Centro di servizio
di Ateneo
Laboratori di Ingegneria

UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI BERGAMO

Report

Analisi del danneggiamento di fili di alluminio argentato utilizzati nell'esperimento MEG

CIG:

ZBF28037A7

Committente:

INFN

Eseguito da:

Prof. Tommaso Pastore

Dott. Sergio Lorenzi, PhD.

Università di Bergamo (UNIBG)

Pagine relazione n. 40

Sommario

1 Contenuto della relazione 3
2 Analisi effettuate 3
3 Risultati delle analisi 4
4 Considerazioni sul meccanismo di corrosione e la sua prevenzione 4
Appendice A – Report di analisi con microsonda EDS 7
Filo 1 7
Filo 2 12
Filo 3 17
Filo 4 21
Filo 5 24
Filo 6 29
Appendice B – Report di analisi al SEM 35
Filo 1 35
Filo 2 36
Filo 3 37
Filo 4 38
Filo 5 39
Filo 6 40

1 Contenuto della relazione

La relazione riporta i risultati delle analisi condotte su fili di alluminio argentato utilizzati nell'esperimento MEG al Paul Scherrer Institut di Zurigo, per la rivelazione del decadimento del muone in elettrone e fotone. Sono stati inviati ai laboratori dell'Università di Bergamo 6 spezzoni di filo rotti, collocati su un cilindro cromato per permettere l'osservazione tramite microscopio elettronico a scansione e microsonda EDS, in accordo alla procedura messa a punto nella precedente campagna di prova (si veda la relazione *Analisi del danneggiamento di fili in alluminio argentato*, maggio 2018**)**.

Scopo dell'attività è la conferma dei risultati ottenuti nella precedente campagna; in particolare, si è documentata:

- la morfologica di rottura dei fili
- i difetti del rivestimento di argento
- le eventuali sostanze contaminanti rilevanti per la corrosione.

In questa relazione si riporta:

- la documentazione fotografica al microscopio elettronico a scansione e le analisi eseguite con con microsonda EDS delle superfici di frattura
- alcune considerazioni riguardanti i fenomeni di corrosione e le condizioni ambientali cui sono sottoposti i fili dopo la loro produzione, in esercizio e durante le fasi di montaggio e manutenzione della strumentazione di cui sono parte, svolte ai margini dell'incontro telematico avuto con il dott. Alessandro Baldini e altri sui collaborazioni il 3 maggio u.s.

2 Analisi effettuate

L'attività ha previsto l'analisi dei 6 spezzoni di filo inviati da INFN, individuati secondo la denominazione riportata in Figura 1.

I fili sono stati numerati da 1 a 6 a partire dallo spezzone fissato in posizione più vicina alla filettatura del cilindro di fissaggio in acciaio cromato.

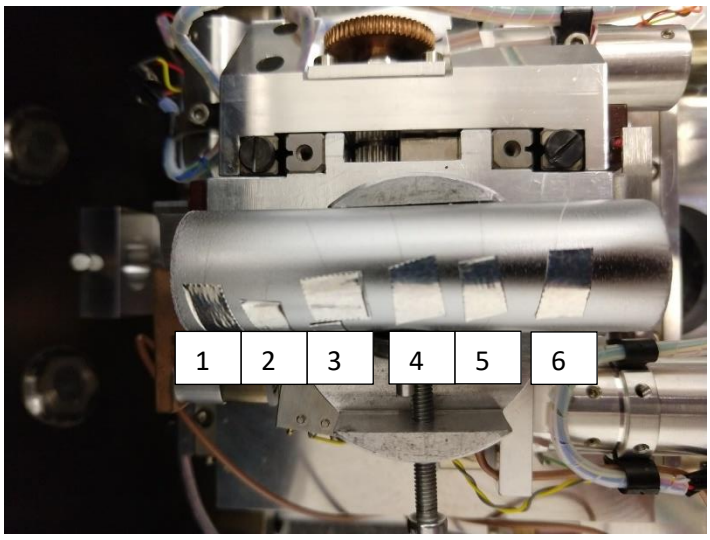


Figura 1: Posizionamento del cilindro cromato nel microscopio elettronico a scansione e denominazione dei fili oggetto di analisi

Alla ricezione dei campioni, avvenuta in data 3/4/2019, i medesimi sono stati immediatamente trasferiti all'interno della camera del microscopio elettronico a scansione e mantenuti in vuoto per tutto il periodo richiesto dalle analisi.

3 Risultati delle analisi

I *Report di Prova* con i risultati delle osservazioni condotte al microscopio elettronico con microsonda a raggi X sono riportati in Appendice A.

Ogni report di prova è corredato dall'immagine ottenuta mediante miscelazione dei segnali dei rilevatori di elettroni secondari e retrodiffusi (50%) della zona analizzata, dallo spettro EDS relativo e dalla composizione chimica stimabile in base a questo.

Le estremità rotte evidenziano due diversi tipi di morfologia (vedi Appendice B – Report di analisi al SEM): estesi fenomeni di corrosione sono stati rilevati in corrispondenza di 5 dei sei fili analizzati, mentre l'estremità del filo 1 non mostra segni evidenti di tali fenomeni.

La superficie di rottura appare ricoperta da prodotti di corrosione. Evidenzia una intensa e profonda corrosione localizzata, con evidenti prodotti di corrosione espansivi all'interfaccia argento / alluminio che rigonfiano il rivestimento stesso, determinando in esso rotture longitudinali.

Sulla superficie laterale, si osservano discontinuità del rivestimento di argento che appaiono allargate a seguito dello stiramento del filo, lasciando così esposta la sottostante lega di alluminio del substrato. Su tutti i fili si confermano, quindi, i difetti superficiali già osservati nella precedente attività di analisi.

In zone isolate della superficie, ben distinguibili all'osservazione al SEM con gli elettroni retrodiffusi, sono rintracciabili gli stessi elementi chimici, non riconducibili alla composizione né del metallo base né del rivestimento, già osservati nella precedente attività di analisi.

Allo stesso modo, in alcuni punti, si rileva la presenza di cloro in quantità significativa, tale da rendere l'elemento ben distinguibile nello spettro, nonostante la sovrapposizione dei suoi picchi caratteristici con quelli dell'argento.

4 Considerazioni sul meccanismo di corrosione e la sua prevenzione

I risultati delle analisi confermano che la rottura dei fili è abbinata all'insorgenza di fenomeni di corrosione sviluppatisi sulla lega di alluminio, sotto lo strato di argento.

Come già osservato nella precedente relazione, le condizioni necessarie perché la corrosione possa prodursi a temperatura ambiente, è la presenza di acqua che bagna la superficie del metallo. In atmosfera, la formazione di tale film acquoso si ha per condensazione di umidità sulla superficie del metallo secondo diversi tipi di meccanismi. Nel caso in oggetto, appare improbabile che possa avvenire per bagnamento diretto o per contatto con un'atmosfera umida, a temperature sotto quella di *dew point*, seppure non si possa escludere in assoluto eventi accidentali o anomalie durante il ciclo di produzione, filatura, trasporto, montaggio e servizio. Più probabile è che il film di acqua si produca con un meccanismo di condensazione per capillarità o per condensazione chimica.

All'interno di cavità capillari, di dimensione micrometrica, la condensazione di acqua può avvenire per umidità molto inferiore a quella di saturazione. Si ritiene tale meccanismo sia efficace per umidità relative superiori a 60%, ma in realtà non esiste un limite inferiore, ed è in grado di agire anche per umidità più basse; dipende unicamente dalla dimensione dei pori e cavità presenti alla superficie. Le condizioni di umidità assicurate dalle procedure durante le fasi di filatura e montaggio non sono troppo discoste da questo limite, per cui si può ipotizzare che lievi fluttuazioni intorno al valore medio

e piccole variazioni tra un punto e l'altro possano portare a situazioni favorevoli all'avvio del fenomeno. Per prevenire una tale eventuale situazione, è raccomandabile assicurare condizioni atmosferiche più secche, ben sotto il citato livello. Allo stesso tempo si dovrà necessariamente verificare il corretto funzionamento del sistema di deumidificazione, verificandone l'efficienza e controllando che le condizioni di asciutto siano assicurate in modo omogeneo e che non esistano punti in cui valori anomali possano persistere per tempi troppo lunghi.

Nel caso in cui sulla superficie fossero presenti sostanze igroscopiche, la condensazione chimica permette la formazione del film di condensa anche per condizioni di umidità sotto il 50%. Sali quali cloruro di calcio e magnesio sono deliquescenti già per umidità sotto il 40%. Le condizioni di umidità previste durante le attività degli operatori sarebbero da ritenersi, pertanto, critiche nell'eventualità della presenza di tali sali. A questo riguardo, le analisi evidenziano la presenza sporadica sui fili di elementi spuri comprendenti cloruri, calcio, sodio, potassio ecc. Seppure sia stata ad oggi attribuita alla contaminazione durante le attività, l'origine di tali elementi non è in realtà stata individuata con certezza. Si deve inoltre considerare che, una volta innescata la corrosione dell'alluminio, in presenza soprattutto di cloruri, si possono formare prodotti di corrosione igroscopici, in grado di promuovere l'ulteriore corrosione, favorendo la permanenza di acqua nei punti di corrosione localizzata.

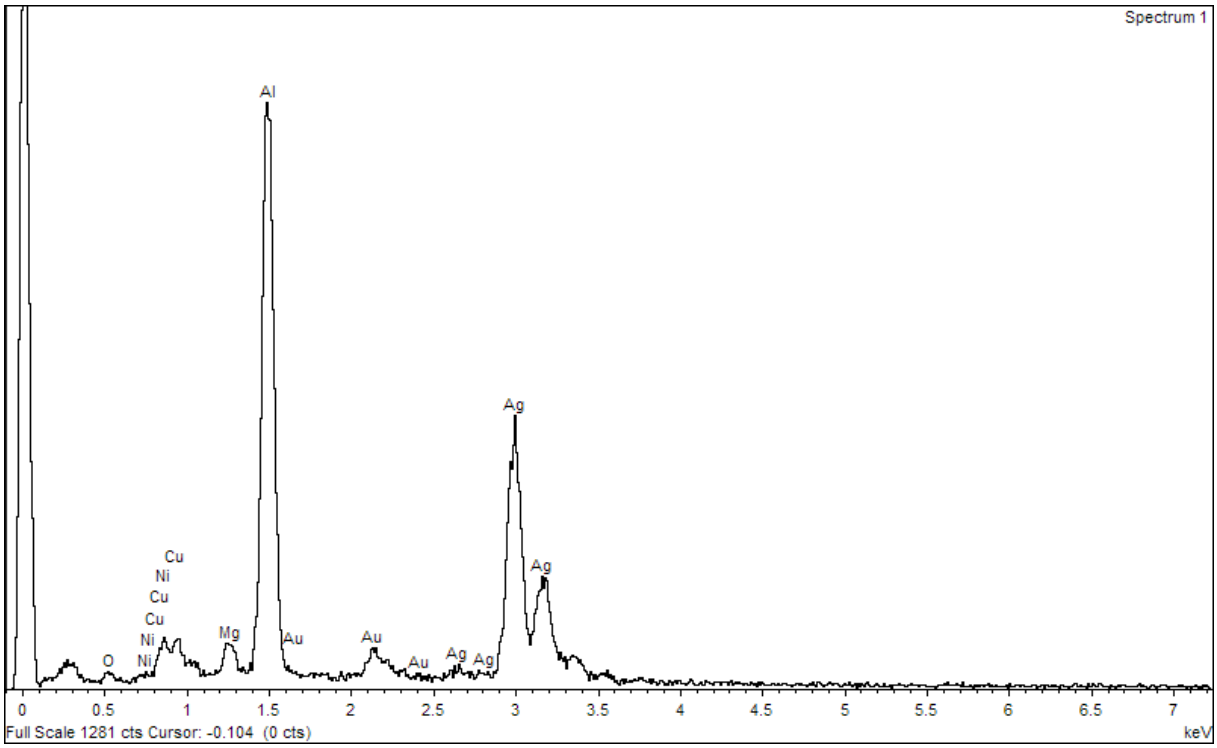
La presenza di acqua è di per sé sufficiente a determinare la corrosione della lega di alluminio anche in atmosfera protetta di gas inerte, essendo sufficiente, per la bassa nobiltà termodinamica di questo metallo, il processo catodico di sviluppo d'idrogeno per dissociazione dell'acqua.

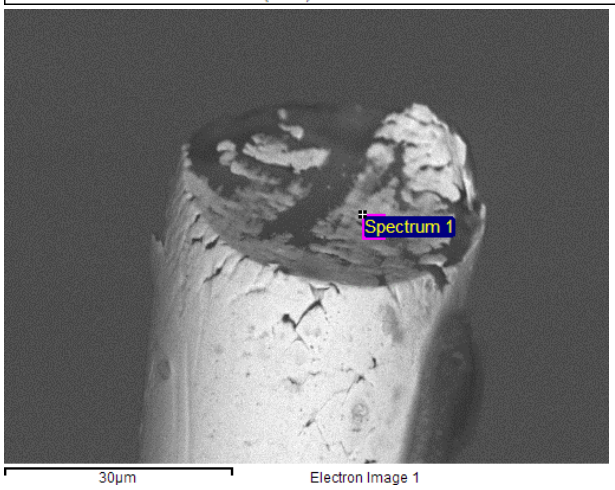
Va da sé, che la presenza di discontinuità e difetti superficiali di dimensione micrometriche espone inevitabilmente l'anima sottostante di alluminio all'azione dell'ambiente. In caso di sufficiente umidità dell'atmosfera, tale da promuovere una condensazione per capillarità o favorita dalla presenza di sostanze igroscopiche di qualsiasi origine, si può così produrre un attacco particolarmente severo a causa dell'accoppiamento galvanico tra l'argento e l'alluminio, dovuta alla diversa nobiltà pratica dei due metalli. Tale accoppiamento rompe la passività dell'alluminio, rendendolo così particolarmente aggredibile dalla corrosione. Può così insorgere una situazione molto critica, oltretutto aggravata dalla suscettibilità intrinseca della lega di alluminio alla corrosione localizzata, conseguente al suo alto contenuto di magnesio. Ciò può determinare un profondo e rapido attacco, in grado di raggiungere dimensioni rilevanti, seppure in brevi periodi di umidità significativamente elevata.

Nell'ipotesi di volere prevenire tale accoppiamento galvanico - che allo stato delle attuali informazioni disponibili appare particolarmente critico per le rotture osservate - preso atto che un abbassamento dell'umidità durante le fasi di intervento sui fili (durante il montaggio e la manutenzione delle apparecchiature) a valori intorno a 40% o inferiori non è perseguibile, si consiglia di valutare il ricorso a fili di diverso tipo, senza rivestimento di argento o con altri tipi di rivestimento, aventi nobiltà pratica tale da evitare azioni galvaniche nelle zone di difettosità del rivestimento stesso, oppure a rivestimenti continui senza difettosità o a opportuni trattamenti di sigillatura di tali difettosità.

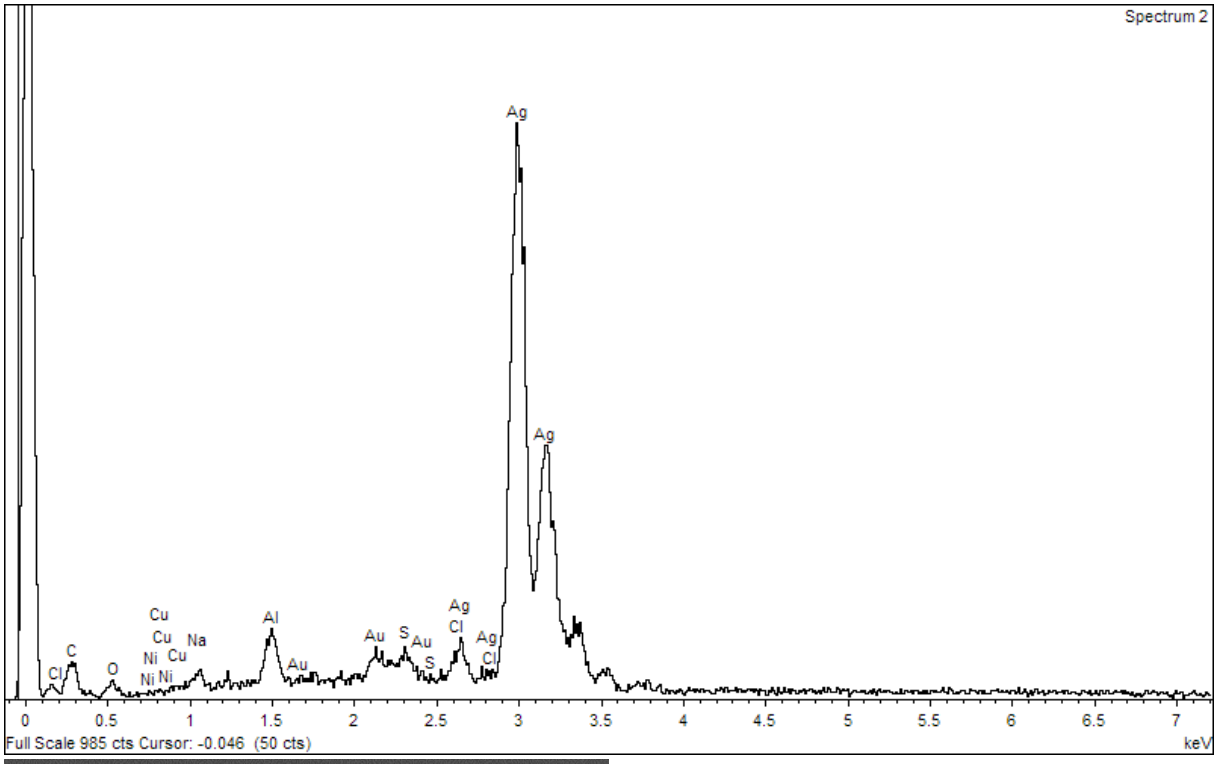
Appendice A – Report di analisi con microsonda EDS

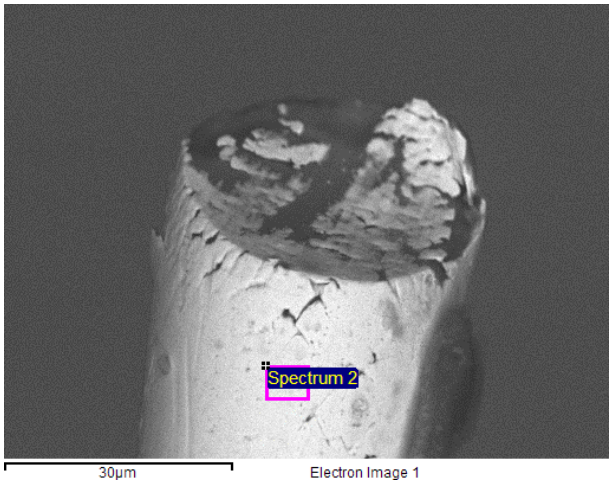
Filo 1



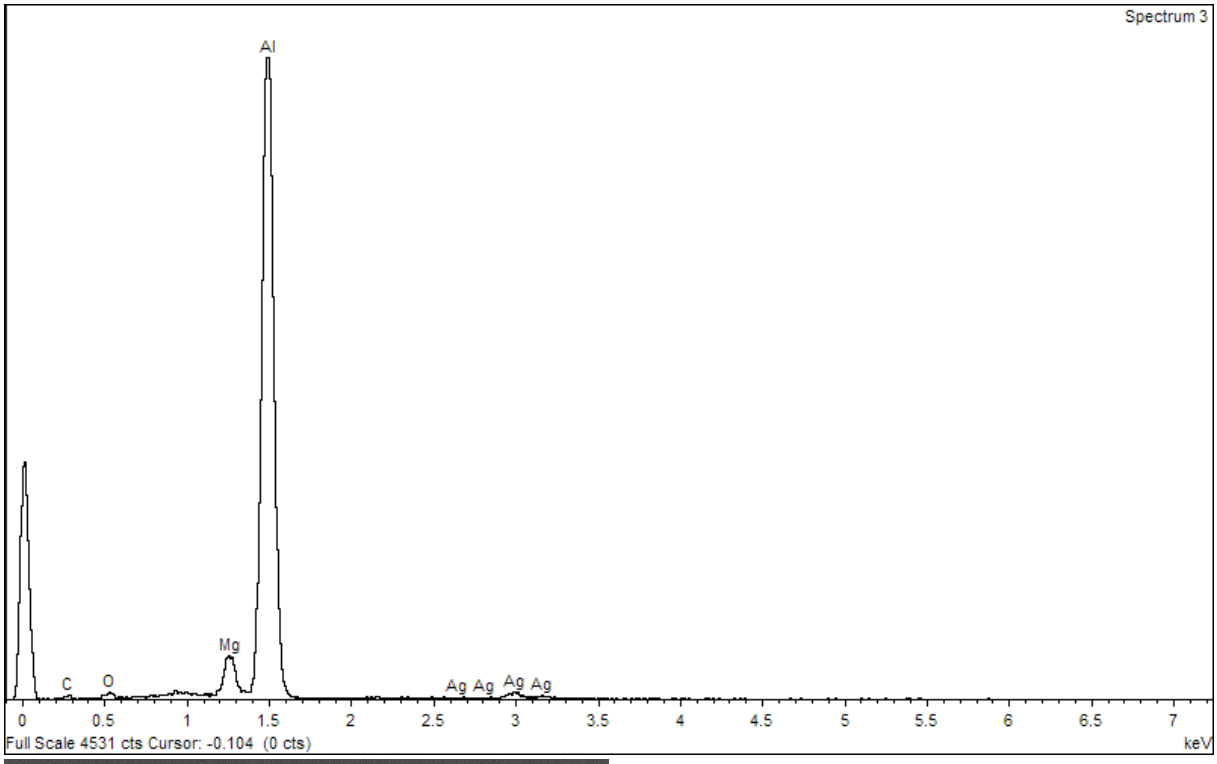


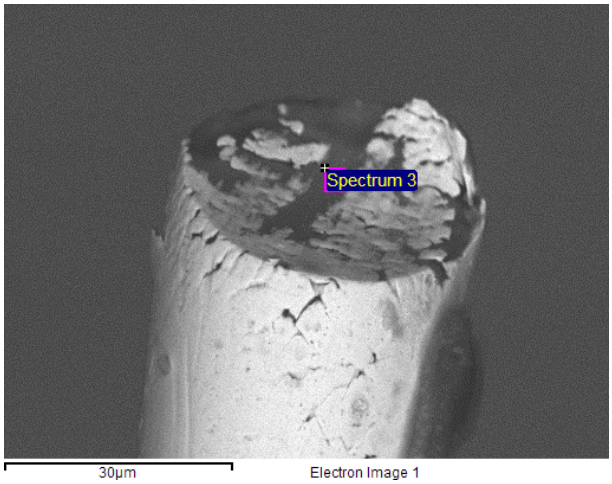
Element	Weight%	Atomic%
O K	3.69	10.60
Mg K	2.11	3.98
Al K	33.76	57.50
Ni K	4.60	3.60
Cu K	5.15	3.73
Ag L	45.50	19.39
Au M	5.19	1.21
Totals	100.00	



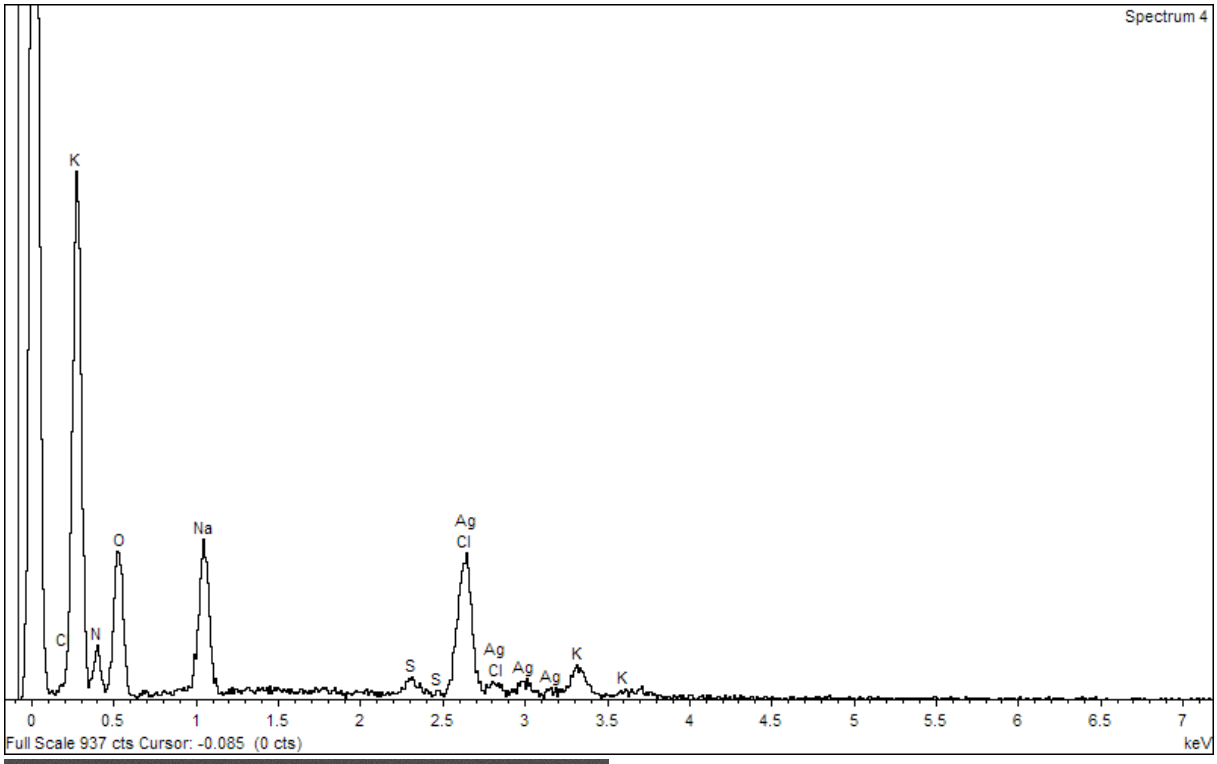


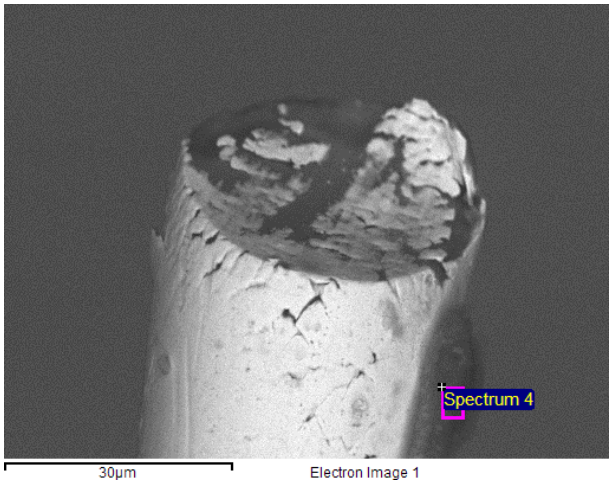
Element	Weight%	Atomic%
C K	6.03	27.02
O K	5.57	18.75
Na K	1.48	3.47
Al K	2.52	5.02
S K	1.13	1.89
Cl K	0.69	1.05
Ni K	1.68	1.54
Cu K	4.82	4.09
Ag L	72.59	36.22
Au M	3.48	0.95
Totals	100.00	



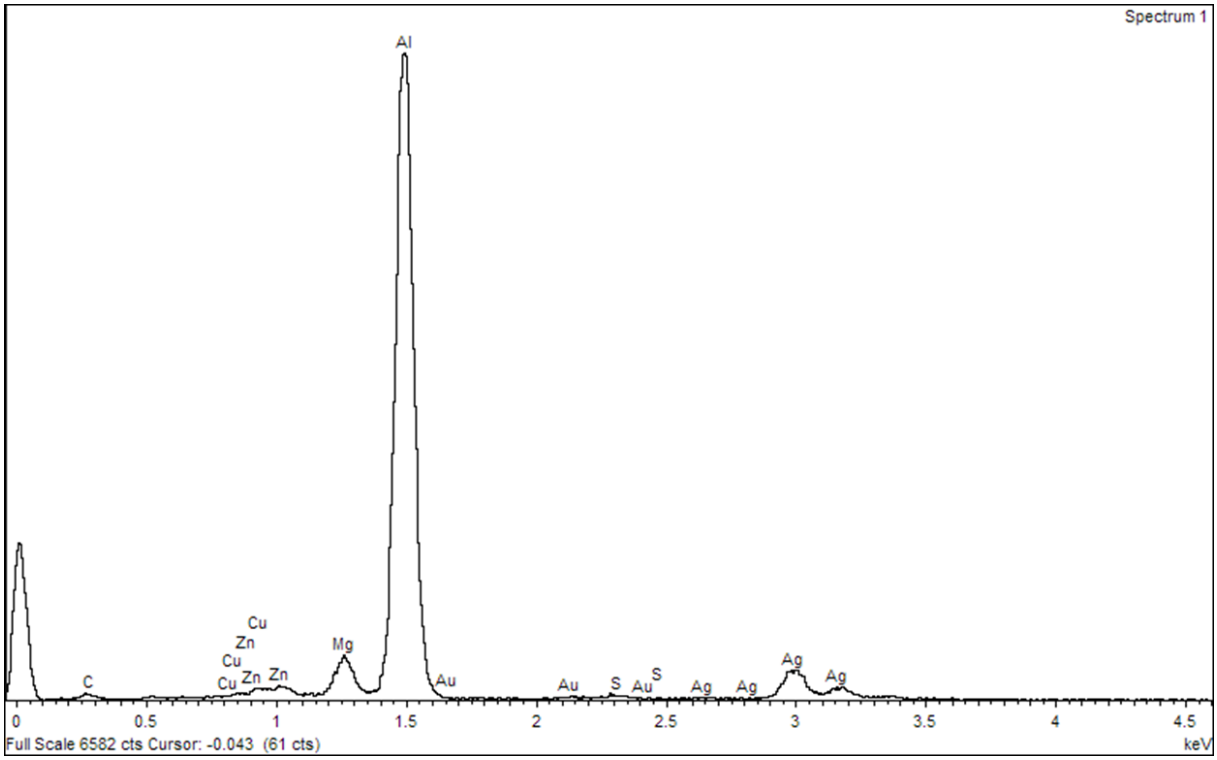


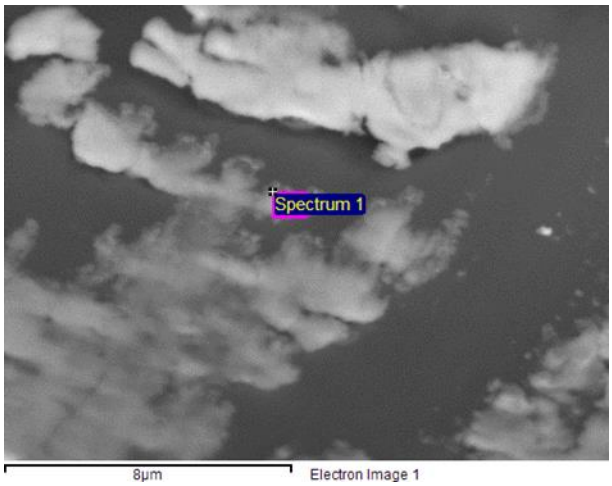
Element	Weight%	Atomic%
C K	10.80	21.14
O K	5.19	7.63
Mg K	4.23	4.09
Al K	76.13	66.34
Ag L	3.65	0.80
Totals	100.00	





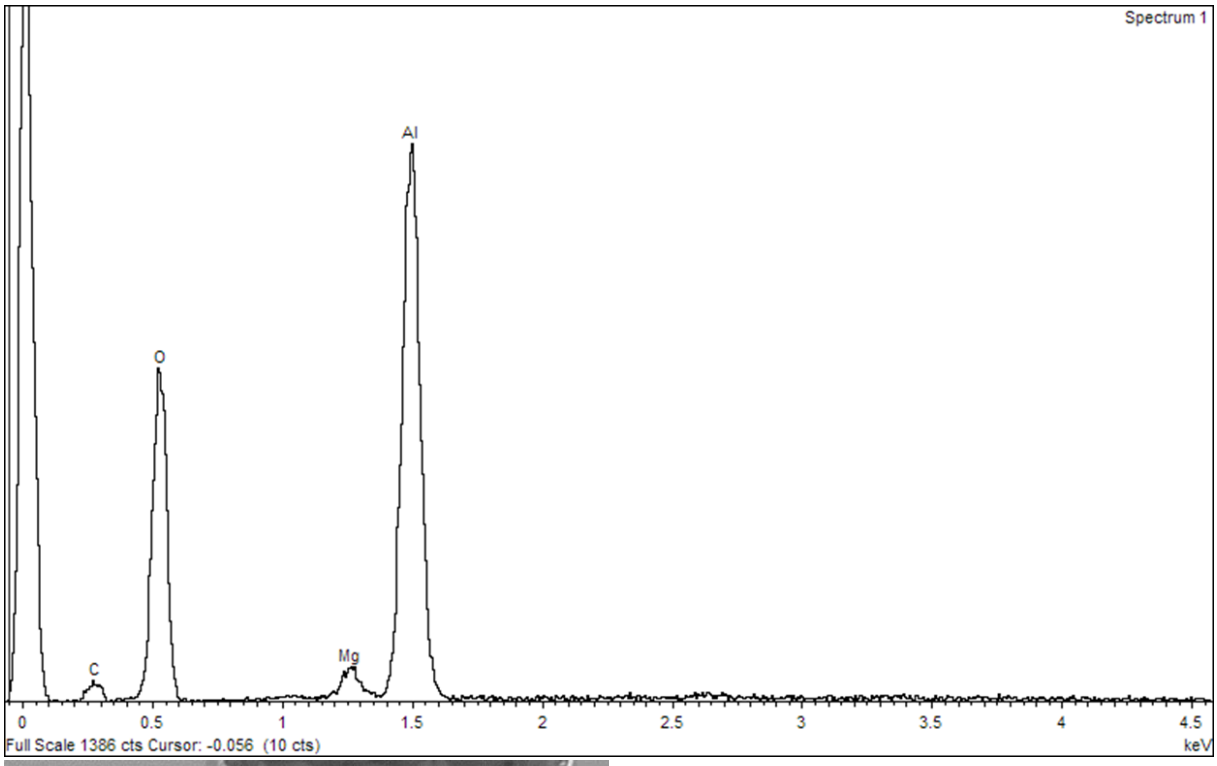
Element	Weight%	Atomic%
N K	38.53	46.62
O K	37.72	39.96
Na K	11.00	8.11
S K	0.57	0.30
Cl K	8.08	3.86
K K	1.83	0.79
Ag L	2.27	0.36
Totals	100.00	

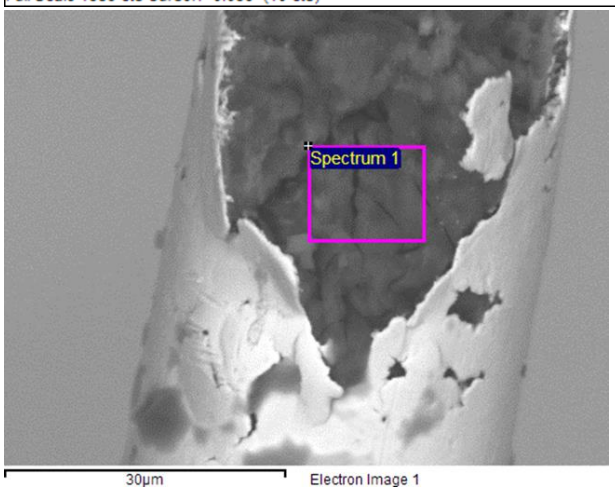




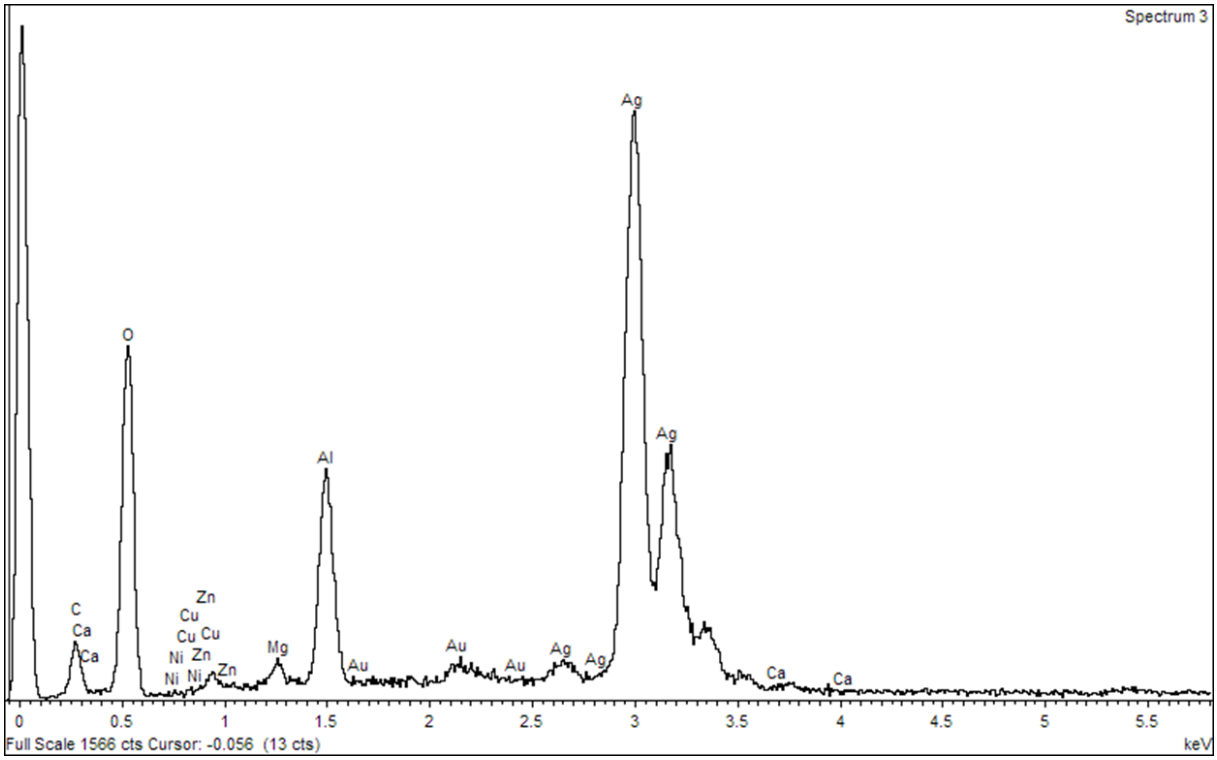
Element	Weight%	Atomic%
C K	9.63	22.01
Mg K	3.77	4.26
Al K	66.59	67.73
S K	0.69	0.59
Cu K	1.70	0.73
Zn K	2.07	0.87
Ag L	14.22	3.62
Au M	1.33	0.19
Totals	100.00	

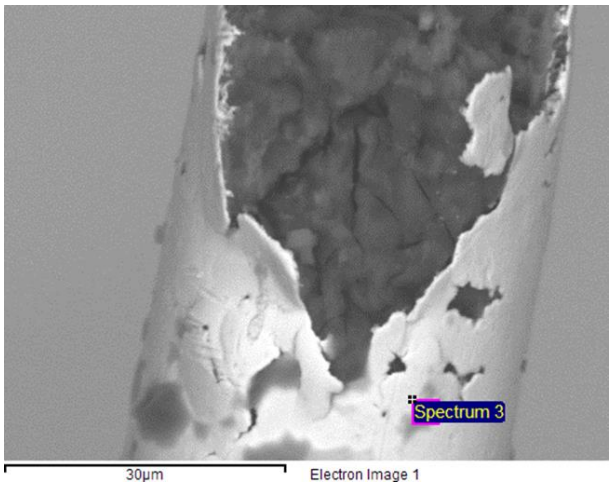
Filo 2



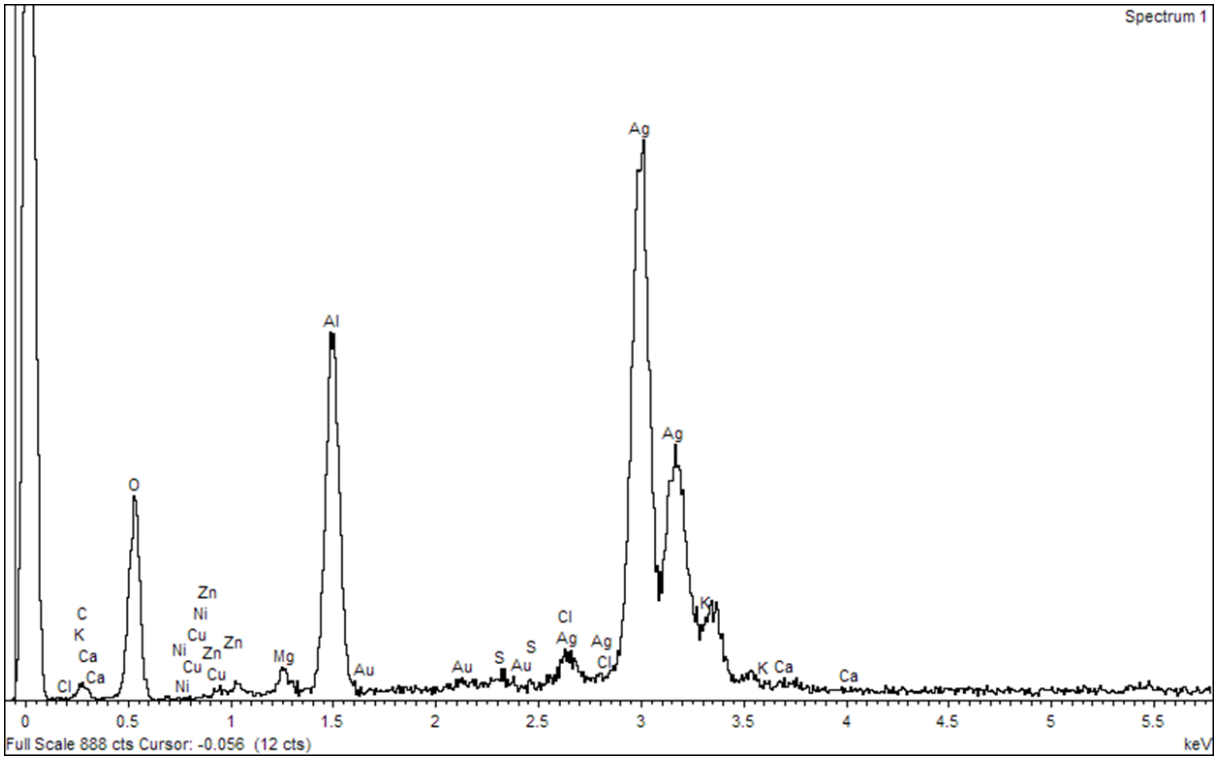


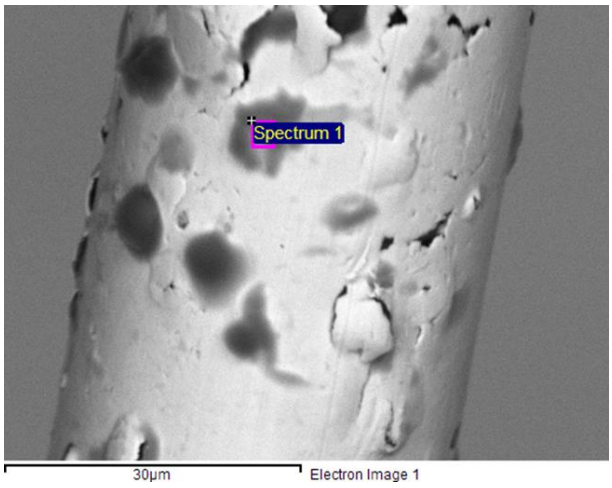
Element	Weight%	Atomic%
C K	11.91	17.23
O K	58.69	63.73
Mg K	1.52	1.08
Al K	27.88	17.96
Totals	100.00	



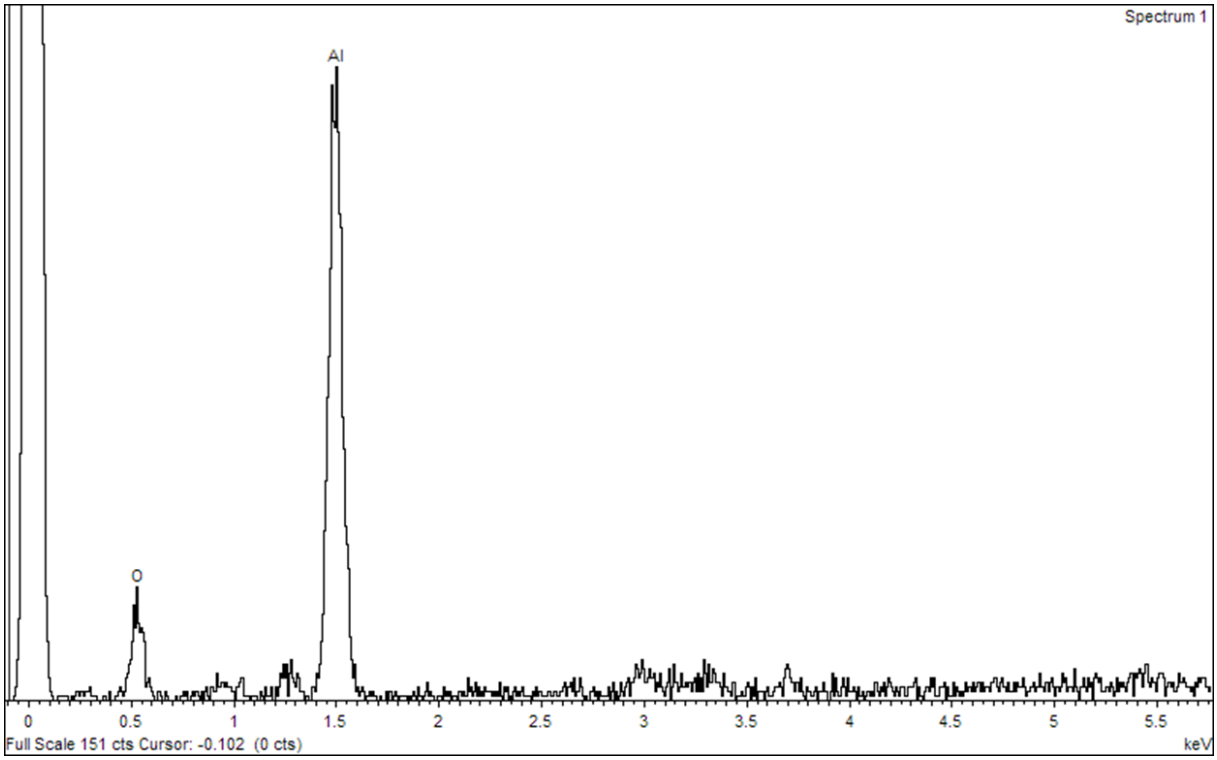


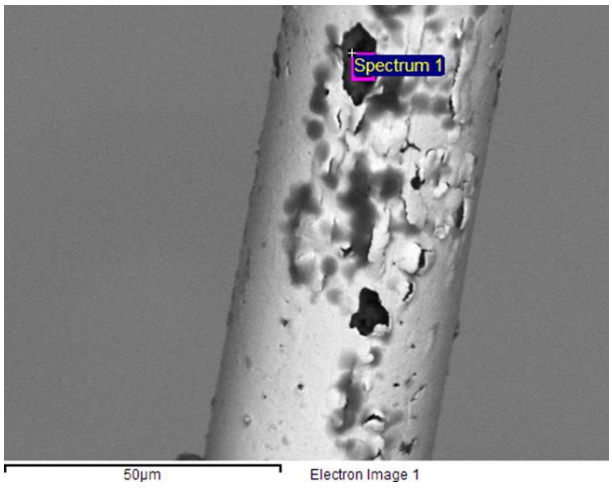
Element	Weight%	Atomic%
C K	4.84	10.05
O K	48.00	74.81
Mg K	0.53	0.55
Al K	4.82	4.46
Ca K	0.06	0.04
Ni K	0.76	0.32
Cu K	1.77	0.69
Zn K	0.84	0.32
Ag L	37.27	8.62
Au M	1.11	0.14
Totals	100.00	



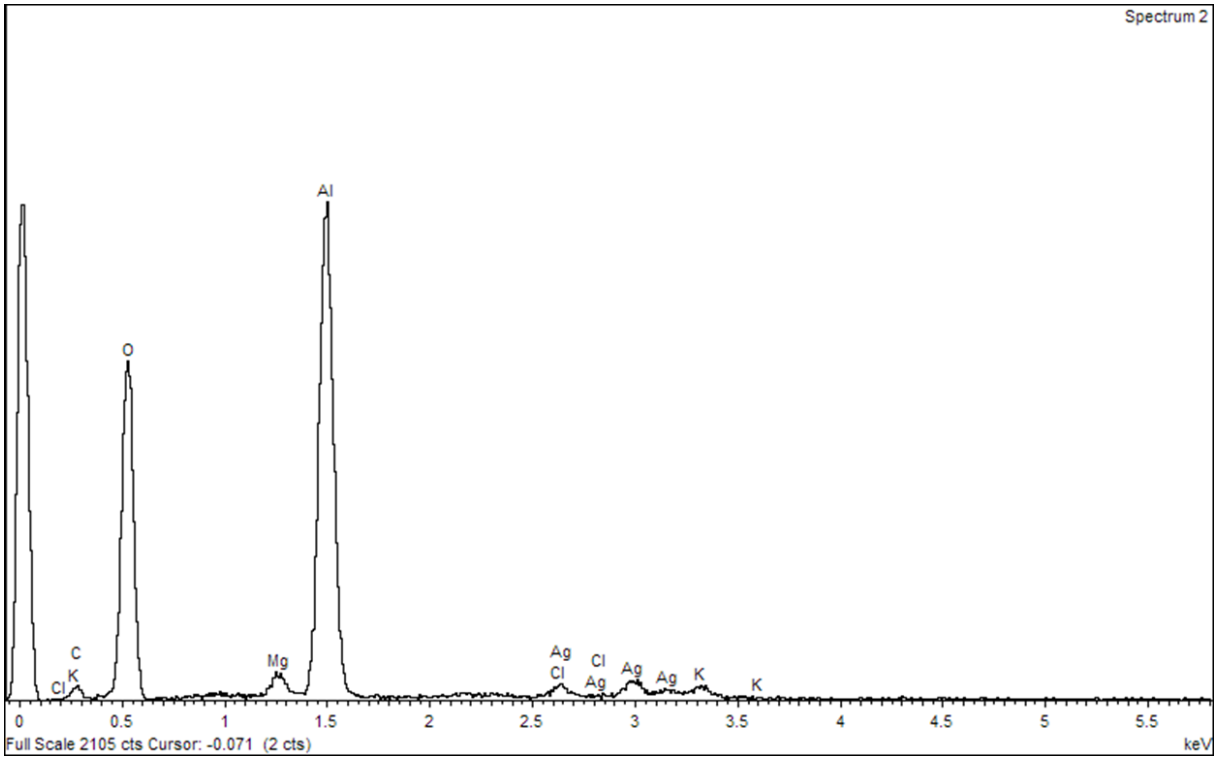


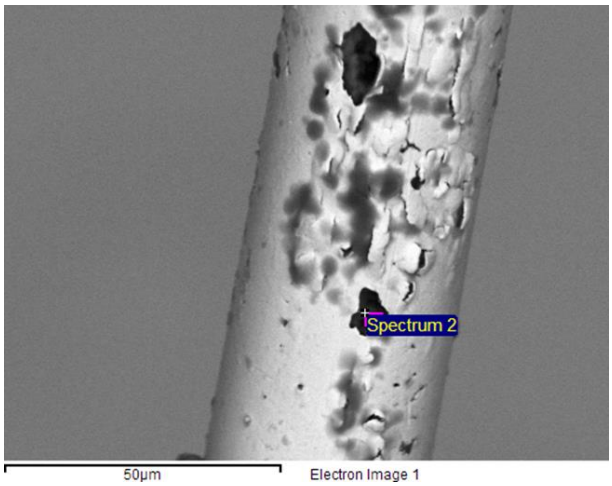
Element	Weight%	Atomic%
C K	3.33	8.05
O K	35.72	64.93
Mg K	0.74	0.88
Al K	9.85	10.61
S K	0.33	0.30
Cl K	0.32	0.26
K K	0.97	0.72
Ca K	0.26	0.19
Ni K	0.73	0.36
Cu K	3.40	1.56
Zn K	1.50	0.67
Ag L	42.12	11.35
Au M	0.74	0.11
Totals	100.00	





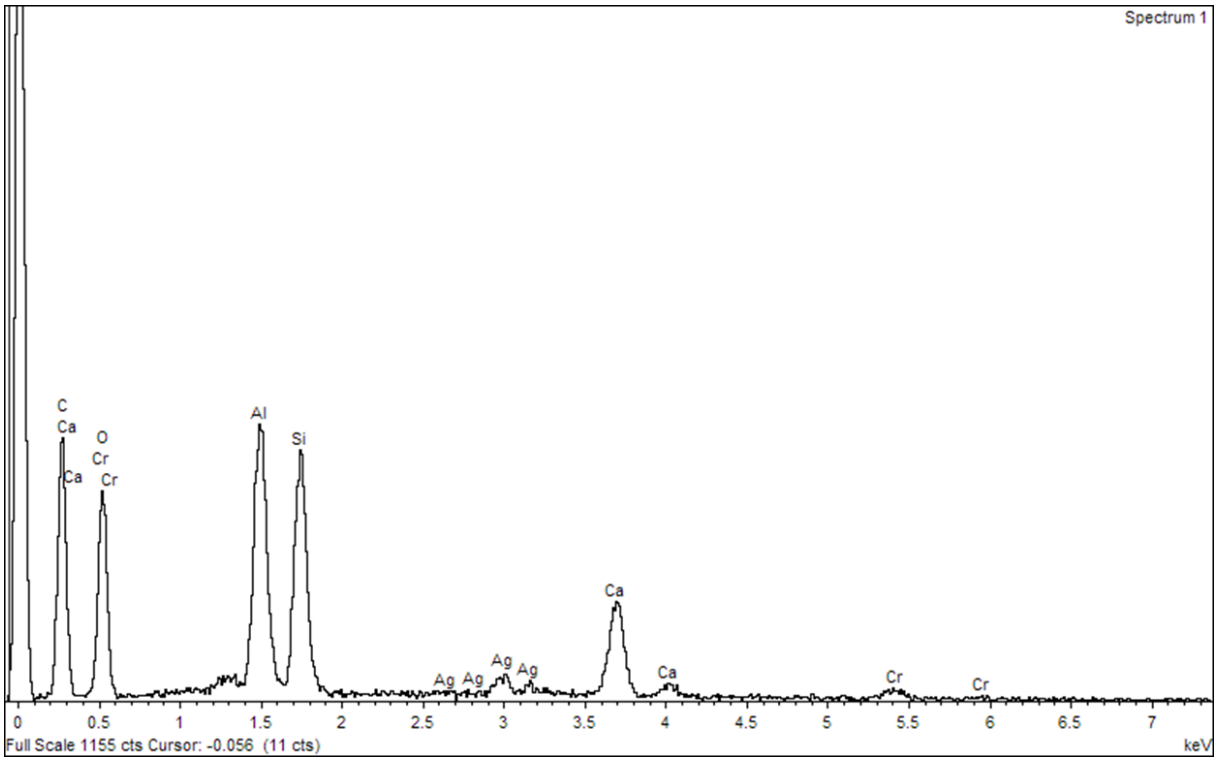
Element	Weight%	Atomic%
O K	40.23	53.17
Al K	59.77	46.83
Totals	100.00	

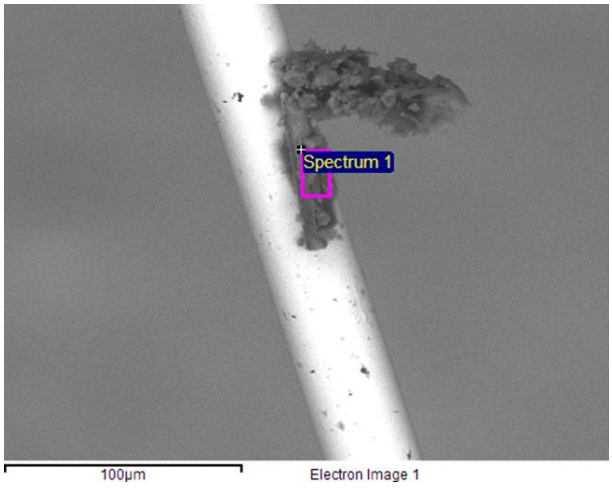




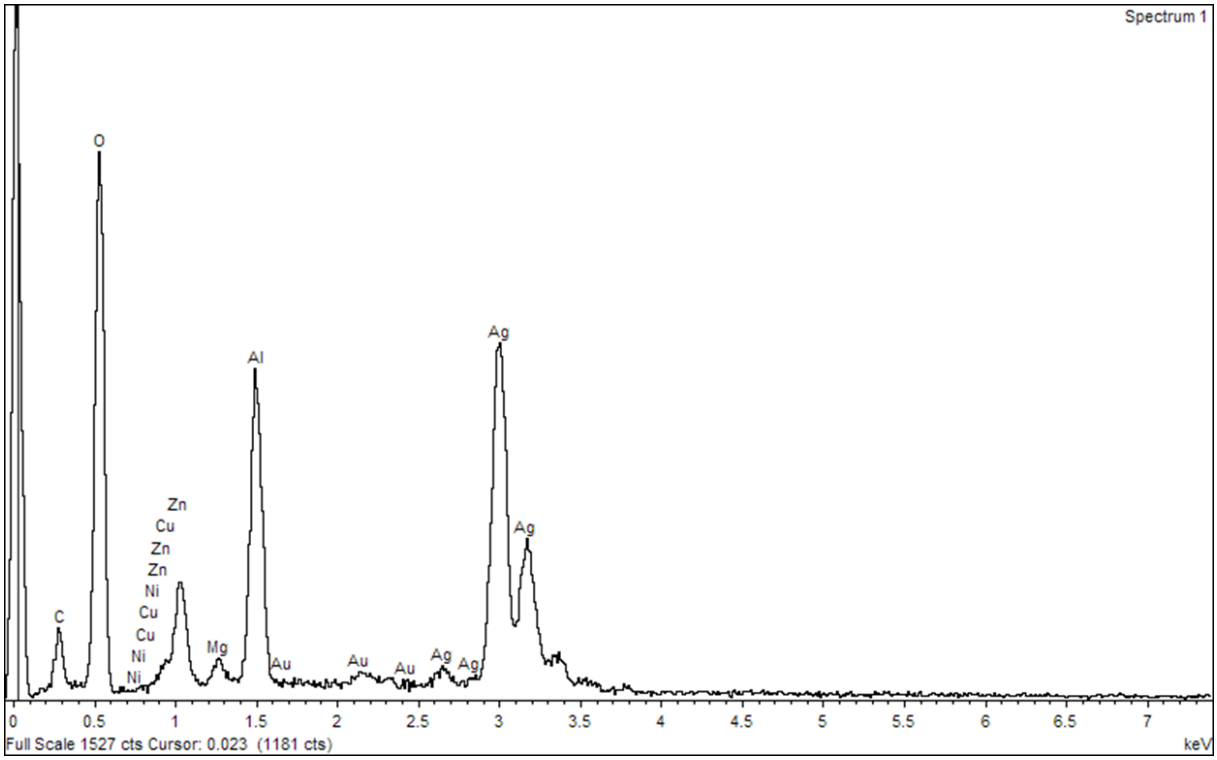
Element	Weight%	Atomic%
C K	11.21	16.46
O K	60.27	66.44
Mg K	1.06	0.77
Al K	23.24	15.19
Cl K	0.79	0.39
K K	0.67	0.30
Ag L	2.76	0.45
Totals	100.00	

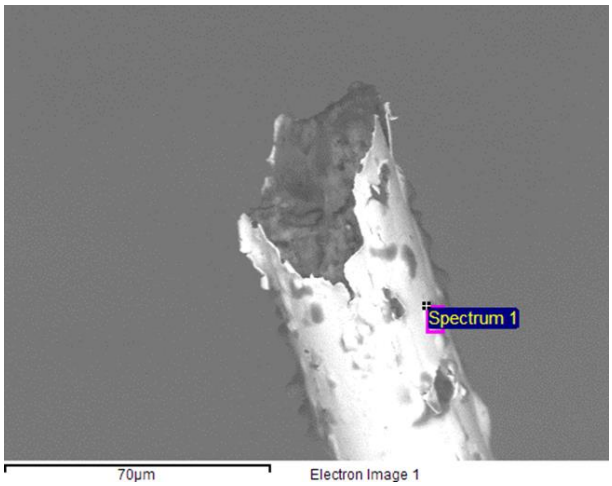
Filo 3



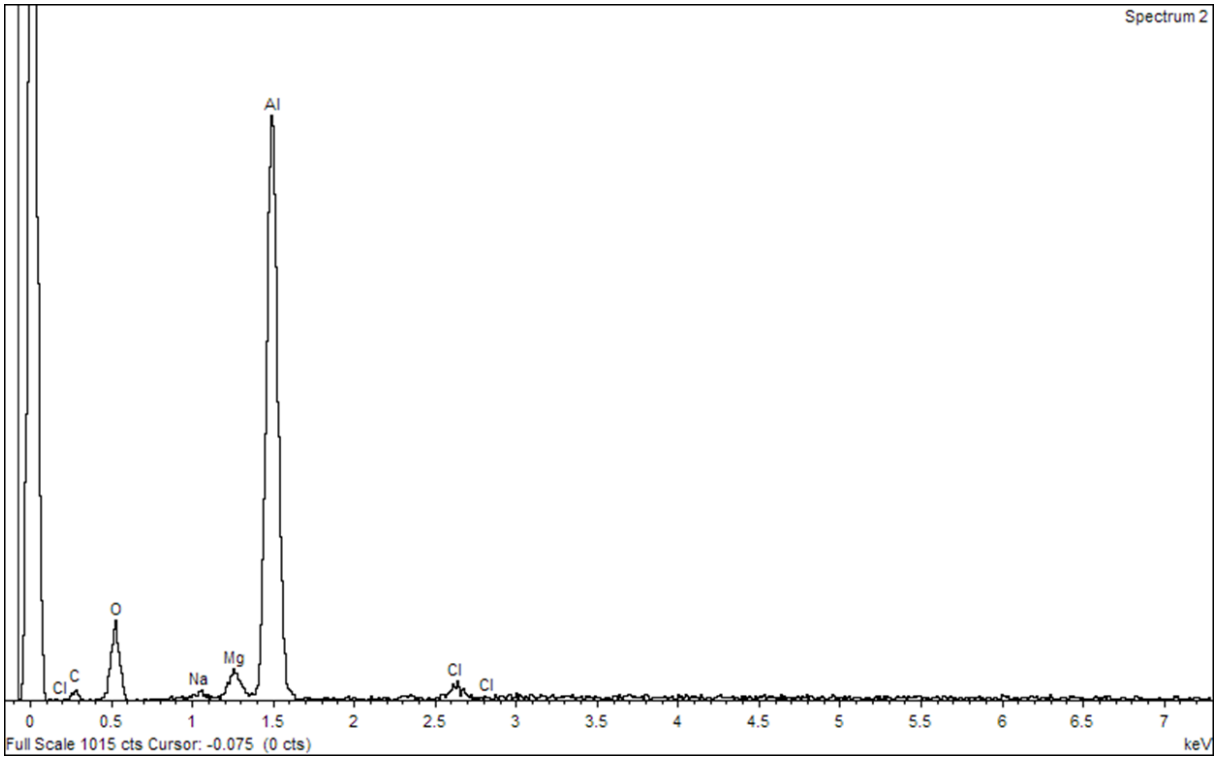


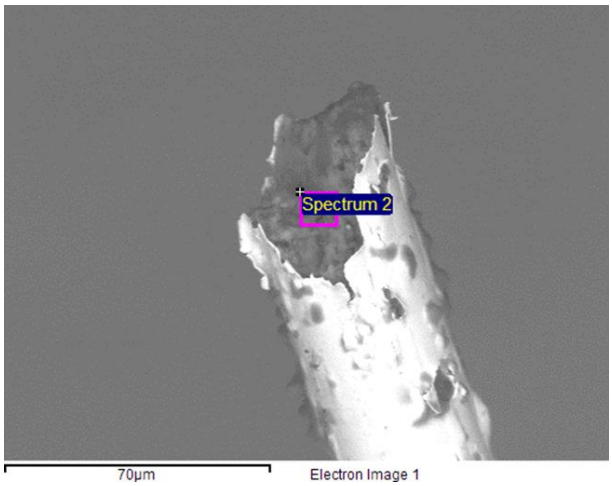
Element	Weight%	Atomic%
C K	43.45	55.35
O K	37.10	35.47
Al K	6.21	3.52
Si K	6.60	3.59
Ca K	4.22	1.61
Cr K	0.74	0.22
Ag L	1.68	0.24
Totals	100.00	



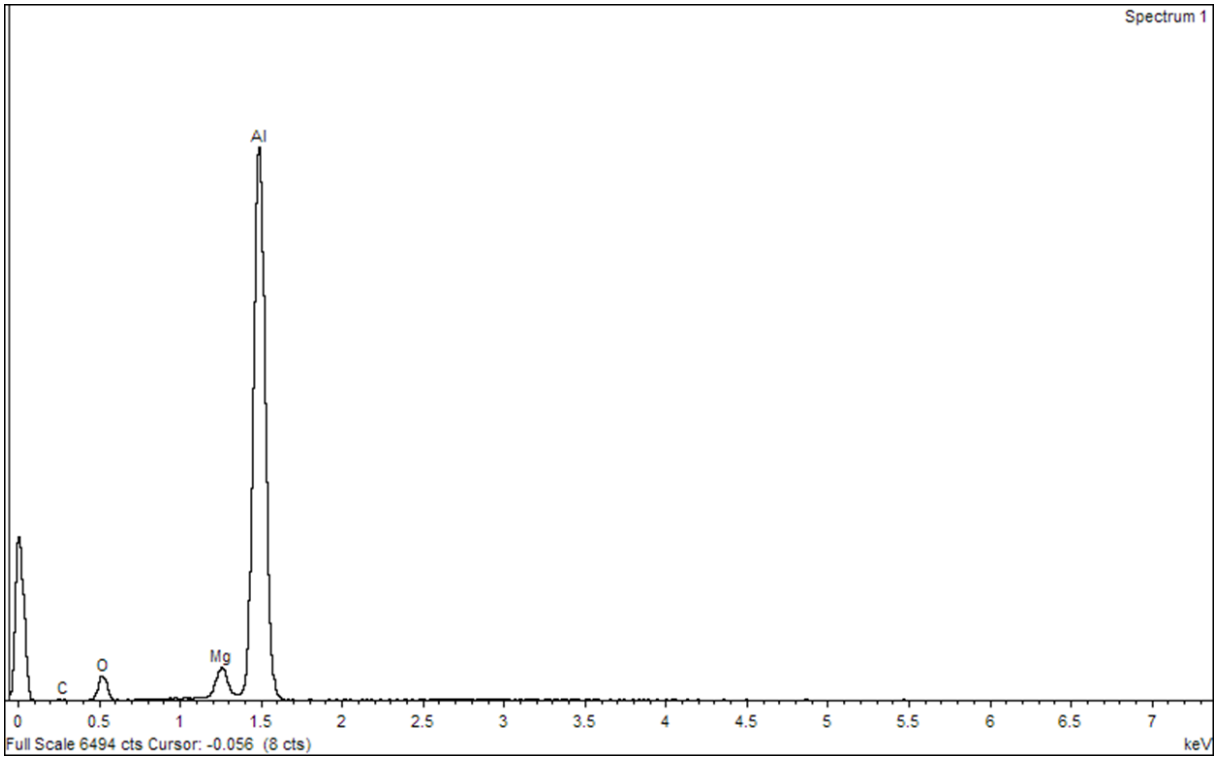


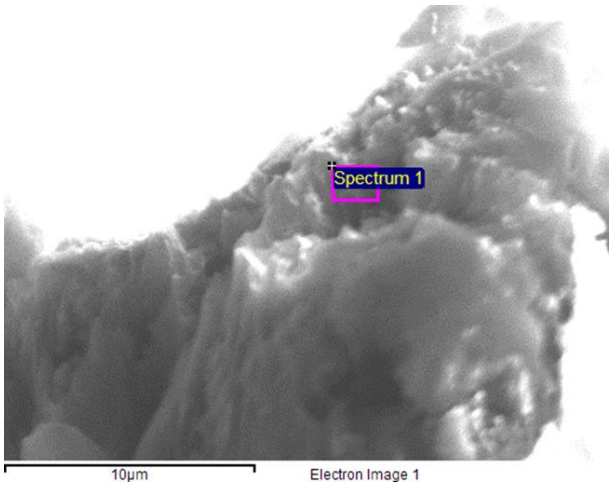
Element	Weight%	Atomic%
C K	6.23	11.17
O K	56.50	76.09
Mg K	0.70	0.62
Al K	7.07	5.65
Ni K	0.39	0.14
Cu K	1.71	0.58
Zn K	2.63	0.87
Ag L	24.00	4.79
Au M	0.78	0.09
Totals	100.00	





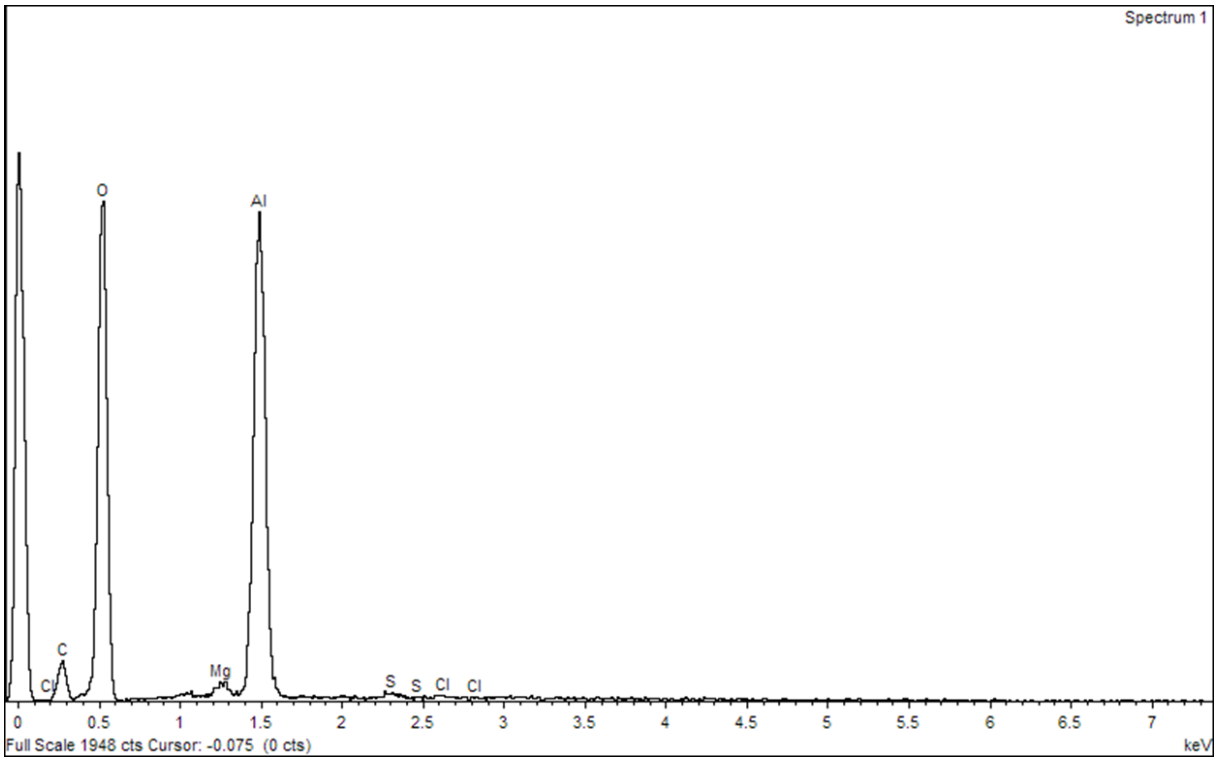
Element	Weight%	Atomic%
C K	14.87	23.73
O K	32.55	38.98
Na K	0.68	0.57
Mg K	1.94	1.53
Al K	48.26	34.27
Cl K	1.71	0.92
Totals	100.00	

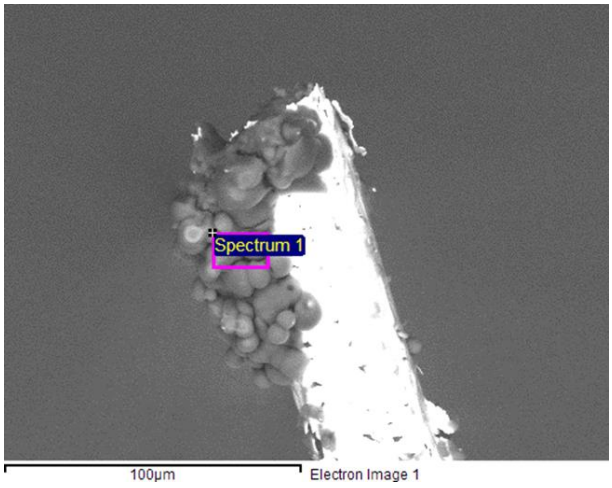




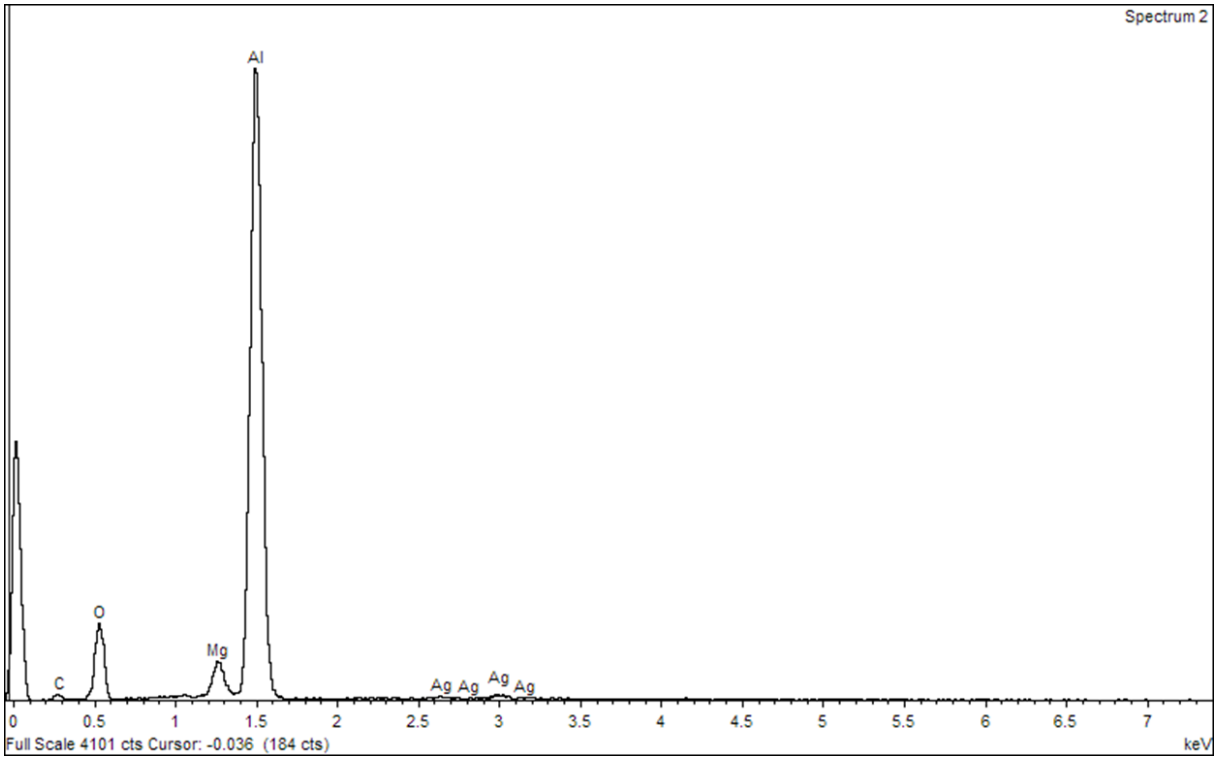
Element	Weight%	Atomic%
C K	5.41	10.09
O K	19.34	27.09
Mg K	3.68	3.39
Al K	71.57	59.43
Totals	100.00	

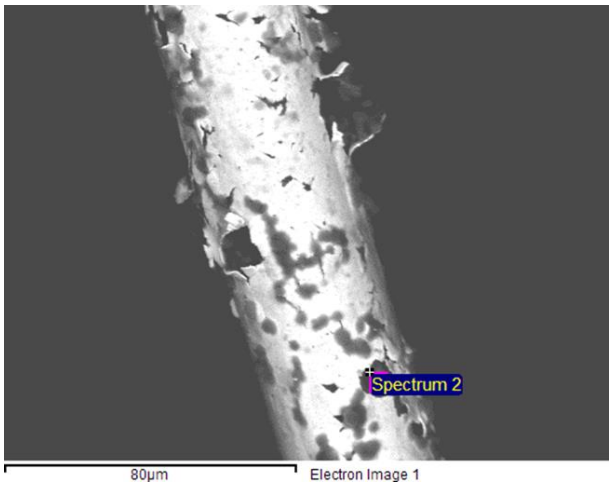
Filo 4



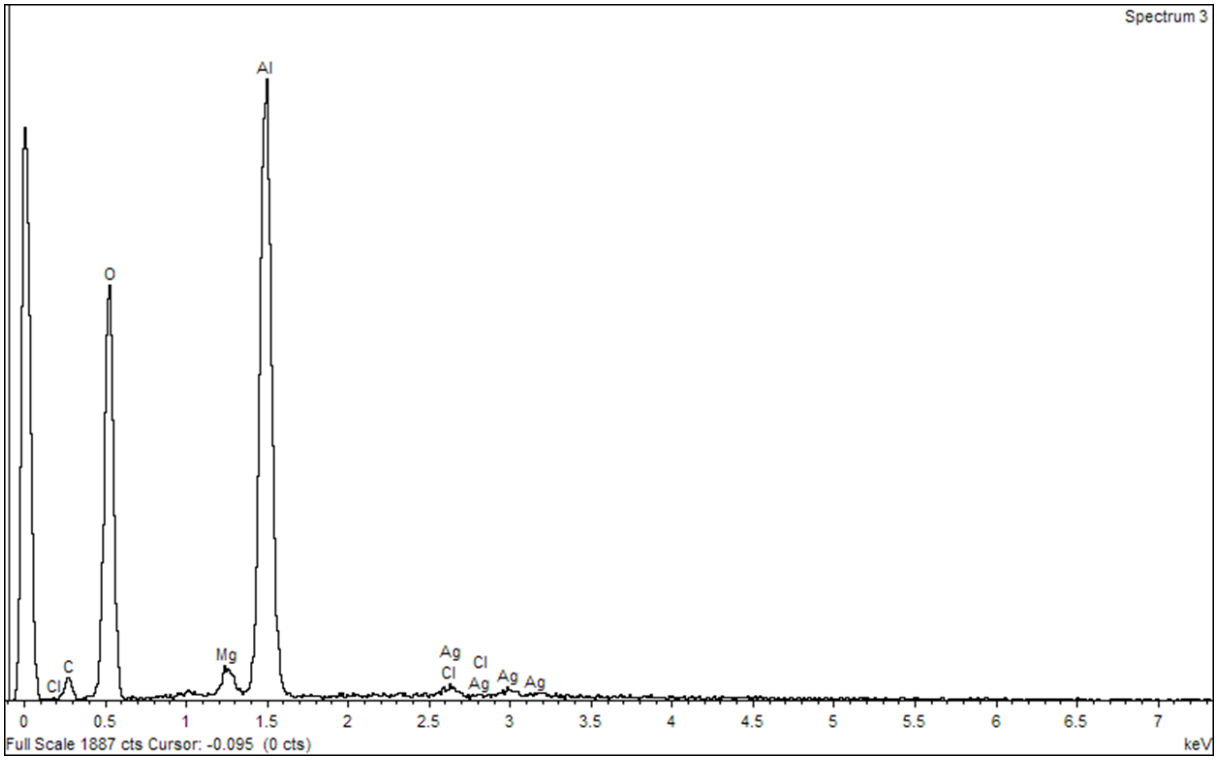


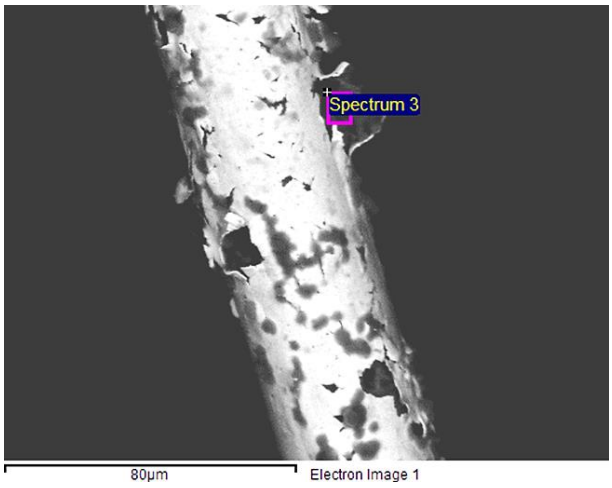
Element	Weight%	Atomic%
C K	15.55	21.38
O K	64.21	66.25
Mg K	0.49	0.33
Al K	19.39	11.86
S K	0.21	0.11
Cl K	0.15	0.07
Totals	100.00	





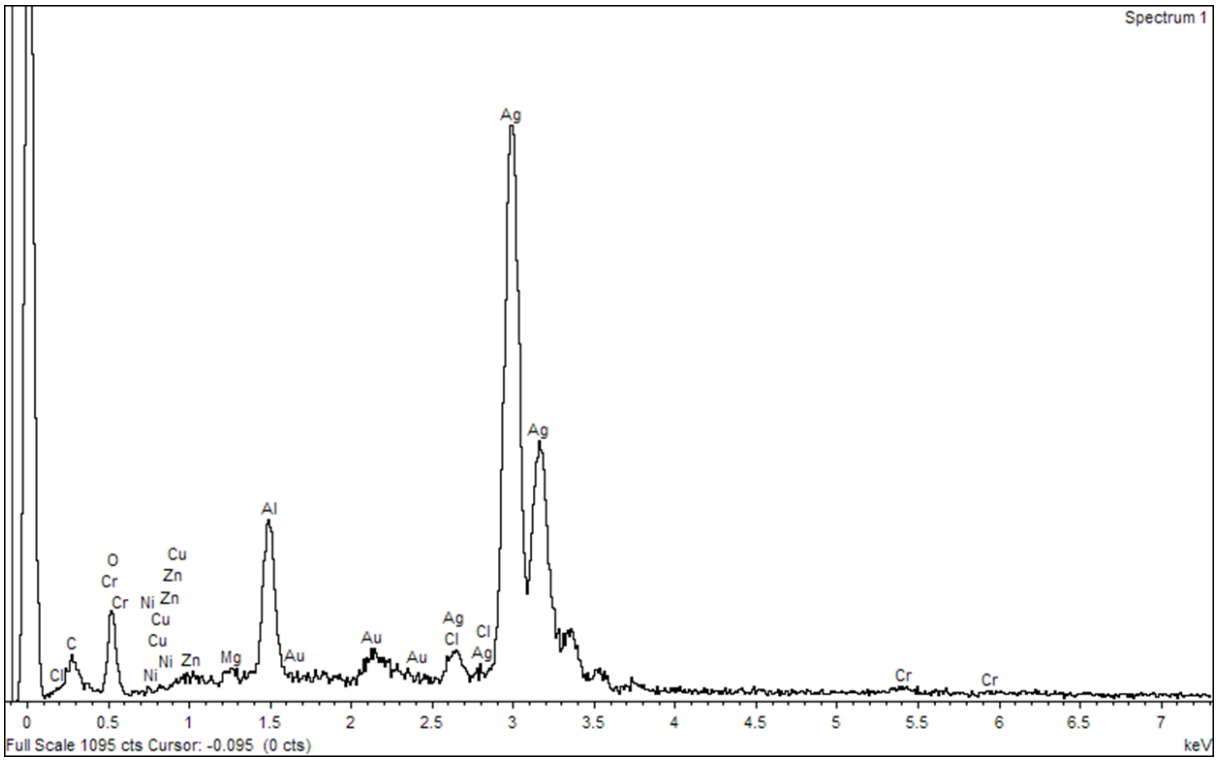
Element	Weight%	Atomic%
C K	8.83	14.85
O K	33.75	42.61
Mg K	2.91	2.42
Al K	53.30	39.90
Ag L	1.20	0.22
Totals	100.00	

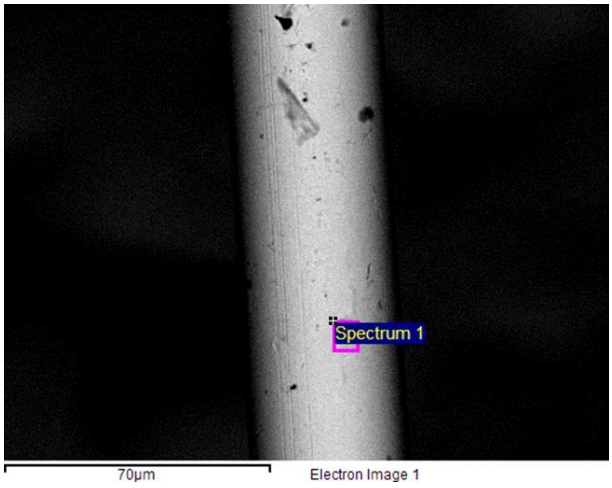




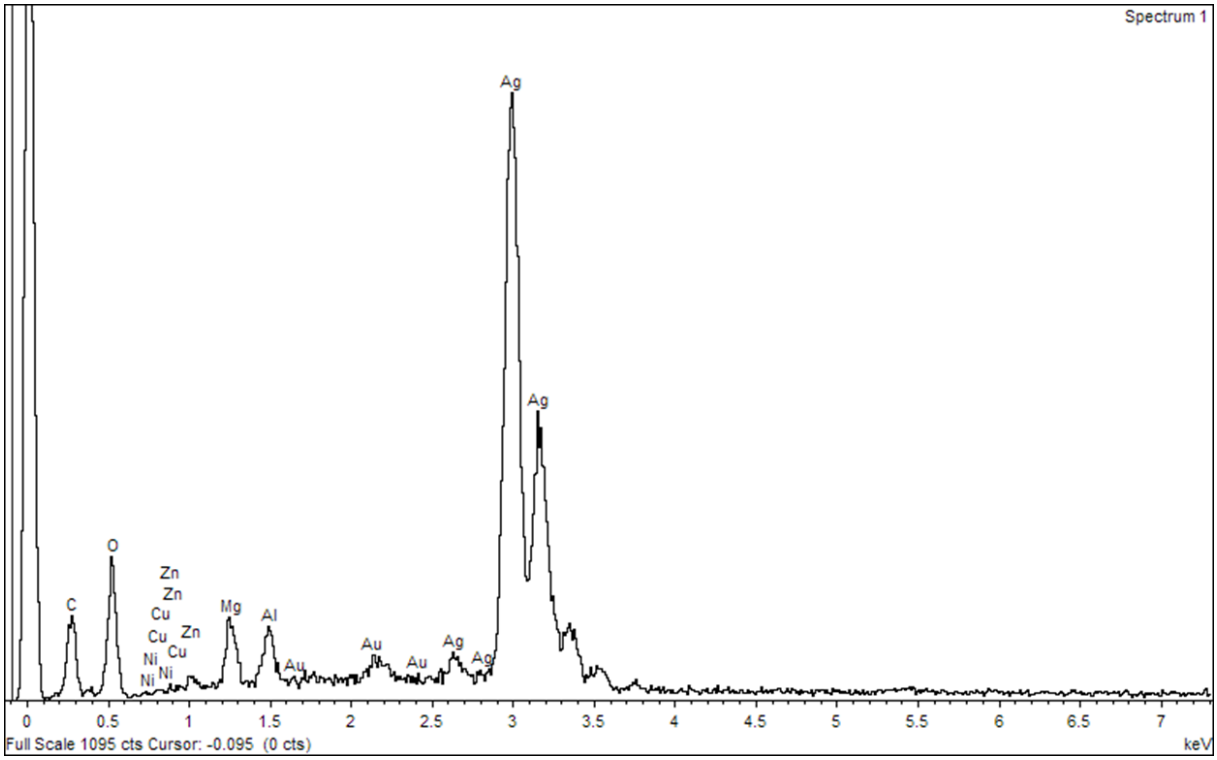
Element	Weight%	Atomic%
C K	10.75	15.66
O K	60.67	66.33
Mg K	1.28	0.92
Al K	25.76	16.70
Cl K	0.44	0.22
Ag L	1.10	0.18
Totals	100.00	

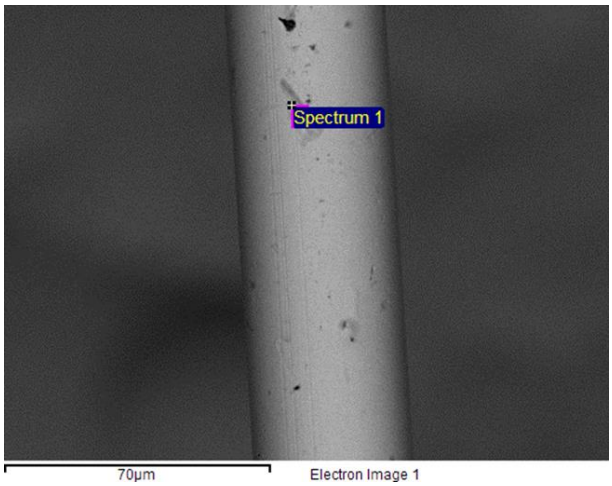
Filo 5



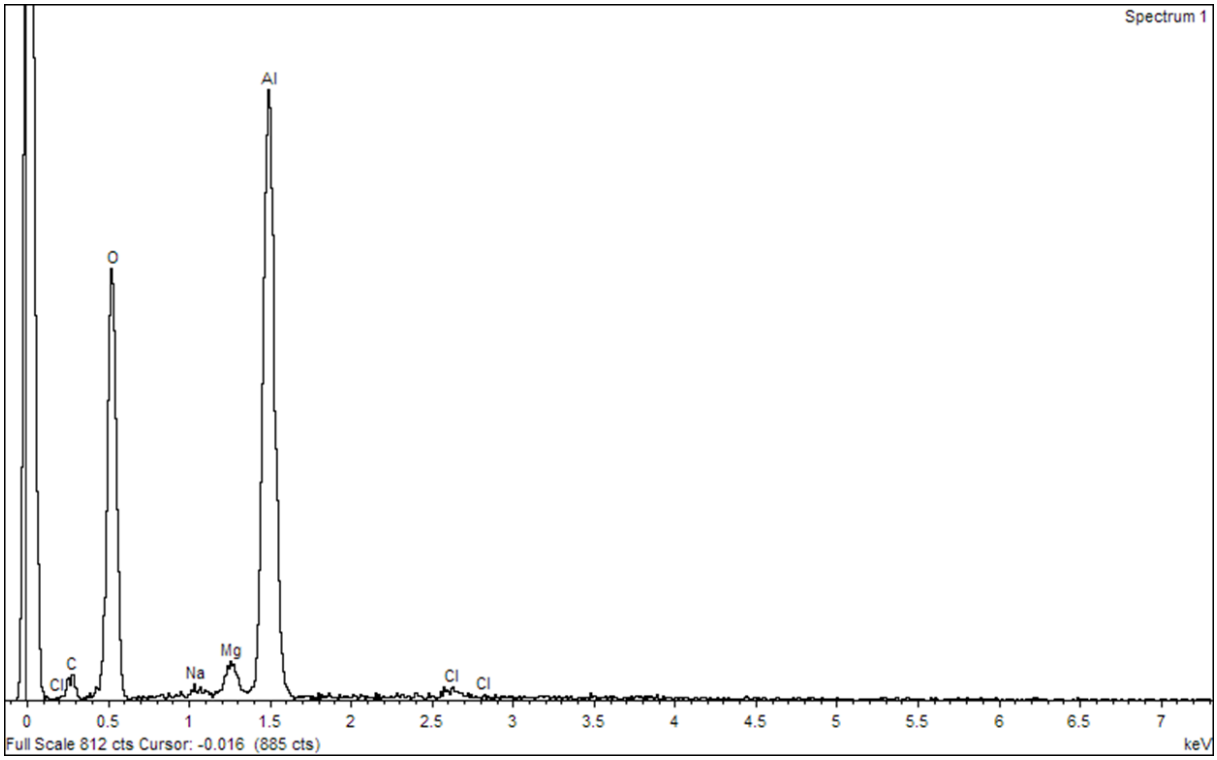


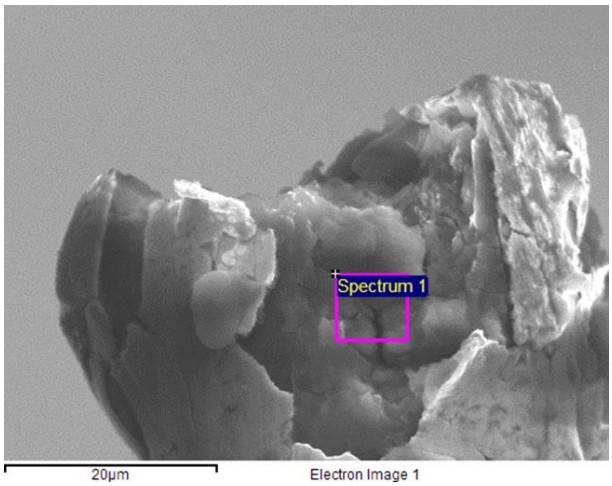
Element	Weight%	Atomic%
C K	3.46	10.93
O K	23.08	54.67
Mg K	0.54	0.83
Al K	5.85	8.22
Cl K	0.38	0.41
Cr K	0.56	0.41
Ni K	1.59	1.03
Cu K	4.10	2.45
Zn K	1.05	0.61
Ag L	56.71	19.93
Au M	2.67	0.51
Totals	100.00	



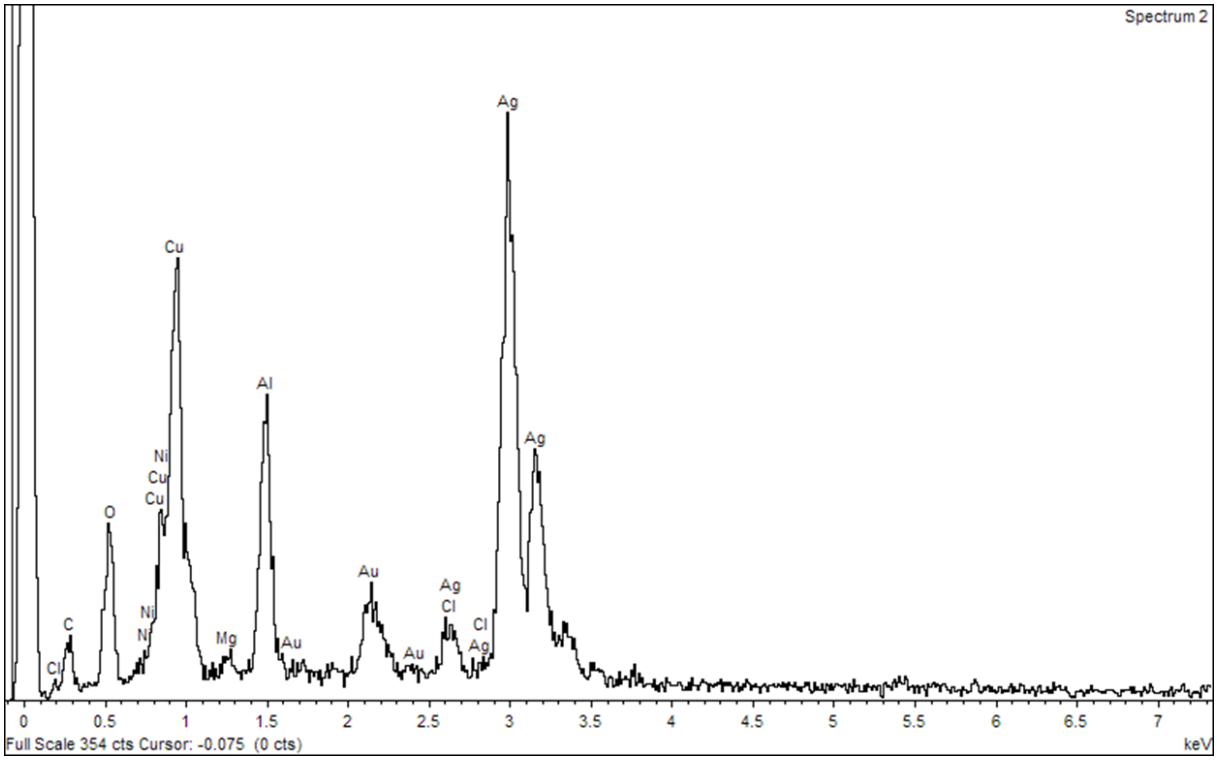


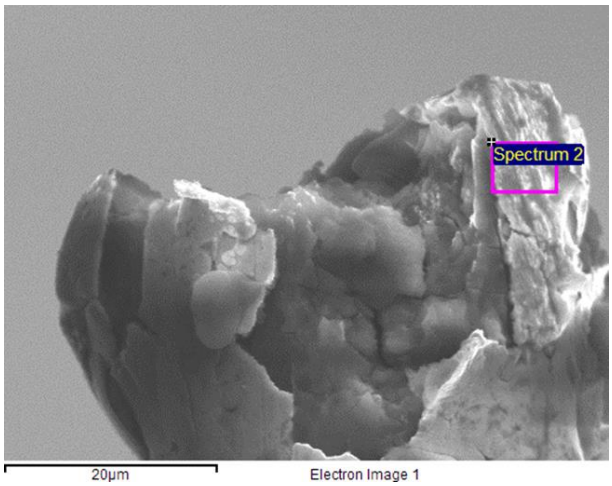
Element	Weight%	Atomic%
C K	8.55	21.63
O K	29.76	56.51
Mg K	2.56	3.20
Al K	1.62	1.82
Ni K	1.22	0.63
Cu K	2.41	1.15
Zn K	0.67	0.31
Ag L	51.36	14.46
Au M	1.85	0.29
Totals	100.00	



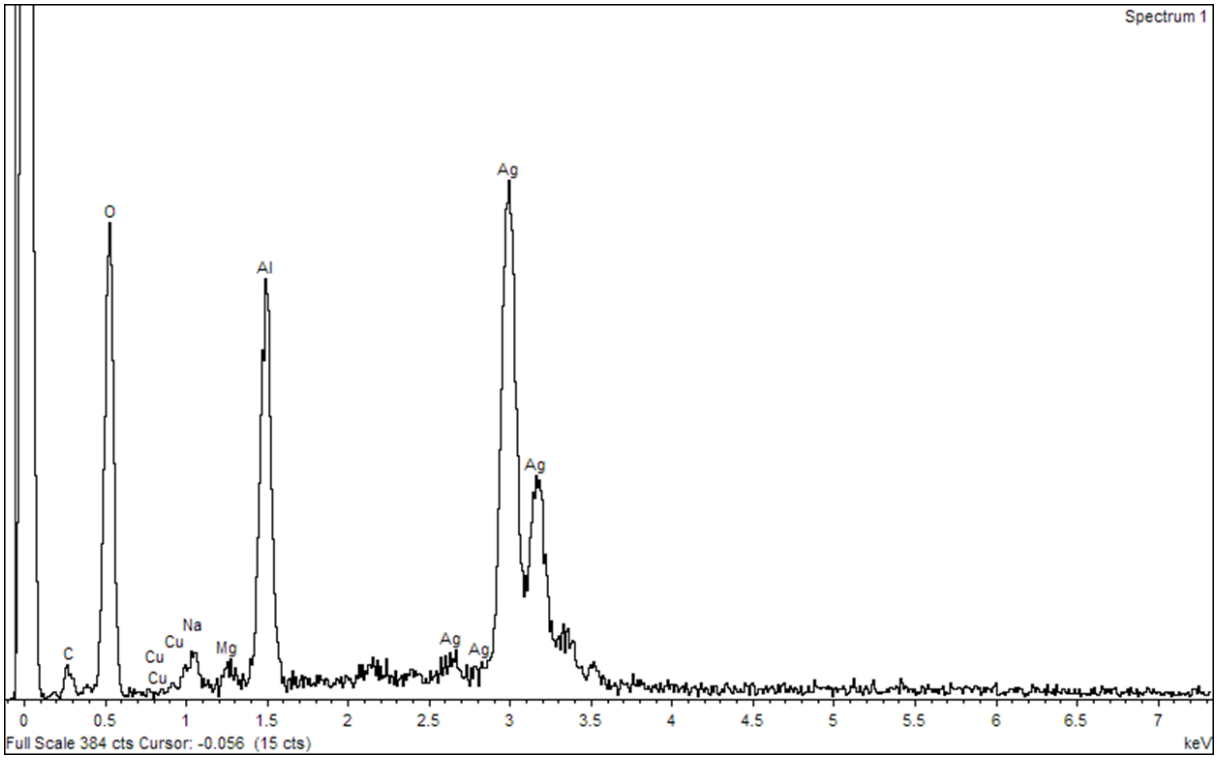


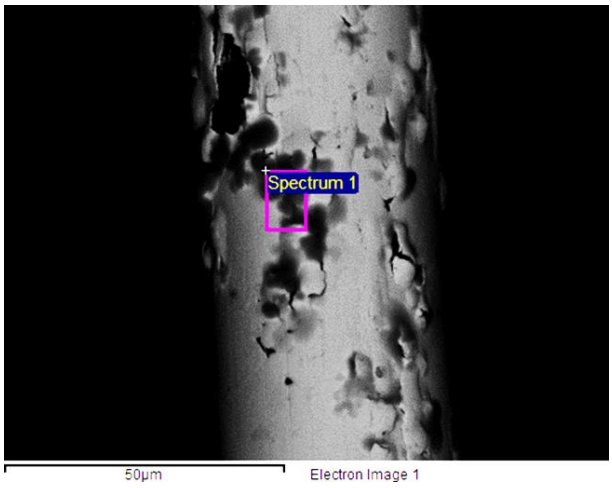
Element	Weight%	Atomic%
C K	11.79	16.96
O K	60.29	65.09
Na K	0.44	0.33
Mg K	1.39	0.99
Al K	25.66	16.43
Cl K	0.43	0.21
Totals	100.00	





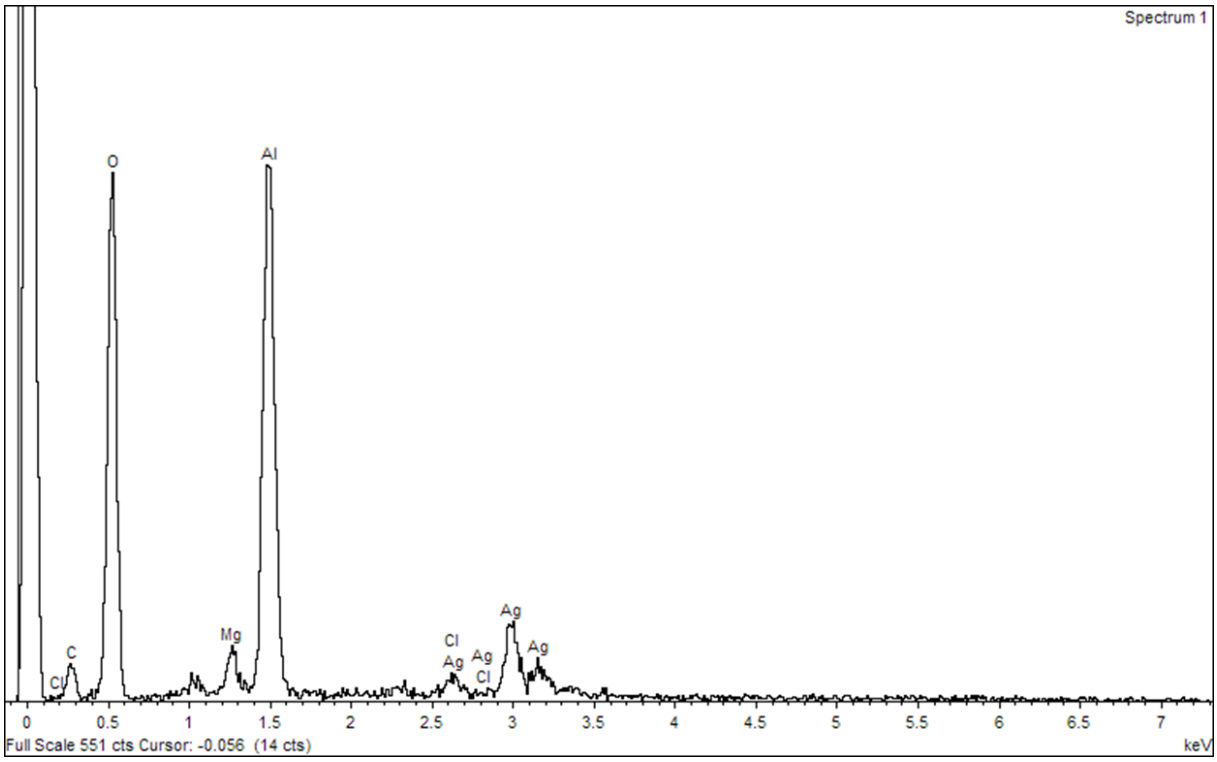
Element	Weight%	Atomic%
C K	7.36	19.58
O K	25.33	50.59
Mg K	0.68	0.89
Al K	6.56	7.76
Cl K	0.91	0.82
Ni K	4.21	2.29
Cu K	12.65	6.36
Ag L	36.13	10.70
Au M	6.17	1.00
Totals	100.00	

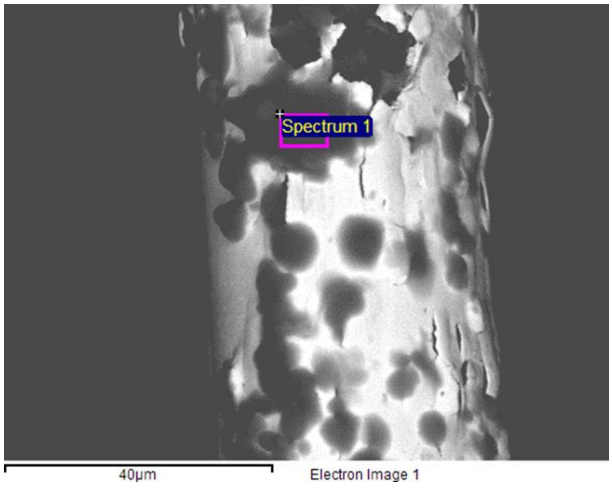




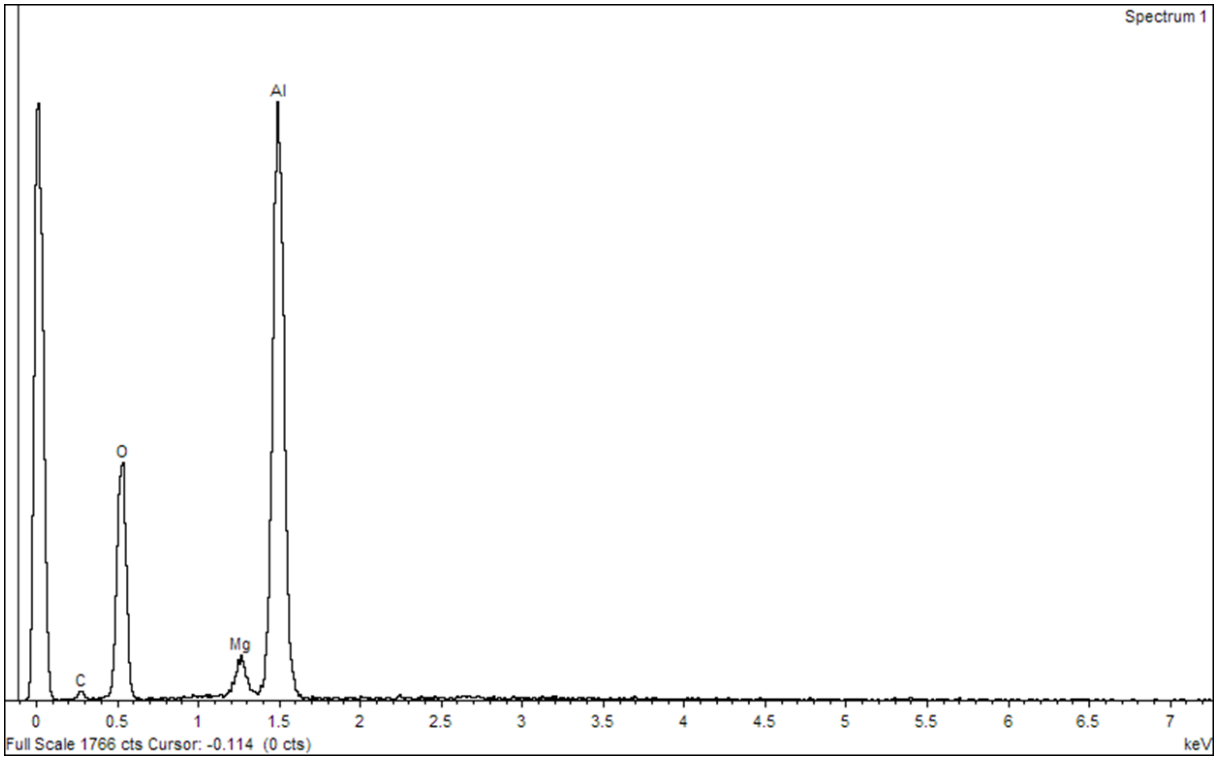
Element	Weight%	Atomic%
C K	2.80	5.45
O K	53.38	78.03
Na K	1.12	1.14
Mg K	0.58	0.56
Al K	8.28	7.18
Cu K	2.04	0.75
Ag L	31.79	6.89
Totals	100.00	

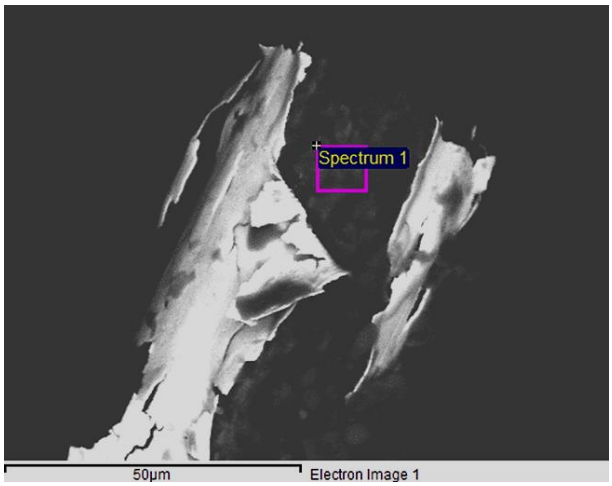
Filo 6



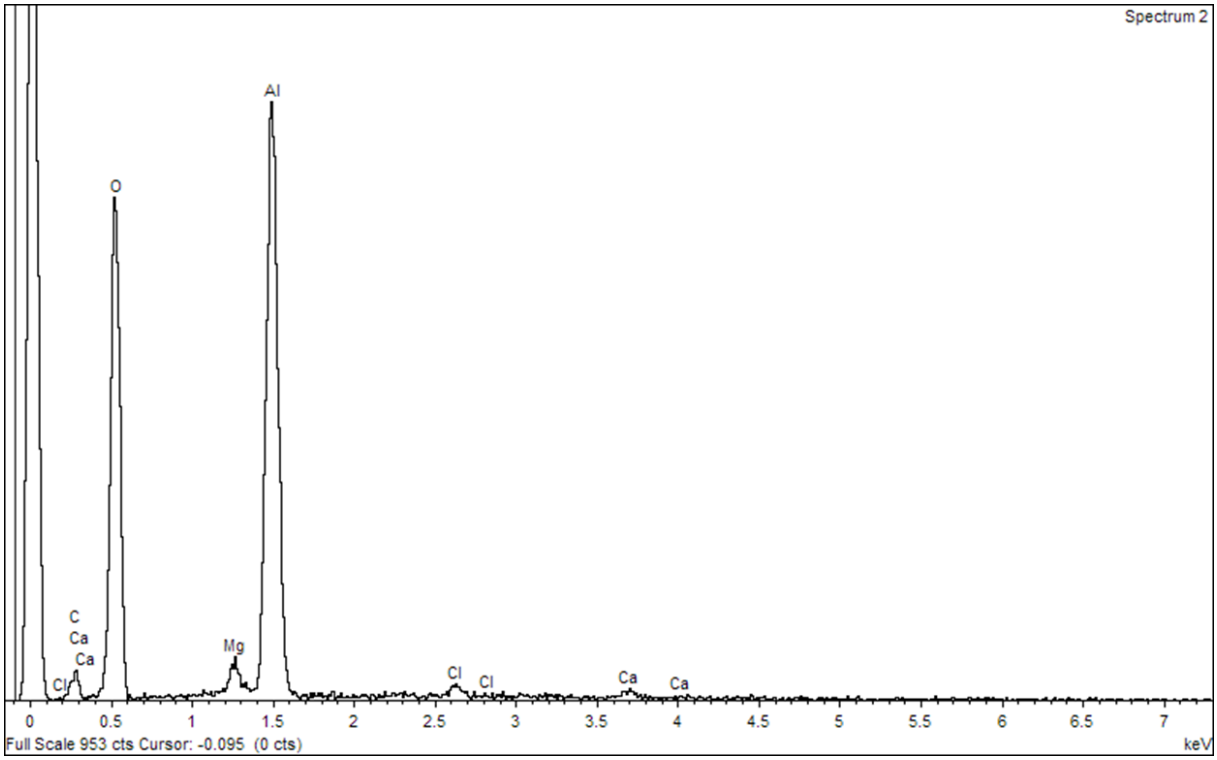


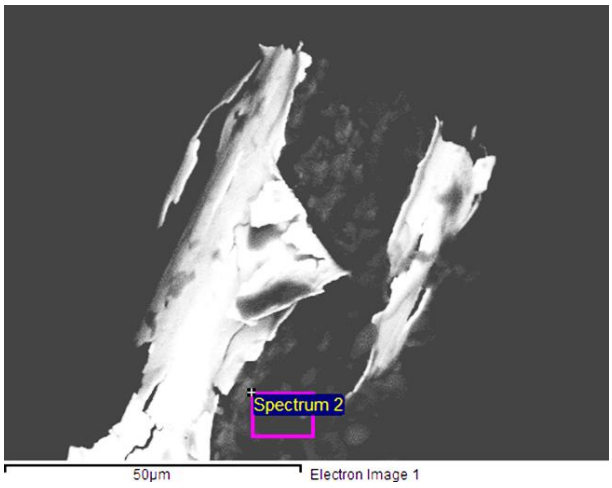
Element	Weight%	Atomic%
C K	10.10	15.14
O K	62.81	70.69
Mg K	1.48	1.10
Al K	17.18	11.47
Cl K	0.58	0.29
Ag L	7.85	1.31
Totals	100.00	



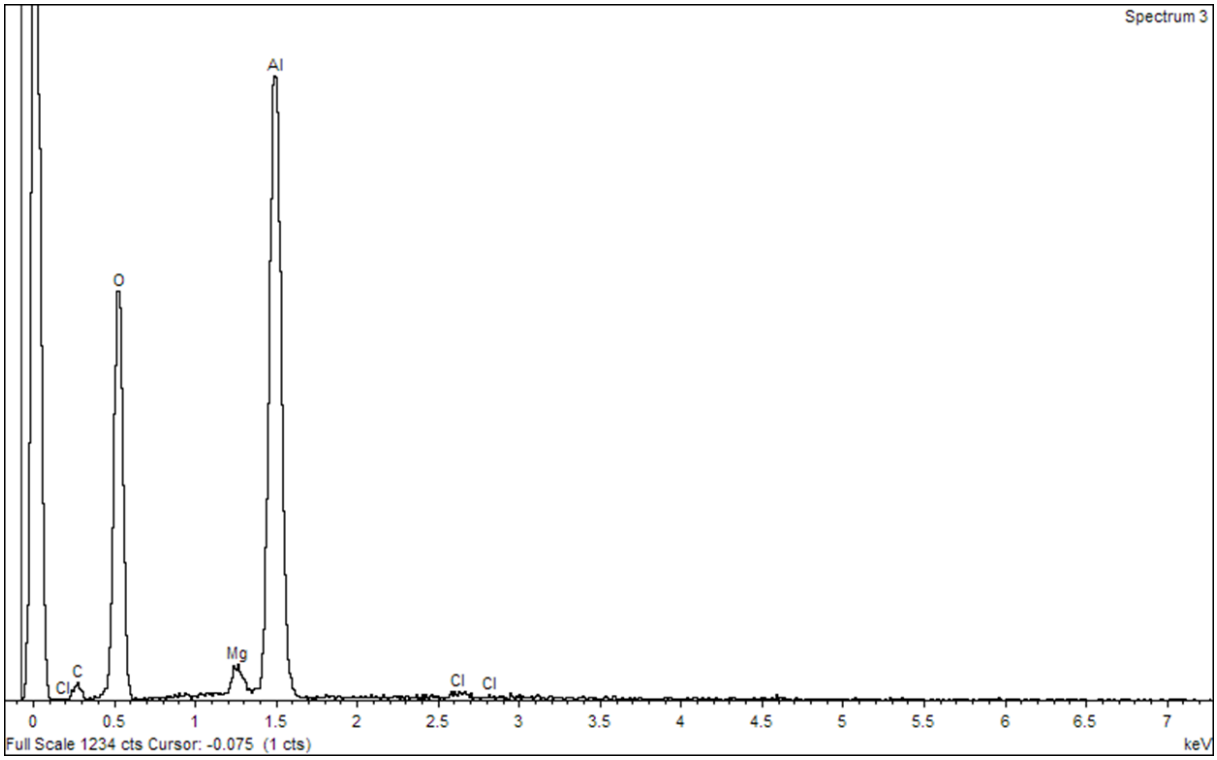


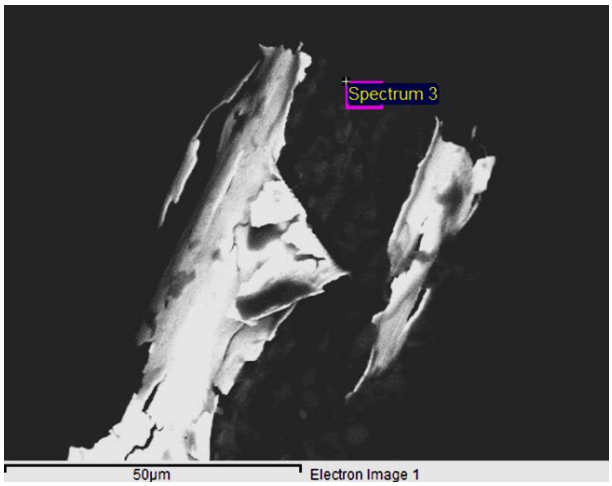
Element	Weight%	Atomic%
C K	7.34	11.28
O K	53.45	61.70
Mg K	2.52	1.91
Al K	36.69	25.11
Totals	100.00	



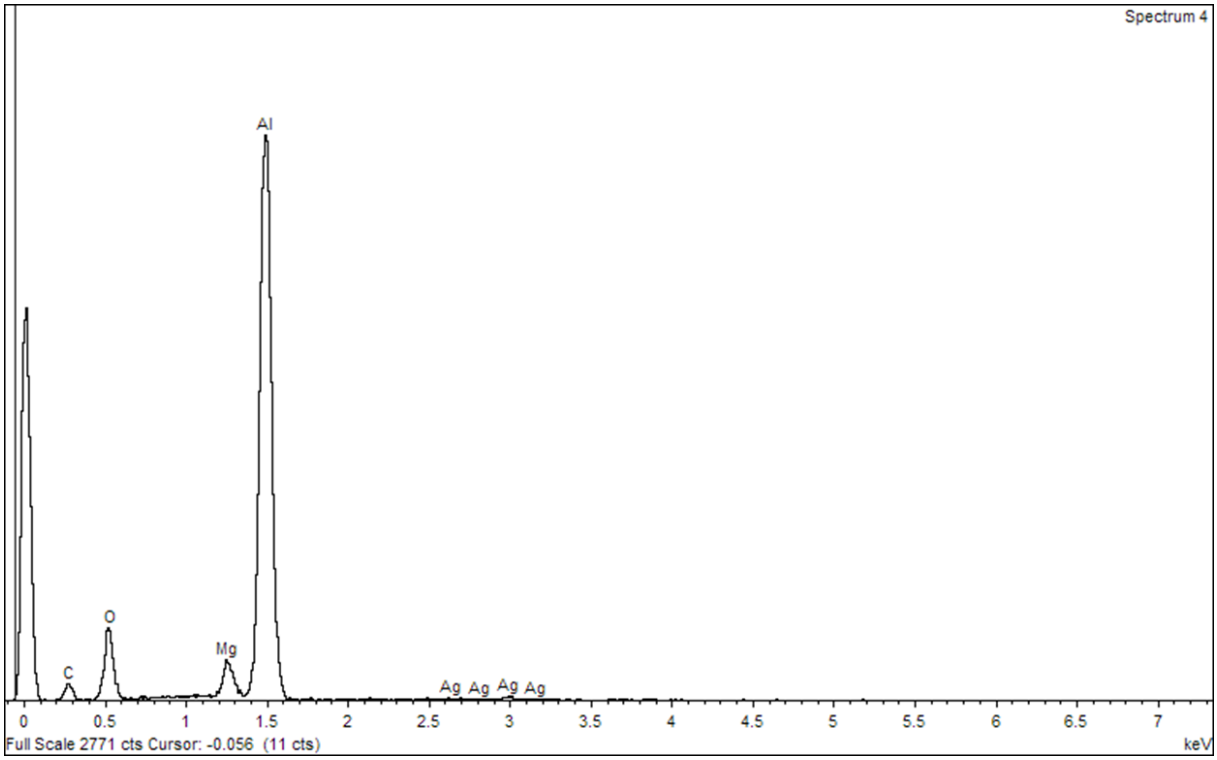


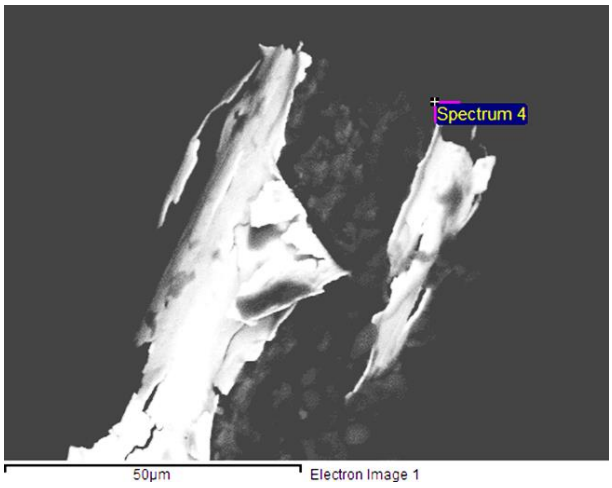
Element	Weight%	Atomic%
C K	11.38	16.25
O K	63.10	67.62
Mg K	1.22	0.86
Al K	23.37	14.85
Cl K	0.57	0.28
Ca K	0.35	0.15
Totals	100.00	



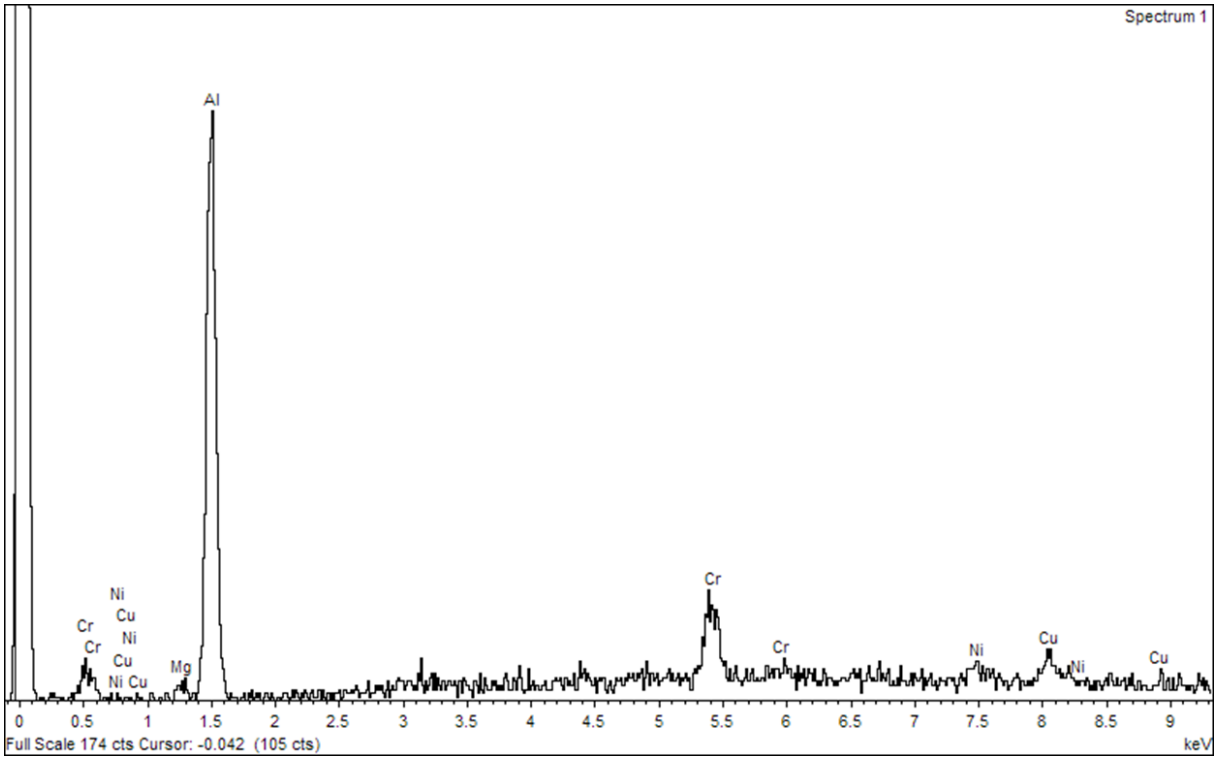


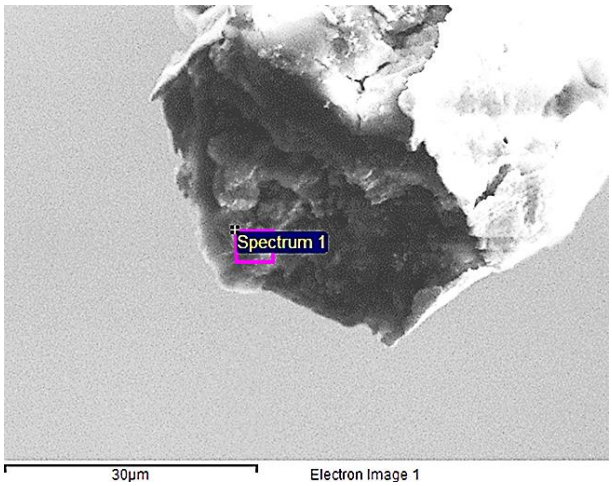
Element	Weight%	Atomic%
C K	9.41	13.84
O K	59.77	65.96
Mg K	1.34	0.97
Al K	29.11	19.05
Cl K	0.37	0.18
Totals	100.00	





Element	Weight%	Atomic%
C K	20.84	31.75
O K	31.66	36.22
Mg K	2.66	2.00
Al K	44.07	29.89
Ag L	0.77	0.13
Totals	100.00	

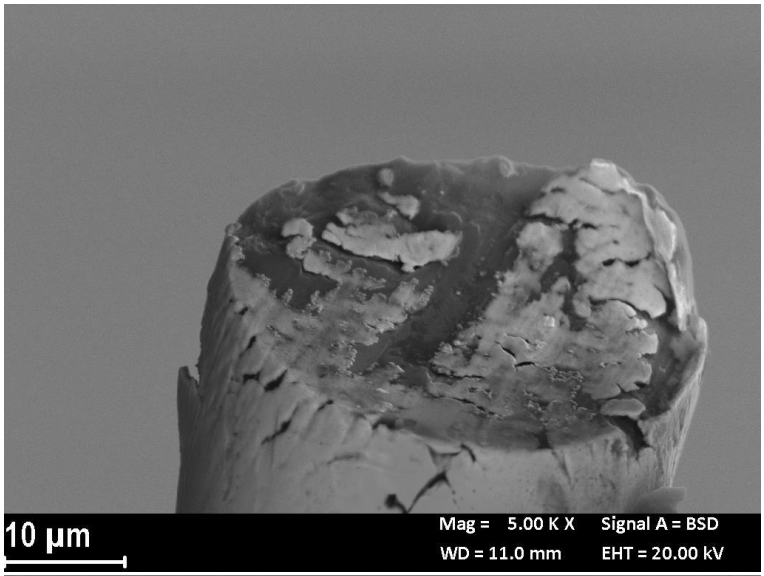


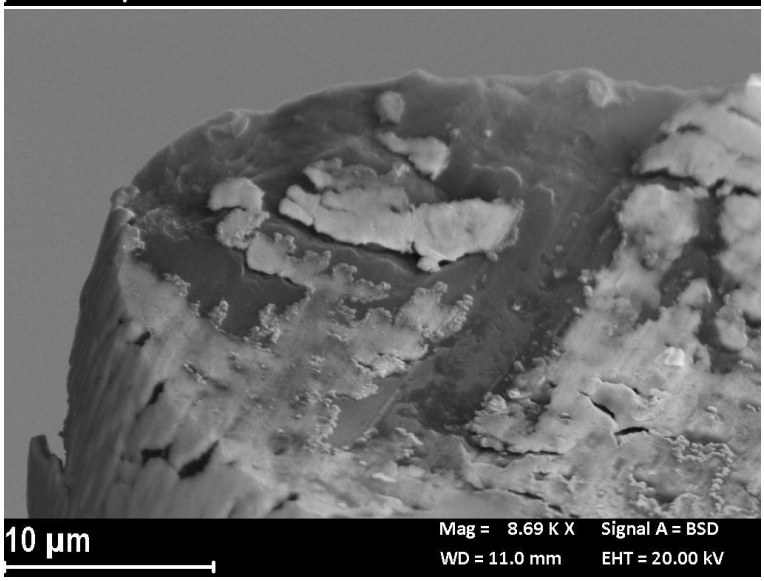


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	1.31	1.88
Al K	55.03	71.35
Cr K	19.43	13.07
Ni K	7.85	4.68
Cu K	16.39	9.02
Totals	100.00	

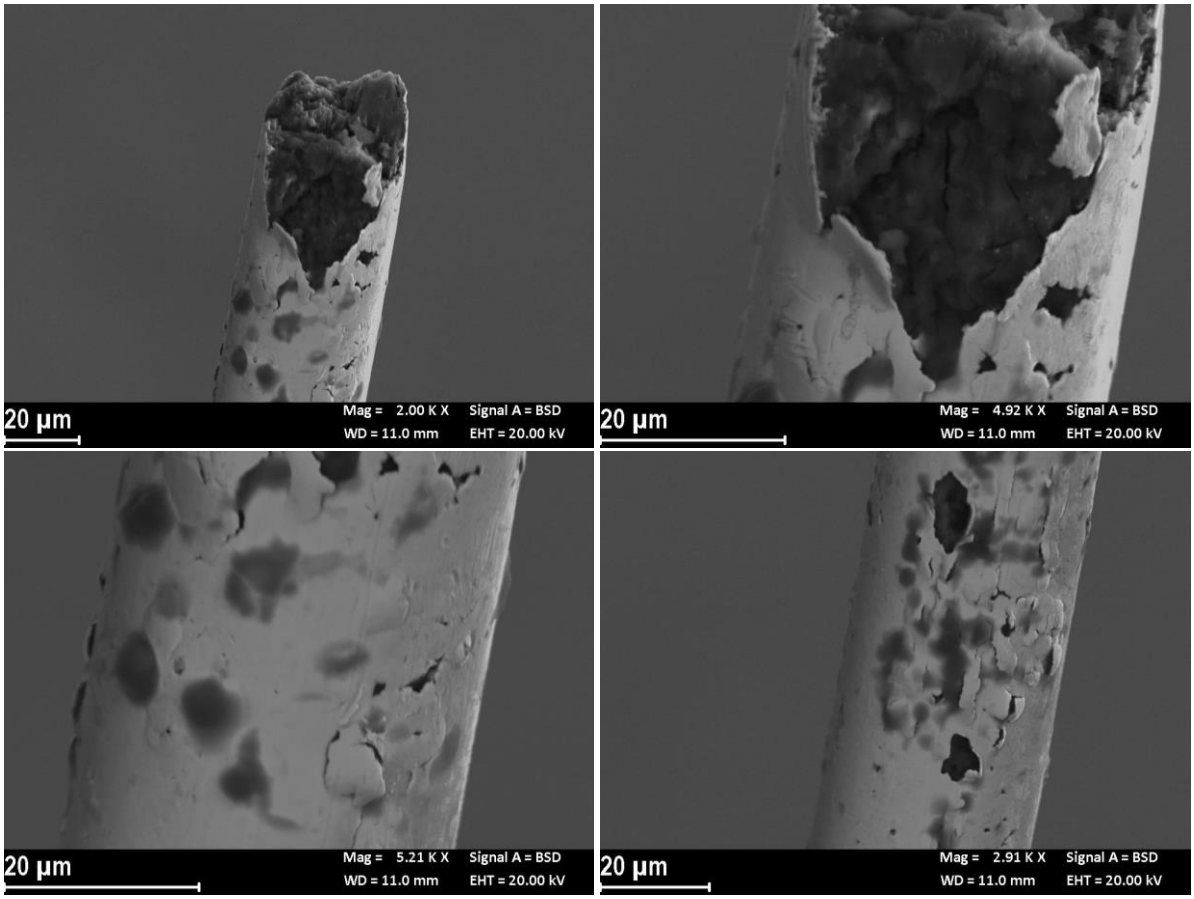
Appendice B – Report di analisi al SEM

Filo 1

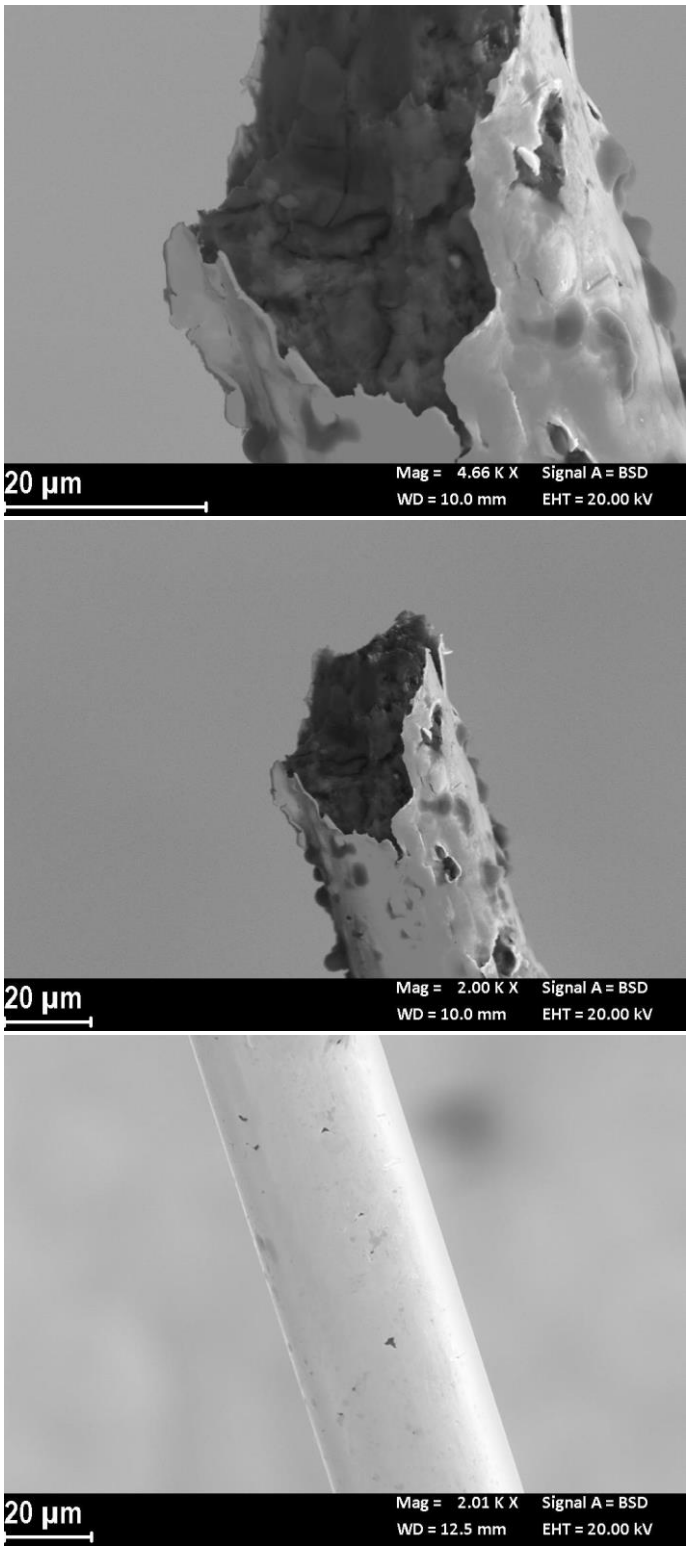




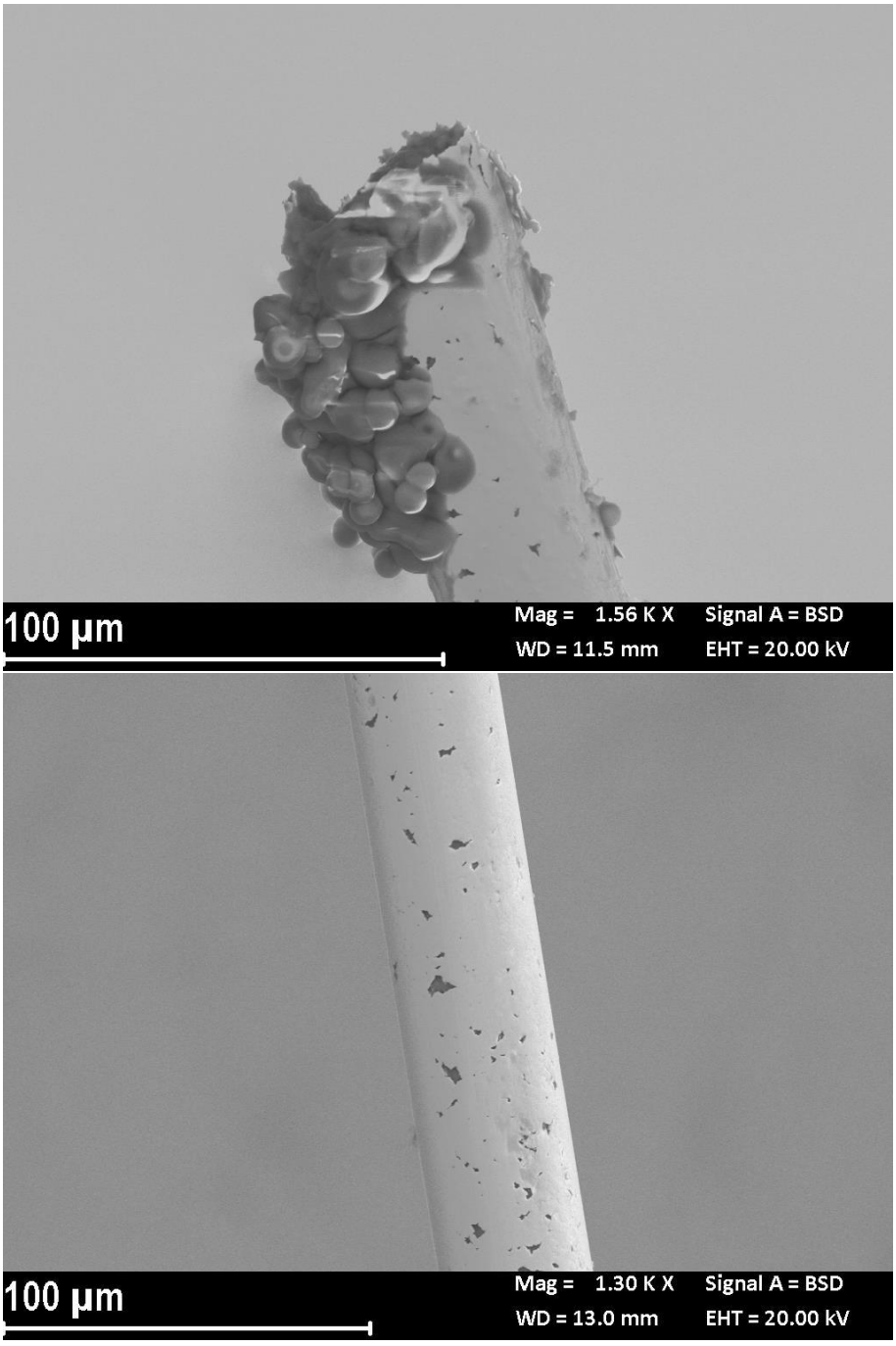
Filo 2


20 µm
Mag = 2.00 K X
Signal A = BSD
WD = 11.0 mm
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 4.92 K X
Signal A = BSD
WD = 11.0 mm
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 5.21 K X
Signal A = BSD
WD = 11.0 mm
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 2.91 K X
Signal A = BSD
WD = 11.0 mm
EHT = 20.00 kV

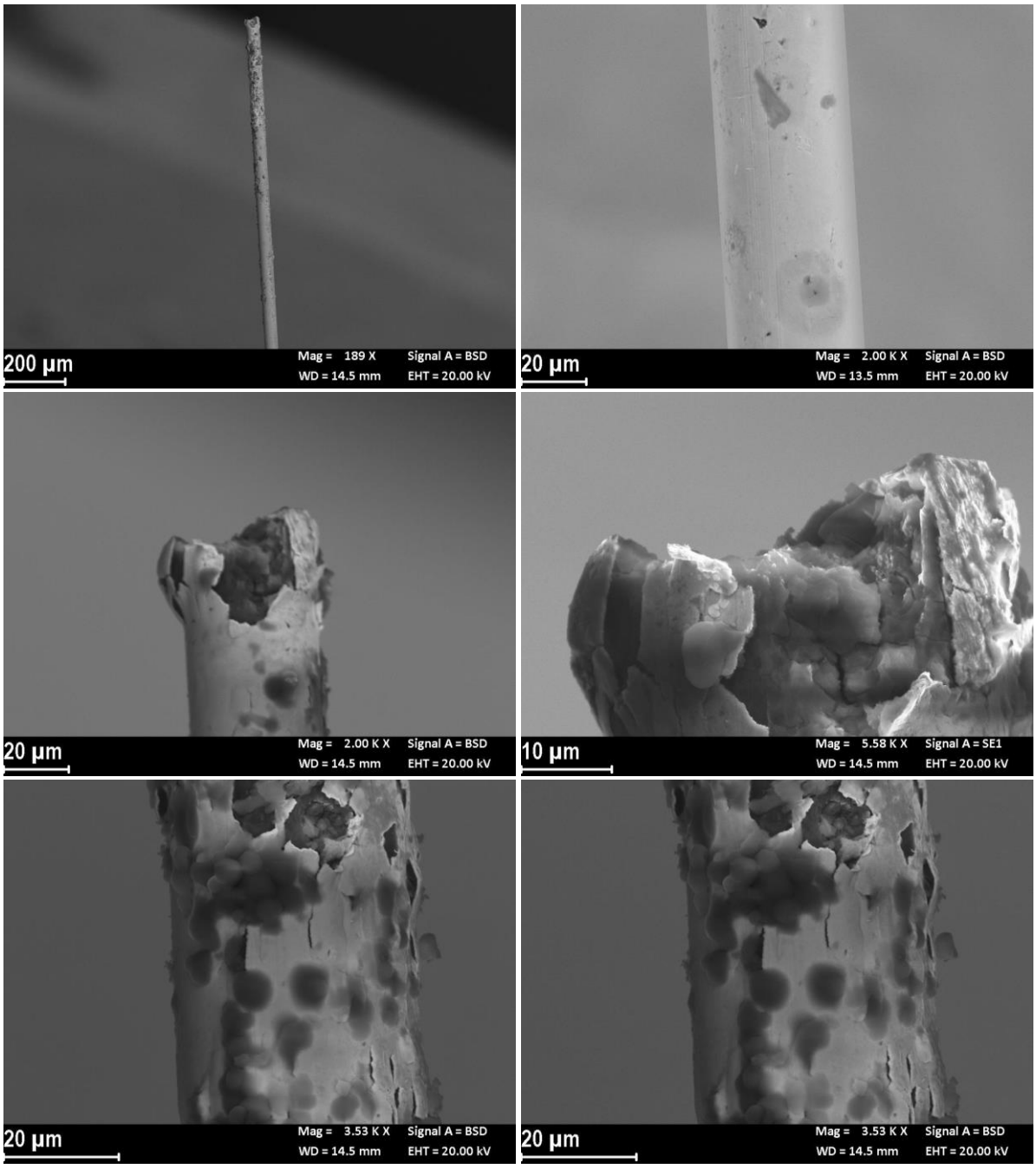
Filo 3


20 µm
Mag = 4.66 K X
WD = 10.0 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 2.00 K X
WD = 10.0 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 2.01 K X
WD = 12.5 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV

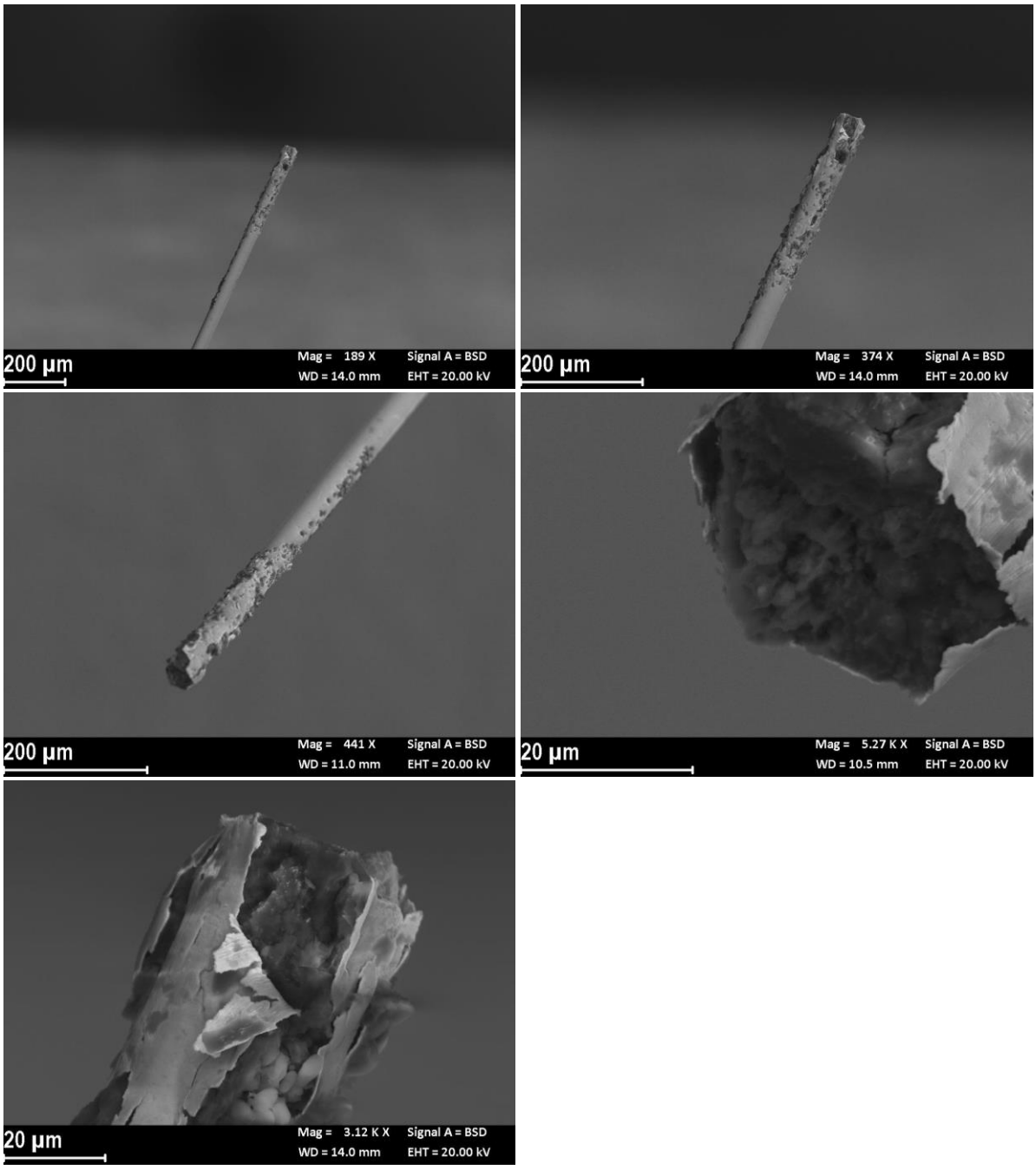
Filo 4


100 µm
Mag = 1.56 K X
Signal A = BSD
WD = 11.5 mm
EHT = 20.00 kV
100 µm
Mag = 1.30 K X
Signal A = BSD
WD = 13.0 mm
EHT = 20.00 kV

Filo 5


200 µm
Mag = 189 X
WD = 14.5 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 2.00 K X
WD = 13.5 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 2.00 K X
WD = 14.5 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
10 µm
Mag = 5.58 K X
WD = 14.5 mm
Signal A = SE1
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 3.53 K X
WD = 14.5 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 3.53 K X
WD = 14.5 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV

Filo 6


200 µm
Mag = 189 X
WD = 14.0 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
200 µm
Mag = 374 X
WD = 14.0 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
200 µm
Mag = 441 X
WD = 11.0 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 5.27 K X
WD = 10.5 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV
20 µm
Mag = 3.12 K X
WD = 14.0 mm
Signal A = BSD
EHT = 20.00 kV