

Effetto del processo di microtaglio con laser in fibra pulsato sulla microstruttura e sulle proprietà funzionali di una lega NiTiCu a memoria di forma

C. A. Biffi, P. Bassani, M. Carnevale, N. Lecis, A. Loconte, B. Previtali, A. Tuissi

Le microlavorazioni mediante laser di potenza di leghe a memoria di forma (SMA) a base NiTi rappresentano una classe di lavorazioni tra le più interessanti ed efficaci per applicazioni industriali in vari campi, come quello del biomedicale, della sensoristica e dell'attuazione. A causa della sua natura termica, diventa di fondamentale importanza valutare l'effetto del fascio laser sulle proprietà sia microstrutturali che funzionali di tali materiali per consentire una maggiore comprensione delle prestazioni del dispositivo finale.

In questo lavoro è stato affrontato lo studio del processo di micro taglio, effettuato mediante una sorgente laser in fibra attiva con impulsi nell'ordine dei nanosecondi, di lamine sottili della lega ternaria a memoria di forma di composizione Ni₄₀Ti₅₀Cu₁₀ (at. %). I solchi di taglio, realizzati al variare della velocità di processo, sono stati caratterizzati dal punto di vista morfologico mediante osservazione con microscopio elettronico a scansione. Sono state effettuate sia misure di composizione chimica che nanoindentazioni in prossimità dei solchi di taglio per la stima della zona inerente al materiale danneggiato termicamente, inteso come materiale fuso e zona termicamente alterata. Infine, le proprietà tipiche dei materiali a memoria di forma sono state valutate attraverso misure sia di tipo calorimetrico che termo meccanico; è stato quindi mostrato come il processo laser possa indurre delle alterazioni termiche, anche se ridotte, che influenzano il comportamento della lega SMA investigata.

Keywords: Materiali a memoria di forma - Microlavorazioni laser micromachining - Microstruttura - Microscopia elettronica a scansione - Prove meccaniche.

INTRODUZIONE

I materiali a memoria di forma (Shape Memory Alloys -SMAs) sono considerati materiali funzionali, grazie alle loro uniche proprietà di pseudoelasticità e di memoria di forma [1]; tali caratteristiche rendono questi materiali molto interessanti dal punto di vista applicativo nel settore biomedicale [2,3], ove sono già utilizzati in modo

esteso, ed a livello potenziale come elemento attivo sia negli attuatori che nei sensori [4-6]. Nell'ultima decina di anni le lavorazioni laser di tali materiali funzionali si sono ampiamente diffuse, soprattutto nel caso della realizzazione di componenti di piccole dimensioni, ove questa tecnologia di lavorazione è attualmente in grado di offrire prestazioni notevoli sia dal punto di vista qualitativo che a livello di produttività. Un aspetto importante da considerare legato alle lavorazioni laser è quello associato al flusso di calore che viene introdotto nel materiale durante la lavorazione; questo spesso provoca dei cambiamenti delle proprietà del materiale stesso [7-8]. Soprattutto nel caso di materiali molto sensibili a trattamenti termici o cicli termici, come le leghe SMA, tale danneggiamento termico può essere amplificato. Per questo motivo, diventa dunque di fondamentale importanza valutare il loro comportamento di questa classe di materiali a seguito delle lavorazioni laser [9]. Lo studio dell'effetto dei principali parametri di processo dal punto di vista tecnologico è un tema ampiamente considerato in letteratura [10-13] mentre lo studio del loro effetto

Carlo Alberto Biffi*, Paola Bassani, Ausonio Tuissi

*Consiglio Nazionale delle Ricerche,
Istituto per l'Energetica e le Interfasi, Unità di Lecco,
Lecco, 23900, Italia.
carlo.biffi@ieni.cnr.it

**Marco Carnevale, Nora Lecis, Antonietta Loconte,
Barbara Previtali**

*Politecnico di Milano, Dipartimento di ingegneria
Meccanica, Milano, 20156, Italia*

sulle proprietà funzionali del materiale è un argomento solo parzialmente affrontato. Yung et al. indicano come la riduzione della lunghezza d'onda, caratteristica del fascio laser, porti ad un sensibile miglioramento della qualità del risultato, a discapito della produttività [10]; al contrario, Li et al. mostrano come l'effetto della durata dell'impulso sia inversamente proporzionale alla qualità ottenibile e direttamente proporzionale alla produttività [11]. Questo è legato al fatto che la conduzione di calore nel materiale può essere significativamente ridotta con impulsi laser molto brevi. Nella maggior parte degli altri lavori è stato affrontato il problema classico dell'ottimizzazione dei parametri di processo in funzione della dimensione del solco di taglio, dell'estensione della zona termicamente alterata, della quantità di materiale fuso e della rugosità superficiale [12-13].

Infine, l'introduzione dei laser in fibra attiva, che ha costituito un ulteriore motivo di ricerca, ha portato a rivedere in parte i risultati precedenti, ottenuti con laser di tipo tradizionale. I principali vantaggi di questa nuova tipologia di laser sono legati ad una maggiore risoluzione spaziale della lavorazione, grazie ad una dimensione del fascio laser più piccolo, ed una maggior produttività. La letteratura offre oramai numerosi studi sulle lavorazioni laser di materiali metallici di tipo tradizionale mediante questa tipologia di laser, diffusa anche a livello industriale negli ultimi anni, mentre solo pochi di questi hanno affrontato il tema dell'utilizzo delle sorgenti laser in fibra per la lavorazione delle leghe SMA [14-19].

Per questo motivo, è stato considerato importante studiare l'effetto dell'utilizzo dei laser in fibra nel corso della lavorazione di materiali SMA. In questo lavoro ci si è concentrati sulla valutazione dell'effetto del micro taglio, effettuato con laser in fibra pulsato ai nanosecondi, sulle proprietà microstrutturali e funzionali di una lega ternaria Ni40Ti50Cu10 (at. %) a memoria di forma. Sono state identificate sperimentalmente due valori di velocità di taglio (5 mm/s e 50 mm/s), che consentissero di ottenere un solco di taglio completamente passante in modo ripetibile su uno spessore pari a 150 µm. I risultati sono stati caratterizzati mediante microscopia elettronica a scansione per valutare sia la morfologia del solco di taglio e la composizione chimica in prossimità ad esso; inoltre, l'estensione della zona termicamente alterata è stata valutata mediante nanoindentazioni. Infine, le proprietà funzionali sono state verificate mediante analisi calorimetrica e mediante prove meccaniche al variare della temperatura. E' stato dunque mostrato come il processo laser possa influenzare le proprietà di una lega a memoria di forma a causa del calore utilizzato durante la lavorazione. La corretta selezione dei parametri di processo appare diventare ancora più critica per la lavorazione di questi materiali. Ad ogni modo, la quantità di materiale danneggiato termicamente appare essere abbastanza ridotta, nell'ordine di poche decine di micron, rispetto a quanto ottenibile utilizzando laser tradizionali.

MATERIALE E PROCEDURE SPERIMENTALI

Il materiale, utilizzato nel corso della sperimentazione, è la lega ternaria a memoria di forma Ni40Ti50Cu10% at., realizzata a partire da elementi puri in un forno ad induzione magnetica in vuoto (Balzers SVG 40). Il lingotto ottenuto è stato forgiato, laminato a caldo a circa 950 °C e successivamente laminato a freddo, con ricotture intermedie fino ad arrivare allo spessore di circa 150 µm. Infine, il laminato è stato sottoposto ad un trattamento termico a 400 °C per 1 ora con successivo raffreddamento veloce in acqua per conferire le proprietà a memoria di forma opportune.

Per l'esecuzione delle prove di micro taglio laser, è stata impiegata una sorgente laser in fibra operante a regime pulsato (modello YLP-50 di IPG Photonics) con impulsi nell'ordine dei nanosecondi. Le caratteristiche principali di tale sorgente laser sono riportate in Tabella 1. Il sistema laser è costituito, inoltre, da: (i) una testa laser da taglio (modello Fine Kerf della LaserMech), che prevede una lente di focalizzazione (lunghezza focale di 60 mm) ed un ugello coassiale al fascio laser per l'adduzione del gas di assistenza; (ii) un sistema di movimentazione Aerotech a 2 assi cartesiani.

Caratteristiche della sorgente laser	
Potenza media massima	50 W
Frequenza di ripetizione degli impulsi	20-80 kHz
Energia degli impulse massima @ 50 kHz	1.1 mJ
Durata degli impulse	100-180 ns
Lunghezza d'onda	1064 nm
Fattore di qualità del fascio	1.7
Diametro del fascio collimato	5.9 mm
Caratteristiche della testa laser da taglio	
Diametro ugello	0.5 mm
Lunghezza di focalizzazione	60 mm

Tab. 1 - Principali caratteristiche del sistema laser utilizzata negli esperimenti di micro taglio

Tab. 1 - Main characteristics of the laser system used in the micro cutting experiments

I parametri di processo, che sono stati utilizzati in questo lavoro, sono riportati in Tabella 2. I parametri investigati sono la velocità di processo e l'apporto termico, stimato come energia per unità di lunghezza. È importante sottolineare che la condizione di riferimento, che consente di realizzare un taglio passante in modo ripetibile, è quella che prevede due passate del fascio laser [14].

Le superfici di ingresso, di uscita e le corrispondenti sezioni trasversali dei tagli sono state analizzate mediante microscopia a scansione elettronica (SEM); inoltre, l'analisi composizionale delle superfici di interesse è stata effettuata mediante spettroscopia a dispersione di energia (EDS).

Per la stima dell'estensione della zona termicamente alterata, sono state effettuate delle nanoindentazioni

Parametri di processo variabili		
Condizione di processo	Velocità di processo	Apporto termico (calcolata)
Singola passata	5 mm/s	10 J/mm
Doppia passata	5 mm/s	20 J/mm
Doppia passata	50 mm/s	2 J/mm
Parametri di processo fissi		
Parametro di processo	Valore	
Energia dell'impulso	0.72 mJ	
Frequenza di ripetizione degli impulsi	80 kHz	
Durata degli impulsi	160 ns	
Gas di assistenza	Ar	
Pressione del gas di assistenza	5 bar	
Distanza di lavoro	0.5 mm	
Diametro del fascio laser a fuoco	23 μ m	
Tempo di piercing	0.8 ms	

Tab. 2 - Parametri di processo utilizzati negli esperimenti di micro taglio laser di NiTiCu

Tab. 2 - Process parameters used in the NiTiCu micro cutting experiments

sulla sezione trasversale dei campioni mediante un nanodurometro (modello NHT, CSM Instruments), dotato di un indentatore di tipo Berkovich con punta in diamante; il carico utilizzato durante le prove è stato pari a 10 mN in modo tale da garantire una risoluzione di misura di pochi micron. Le misure di nanodurezza sono state eseguite sulla sezione trasversale dei solchi di taglio a circa 10 μ m di distanza una dall'altra. Sono state previste tre zone di misura: la prima in prossimità della superficie superiore della lamina, la seconda a metà spessore e la terza in prossimità della superficie inferiore della lamina, come mostrato in Figura 1.

L'analisi calorimetrica è stata eseguita per la valutazione delle temperature caratteristiche della trasformazione martensitica della lega mediante un sistema di misura differenziale a scansione (DSC della TA Instruments Q100). Per tale analisi, sono stati i seguenti campioni (dimensione 2x2 mm²), aventi lo scopo di valutare l'effetto della lavorazione laser sulla risposta calorimetrica del materiale:

- Taglio meccanico: questo campione è associato alle

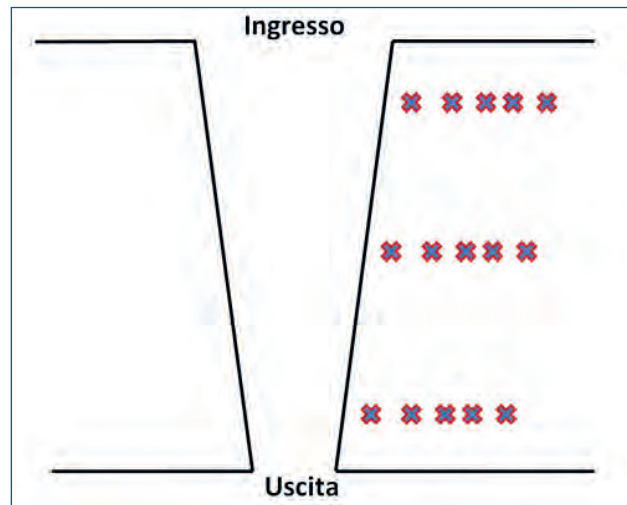


Fig. 1 - Rappresentazione schematica delle regioni in cui sono state effettuate le prove di nanoindentazione sulla sezione trasversale dei campioni

Fig. 1 - Schematic of the regions where nanoindentations were performed on the transversal section of the samples

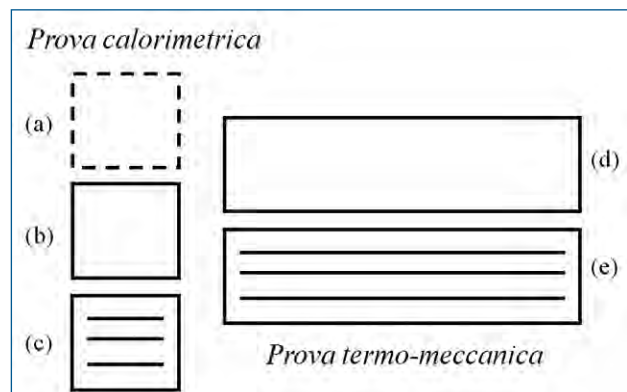


Fig. 2 - Rappresentazione schematica dei campioni utilizzati per l'analisi calorimetrica (sulla sinistra) e per le prove termo-meccaniche (sulla destra)

Fig. 2 - Schematic of the samples used for the calorimetric (on the left) and for the thermo-mechanical (on the right) analysis

proprietà del materiale base, in quanto non ha previsto alcuna interazione con il fascio laser, come mostrato in Figura 2a (denominazione MC);

- Taglio laser perimetrale: questo campione è stato tagliato laser lungo il suo perimetro alla velocità di taglio di 5 mm/s, come mostrato in Figura 2b (denominazione PLC);
- Taglio laser interno: questa tipologia di campione ha previsto la realizzazione di tre tagli interni con la velocità di 5 mm/s e di 50 mm/s, oltre al taglio laser del suo perimetro, come mostrato in Figura 2c (denominazione ILC-5 e ILC-50).

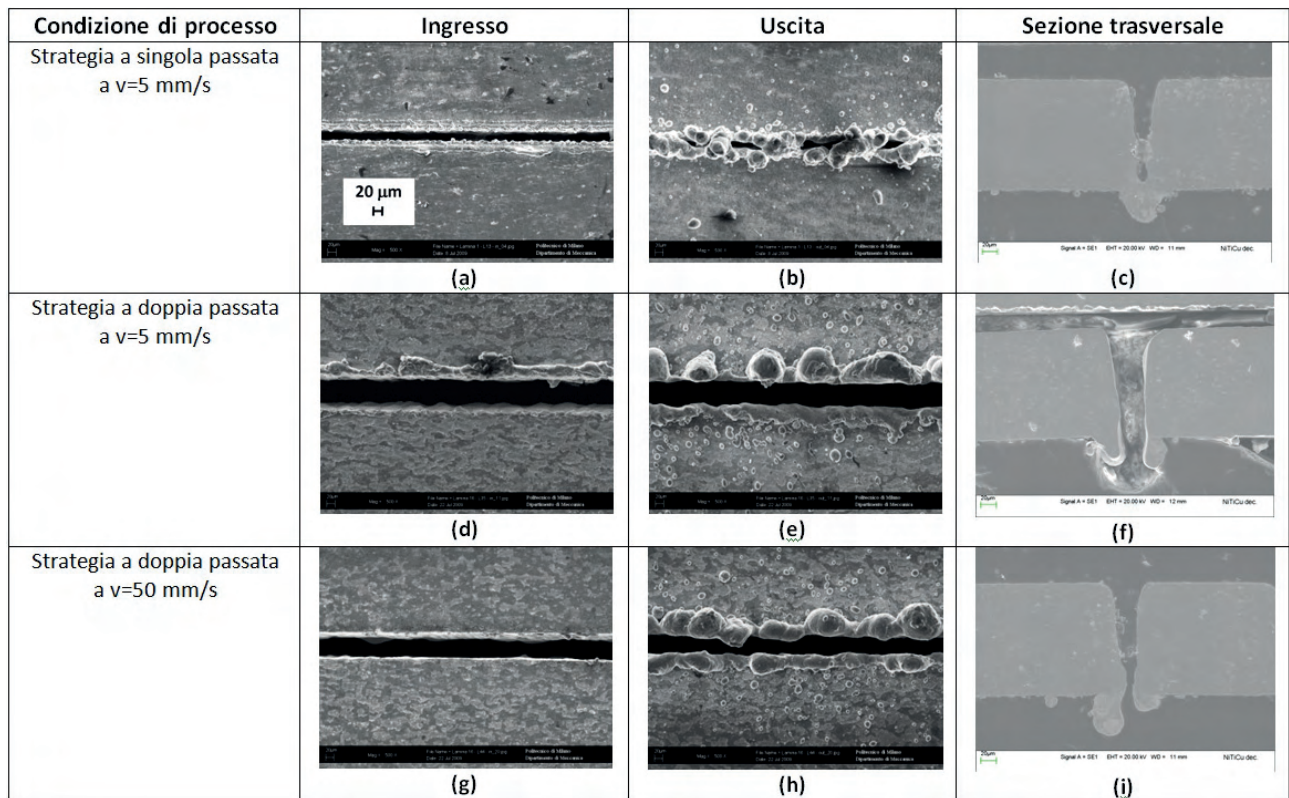


Fig. 3 - Immagini SEM del lato di ingresso, di uscita e della sezione trasversale dei solchi di taglio nelle condizioni di processo investigate.

Fig. 3 - SEM pictures of the entrance, exit and transversal views of the laser cut edges

La presenza di tre tagli laser aggiuntivi serve per ottenere una maggior quantità di materiale termicamente alterato rispetto al materiale base. Nel corso delle misure calorimetriche, è stata utilizzata una velocità di scansione pari a 10 °C/min sia in riscaldamento che in raffreddamento nell'intervallo di temperatura compreso tra 0 °C e 100 °C.

Le prove termomeccaniche sono state eseguite su campioni simili a quelli impiegati per le misure calorimetriche (vedi Figura 2d-e). A cause delle piccole dimensioni dei campioni (2 mm x 20 mm), le prove di trazione sono state seguite con un sistema DMA (TA Instruments Q800), dotato di cella di carico ad alta sensibilità. I campioni sono stati sottoposti ad un ciclo di carico e scarico fino ad un valore massimo pari a 15 N, sia in martensite (temperatura di prova pari a 30 °C) che in austenite (temperatura di prova pari a 100 °C). Le curve della risposta meccanica sono state riportate, tenendo in considerazione la sezione reale dei campioni.

ANALISI DEI RISULTATI

Analisi morfologica e composizionale dei solchi di taglio

Il taglio effettuato con impulsi laser nell'ordine dei nanosecondi porta alla generazione di materiale fuso, che

si deposita in prossimità del solco di taglio. La spiegazione fisica di questo comportamento è legata alle tempistiche del processo: se gli impulsi del fascio laser sono più lunghi, come in questo caso, rispetto al tempo necessario per consentire la conduzione di calore nel materiale, allora parte del calore della lavorazione sarà disperso e porterà alla generazione di alterazioni nelle proprietà del materiale.

In Figura 3 sono riportate le immagini SEM dei solchi di taglio, realizzati al variare del numero di passate e della velocità di processo. Le superfici di ingresso sono esenti da evidenti danni termici e mostrano un solco di taglio netto e regolare mentre quelle di uscita mostrano la presenza di materiale fuso, che è indice del danneggiamento termico del materiale, sotto forma di bava depositata lungo il solco di taglio e sotto forma di gocce distinte e distribuite nella zona contigua al taglio. Nella condizione di taglio caratterizzata dalla velocità di processo pari a 5 mm/s con una sola passata (vedi Figura 3 a-b-c), il solco di uscita mostra come il fascio laser sia stato sufficientemente energetico per attraversare lo spessore della lamina; tuttavia, sembra che, successivamente al suo attraversamento, il solco si sia richiuso a causa della generazione di ponti di materiale fuso. Tale considerazione è supportata anche dalla corrispondente sezione trasversale (vedi Figura 3c), in cui è ben visibile la presenza di materiale che è colato oltre lo spessore della lamina.

E' probabile che questo fenomeno si manifesti nel caso di

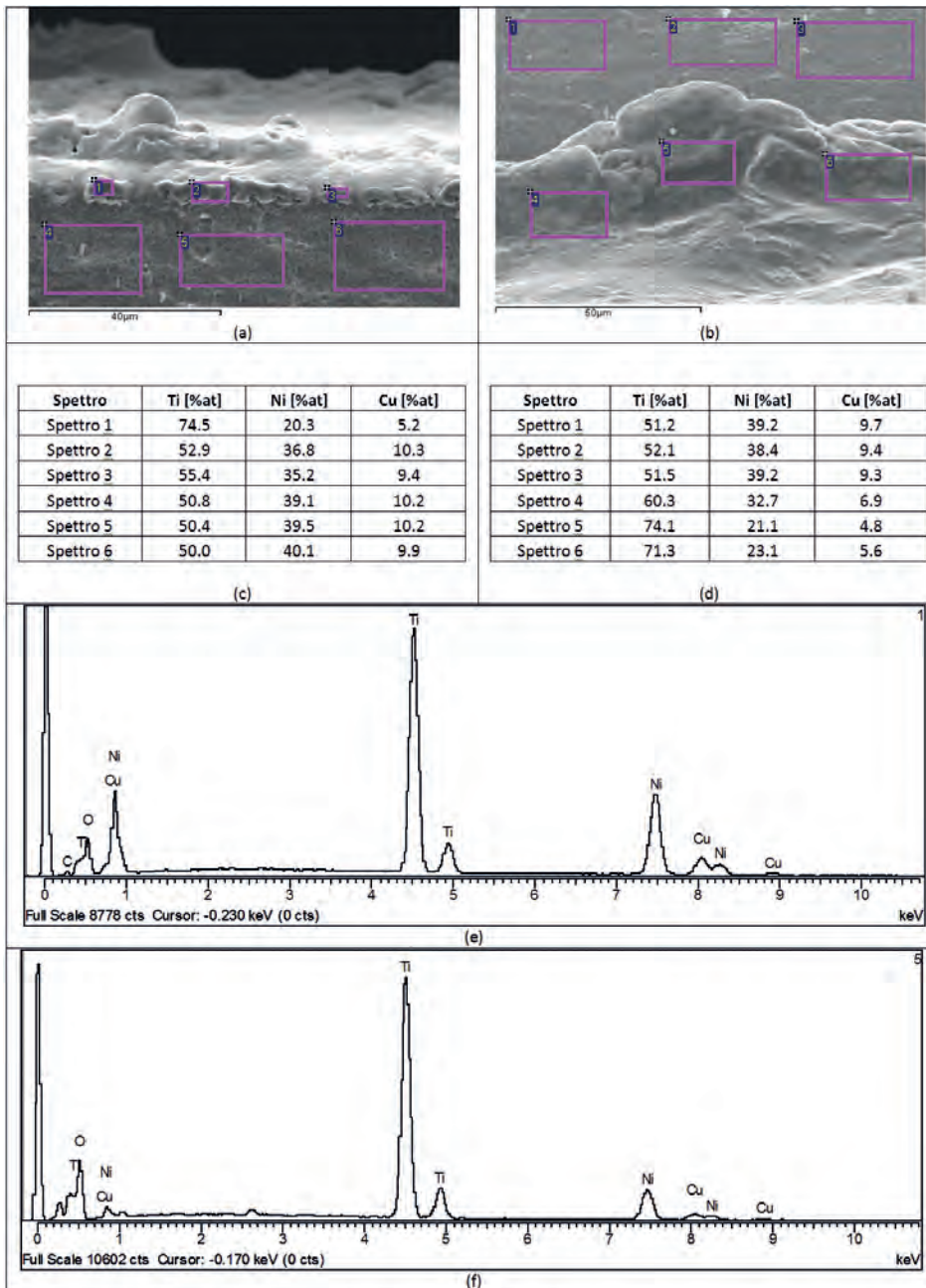


Figura 4: Superficie di ingresso (a) e di uscita (b) del solco di taglio, realizzato a 5 mm/s con due passate del fascio laser, relative tabelle con le misure EDS (c,d) e spettri rappresentativi rispettivamente del materiale base e di quello fuso (e,f) all'uscita del solco di taglio

Figure 4: Entrance (a) and exit (b) sides of the cut edge, performed at 5 mm/s with two laser passes, the corresponding EDS measurements (c,d) and representative spectra of the base and melted material (e,f) at the exit side

larghezze del solco di taglio estremamente piccole rispetto allo spessore, in quanto il materiale tende immediatamente a raffreddarsi prima del suo allontanamento.

Al contrario, si osserva che effettuando una passata aggiuntiva (vedi Figura 3d-e-f) il solco di taglio viene completamente aperto, la cui larghezza viene significativamente aumentata da circa 25 µm a circa 60 µm. Un effetto analogo si ottiene anche nel caso di velocità superiori (50 mm/s), come mostrato in Figura 3g-h-i. La quantità di materiale fuso, presente sull'uscita del solco di taglio, aumenta in modo proporzionale con il volume di materiale rimosso durante la lavorazione. Infine, è possibile osservare come la morfologia del materiale fuso dipenda dalla velocità di processo [14]. A bassa velocità il materiale fuso appare sotto forma di gocce distribuite un modo casuale lungo la direzione di taglio, come mostrato in Figura 3e; ad alta velocità, invece, la distribuzione del

materiale fuso appare maggiormente uniforme, come mostrato in Figura 3h.

In Figura 4 sono riportate le immagini delle zone in cui sono state effettuate le analisi EDS con i relativi risultati. Nella zona di ingresso il materiale fuso mostra la medesima composizione chimica del materiale base (ad eccezione dello spettro 1, in cui è stata rilevata una riduzione sensibile del contenuto di rame), come riportato nella tabella di Figura 4c. Questo indica come, anche se il processo laser avesse portato ad una parziale vaporizzazione del materiale per le alte densità di potenza raggiunte, la maggior parte del materiale non sia stata soggetta ad una modifica composizionale grazie al flusso di argon.

Al contrario, la superficie di uscita del solco di taglio mostra delle variazioni composizionali. La tabella di Figura 4d indica come il materiale fuso sia caratterizzato da una

riduzione importante del contenuto di rame; tale modifica dipende dalla parziale vaporizzazione del materiale, che ha portato ad un allontanamento dell'elemento con la temperatura di fusione più bassa. Inoltre, rispetto alla superficie di ingresso, quella di uscita mostra anche un aumento significativo del contenuto di ossigeno; questo dipende dal fenomeno di ossidazione, avvenuto ad alta temperatura, che si è manifestato a causa della poca efficacia del flusso di argon nel ricoprire tale zona.

Infine, gli spettri, riportati in Figura 4e-f, rappresentano rispettivamente la condizione del materiale base e di quello fuso: si può osservare come il picco associato alla presenza di ossigeno sia sensibilmente più intenso per quanto riguarda il materiale fuso, che è quello maggiormente soggetto ad un ciclo termico brusco e quindi maggiormente sensibile all'ossidazione.

Nanoindentazioni sui solchi di taglio

L'effetto della lavorazione laser è stato studiato anche mediante prove di nanoindentazione con lo scopo di identificare l'estensione della zona termicamente alterata. Per questo obiettivo, sono state prese in considerazione le condizioni di processo che hanno portato alla realizzazione di un taglio completamente passante: velocità pari a 5 mm/s e 50 mm/s con doppia passata.

In Figura 5 sono riportati i risultati delle misure di nano indentazione, effettuate in prossimità della zona di ingresso, a metà spessore ed in prossimità della zona di uscita.

Si osserva un incremento della durezza in prossimità del solco di taglio nell'intervallo di circa 450-700 HV, dovuto probabilmente ad una struttura con grani più fini, dovuta ad una rapida solidificazione, ed eventualmente all'ossidazione del materiale. La durezza tende a diminuire, in funzione della velocità di taglio, fino al valore caratteristico del materiale base pari a circa 200 HV. Un aumento così netto della durezza del materiale nella zona fusa è già stato rilevato in letteratura su titanio commercialmente puro a seguito del processo di microforatura laser, eseguito con parametri di processo molto simili a quelli impiegati in questo lavoro [20-21].

Inoltre, la stima ragionevole dell'estensione della zona termicamente alterata può essere pari a circa 30-40 μm per la velocità di processo bassa (5 mm/s) mentre circa 20-30 μm per la velocità di processo alta (50 mm/s).

Analisi funzionale della lega NiTiCu dopo microtaglio laser

La presenza di danni termici all'interno del materiale viene confermata dall'analisi calorimetrica, mostrata in Figura 6. E' possibile osservare la presenza di picchi differenti sia durante la fase di riscaldamento del campione sia in fase di raffreddamento, che indicano una modifica del comportamento dei campioni. Tali picchi del flusso termico misurato dal calorimetro sono associati alla trasformazione

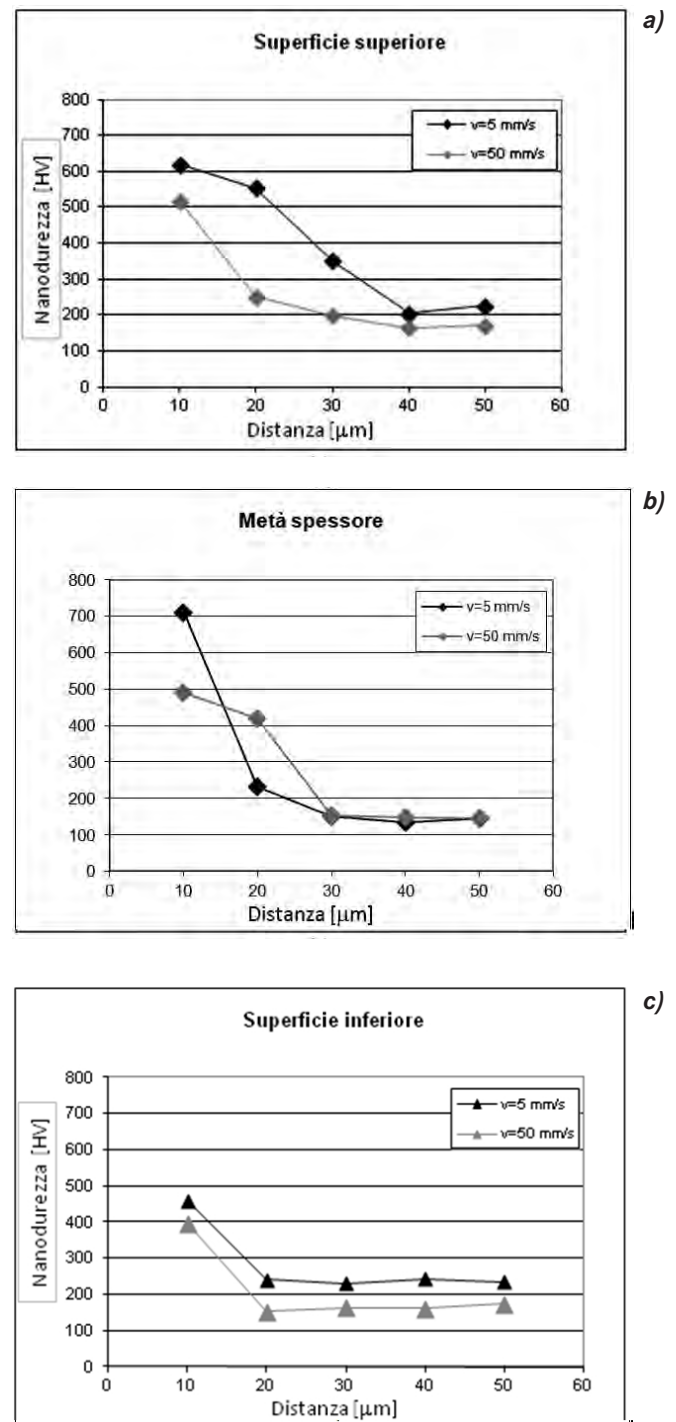


Fig. 5 - Misure di nanodurezza al variare della velocità di processo nella strategia a doppia passata nelle diverse posizioni: superficie di ingresso (a), metà spessore (b) e superficie di uscita (c).

Fig. 5 - Nanohardness measurements at varying the process speed in the double pass strategy at different levels: top (a), intermediate (b) and bottom surface (c)

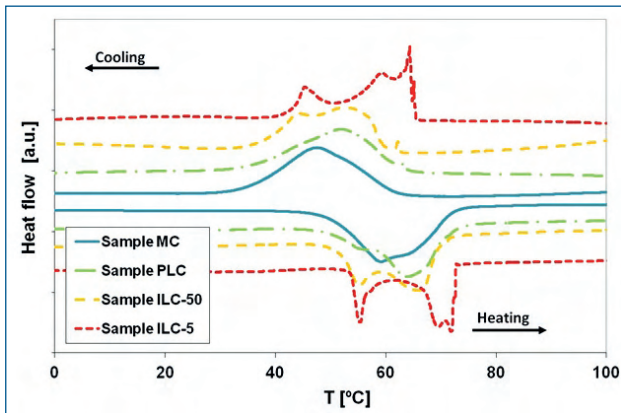


Figura 6: Misure DSC dei campioni in cui si valuta l'effetto dei parametri di processi investigati

Figure 6: DSC scans for evaluating the effect of the investigated process parameters

di fase martensitica di tipo termo-elastica, propria delle leghe a base NiTi a memoria di forma. Il campione MC, rappresentativo del materiale base non influenzato dalla lavorazione laser, mostra un picco singolo, che è tipico di questo materiale dopo essere stato laminato a freddo e trattato termicamente a temperatura relativamente bassa (400 °C).

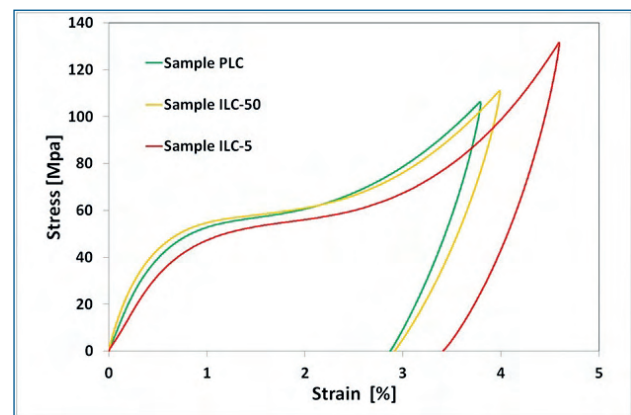
Al contrario, il comportamento calorimetrico dei campioni che sono stati sottoposti alla lavorazione laser è abbastanza differente; infatti, il picco singolo della trasformazione di fase viene sostituito da una serie di picchi, prossimi tra loro sull'asse delle temperature, che indicano la coesistenza di zone con diverse microstrutture. La presenza di tali microstrutture può essere giustificata dall'effetto del calore proveniente dal fascio laser. Infatti, coerentemente con le analisi precedenti, è facile ipotizzare strutture differenti associate alla presenza di materiale fuso e termicamente alterato nelle zone prossime al solco di taglio.

In Tabella 3 sono riportati i valori misurati delle temperature e delle entalpie di trasformazione dei vari campioni. Si osserva che le temperature caratteristiche, alle quali avviene la trasformazione martensitica, tendono a crescere mentre le entalpie si riducono leggermente da circa 15 J/g a 12 J/g. Questo comportamento si spiega con il fatto che la quantità di materiale, coinvolto nella trasformazione martensitica, diminuisce al crescere dell'apporto termico. Le prove di trazione mostrano un comportamento analogo, anche se in questo caso le differenze sono meno evidenti. Nelle immagini di Figura 7 sono mostrate le curve di trazione durante la fase di carico e di scarico a due livelli di temperatura (30°C e 100 °C), a cui corrispondono rispettivamente la presenza della fase martensitica, stabile a bassa temperatura, e quella austenitica, ad alta temperatura. La curva caratteristica della fase austenitica mostra un comportamento abbastanza rigido del materiale, caratterizzato da un modulo elastico elevato (nell'ordine dei 60-80 GPa), nella fase di carico. In questo caso, però, durante la prova meccanica la sollecitazione continua a crescere insieme alla deformazione. Durante

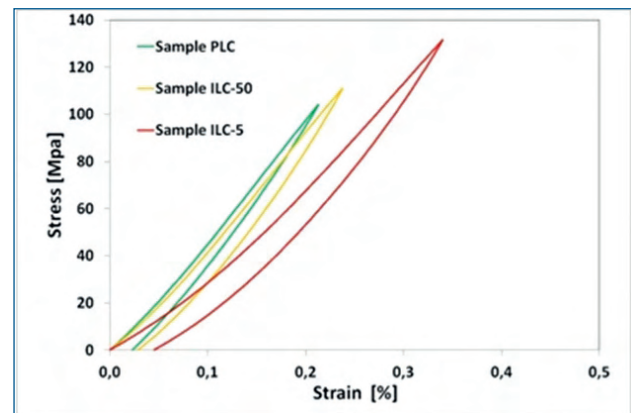
Tipologia del campione	$H^{M \rightarrow A}$ [J/g]	A_s [°C]	A_f [°C]	$H^{A \rightarrow M}$ [J/g]	M_s [°C]	M_f [°C]
Campione MC	16.3	47.5	72.2	15.1	61.9	33.5
Campione PLC	13.1	48.6	74.1	15.0	64.1	33.1
Campione ILC-5	11.4	53.7	72.7	13.5	65.2	42.0
Campione ILC-50	14.4	51.5	72.1	14.3	62.3	37.0

Tab. 3 - Temperature ed entalpie di trasformazione sui campioni considerati

Tab. 3 - Characteristic temperatures and relative enthalpies of the samples of Figure 6



a)



b)

Figura 7: Curve sforzo/deformazione, ottenute nella configurazione a trazione, in funzione della temperatura, a cui corrispondono fasi differenti: martensite a 30°C (a) ed austenite a 100°C (b)

Figure 7: Stress/strain curves, obtained in tensile configuration, at varying the temperature: 30°C for martensite (a) and 100°C for austenite (b)

la fase di scarico, il materiale è in grado di recuperare completamente la deformazione impartita, quindi mostra una deformazione residua trascurabile al termine della fase di scarico della prova (pseudo-elasticità). Comportamento profondamente diverso per la fase martensitica: a bassa temperatura il materiale mostra un

comportamento meno rigido, a cui corrisponde un modulo elastico decisamente inferiore (nell'ordine dei 15-30 GPa). A seguito della fase di crescita del carico, si osserva la generazione di un plateau in cui cresce prevalentemente la deformazione del materiale senza una sostanziale crescita dello sforzo associato; aspetto caratteristico di questa fase è quello di non consentire un recupero completo della deformazione impartita al campione di diversi punti percentuale. Infatti, durante la fase di scarico, il materiale non è in grado di recuperare completamente la deformazione impartita, quindi rimane una deformazione residua al termine della fase di scarico.

E' possibile osservare una riduzione del valore di sollecitazione al quale si raggiunge il plateau a bassa temperatura e del modulo elastico apparente ad alta temperatura. I valori di queste grandezze dipendono dall'energia termica introdotta nel materiale [28]: maggiore è il grado di ricottura del materiale, maggiore sarà l'effetto di abbassamento sia della sollecitazione del plateau sia del modulo elastico. Tale effetto è ben visibile sul campione che è stato realizzato con il valore maggiore di apporto termico (campione ILC-5) mentre diventa meno evidente con valori decrescenti di apporto termico.

CONCLUSIONI

In questo lavoro è stato studiato l'effetto combinato della velocità di processo e dell'apporto termico, come parametri rappresentativi della quantità di calore impiegata dalla lavorazione laser, sulle proprietà morfologiche, composizionali e termo-meccaniche di una lega ternaria NiTiCu a memoria di forma. Le principali conclusioni possono essere schematizzate nei seguenti punti:

- E' stato osservato l'effetto dei parametri di processo sulla morfologia e sulla dimensione del solco di taglio. La presenza di materiale fuso, prevalentemente depositato sulla superficie di uscita del taglio, è compatibile della durata dell'impulso nell'ordine dei nanosecondi utilizzato nel micro taglio. Le dimensioni del solco di taglio sono di poche decine di micron, indice del fatto che le lavorazioni con laser in fibra rappresentano una delle tecnologie più performanti per la realizzazione di particolari di piccole dimensioni.
- E' stato verificato come sia la velocità di taglio che il numero di passate del fascio laser possano influenzare significativamente sia le dimensioni che la morfologia del solco di taglio.
- L'analisi composizionale ha mostrato un aumento sensibile del contenuto di ossigeno in prossimità della zona di uscita del solco di taglio; questo significa che l'elevata temperatura del ciclo termico imposto durante il micro taglio ha provocato l'ossidazione del materiale, portando quindi ad alterazioni relativamente alla risposta funzionale del materiale SMA.
- L'estensione della zona termicamente alterata è stata valutata mediante nanoindentazioni sulla superficie

trasversale del solco di taglio; tale zona danneggiata è stata valutata essere pari a circa 30-40 μm per la velocità di processo bassa (5 mm/s) mentre circa 20-30 μm per la velocità di processo alta (50 mm/s).

- L'analisi calorimetrica ha mostrato come la lavorazione laser abbia modificato la risposta del materiale durante la trasformazione martensitica. In particolare, la forma dei picchi è stata modificata per la generazione di zone con differenti microstrutture, anche se le temperature critiche di trasformazione e le corrispondenti entalpie non hanno mostrato variazioni molto significative.
- Le prove termo-meccaniche hanno sottolineato ulteriormente come la lega NiTiCu sia sensibile al processo laser. In particolare, la lavorazione laser effettuata a bassa velocità ha indotto delle differenze importanti rispetto al comportamento del materiale base in termini di modulo elastico e di massima sollecitazione del plateau. Al contrario, aumentando la velocità di processo, la riduzione dell'apporto termico ha reso meno evidenti tali modifiche del comportamento del materiale.

E' possibile dunque concludere che la lega ternaria NiTiCu a memoria di forma, sottoposta a micro taglio con laser in fibra pulsato ai nanosecondi, mostra la presenza di alterazioni termiche. Tali danni termici devono essere presi in considerazione per una potenziale applicazione industriale, dove sia richiesto l'utilizzo di questo materiale funzionale. E' comunque importante sottolineare come il danneggiamento termico, anche se presente, sia quantitativamente limitato e che la sua presenza possa essere ragionevolmente rimossa mediante operazioni di pulizia chimica, come già proposto per alcune applicazioni [17,19].

RINGRAZIAMENTI

Gli autori desiderano ringraziare il Sig. G. Carcano per il suo contributo nella fase sperimentale. Parte dell'attività descritta nel presente lavoro è stata svolta nell'ambito del progetto SMILE, finanziato dal Progetto Giovani Ricercatori 2008 del Dipartimento di Meccanica del Politecnico di Milano.

REFERENZE

- [1] K. Otsuka and C.M. Wayman, Shape Memory Materials, Cambridge University Press (1998).
- [2] T. Duerig, A. Pelton, D. Stockel, Mater. Sci. Eng. A 273-275, 149 (1999).
- [3] N. Muhammad, D. Whitehead, A. Boor, W. Oppenlander, Z. Liu, L. Li, Appl. Phys. A, 6609-4, 607 (2010).
- [4] M. Kohl, B. Krevet, E. Just, Sensors Actuat. A 97-98, 646 (2002).
- [5] M. Leester-Schadel, B. Hoxhold, C. Lesche, S. Demming, S. Buttgenbach, Microsyst. Technol. 14, 697 (2008).
- [6] M. Rohde, A. Schussler, Sensors Actuat. A 61, 463 (1997).

- [7] J. Meijer, K. Du, A. Gilner, D. Hoffmann, V.S. Kovalenko, T. Masuzawa, A. Ostendorf, R. Poprawe, W. Schulz, *CIRP Annals - Man Tech.* 51, 531 (2002).
- [8] A. Tuissi, S. Besseghini, T. Ranucci, F. Squatrito, M. Pozzi, *Mater. Sci. Eng. A* 273-275, 813 (1999).
- [9] A. Schuessler, *Proc. of SMST*, pp. 25-32, Edited by S. Russell and A. Pelton (2000) Asilomar, Pacific Grove, California, USA.
- [10] K.C. Yung, H. H. Zhu, T. M. Yue, *Smart. Mater. Struct.* 14, 337 (2005).
- [11] C. Li, S. Nikumb, F. Wong, *Opt. Laser Eng.* 44, 1078 (2006).
- [12] I.A. Almeida, W. De Rossi, M.S.F. Lima, J.R. Berretta, G.E.C. Nogueira, N.U. Wetter, N.D. Viera Jr., *Journal of Mat. Proc. Tech.* 179, 105 (2006).
- [13] R. Pfeifer, D. Herzog, M. Hustedt, S. Barcikowski, *Journal of Mat. Proc. Tech.* 210, 1918 (2010).
- [14] B. Previtali, S. Arnaboldi, P. Bassani, C.A. Biffi, N. Lecis, A. Tuissi, M. Carnevale, A. LoConte, *Proc. Of ESDA*, 593-602, Edited by ASME (2010) Istanbul, Turkey.
- [15] P. Bassani, C.A. Biffi, M. Carnevale, N. Lecis, B. Previtali, A. LoConte, *Mater. Design* 45, 88 (2013).
- [16] C.A. Biffi, P. Bassani, A. Tuissi, M. Carnevale, N. Lecis, A. LoConte, B. Previtali, *Funct. Mate. Let.* 5, 1, (2012).
- [17] A. Nespoli, C.A. Biffi, R. Casati, E. Villa, A. Tuissi, F. Passaretti, *New Developments on Mini/Micro Shape Memory Actuators, Smart Actuation and Sensing Systems - Recent Advances and Future Challenges*, pp. 35-52, Edited by Giovanni Berselli, Rocco Vertechy and Gabriele Vassura.
- [18] C.A. Biffi, P. Bassani, A. Tuissi, M. Carnevale, N. Lecis, A. LoConte, B. Previtali, *Journal of Materials Engineering and Performance*, (2012).
- [19] C. A. Biffi, A. Nespoli, B. Previtali, A. Tuissi, *NiTi Shape Memory Elements For Smart Micro-actuation: Laser Processing, Chemical Etching And Functional Characterization*, *Proc. of Eccomas, 6th ECCOMAS Conference on Smart Structures and Materials SMART2013*, online.
- [20] C.A. Biffi, N. Lecis, B. Previtali, M. Vedani, G. Vimercati, *Int. J. Adv. Manuf. Tech.* 51, 9-12, (2010).
- [21] C.A. Biffi, N. Lecis, B. Previtali, M. Vedani, G. Vimercati, *Metallurgia Italiana*, 2, (2011).

Effect of pulsed fiber microcutting on the microstructure and the functional properties of NiTiCu shape memory alloy

Keywords: Shape memory alloys - Laser micromachining - Microstructure - Scanning electron microscopy - Mechanical test.

Laser microprocessing of NiTi based Shape Memory Alloys (SMAs) is one of the most suitable methods for the manufacturing of products in several industrial applications, such as the biomedical, sensor and actuator fields. The nature of material removal in laser material processing is generally thermal; this means that the thermal effect of the processing can influence the performances of the machining itself in terms of quality of the results and productivity. As a consequence, the modification of the microstructural and functional properties of these functional materials has to be expected; its evaluation is consequently needed for a better comprehension of the real performances of the SMA final device. In this work, 150 μm thick sheet of the ternary SMA Ni₄₀Ti₅₀Cu₁₀ (at. %) was cut by means of a nanosecond fibre laser. The effect of some process conditions (process speed and number of laser passes), having the goals of producing through and stable cut edges, was investigated on the quality of the laser machining result and on the SMA properties. As reported in literature, laser material processing produces some thermal damages, such as melted material, heat affected zone, oxidation, possible cracks and so on, depending mainly on the pulse duration. Scanning electronic microscopy was used for observation of the laser cut edges' morphology, at high magnifications. The presence of significant amount of melted material has been detected, whose chemical composition can be slightly changed during the laser machining. The presence of surface oxides was seen, mainly on the bottom surfaces, because of the lack of shielding effect of the assist gas. Nanoindentation measurements were performed on the transversal section of the laser cut edges for estimating the extent of the areas subjected to thermal affection (melted and heat affected zones). It was observed that the range 20-40 μm can be a reasonable estimation of the width of the heat affected zone along the thickness. Moreover, calorimetric and thermo-mechanical properties has been also investigated in function of the process speed. It was seen that the amount of heat can strongly modify the SMA functional response. In fact, the calorimetric analysis showed that the shape of the DSC signal was changed in function of the process conditions, mainly when compared with the one of the base material; the presence of multi-peaks at the martensitic transformation can be associated to the presence of different microstructures, due to some thermal treatments established by the heat flow of the laser beam. Tensile test at different temperatures showed that the laser machining modifies the mechanical response as well; the martensite showed a lower value of the recovered strain, if higher heat flow was adopted during its machining as well as the austenite a lower Young modulus. It can be concluded that residual effects, associated to the laser processing, can be detected on the functional response of the SMA. Post-processing could be required, if the properties of the base material have to be completely replaced, for the use of the final device. However, the thermal affection, even if it is present using fibre lasers, can be considered quite small if compared with other types of traditional lasers.