma d'onda triangolare, con ampiezza di deformazione variabile tra 0.2% e 0.7%. Sono stati ottenuti i cicli d'isteresi stabilizzati e si è registrato il numero di cicli a rottura.



Fig. 1 – Schematizzazione del processo di FSW.

Fig. 1 – Scheme of the FSW process.



*Fig. 2 - Geometria dei provini utilizzati per le prove di trazione e di fatica.* 

Fig. 2 – Shape of the tensile and fatigue specimens.

Le superfici di frattura dei campioni sottoposti a prove di trazione e di fatica oligociclica sono state esaminate al SEM.

# **RISULTATI E DISCUSSIONE**

Caratterizzazione microstrutturale

Le macrografie di Fig. 3(a-b) illustrano l'aspetto tipico dei cordoni FSW realizzati sul composito AA6061/20% vol.  $Al_2O_{3p}$ . Si può notare, in primo luogo, come sia del tutto assente il sovrametallo, caratteristica dei processi di saldatura ad arco per fusione.

La superficie a contatto con la spalla dell'utensile (Fig. 3-a) mostra una caratteristica struttura ad evoluzione circolare piatta, molto simile a quella di una fresatura convenzionale. In tale zona si è misurata una rugosità media Ra=3,5  $\mu$ m, in direzione trasversale, e Ra=5,5  $\mu$ m, in direzione longitudinale. La superficie opposta del cordone (Fig. 3-b) non mostra, invece, segni evidenti di deformazione indotti dall'utensile; la rugosità media, sia in direzione trasversale che longitudinale, è risultata decisamente inferiore (Ra=0,7  $\mu$ m) e sostanzialmente uguale a quella del materiale base.

Le analisi metallografiche, effettuate su sezioni trasversali del giunto, hanno evidenziato che la zona di saldatura era identificabile, nei suoi contorni generali, solo da una differente dimensione e distribuzione delle particelle di rinforzo, oltre che da un certo grado di affinamento della matrice. Le micrografie ottiche di Fig. 4 illustrano microstrutture rappresentative del composito, relative a zone poste, rispettivamen-



Fig. 3 – Aspetto macroscopico della saldatura FSW lato spalla (a) e lato opposto (b) e relativi profili di rugosità in direzione T(a1), L(a2) e per la superficie opposta in direzione T(b1).

Fig. 3 - Friction Stir Welded AA6061/20vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> plate: top view of the rough butt joint (surface in contact with the shoulder tool) (a) and of the opposite side (b), with corresponding surface roughness profiles for T (a1), L (a2) directions and for the T direction in the opposite side (b1).



Fig. 4 – Micrografie ottiche del composito AA6061/20% vol. $Al_2O_{3p}$ : (a) lontano dal cordone (materiale base); (b) al centro del cordone FSW, (c) nella zona di transizione zona non saldata/zona FSW.

Fig. 4 – Optical micrographs of the AA6061/20%vol. $Al_2O_{3p}$  composite: (a) base material; (b) centre of the FSW joint, (c) transition from the FSW zone and the base material.



Fig. 5 – Utensile per la saldatura FSW (a) e schema delle zone di prelievo dei campioni metallografici dal cordone FSW (b).

Fig. 5 – Tool used for the FSW (a) and scheme of the zones considered for the metallographic analyses (b).

te: (a) lontano dal cordone (metallo base), (b) al centro della zona FSW, (c) nella zona di transizione metallo base/cordone. Il confronto pone in evidenza che la saldatura FSW induce un affinamento ed un arrotondamento delle particelle di rinforzo, per effetto dell'azione dell'utensile di elevata durezza, oltre una certa ridistribuzione delle particelle nel cordone, conseguente all'azione rimescolante attuata dalla punta. Non sono state, invece, evidenziate nel cordone FSW zone di segregazione del rinforzo o zone prive dello stesso, né porosità o altri difetti di solidificazione normalmente osservati in compositi saldati con processi per fusione [5].

L'effetto di comminuzione esercitato dall'utensile (Fig. 5-a) sulle particelle di rinforzo, è stato confermato dalle analisi statistiche effettuate, con analisi di immagine, su campioni prelevati da zone diverse del cordone, rispettivamente: più lontane (1), mediane e più vicine (zona 2) alla spalla dell'utensile (come da schema in Fig. 5-b). I valori medi di alcune grandezze caratteristiche delle particelle di rinforzo, riportati in Tabella II, confermano un sostanziale affinamento ed arrotondamento delle particelle di rinforzo nella zona saldata, di entità maggiore nella zona più vicina alla spalla dell'utensile. La loro area, ad esempio, si riduce rispetto al materiale base, rispettivamente del 39% e del 59% nelle zone (1) e (2) del cordone FSW. La lunghezza media delle particelle passa da 16 µm nel metallo base a 9 µm nella zona (2) del cordone, con una riduzione di circa il 42%. La saldatura FSW induce anche un sostanziale affinamento dei grani della matrice, i quali presentavano diametri medi di ~29 µm nel materiale non saldato, di ~20 µm nella zona superiore del cordone (Fig. 6) e ~25 µm in quella inferiore, corrispondente ad una riduzione massima di circa il 30%. Un tale fenomeno, osservato in molte leghe di alluminio saldate median-

# Т

| Zona di analisi | Area<br>mm <sub>2</sub> | Fattore di forma<br>(lungh./largh.) | Lunghezza<br>mm | Larghezza<br>mm | Diametro<br>grani matrice<br>mm |
|-----------------|-------------------------|-------------------------------------|-----------------|-----------------|---------------------------------|
| Materiale base  | 135                     | 2.1                                 | 16              | 9               | 29                              |
| FSW-1           | 82                      | 2.0                                 | 12              | 7               | 25                              |
| FSW-2           | 56                      | 1.98                                | 9               | 6               | 20                              |

Tabella II – Valori medi di alcune grandezze caratteristiche delle particelle di rinforzo (area, fattore di forma, lunghezza, larghezza) e dei grani della matrice, nel materiale base e nelle zone del cordone FSW più lontane (1) e più vicine (2) alla spalla dell'utensile (vedi Fig. 5).



Fig. 6 – Micrografia ottica del composito AA6061/20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> relativa ad una zona del cordone FSW dopo attacco metallografico.

Fig. 6 – Optical micrograph of the AA6061/20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite in the FSW zone after metallographic chemical etching.



Fig.7 – Schema delle linee di rilevazione della microdurezza sul giunto FSW nel composito AA6061/20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3n</sub> (a) e relativi profili di microdurezza (b).

Fig. 7 – Microhardness profiles on the cross section of the FSW composite.

te FSW, è stato interpretato sulla base di fenomeni di ricristallizzazione dinamica indotti dall'utensile [20-22]. E' interessante sottolineare il maggior grado di affinamento, sia delle dimensioni medie delle particelle che dei grani della matrice, passando dalle zone più vicine alla spalla dell'utensile (zona 2 di Fig. 5), rispetto a quelle più lontane, probabilmente in conseguenza dei diversi livelli di sollecitazione indotti dall'utensile stesso.

### Misure di durezza

Le prove di durezza Brinell hanno fornito un valore di 112  $\mathrm{HB}_{10/500/15}^{-1}$  per il composito non saldato, mentre nella zona saldata la durezza è risultata pari a 100  $\mathrm{HB}_{10/500/15}^{-1}$  sulla superficie a contatto con la spalla e 85 HB $_{10/500/15}$  in quella opposta, con una riduzione rispettivamente pari al 10% e 24% rispetto al materiale base. Al fine di evidenziare eventuali fenomeni di addolcimento o incrudimento della matrice indotti dalla saldatura si sono effettuate misure di microdurezza interparticellare su tre diversi livelli all'interno delle sezioni trasversali dei giunti saldati (come da schema in Fig. 7-a). I profili corrispondenti, riportati in Fig. 7-b mostrano una diminuzione della stessa in corrispondenza del cordone (Fig. 7-b): il valore medio è risultato pari a circa 77  $HV_{0.02}$  nel materiale base e 60  $HV_{0.02}$  al centro del cordone FSW, corrispondente ad una riduzione media di circa il 20%. Dai profili in Fig. 7-b è possibile evidenziare una certa diminuzione di microdurezza interparticellare anche passando dalla superficie superiore (a contatto con la spalla dell'utensile), a quella opposta, come peraltro già rilevato dalle misure di durezza Brinell. La maggior durezza rilevata nelle zone più vicine alla spalla dell'utensile può, probabilmente, essere correlata alla minore dimensione dei grani della matrice. La diminuzione di durezza nel cordone rispetto al metallo

base, osservata anche in giunzioni FSW sulla lega AA6061 non rinforzata [23], pur con un affinamento dei grani nella zona saldata indotta da fenomeni di ricristallizzazione dinamica, è stata correlata ad una modifica dei precipitati con conseguente probabile sovrainvecchiamento della matrice, per effetto del calore sviluppato per attrito [23]. Dati di letteratura indicano, infatti, che nel corso della saldatura FSW di leghe di alluminio si possono raggiungere valori di temperatura nel cordone compresi tra 400 e 500 °C [24]. E' interessante osservare che nel caso di alluminio commercialmente puro AA1080 e di leghe da fonderia, tipo A356, si è invece rilevato un aumento di durezza nella zona FSW, rispetto al metallo base, a seguito del notevole affinamento microstrutturale nel cordone di saldatura [25].

# Prove di trazione e fatica oligociclica ed indagini frattografiche

I risultati delle prove di trazione (media su tre prove) condotte sui campioni ricavati trasversalmente alle saldature FSW, confrontati con quelli della lega AA6061 non rinforzata [26] e dello stesso composito non saldato [27], sono riportati in Tabella III e schematizzati nel grafico di Figura 8. Occorre evidenziare che i dati relativi alla lega ed al composito non saldato si riferiscono a materiali allo stato termico T6, mentre nel caso dei cordoni FSW il trattamento termico è stato effettuato prima della saldatura. Le prove di trazione sul composito AA6061/20% vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub>-T6 hanno fornito un valore medio della tensione di snervamento ( $Rp_{0.2\%}$ ) di 340 MPa ed una tensione di rottura ( $R_m$ ) di 364 MPa, con un al-lungamento a rottura (A) dell'1.7%. Sul composito saldato si sono avuti valori medi di  $Rp_{0.2\%}$ =193 MPa,  $R_m$ =262 MPa e A=2.8%. La saldatura induce quindi un calo della resistenza a snervamento e di quella a trazione rispettivamente pari a circa il 43% e il 28%, mentre corrispondentemente produ-

-8/200

# MATERIALI COMPOSITI

| MATERIALE   | E<br>GPa | Rp <sub>0.2%</sub><br>MPa | R <sub>m</sub><br>MPa | A<br>% |
|---|----------|---------------------------|-----------------------|--------|
| AA6061-T6   | 69       | 275                       | 310                   | 12     |
| AA6061/20%vol.Al <sub>2</sub> O <sub>3p</sub> -T6     | 92       | 340                       | 364                   | 1.7    |
| AA6061/20%vol.Al <sub>2</sub> O <sub>3p</sub> -T6/FSW | 90       | 193                       | 262                   | 2.8    |

Tabella III – Risultati delle prove di trazione sui giunti FSW in composito AA6061/20%vol.Al2O3p, confrontati con quelli dello stesso composito non saldato [27] e della lega AA6061 [26].

Table III – Comparison of the tensile properties of the AA6061/20% vol.Al2O3p FSW samples with that of the base material [27] and the unreinforced AA6061 alloy [26].



Fig. 8 – Proprietà a trazione del composito AA6061/20%<br/>vol.Al $_2O_{3p}$ e dello stesso composito saldato FSW.

Fig. 8 – Tensile properties of the AA6061/20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> composite and the same composite in the FSW conditions.

ce un aumento dell'allungamento a rottura di circa il 64%; è risultato invece praticamente invariato il modulo elastico. I risultati delle prove di trazione sui giunti FSW evidenziano quindi un'efficienza del giunto, rispetto alla resistenza a trazione ( $R_{m,giunto}/R_{m,metallo\ base}$ ), di circa il 72%. E' interessante osservare che, poiché la tensione di rottura del cordone è inferiore alla tensione di snervamento del materiale base, si ha collasso plastico del cordone quando il materiale circostante è ancora in campo elastico. Si può quindi erroneamente ritenere fragile la rottura del giunto saldato, quando in realtà questa è una rottura duttile, ma con plasticizzazione limitata al solo cordone [28].

La maggiore riduzione della tensione di snervamento rispetto a quella di rottura è stata rilevata anche nel caso di giunti FSW su leghe di alluminio, per i quali si è anche osservato un aumento dell'allungamento a rottura [28,29].

L'interpretazione di questi risultati può essere fatta alla luce delle osservazioni microstrutturali precedentemente riportate. L'aumento di duttilità, rilevato nel composito FSW, può essere correlato all'azione concomitante di fattori microstrutturali diversi, quali: l'affinamento dei grani della matrice e delle particelle di rinforzo; il loro arrotondamento, con

conseguente riduzione del fattore di intensificazione degli sforzi; il sovrainvecchiamento della matrice. Per quanto attiene alle proprietà resistenziali, la maggiore riduzione percentuale della resistenza a snervamento, rispetto a quella a trazione potrebbe essere spiegata sulla base, sia di una diversa riorganizzazione dello stato difettivo della matrice, che di fenomeni di sovrainvecchiamento, a seguito di ingrossamenro dei precipitati, nella zona saldata. E' noto, infatti, che la trasformazione dei precipitati da semicoerenti ad incoerenti, a seguito di sovrainvecchiamento, modifica i meccanismi di deformazione plastica, rendendo attivo il meccanismo di Orowan, anziché quello di Ashby [29]. Questo comporta una diminuzione della resistenza a snervamento, poiché la tensione necessaria a far muovere le dislocazioni è inizialmente più bassa, mentre, per contro, si ha un aumento dell'indice di incrudimento.

A tal proposito è interessante confrontare i valori dell'esponente di incrudimento statico n, valutato dalla pendenza della curva log $\sigma$ -log $\varepsilon$  in campo plastico ( $\sigma = k\varepsilon_p^n$ ), per il materiale base e quello saldato, per i quali si sono avuti valori di n rispettivamente pari a n=0.08 e n=0.12, che confermano una maggiore tendenza all'incrudimento del composito saldato FSW.

In Figura 9 sono mostrati i dati sperimentali e le curve che rappresentano il modello di Manson e Coffin relativi al comportamento a fatica a basso numero di cicli per il il composito base e quello saldato. Si può osservare a parità di ampiezza di deformazione il composito saldato resiste ad un numero di cicli inferiore fino ad un ordine di grandezza rispetto al composito base. La dispersione dei dati è notevole ed analoga nei due casi.

La frattura sui campioni saldati FSW, sia nelle prove di trazione che in quelle di fatica, è avvenuta prevalentemente al bordo del cordone di saldatura, orientata a 45° rispetto alla direzione di applicazione del carico (Fig. 10).



Fig. 9 – Risultati delle prove di fatica oligociclica sul composito AA6061/20%Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> non saldato (W6A20A) e saldato FSW (W6A20A FSW): dati sperimentali e curve di Manson-Coffin (MC).

Fig. 9 – Results of the low cycle fatigue tests on the base material  $AA6061/20\%Al_2O_{3p}$  composite (W6A20A) and the FSW composite (W6A20A FSW): experimental data and Manson-Coffin (MC) curves.



Fig. 10 – Frattura in un provino di trazione in composito AA6061/20%vol.Al2O3p saldato FSW. Fig. 10 – Fracture in a FSW tensile specimen.



Fig. 11 – Micrografie SEM delle superfici di frattura a trazione del composito AA6061/20%vol. $Al_2O_{3p}(a)$  dello stesso saldato FSW (b). Fig. 11 – SEM micrographs of the fracture surfaces of the tensile specimens for the base material AA6061/20%vol. $Al_2O_{3p}$  composite (a) and the FSW material (b).

E' noto che nei materiali compositi a matrice metallica la frattura è sostanzialmente controllata dai seguenti meccanismi principali: decoesione interfacciale; frattura delle particelle di rinforzo (soprattutto per quelle di maggiori dimensioni); nucleazione e crescita di microvuoti [31-33]. L'effetto di questi meccanismi è chiaramente visibile nelle frattografie SEM relative a provini di trazione, sia del materiale base (Fig. 11-a), che di quello saldato (Fig. 11-b).

I fenomeni di decoesione interfacciale e frattura delle particelle di maggiori dimensioni sono legati alla concentrazione di tensioni all'interfaccia, indotte dalla deformazione impedita alla matrice duttile dalle particelle di rinforzo ceramiche. Le particelle di maggiori dimensioni generano un maggior trasferimento di carico fra la matrice, che si deforma plasticamente, e la particella, che si deforma elasticamente, favorendo la rottura del rinforzo. Nel caso di particelle di piccole dimensioni queste, invece, non tendono a fratturarsi mentre è favorita la tendenza ad una loro decoesione dalla matrice. Il classico meccanismo di nucleazione e crescita dei vuoti nella matrice duttile si ha invece nelle regioni in cui le tensioni locali sono inferiori e dove si generano sia le classiche fossette tipiche di una frattura duttile (dimples) che quelle molto allungate e ravvicinate a formare le cosiddette "tear ridges" [33].

Confrontando le superfici di frattura del materiale base e del materiale saldato appare quindi evidente che i meccanismi di frattura sono sostanzialmente analoghi, mentre si può notare la presenza di particelle di rinforzo più fini nel saldato. Questo comporta una minor presenza di particelle fratturate e una maggiore percentuale di piccoli vuoti tondeggianti lasciati dalla decoesione delle particelle più fini nel composito FSW.

## CONCLUSIONI

Sono state effettuate analisi microstrutturali e prove di trazione e di fatica oligociclica, in giunti realizzati mediante Friction Stir Welding (FSW) sul composito AA6061/ 20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub>. • Le osservazioni microstrutturali hanno evidenziato che la

 Le osservazioni microstrutturali hanno evidenziato che la saldatura produce un sostanziale affinamento ed arrotondamento delle particelle di rinforzo, per effetto dell'azione abrasiva e rimescolante dell'utensile di elevata durezza. Il valore medio della lunghezza delle particelle passa da ~16 µm nel materiale base, a ~9 µm nel cordone FSW, con una riduzione di circa il 40%. Si è osservato anche un sostanziale affinamento dei grani della matrice in lega d'alluminio, probabilmente in conseguenza di fenomeni di ricristallizzazione dinamica indotti da questo tipo di saldatura, in cui all'azione di deformazione plastica esercitata dall'utensile si aggiunge l'effetto del calore sviluppato per attrito. Non sono state, invece, evidenziate nel cordone FSW zone di segregazione del rinforzo o zone prive dello stesso, né porosità o altri difetti di solidificazione, normalmente osservati in compositi saldati con processi per fusione.

- E' stato rilevato un calo sia della durezza HB, che della microdurezza interparticellare ( $HV_{0.02}$ ) passando dal materiale base al cordone FSW, che è stato interpretato come conseguenza di un probabile sovrainvecchiamento della matrice.
- Le prove di trazione hanno mostrato un'efficienza del giunto pari a circa il 72%, rispetto alla resistenza a trazione. La maggiore riduzione percentuale di resistenza a snervamento rispetto a quella a trazione, accompagnata da un aumento dell'allungamento a rottura nel composito FSW, rispetto a quello non saldato, sono state interpretate sulle base delle variazioni microstrutturali precedentemente riportate. Le prove di fatica oligociclica hanno evidenziato che il composito saldato il composito saldato resiste ad un numero di cicli inferiore fino ad un ordine di grandezza rispetto al composito base. La dispersione dei dati di fatica è risultata notevole ed analoga nei due casi.
- Dalle analisi delle superfici di frattura, sia dei campioni di trazione che di quelli a fatica, è emerso che i meccanismi di danneggiamento sono sostanzialmente analoghi per il composito saldato e non, essendo sempre caratterizzati da: decoesione interfacciale; frattura delle particelle di rinforzo (soprattutto per quelle di maggiori dimensioni); nucleazione e crescita di microvuoti. Nelle superfici di frattura del composito FSW si è rilevata la presenza di particelle di rinforzo più fini, con conseguente minor presenza di particelle fratturate e maggiore percentuale di piccoli vuoti tondeggianti lasciati dalla decoesione delle stesse dalla matrice.

#### RINGRAZIAMENTI

Si ringraziano il Dott. M. Volpone (Fincantieri SpA, Italia) and J. F. Dos Santos (GKSS, Germania) per aver fornito il materiale.

# BIBLIOGRAFIA

- K.N. SUBRAMANIAN, T.R. BIELER, J.P. LUCAS, "Mechanical shaping of Metal Matrix Composites", Key Eng. Materials, 104-107 (1995), p.175.
- M.D. HUDA, M.S.J. HASMI, M.A. EL-BARADIE, "MMCs: Materials, Manufacturing and Mechanical Properties", Key Eng. Materials, 104-107 (1995), p.37.
- 3. C.H.J. DAVIES, "Critical issues in the extrusion of particle reinforced metal matrix composites", Key Eng. Materials, 104-107 (1995), p.447.
- 4. M. FERRY, P.R. MUNROE, "Hot working behaviour of Al-Al2O3 particulate reinforced metal matrix composite", Mat. Sci. and Techn., July 11 (1995), p.633.
- M. B. D. ELLIS, "Joining of aluminium based metal matrix composites", International Materials Reviews, Vol 41 No 2 (1996), p. 41.
- G.J.FERNANDEZ, L.E. MURR, "Characterization of tool wear and weld optimization in the friction-stir welding of cast aluminium 359+20% SiC metal-matrix composite", Materials Characterization 52 (2004) p. 65.
- J.A. WERT, "Microstructures of friction stir weld joints between an aluminium-base metal matrix composite and a monolithic aluminium alloy", Scripta Materialia 49 (2003), p 607.
- J. M. GÓMEZ DE SALAZAR, M.I. BARRENA, "Dissimilar fusion welding of AA7020/MMC reinforced with Al2O3 particles. Microstructure and mechanical properties", Materials Science and Engeneering A352 (2003), p. 162.
- R.A. PRADO, L.E. MURR, K.F. SOTO, J.C. McCLU-RE, "Self-optimization in tool wear for friction-stir welding of Al 6061 + 20% Al2O3 MMC", Materials Science and Engineering A349 (2003), p. 156.
- L. MARZOLI, A. VON STROMBECK, J.F. DOS SANTOS, C. GAMBARO, M.L. VOLPONE, E. RIZ-ZUTO, "Giunzioni di Al-CMM mediante Friction Stir Welding: influenza sulla distribuzione e sulle dimensioni delle particelle della fase dispersa", 29° Convegno Nazionale AIM, Modena, novembre (2002).
- C. GAMBARO, F. ZINI, E. LERTORA, L. MARZOLI, J.F. DOS SANTOS, M. VOLPONE, "Saldabilità mediante Friction Stir Welding di materiali compositi a matrice di alluminio" Simposio Internazionale Aluminium Days, Palazzo dei Congressi – Fiera di Bologna, novembre (2003).
- C.J. DAWES, W.M. THOMAS, "Friction Stir Process Welds Aluminum Alloys", Welding Journal, Marzo (1996), p. 41.
- 13. S.KALLEE, D. NICHOLAS "Friction Stir Welding at TWI". www.twi.uk
- 14. C.J. DAWES "An introduction to friction stir welding and its development", Weld. and Metal Fabrication Journal, Gennaio (1995).
- 15. O.T. MIDLING "Material flow behaviour and microstructural integrity of friction stir butt weldments", Proceed. of the 4th International Conference on Aluminium Alloys, Atlanta, GA, USA. 11-16 Settembre (1994).
- 16. M. VOLPONE, "Lo sviluppo del processo nel mondo della costruzione navale", Giornata di studio AIM pres-

so Alenia Spazio Torino 15 giugno (2004).

- M.D. HUDA, M.S.J. HASMI, M.A. EL-BARADIE, "MMCs: Materials, Manufacturing and Mechanical Properties", Key Eng. Mat., 104-107 (1995), p.37.
- ISO/TTA 2, "Tensile tests for discontinuously reinforced metal matrix composites at ambient temperatures", (1997).
- 19. ASTM E 606, Standard Practice for Strain Controlled Fatigue Testing, (1998).
- C.G. RHODES, M.W. MAHONEY, W.H. BINGEL, R.A. SPURLING, C.C. BAMPTON "Effects of friction stir welding on Microstructure of 7075 Aluminium". Scripta Mat., Vol 36, No. 1, (1997), p. 69.
- K.V. JATA, S.L. SEMIATIN "Continuous dynamic recrystallization during friction stir welding of high strength aluminum alloys", Scripta Mat., 43, (2000), p.743.
- 22. A.J. LEONARD "Microstructure and Ageing Behaviour of FSWs in Aluminium Alloys 2014AT651 and 7075-T651". Proc. II Friction Stir Welding Symposium. Goteborg, Sweden, 26-28 June (2000).
- G. LIU, L. E. MURR, C-S. NIOU, J.C. McCLOURE, F.R. VEGA, "Microstructural aspects of the friction-stir welding of 6061-T6 aluminium", Scripta materialia Vol. 37, No. 3 (1997), p. 355.
- 24. T.DICKERSON; Q.SHI, H. R. SHERCLIFF, "Heat flow into friction stir welding tools",4th International Simposium on Friction Stir Welding, Park City,Utah,USA,14-16 May (2003).
- 25. W.B. LEE, Y.M. YEON, S.B. JUNG, "The improvement of mechanical properties of friction-stir-welded A356 Al alloy", Materials Science and Engeneering A355 (2003), p 154.
- 26. http://www.matweb.com.
- L. CESCHINI, G. MINAK, A. MORRI, "Tensile and fatigue properties of the AA6061/20vol.% Al2O3p and AA7005/10vol.% Al2O3p composites", in corso di stampa su "Composites Science and Technology".
- 28. A. LANCIOTTI, C.POLESE, "Resistenza a fatica e caratteristiche di Damage Tolerance di giunzioni Fricion Stir Welding nella lega alluminio-litio 2195-T8, Friction Stir Welding Day, Torino 15 Giugno (2004).
- A. CAMASSA, V.CAPITANI, M.BOSCO, U.PIAZZA, V.SPINOGLIO, "Stato dell'arte dei controlli non distruttivi e delle prove meccanico-metallurgiche sui giunti in lega di alluminio saldati FSW", Friction Stir Welding Day, Torino 15 Giugno (2004).
- 30. G.E. DIETER, "Mechanical metallurgy" Mc Graw Hill (UK) 1988.
- P. POZA, J. LLORCA, "Mechanical behavior and failure micromechanism of Al/Al2O3 composites under cyclic deformation", Metall. Mat. Trans. A, 26A (1995), p.3131.
- 32 Z.G. WANG, S. LI, L. SUN, "Fatigue and fracture behaviors of discontinuously reinforced aluminium matrix composites", Key Engineering Materials, 104-107 (1995), p.729.
- 33. T. S. SRIVATSAN, M. AL-HAJRI, "The fatigue and final fracture behavior of SiC particle reinforced 7034 aluminum matrix composites", Composites Part B: Engineering, 33, 5, 1 July (2002), p.391.

MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERIZATION OF FRICTION STIR WELDED JOINTS OF AN AA6061/20%VOL.Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> COMPOSITE

#### Keywords: Metal matrix composites, welding, aluminium alloys, mechanical properties

Metal matrix composites (MMCs) are very attractive materials, due to their high stiffness, high temperature stability, and superior wear resistance compared to the unreinforced alloys. In particular, the discontinuously-reinforced aluminium based composites, due to their lower cost and the possibility to be processed by conventional metal working processing (such as extrusion, forging, rolling) are excellent candidates for structural components in the aerospace and automotive industries. Despite the intense effort put into the development of high performance composites, relatively little work has been directed towards joining these materials. The ability to make economic and reliable joints in these materials will be an advantage in their commercial uptake, and without this capability, MMCs will be restricted to fewer applications. Both fusion and solid state processes have been applied to MMCs, and each technique showed advantages and disadvantages. The problems are related to the different melting points between the reinforcement and the matrix alloy, the different thermal coefficients and thermal conductivity, the interfacial chemical reactions between the reinforcements and the molten matrix alloy, and the inhomogeneous reinforcement distribution after welding. In recent years a new solid-state joining technique, the Friction Stir Welding (FSW) process, has been successfully applied to several Al alloys, leading to joint properties in some cases higher than that of the base material. The aim of the present work was to study the effect of the FSW process on the microstructure and, consequently, on the mechanical properties, of an aluminium matrix composite, based on the 6061 aluminium alloy, reinforced with 20vol.% of Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub> particles. The as-cast composite was extruded, heat treated at the T6 condition, then Friction Stir Welded at the GKSS Research Institute (Geesthacht, Germany).

The microstructural characterization of the composite was carried out by means of optical (OM) and scanning electron microscopy (SEM) equipped with an energy dispersive spectroscopy (EDS). Image analyses, with the Image Pro-Plus software, were carried out on the optical micrographs, in order to evaluate the effect of the FSW process on the reinforcement particles and matrix grain size. Microhardness profiles were taken across the welded joint, at different locations on the transverse cross-section of the joints. Tensile and low-cycle fatigue tests were carried out both on the FSW and base material, using flat specimens machined with diamond cutting tools with the tensile axis perpendicular both to the extrusion direction and to the FSW joint line.

The microstructural characterization showed that the welded zone can be only identified by a different distribution of the reinforcement particles and by an appreciable reduction in their size, due to the abrasive action of the hard tool. The area of the particles decreased, respect to the base material, up to about 59% in the FSW zone closer to the shoulder tool. The image analyses also evidenced a reduction of the particles shape factor, in the FSW zone, due to a roundness effect exerted by the hard tool; this effect could enhance the toughness of the composite, due to a reduction of the stress intensification factor. FSW also led to grain refinement of the aluminum alloy matrix; the average grain size of the matrix alloy was about 29  $\mu$ m in the base material, while decreased up to 20  $\mu$ m in the FSW zone closer to the shoulder tool. Grain refinement induced by FSW was observed in several aluminum alloys and was related to the stirring effect performed by the tool, that leads to dynamic recrystallization of the material, due to the concurrent action of frictional heating and plastic deformation during welding.

The microhardness profiles showed a 20% decrease of the interparticles matrix microhardness, from about 77  $HV_{0.02}$  in the base material, to about 60  $HV_{0.02}$  at the middle line of the FSW zone. The hardness decrease from the base material to the FSW zone, also observed in the unreinforced 6061 aluminum alloy, even if with a grain refinement of the aluminum alloy matrix, could be probably related to the prevailing effect of overaging of the aluminum alloy matrix, induced by the frictional heating.

The results of the tensile tests for the AA6061/Al<sub>2</sub>O<sub>3p</sub> composite, in the heat treated condition, and after the FSW process, showed that the FSW process led to a decrease of both the proof strength and ultimate tensile strength, equal to 43% and 28%, respectively, while the elongation to failure increased of about 64%.

The tensile tests showed a joint efficiency of about 72%,, respect to the tensile strength ( $UTS_{FSW}/UTS_{BM}$ ), while the efficiency was reduced up to about 57%, respect to the proof strength. The higher reduction of the proof strength, respect to the tensile strength, as well as the increase of the elongation to failure were also observed in the case of FSW joints on heat-treated aluminium alloys. These results can be related to the concurrent effects of the different microstructural modifications induced by the FSW process: refinement of both the aluminium matrix grain size and reinforcement particles; roundness of the particles, overaging of the aluminium matrix eloy induced by the frictional heating. The higher reduction of proof strength respect to the ultimate tensile strength could be related to the prevailing effect of the overaging of the aluminium alloy matrix, due to coarsening of the intermetallic precipitates in the FSW zone.

The experimental data of the low-cycle fatigue tests carried out on the base material and on the FSW samples showed a high dispersion, which can be also interpreted on the basis of the material inhomogeneity. The cyclic stress responses curves at different plastic strain amplitudes for the FSW material showed evidence of isotropic hardening, while the base material displayed softening.

The low-cycle fatigue resistance was about 10 times lower for the joints than for base material.

SEM analyses of the fracture surfaces evidenced the same damage mechanisms for the base material and the FSW composite: interfacial decohesion, fracture of the reinforcing particles (mainly for those of larger size), void nucleation and growth. The fracture surfaces of the FSW samples showed a higher amount of fine particles, with a consequent less amount of fractured particles.