

4.8 Analisi delle superfici dei provini testati tramite microscopia elettronica

Allo scopo di comprendere i meccanismi di deformazione e rottura caratteristici della schiuma sintattica oggetto di studio si è ritenuto opportuno effettuare una analisi delle immagini della superficie del provino mediante microscopio ESEM (“Environmental Scanning Electron Microscope”). Il microscopio elettronico a scansione, inventato dai tedeschi Ernt Kuska e Max Knoll, a differenza del comune microscopio ottico utilizza un fascio di elettroni come sorgente di radiazione.

La risoluzione di una immagine di un microscopio risulta inversamente proporzionale alla lunghezza d’onda della sorgente di radiazione utilizzata. Essendo questa, nel caso di un fascio di elettroni, assai ridotta se comparata alla lunghezza d’onda posseduta dai fotoni che compongono un raggio di luce la risoluzione delle immagini ottenute utilizzando un microscopio a scansione elettronica risulta di parecchi ordini superiore.

Nello specifico si sono analizzate le superfici di provini testati secondo le seguenti modalità:

- Compressione in regime di velocità di deformazione quasi statico
- Trazione in regime di velocità di deformazione quasi statico
- Compressione ad elevata velocità di deformazione
- Superficie di provini non testati

4.8.1 Formazione dell’immagine utilizzando un microscopio SEM

Un microscopio a scansione elettronica è una tipologia di microscopio elettronico che produce l’immagine del campione di materiale di interesse scansionando quest’ultimo con un fascio di elettroni ad elevato contenuto di energia secondo un determinato pattern.

Quando il fascio di elettroni colpisce il provino questi vengono disseminati attraverso il provino all’interno di una zona ben definita denominata *volume di interazione*. Durante l’interazione tra il fascio di elettroni ed il provino si ha la formazione di

prodotti secondari quali elettroni secondari, raggi X, elettroni riflessi, calore e luce. La formazione dell'immagine su strutture superficiali utilizzando il microscopio a scansione elettronica dipende principalmente dalla produzione di elettroni secondari. Gli elettroni secondari sono elettroni dotati di un basso contenuto energetico e, quando prodotti in profondità all'interno del volume di interazione vengono assorbiti dal provino. Solamente gli elettroni secondari che si trovano in prossimità della superficie sono dotati di una energia tale da poter sfuggire dal provino (figura H.62). Gli elettroni secondari, debolmente negativi vengono deflessi dall'attrazione positiva esercitata dalla gabbia di Faraday che circonda il rivelatore di elettroni secondari e contribuiscono quindi alla formazione dell'immagine.

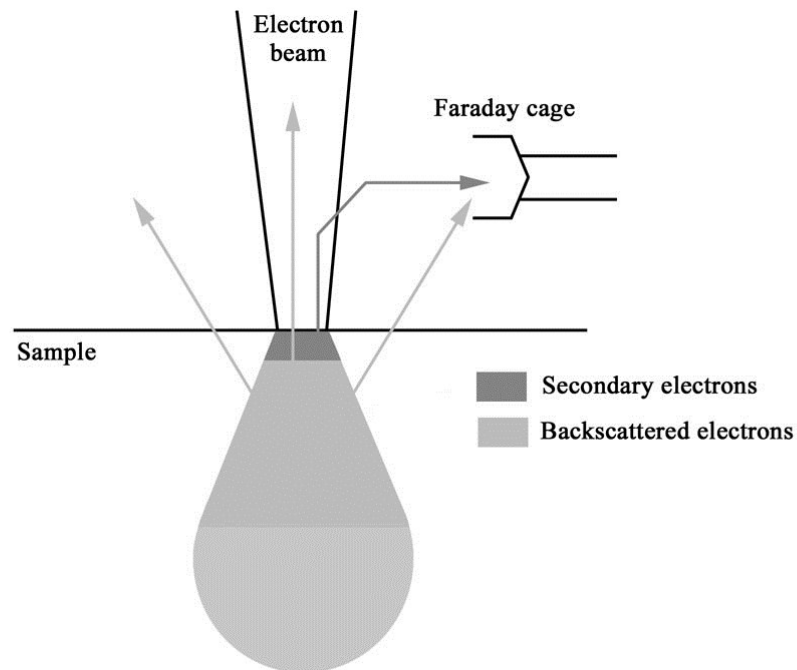


Figura H.62 (courtesy of Kalin Dragnevsky, Solid Mechanics Group, University of Oxford) :
volume di interazione tra il fascio di elettroni ed il provino. Si noti come gli elettroni riflessi (BSE, “back scattered electrons”) sono capaci di sfuggire da una profondità maggiore nel provino.

Gli elettroni di tipo BSE sono prodotti anche in profondità all'interno del provino ma, poiché sono dotati di una energia più elevata sono capaci di sfuggire da una profondità maggiore all'interno del volume di interazione. A cause della elevata

energia che li caratterizza gli elettroni riflessi non sono deflessi dalla gabbia di Faraday e quindi non contribuiscono alla formazione dell'immagine. Solo qualcuno degli elettroni riflessi interferirà con il segnale degli elettroni secondari (figura H.62). Il diverso numero di elettroni secondari prodotto in diverse zone del provino contribuirà a fornire il contrasto all'immagine. Se in una determinata area del provino verrà prodotto un maggior numero di elettroni secondari tale punto del provino sarà dotato di una luminosità maggiore nell'immagine.

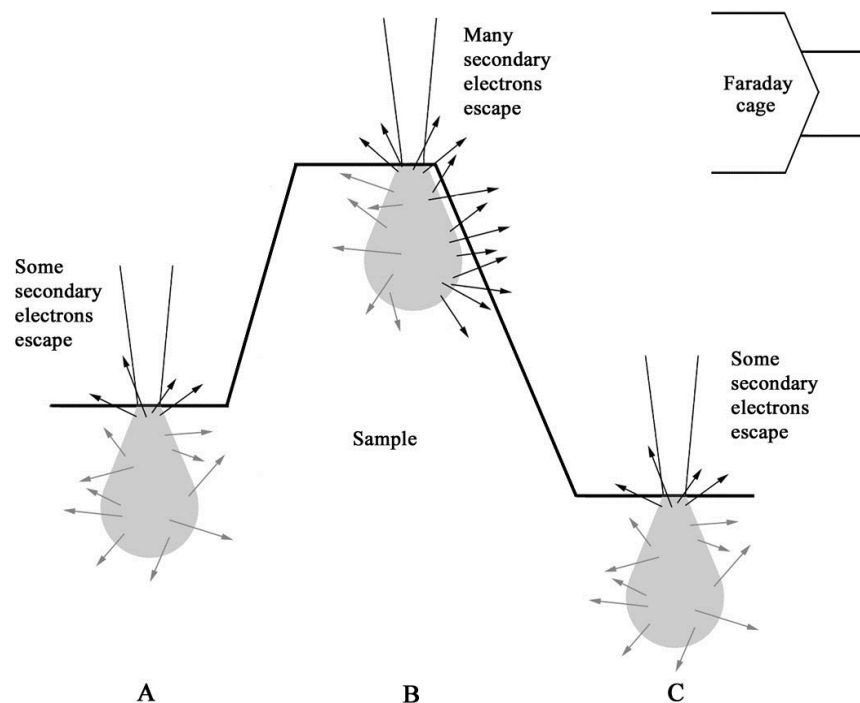


Figura H.62 (courtesy of Kalin Dragnevsky, Solid Mechanics Group, University of Oxford) : L'effetto di bordo ha luogo qualora parecchi elettroni secondari riescono a sfuggire da aree dotate di numerosi spigoli o picchi per essere deflessi in corrispondenza della gabbia di Faraday.

Spesso molti elettroni secondari sono prodotti in corrispondenza di zone elevate del provino, facendo sì quindi che molti elettroni vengano rilevati, generando una area dotata di luminosità elevata nell'immagine. Questo effetto è denominato effetto di bordo. Alcuni elettroni di tipo secondario sono prodotti in avvallamenti del provino e vengono difficilmente deflessi verso la gabbia di Faraday. In questo caso solamente

una porzione ridotta di elettroni verrà rilevata producendo un'area dotata di bassa luminosità nell'immagine.

4.8.2 Preparazione del provino

Tutti i provini devono essere di misura appropriata per poter fare ingresso all'interno della camera del provino e sono solitamente connessi ad un apposito sostegno per provini. Molti modelli di SEM possono esaminare completamente tutto ciò che è contenuto all'interno di un wafer di semiconduttore di diametro pari a 15 cm e molti di essi possono inclinare un oggetto di tali dimensioni fino a un angolo pari a 45°. Per immagini SEM di tipo convenzionale i provini devono essere elettricamente conduttivi, almeno in superficie, ed elettricamente messi a terra allo scopo di prevenire la formazione di cariche elettrostatiche sulla superficie. Gli oggetti metallici non necessitano di particolare preparazione per la scansione SEM eccetto che la pulizia ed il montaggio sull'apposito supporto.

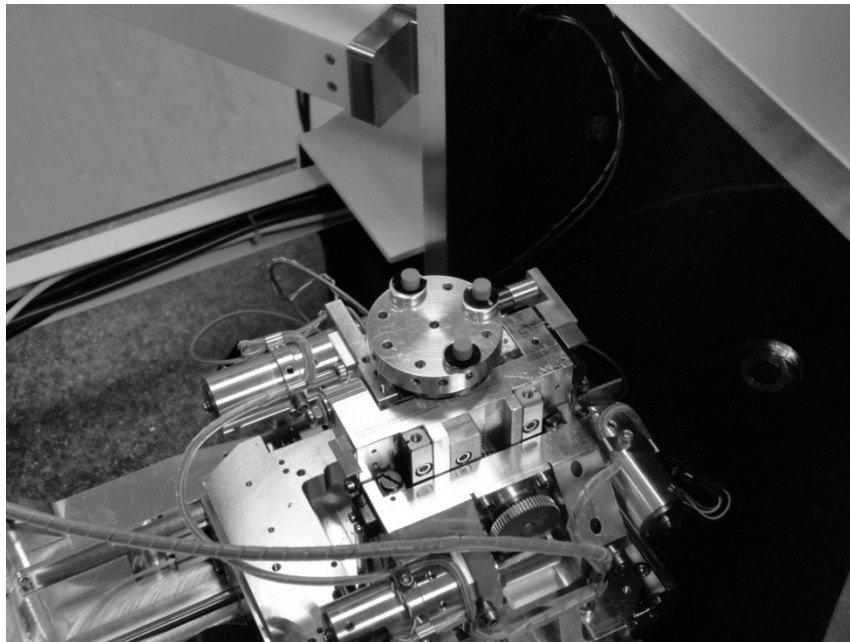


Figura H.63: Posizionamento dei provini di schiuma sintattica poliuretanicca oggetto di studio all'interno della camera ESEM

Provini non conduttivi tendono a caricarsi quando scansionati dal fascio di elettroni causando interruzioni nella scansione ed immagini falsate. Per questo motivo vengono solitamente ricoperti di una vernice ultrasottile di materiale elettricamente conduttivo, generalmente oro, depositato sul provino sotto vuoto mediante diverse tecniche. Tra i materiali di rivestimento di uso attuale più diffusi si ha oro, leghe oro-palladio, platino, iridio, tungsteno, grafite e cromo.

Le ragioni per ricoprire il provino, anche qualora si ha abbastanza conduttività da prevenire il caricarsi del provino sono una migliore risoluzione della superficie ed un incremento del segnale ottenuto. Il miglioramento della risoluzione ha luogo poiché l'emissione di elettroni secondari e di riflessione in prossimità della superficie risulta incrementata determinando l'ottenimento di una immagine meglio definita.



Figura H.64: Microscopio ESEM Carl Zeiss EVO LS15 utilizzato per la scansione delle superfici dei provini di schiuma sintattica

4.8.3 Environmental Scanning Electron Microscope e micrografie eseguite

Il microscopio ESEM è un microscopio a scansione elettronica che permette la creazione di micrografie elettroniche di provini umidi e/o non rivestiti permettendo la presenza di un ambiente gassoso all'interno della camera del provino.

L'accumulo di carica elettrica sulla superficie di provini non metallici viene evitato posizionando il provino in una camera interna a pressione più elevata, anziché sotto vuoto. Gli ioni caricati positivamente generati dall'interazione del fascio di elettroni coi gas circostanti aiuta a neutralizzare la carica negativa sulla superficie del provino. La pressione del gas all'interno della camera può essere controllata ed il tipo di sostanza gassosa utilizzata può essere variato secondo i bisogni. Il rivestimento risulta quindi, in definitiva, non necessario.

Per l'analisi delle superfici dei provini costituiti dalla schiuma sintattica polimerica oggetto di interesse si è utilizzato il modello Carl Zeiss EVO LS15 (figura H.64) equipaggiato con cella di carico Deben da 5 kN funzionante sia in trazione che in compressione e provvisto di un modulo opzionale di riscaldamento/raffreddamento in grado di coprire un range di temperature compreso tra i -50 °C ed i 150 °C.

Le figure H.65-H.70 riportano alcune delle micrografie eseguite su provini di schiuma sintattica polimerica testati. Le micrografie relative ai test effettuati in compressione (figure H.65 ed H.66) evidenziano la formazione di detriti scaturiti dalle microsferine in vetro disperse all'interno della schiuma. In particolare nella micrografia corrispondente alla superficie di un provino testato su barra di Hopkinson in compressione le microsferine cave in vetro risultano completamente annientate durante il processo di deformazione denotando l'importanza del contributo delle microsferine alla resistenza del materiale in tale direzione di test.

Di contro i provini testati in tensione (figure H.67 ed H.68) non presentano alcuna formazione di detriti provenienti dalle microsferine di vetro per cui si può assumere che il meccanismo di rottura sia prevalentemente correlato alla frattura della matrice poliuretanica con modesto contributo delle microsferine cave disperse.

La figura H.70 mostra la superficie di un provino non testato. In quest'ultima micrografia, seppur in misura minore se comparata alle micrografie eseguite su provini testati in compressione, è presente la formazione di detriti prevalentemente dovuti alla lavorazione del provino.

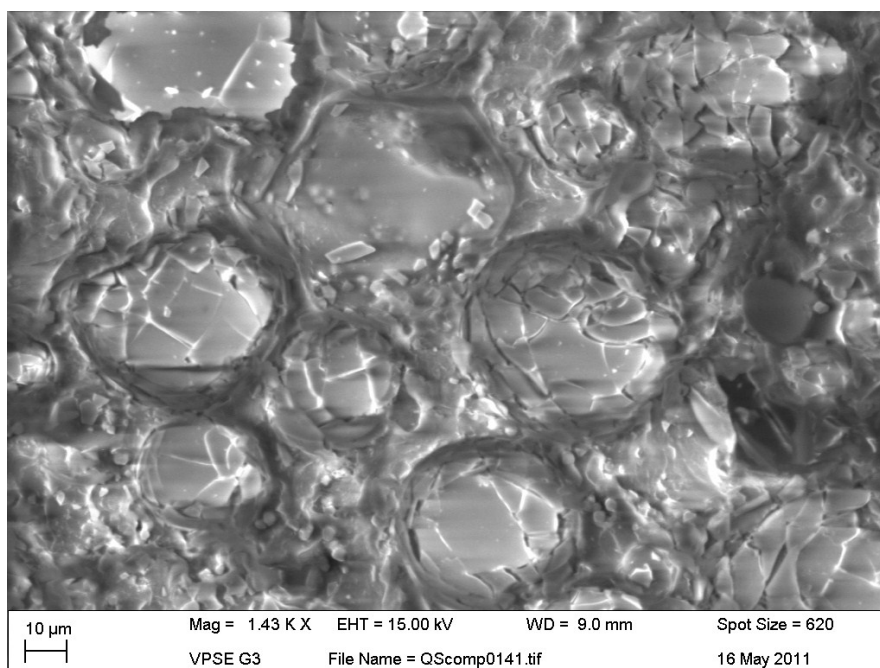


Figura H.65: micrografia ESEM ad elevato ingrandimento eseguita su schiuma sintattica testata in compressione in regime quasi statico

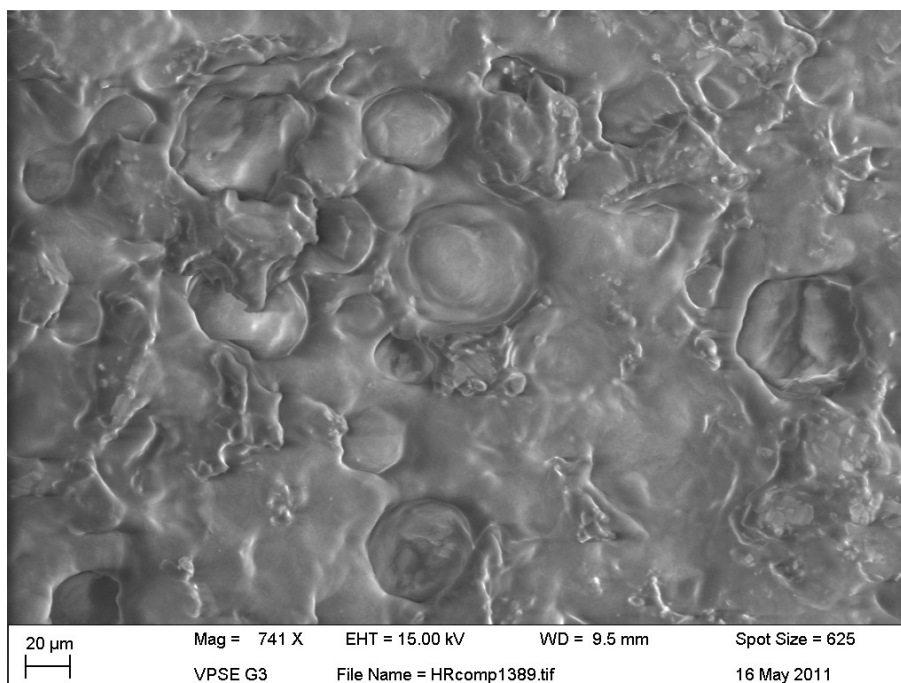


Figura H.66: micrografia ESEM ad elevato ingrandimento eseguita su schiuma sintattica testata in compressione ad elevata velocità di deformazione

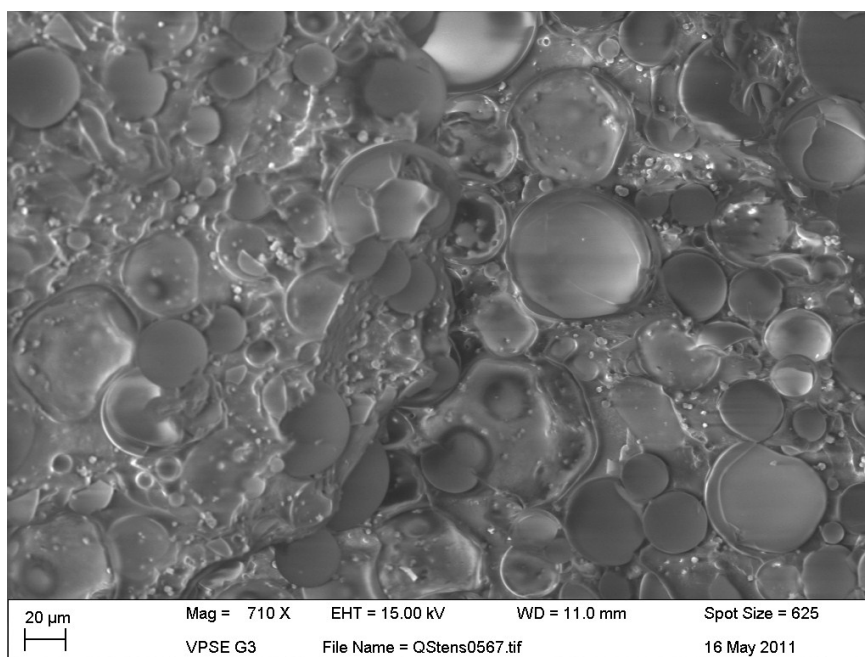


Figura H.67: micrografia ESEM eseguita su schiuma sintattica testata in tensione in regime quasi statico, immagine ad elevato ingrandimento

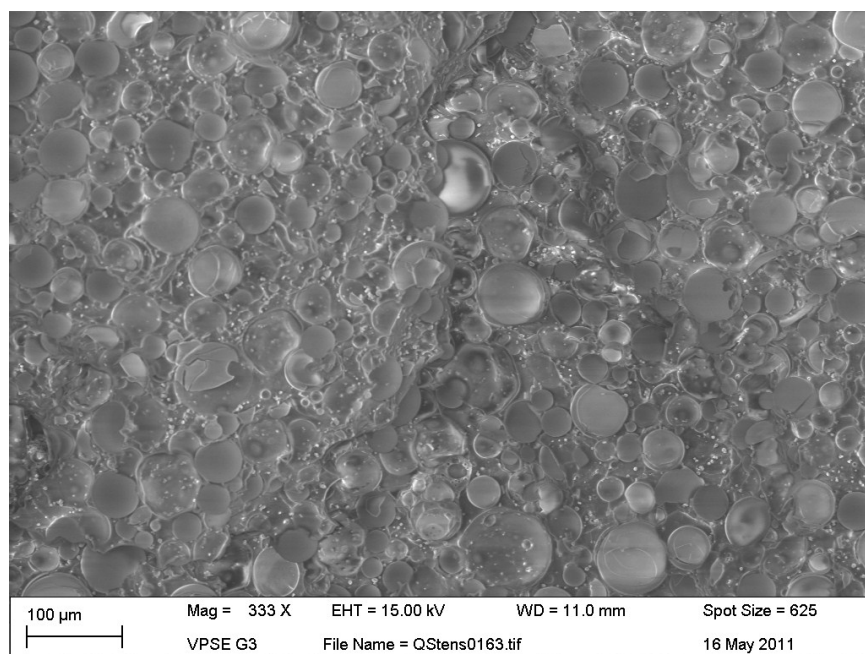


Figura H.68: micrografia ESEM eseguita su schiuma sintattica testata in tensione in regime quasi statico

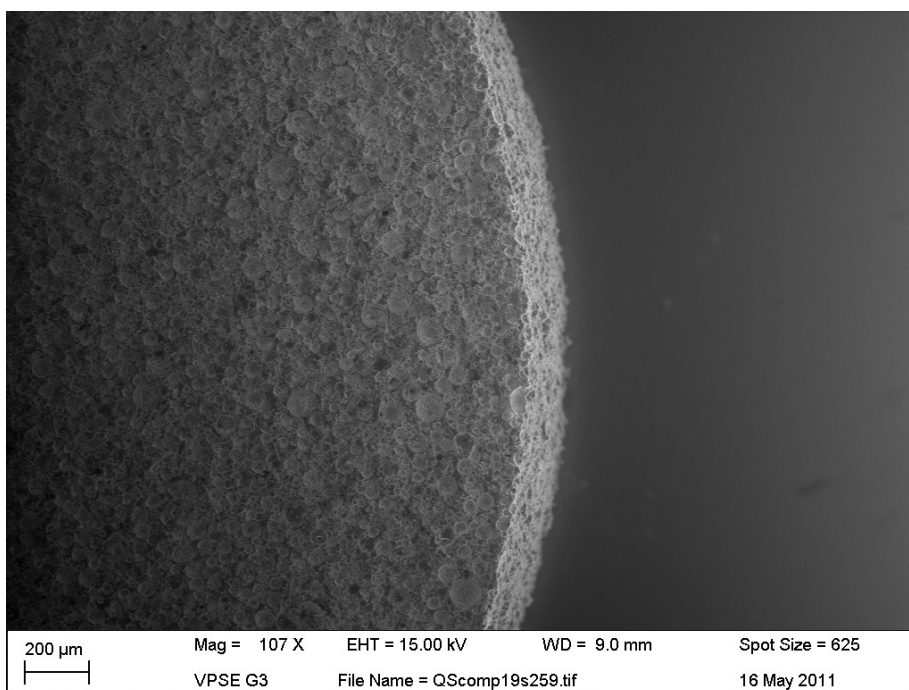


Figura H.69: micrografia ESEM eseguita su provino in schiuma sintattica non testato

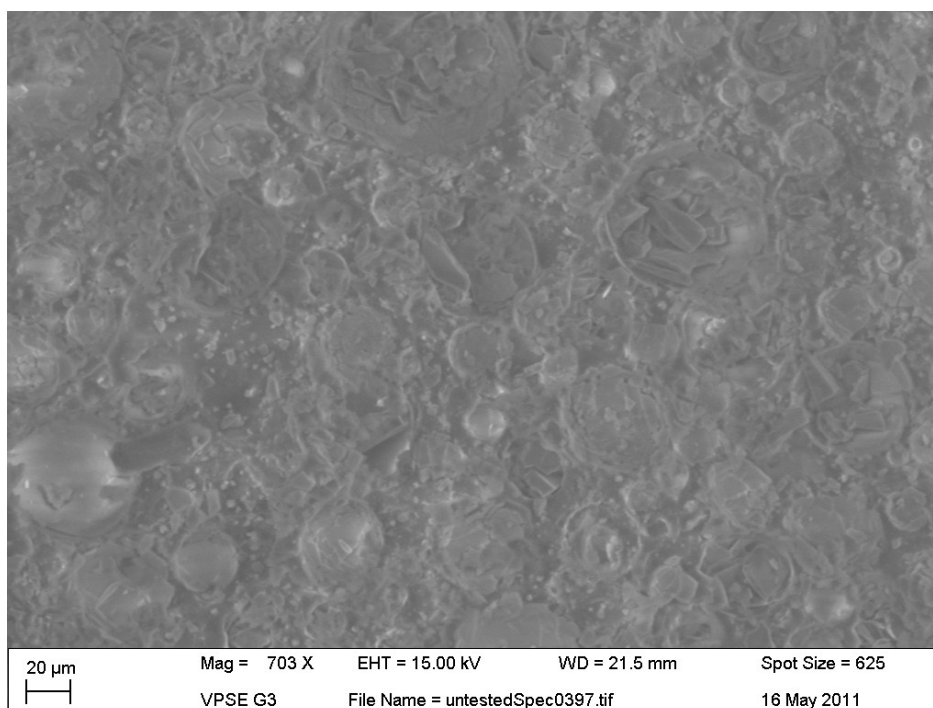


Figura H.70: micrografia ESEM eseguita su provino in schiuma sintattica non testato, immagine ad elevato ingrandimento