

ITALIAN PATENT OFFICE

Document No.

102012902083314A1

Publication Date

20140313

Applicant

SYSTEM OPTIMAL SOLUTION S.R.L.

Title

ELEMENTO PER LA REALIZZAZIONE DI REPLICHE DI INDAGINI
SUPERFICIALI DI MATERIALI E METODO ATTO A REALIZZARE TALI INDAGINI

DESCRIZIONE

del brevetto per invenzione industriale avente titolo
"ELEMENTO PER LA REALIZZAZIONE DI REPLICHE IN
INDAGINI SUPERFICIALI DI MATERIALI E METODO ATTO A
5 REALIZZARE TALI INDAGINI" di

SYSTEM OPTIMAL SOLUTION S.R.L., Via Antonio Quaranta,
19 - 70131 BARI (BA).

Inventori designati: SASSANELLI Michelangelo e D'OVIDIO
Francesco Domenico.

10

CAMPO TECNICO DELL'INVENZIONE

La presente invenzione si colloca nel campo tecnico delle
indagini superficiali di materiali.

In particolare, la presente invenzione si colloca nel campo
15 tecnico delle indagini superficiali non distruttive dei
materiali.

Più precisamente l'invenzione si colloca nel campo tecnico
dell'indagine metallografica condotta sulle superfici di
materiali metallici, comunemente nota come metodica della
20 replicazione.

DESCRIZIONE DELLO STATO DELLA TECNICA

Sono generalmente noti impianti in cui i componenti che lo
costituiscono sono esposti a stress meccanici derivanti dalle
particolari condizioni di impiego, come ad esempio elevate
25 temperature e/o pressioni.

Secondo la tecnica nota, tali componenti sono periodicamente sottoposti a controlli atti a valutarne la vita residua di esercizio.

Tali controlli sono opportunamente di tipo non distruttivo e
5 vengono realizzati sulla superficie del componente da controllare.

Un sistema di controllo noto consiste nella metodica della replicazione, che è una tecnica di controllo utilizzata per indagini metallografiche condotte "in campo", in grado di
10 eseguire una copia della microstruttura della superficie metallica. La metodica della replicazione è quindi una tecnica di controllo in grado di realizzare un'indagine metallografica su componenti di impianto, senza eseguire campionamenti distruttivi. Il metodo di controllo mediante
15 replica metallografica è impiegato nella valutazione dello stato microstrutturale di un componente sottoposto a pressione, impiegato in condizioni di scorrimento viscoso.

La metodica della replicazione consiste prima nel porre un elemento in mutuo contatto con la superficie opportunamente
20 preparata del componente metallico da analizzare, e poi nell'applicare una pressione su detto elemento, al fine di impressionare maggiormente sull'elemento stesso, la microstruttura del componente sottoposto ad analisi, ottenendo così la così detta "replica".

25 La successiva osservazione della replica con opportuni

strumenti, come ad esempio un microscopio ottico metallografico (LOM) o mediante un microscopio a scansione elettronica (SEM), consente la valutazione morfologica e cavitazionale del materiale, così da poterne definire, unitamente ad altre tecniche di indagine non distruttive, il grado di danno dovuto allo scorrimento viscoso.

Una prima tecnica nota di realizzazione di una replica prevede l'impiego di un elemento costituito da un film plastico di acetato di cellulosa.

Tale metodica di replicazione prevede dapprima la preparazione di una piazzola di prelievo sulla superficie del componente metallico da analizzare. La preparazione di tale piazzola consiste in: una lieve abrasione superficiale del componente mediante l'utilizzo di carte abrasive a granulometria decrescente; una successiva fase di lucidatura, impiegando sospensioni diamantate a granulometria decrescente; un lavaggio ed infine un attacco chimico con una opportuna soluzione.

Dopo l'attacco chimico, la piazzola di prelievo della superficie del campione da analizzare viene bagnata con acetone. Si adagia quindi il film plastico di acetato (elemento) attendendo alcuni minuti fino a completa essiccazione.

Segue quindi il distacco del film plastico di acetato di cellulosa ottenendo la replica del campione metallico da

analizzare.

La replica è poi adagiata su un vetrino da microscopia. Prima dell'osservazione al microscopio, sia ottico che elettronico, le repliche in acetato vengono metallizzate con
5 oro.

Una seconda metodica di replicazione nota prevede l'impiego di un elemento composto in resina a base siliconica.

La replica è realizzata ponendo una piccola quantità del
10 composto sulla superficie metallica, applicata mediante una pistola erogatrice con un dosatore/mescolatore meccanico. In seguito è adagiato un foglio di supporto, lucido dal lato a contatto con la resina. Il supporto aiuta nell'operazione di modellare lo spessore della resina, completandone così la
15 stesura sulla superficie. Dopo un opportuno tempo di solidificazione, la resina, adesa al foglio di supporto, viene staccata dalla superficie ottenendo la replica del campione metallico da analizzare.

La replica è poi adagiata su un vetrino da microscopia,
20 facendo aderire la faccia opposta a quella che è stata a contatto con la superficie metallica. Il foglio di supporto è fissato ai bordi con nastro adesivo affinché sia ben disteso. La replica così preparata è già pronta per l'osservazione diretta al microscopio ottico, poiché nella formulazione sono
25 presenti delle polveri metalliche finemente disperse, in grado

di fornire un buon contrasto. Le repliche in resina per l'osservazione al microscopio elettronico sono, come ricordato in precedenza, metallizzate con oro.

5 Tale metallizzazione svolge sia la funzione di ridurre l'effetto di carica elettrostatica sulla superficie della replica sia di dissipare il calore prodotto dalla scansione stessa, stabilizzando la resina dall'effetto degradante del fascio elettronico del microscopio.

10 Le metodologie di replicazione di tipo noto presentano tuttavia alcuni inconvenienti.

Un primo inconveniente delle metodologie di replicazione note è costituito dal fatto che le repliche mostrano delle limitazioni nel riprodurre fedelmente la microstruttura delle leghe metalliche.

15 Un altro inconveniente legato alla metodica di replicazione in acetato di cellulosa deriva dalla difficoltà di utilizzo dei fogli di acetato di cellulosa. Detti fogli sono difficili da applicare, ciò a causa anche delle condizioni ambientali o dalla scarsa accessibilità del componente d'impianto su cui il foglio deve
20 essere applicato.

Un altro inconveniente della metodica di replicazione in acetato di cellulosa è costituito dal fatto che essa replica solo la topologia superficiale del campione da analizzare, evidenziandone quindi solo i macro difetti.

25 Un altro inconveniente legato alla metodica di replicazione a

base di resine è costituito dal fatto di essere poco soggetta ad una standardizzazione operativa.

Un ulteriore inconveniente è costituito dal fatto che essa presenta modeste capacità di replicazione che determinano una limitazione alla sua osservazione con tecniche di
5 microscopia avanzate. Infatti, le cosiddette immagini di volume della replica, ottenute con tale tecnica, non presentano una risoluzione ed una profondità d'immagine sufficiente per ottenere un dettaglio microstrutturale tale da
10 consentire l'indagine di interesse.

Un ulteriore inconveniente legato alla metodica di replicazione di tipo noto è costituito dalla scarsa planarità della replica in resina e dal fatto che il suo spessore non è ben definito, fattori che rendono difficile ottenere un campo
15 totalmente a fuoco durante l'osservazione microscopica.

Un altro inconveniente legato alla metodica di replicazione di tipo noto è costituito dal fatto di consentire solamente l'individuazione di macro-difetti del materiale in esame. La metodica di replicazione di tipo noto non consente, pertanto,
20 una analisi dettagliata di fenomeni fisici che consenta di prevedere l'insorgenza di condizioni critiche premonitrici in quanto operanti a scale dimensionali troppo elevate e su fenomeni fisici non correlati con i meccanismi di evoluzione microstrutturale di interesse.

25 Un altro inconveniente della tecnica nota è costituito dalla

complessità nell'attuazione della procedura di replicazione.

Lo scopo principale della presente invenzione è quindi quello di risolvere almeno in parte gli inconvenienti che caratterizzano le soluzioni note e di proporre un metodo
5 alternativo a dette soluzioni.

In particolare, uno scopo della presente invenzione è quello di provvedere un elemento atto a realizzare una replica estrattiva di una superficie di un materiale da analizzare in cui le caratteristiche della superficie da analizzare vengano
10 duplicate e preservate con un livello di dettaglio microstrutturale nettamente maggiore rispetto alle repliche di tipo noto.

Un altro scopo della presente invenzione è di provvedere un elemento atto a realizzare una replica estrattiva di una
15 superficie di un materiale da analizzare in cui l'analisi strumentale presenti una risoluzione ed una sensibilità maggiore rispetto alle tecniche di tipo noto.

SOMMARIO DELLA PRESENTE INVENZIONE

La presente invenzione si basa sulla considerazione
20 generale che si possa ottenere una replica estrattiva superficiale, ovvero di estrarre alcuni elementi (precipitati) presenti nella superficie da esaminare. Una ulteriore considerazione generale su cui si basa la presente invenzione è che una replica estrattiva superficiale di
25 materiale da analizzare può essere efficacemente effettuata

mediante l'impiego di un materiale quale l'indio o l'ossido di indio che permette di ottenere una replica estrattiva.

In un suo primo aspetto, la presente invenzione si riferisce, pertanto, ad un elemento per la realizzazione di una replica
5 estrattiva superficiale di un materiale da analizzare, detto elemento comprendendo uno strato atto ad essere posto a contatto con una zona superficiale di detto materiale da analizzare per la memorizzazione delle caratteristiche di detto materiale da analizzare, in cui detto strato comprende
10 indio o ossido di indio.

In una preferita forma realizzativa, lo strato comprende un film in materiale metallico.

Preferibilmente il film è flessibile.

Opportunamente, l'elemento comprende inoltre una porzione
15 di supporto per lo strato comprendente indio o ossido di indio.

Preferibilmente, la porzione di supporto comprende un materiale conduttore.

In una preferita forma realizzativa, la porzione di supporto
20 comprende materiali metallici quali ad esempio l'alluminio.

In altre forme di realizzazione la porzione di supporto comprende un materiale conduttore, anche non metallico, quale ad esempio un polimero conduttore.

In ulteriori forme di realizzazione la porzione di supporto
25 comprende un materiale polimerico.

Preferibilmente tale porzione di supporto è flessibile.

Vantaggiosamente, nella replica estrattiva elementi superficiali del materiale da analizzare, preferibilmente precipitati, vengono estratti e aderiscono allo strato
5 comprendente indio o ossido di indio.

Vantaggiosamente, il materiale da analizzare è un materiale metallico.

Ancora più vantaggiosamente, il materiale metallico da analizzare comprende acciaio.

10 Preferibilmente, in particolare, detto materiale comprende:

- superleghe a base Ni, Co, da tecnologie di solidificazione direzionale e monocristallina, leghe intermetalliche, rivestimenti spessi e sottili (es. PTA, HVOF, CVD/PVD), anche di tipo ceramico (es. barriere termiche);
- 15 - materiali resistenti alla corrosione ed ossidazione ad alta e altissima temperatura;
- materiali resistenti a creep, fatica-creep, usura erosiva, ossidazione/corrosione VHT ecc;
- materiali con elevata stabilità microstrutturale nel tempo,
20 anche in regimi transitori;
- saldatura Tig, Mig, Plasma, Laser, a fascio elettronico, ad elettrodo rivestito, arco sommerso, ossiacetilenico, ecc;
- analisi di soluzioni idonee a superare testing iterativi materiale/componente per verifica affidabilità;
- 25 - materiali ceramici (refrattari con elevata resistenza a T di

picco molto elevata, ecc), metallo ceramici per applicazioni speciali;

- sistemi di raffreddamento;

5 - acciai e leghe speciali resistenti a creep e fatica-creep fino a temperature di 700/720°C (e oltre);

- materiali resistenti all'ossidazione/corrosione a caldo (es. super austenitici, leghe di Nichel), sia come soluzioni "massive" che "rivestimenti multi-strato" Coating Design. -

10 - acciai tipo martensitici, ferritici, austenitici, austeno-ferritici (duplex o super duplex), indurenti per precipitazione;

- superleghe a base nichel, base cobalto, base ferro-cobalto, base ferro-nichel, base iridio, superleghe ODS;

15 - ceramici refrattari e intermetallici come barriere termiche e per la componentistica del carburante del reattore.

In un suo secondo aspetto, la presente invenzione concerne un kit comprendente un involucro ed un elemento per la realizzazione di una replica estrattiva del tipo sopra descritto, detto involucro essendo atto a creare un ambiente
20 protetto da agenti esterni che potrebbero danneggiare o contaminare lo strato comprendente indio o ossido di indio di detto elemento.

In un suo terzo aspetto, la presente invenzione concerne un metodo per realizzare una replica estrattiva superficiale di
25 un materiale da analizzare, detto metodo comprendendo una

fase di posizionamento di un elemento a contatto con una zona superficiale di detto materiale da analizzare per la memorizzazione delle caratteristiche microstrutturali di detto materiale da analizzare ed una fase di rimozione di detto
5 elemento; in cui detto elemento è un elemento secondo quanto descritto precedentemente.

Secondo una forma preferita di realizzazione, il metodo comprende una fase in cui l'elemento viene pressato contro detta zona superficiale ad una pre-determinata pressione.

10 Vantaggiosamente, durante la fase di posizionamento dell'elemento a contatto con la zona superficiale del materiale da analizzare elementi superficiali del materiale da analizzare, preferibilmente precipitati, vengono estratti e aderiscono a detto strato comprendente indio o ossido di
15 indio.

Preferibilmente, il metodo comprende una fase preliminare di preparazione della zona superficiale.

Vantaggiosamente, tale fase preliminare comprende almeno una tra le seguenti operazioni: abrasione, lucidatura,
20 pulitura tramite lavaggio o attacco chimico.

Preferibilmente, il materiale da analizzare è un materiale metallico.

Ancora più preferibilmente, il materiale metallico da analizzare comprende acciaio.

25 Preferibilmente, in particolare, detto materiale comprende:

- superleghe a base Ni, Co, da tecnologie di solidificazione direzionale e monocristallina, leghe intermetalliche, rivestimenti spessi e sottili (es. PTA, HVOF, CVD/PVD), anche di tipo ceramico (es. barriere termiche);
- 5 - materiali resistenti alla corrosione ed ossidazione ad alta e altissima temperatura;
- materiali resistenti a creep, fatica-creep, usura erosiva, ossidazione/corrosione VHT ecc;
- materiali con elevata stabilità microstrutturale nel tempo, anche in regimi transitori;
- 10 - saldatura Tig, Mig, Plasma, Laser, a fascio elettronico, ad elettrodo rivestito, arco sommerso, ossiacetilenico, ecc;
- analisi di soluzioni idonee a superare testing iterativi materiale/componente per verifica affidabilità;
- 15 - materiali ceramici (refrattari con elevata resistenza a T di picco molto elevata, ecc), metallo ceramici per applicazioni speciali;
- sistemi di raffreddamento;
- acciai e leghe speciali resistenti a creep e fatica-creep fino a temperature di 700/720°C (e oltre);
- 20 - materiali resistenti all'ossidazione/corrosione a caldo (es. super austenitici, leghe di Nichel), sia come soluzioni "massive" che "rivestimenti multi-strato" Coating Design.
- acciai tipo martensitici, ferritici, austenitici, austeno-
- 25 ferritici (duplex o super duplex), indurenti per

precipitazione;

- superleghe a base nichel, base cobalto, base ferro-cobalto,
base ferro-nichel, base iridio, superleghe ODS;

- ceramici refrattari e intermetallici come barriere termiche e
5 per la componentistica del carburante del reattore.

In un suo ulteriore aspetto, la presente invenzione concerne
un metodo per l'analisi di una replica estrattiva superficiale
comprendente una fase di realizzazione di una replica
estrattiva superficiale di un materiale da analizzare ed una
10 fase di indagine tramite strumentazione di detta replica
estrattiva superficiale, in cui detta replica estrattiva
superficiale è ottenuta tramite il metodo descritto
precedentemente.

Preferibilmente, la fase di indagine tramite strumentazione
15 comprende almeno una tra le indagini del gruppo
comprendente: analisi al microscopio ottico, analisi al
microscopio elettronico, analisi al diffrattometro.

In un altro aspetto, la presente invenzione concerne l'uso
dell'indio o dell'ossido di indio in un metodo per realizzare
20 una replica estrattiva superficiale di un materiale da
analizzare.

In un ulteriore aspetto, la presente invenzione concerne
l'uso dell'indio o dell'ossido di indio per la estrazione e/o
memorizzazione delle caratteristiche macro e microstrutturali
25 superficiali di un materiale in un metodo di indagine

superficiale di un materiale da analizzare.

BREVE DESCRIZIONE DELLE FIGURE

Ulteriori vantaggi, obiettivi e caratteristiche nonché forme di realizzazione della presente invenzione sono definiti nelle
5 rivendicazioni e saranno chiariti nel seguito per mezzo della descrizione seguente, nella quale è fatto riferimento alle tavole di disegno allegate; nei disegni, caratteristiche e/o parti componenti corrispondenti o equivalenti della presente invenzione sono identificate dagli stessi numeri di
10 riferimento. In particolare, nelle figure:

- la figura 1 rappresenta un elemento per la realizzazione di repliche in indagini superficiali di materiali secondo una preferita forma realizzativa dell'invenzione;
- le figure da 2 a 4 rappresentano alcune fasi del metodo di
15 realizzazione di una replica utilizzando l'elemento di figura 1 secondo una preferita forma realizzativa del metodo dell'invenzione;
- la figura 5 rappresenta una fase del metodo di analisi della replica ottenuta con le fasi illustrate nelle precedenti
20 figure da 2 a 4;
- le figure da 6 a 8 mostrano alcune immagini ad alta risoluzione della morfologia e topologia superficiale ottenute dall'indagine al SEM di una replica estrattiva realizzata secondo la metodica dell'invenzione;
- 25 - le figure da 9 a 11 mostrano rispettivamente gli spettri

ottenuti mediante microanalisi puntuale della replica estrattiva secondo metodica dell'invenzione con una sonda EDS;

- le figure 12 e 13 mostrano rispettivamente lo spettro sovrapposto dell'indio con quello della fase di Laves e quello dell' indio con lo spettro degli Mx;
- la figura 14 mostra lo spettro caratteristico dell'indio.

DESCRIZIONE DETTAGLIATA DELLA PRESENTE INVENZIONE

10 Mentre nella descrizione seguente relativa alle figure verrà esposta una forma di realizzazione particolare della presente invenzione, risulta chiaro che la presente invenzione non è limitata a tale forma particolare di realizzazione, ma piuttosto, la forma particolare di realizzazione di seguito
15 descritta chiarisce diversi aspetti della presente invenzione, lo scopo e la portata della quale sono definiti dalle rivendicazioni.

La presente invenzione si è rivelata particolarmente vantaggiosa quando applicata all'indagine metallografica
20 condotta sulle superfici di materiali metallici, più in particolare acciaio, tecnica nota come metodica della replicazione.

Va comunque puntualizzato che la presente invenzione non è limitata all'indagine metallografica di superfici di materiali
25 metallici. Al contrario, la presente invenzione trova

conveniente applicazione in tutti i casi che prevedono l'indagine superficiale di materiali di cui si necessiti valutare lo stato fisico e la vita utile di utilizzo, come ad esempio:

- 5 - superleghe a base Ni, Co, da tecnologie di solidificazione direzionale e monocristallina, leghe intermetalliche, rivestimenti spessi e sottili (es. PTA, HVOF, CVD/PVD), anche di tipo ceramico (es. barriere termiche);
- materiali resistenti alla corrosione ed ossidazione ad alta e altissima temperatura;
- 10 - materiali resistenti a creep, fatica-creep, usura erosiva, ossidazione/corrosione VHT ecc;
- materiali con elevata stabilità microstrutturale nel tempo, anche in regimi transitori;
- saldatura Tig, Mig, Plasma, Laser, a fascio elettronico, ad elettrodo rivestito, arco sommerso, ossiacetilenico, ecc;
- 15 - analisi di soluzioni idonee a superare testing iterativi materiale/componente per verifica affidabilità;
- materiali ceramici (refrattari con elevata resistenza a T di picco molto elevata, ecc), metallo ceramici per applicazioni speciali;
- 20 - sistemi di raffreddamento;
- acciai e leghe speciali resistenti a creep e fatica-creep fino a temperature di 700/720°C (e oltre);
- materiali resistenti all'ossidazione/corrosione a caldo (es. super austentici, leghe di Nichel), sia come soluzioni
- 25

"massive" che "rivestimenti multi-strato" Coating Design.

- acciai tipo martensitici, ferritici, austenitici, austeno-ferritici (duplex o super duplex), indurenti per precipitazione;

5 - superleghe a base nichel, base cobalto, base ferro-cobalto, base ferro-nichel, base iridio, superleghe ODS;

- ceramici refrattari e intermetallici come barriere termiche e per la componentistica del carburante del reattore.

In figura 1 è mostrato un elemento 1 per la realizzazione di
10 una replica estrattiva superficiale di un materiale da analizzare secondo una preferita forma di realizzazione della presente invenzione.

Nelle figure da 2 a 4 è poi mostrata e descritta la metodologia di impiego di tale elemento 1 per realizzare una
15 replica estrattiva superficiale 50 del materiale da analizzare secondo una preferita forma di realizzazione dell'invenzione.

Con il termine "replica estrattiva superficiale" si intende un elemento in cui viene eseguita una copia, o replica, della micro-struttura della superficie del materiale da analizzare in
20 grado di evidenziare le strutture sia topologiche che microstrutturali, operando in tal modo a scale dimensionali elevate e su fenomeni fisici correlabili con meccanismi di evoluzione microstrutturali.

L'analisi della replica estrattiva consente pertanto la
25 valutazione dello strato macrostrutturale (analisi di

bordograno, porosità, presenza di difetti, presenza di fasi microstrutturali: ferrite, martensite, bainite, stati inclusionali), e microstrutturale fine (analisi ancora più approfondita fino alla risoluzione della struttura del metallo, delle dislocazioni, alla fine dispersione dei precipitati) di un componente sottoposto a pressione ed impiegato in condizioni di scorrimento viscoso, ai fini della valutazione della vita residua.

L'elemento 1, secondo la presente invenzione, comprende preferibilmente uno strato 2 comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3).

Nella forma realizzativa preferita, lo strato 2 comprende preferibilmente un film di materiale metallico comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3).

Preferibilmente, lo strato 2 risulta flessibile in modo tale da risultare deformabile per rendere agevole la sua applicazione sulla superficie del materiale da analizzare, come descritto meglio in seguito.

Lo strato 2 presenta, pertanto, una sua faccia in vista 3 atta ad essere posta in contatto con la superficie del materiale da analizzare.

Sempre secondo la forma realizzativa preferita dell'invenzione, allo strato 2 è associato una porzione di supporto 4.

Tale porzione di supporto 4 presenta sostanzialmente la

stessa estensione dello strato 2 e comprende, preferibilmente, uno strato di materiale conduttore, preferibilmente metallico, quale ad esempio l'alluminio, il rame, ecc. Ancora preferibilmente detto materiale è
5 sufficientemente rigido per supportare le pressioni necessarie ad ottenere la replica estrattiva. In un ulteriore forma di realizzazione detto strato può essere realizzato in materiale plastico.

Preferibilmente, la porzione di supporto 4 risulta flessibile in
10 modo tale da risultare deformabile per rendere agevole l'applicazione dell'elemento 1 sulla superficie del materiale da analizzare, come descritto meglio in seguito.

In varianti realizzative, tuttavia, la porzione di supporto 4 potrà essere realizzata differentemente e comprendere un
15 qualsiasi materiale atto a fungere da supporto per lo strato 2 comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3).

Ad esempio, la porzione di supporto 4 può comprendere uno strato di materiale conduttore, preferibilmente metallico, quale ad esempio l'alluminio, il rame, ecc. Ancora
20 preferibilmente detto materiale è sufficientemente rigido per supportare le pressioni necessarie ad ottenere la replica estrattiva.

Ancora preferibilmente, secondo la forma realizzativa preferita dell'invenzione, all'elemento 1 è associato un
25 involucro in forma di capsula atto a realizzare un ambiente

protetto che avvolge lo strato 2 con indio (In) o ossido di indio (In_2O_3).

Con riferimento alle figure da 2 a 4 è di seguito descritta una prima forma realizzativa del metodo di indagine secondo una preferita forma realizzativa dell'invenzione che utilizza
5 l'elemento 1 sopra descritto.

Il componente da analizzare C è mostrato in forma di tubo. Tale componente può essere costituito, ad esempio, da un componente critico di un impianto, come un tubo di uscita
10 appartenente ad un generatore di vapore.

Il materiale del componente C da analizzare è costituito preferibilmente da acciaio, più precisamente da acciai di tipo martensitici, ferritici, austenitici, austeno-ferritici (duplex o super duplex), indurenti per precipitazione.

15 Invarianti realizzative, tuttavia, il componente da analizzare potrebbe essere costituito da un qualsiasi altro materiale metallico o, ancora più in generale, comprendere uno dei materiali sopra elencati.

Una prima fase del metodo di indagine secondo la presente
20 invenzione, prevede la preparazione di una zona 20 della superficie esterna del componente C.

La preparazione della zona superficiale 20 può avvenire sia manualmente che con l'ausilio di opportune apparecchiature, preferibilmente apparecchiature portatili ed utilizzabili in
25 loco sul componente C da analizzare.

La preparazione della zona superficiale 20 prevede, preferibilmente, una fase di pulizia meccanica e/o di pulizia elettrochimica.

In quest'ultimo caso, la fase dovrà essere effettuata facendo particolare attenzione a non rovinare la superficie da
5 analizzare causando creep o porosità.

La preparazione della zona superficiale 20 ha l'obiettivo di ottenere una superficie che sia priva di deformazioni, crepe, pulendo i difetti, e tutti gli eventuali pits. Inoltre tale
10 preparazione ha lo scopo di rimuovere gli elementi che potrebbero inficiare l'osservazione delle strutture microstrutturali e cristalline della superficie in esame.

La preparazione della zona superficiale 20 è realizzata preferibilmente impiegando una strumentazione portatile
15 dotata di una testa rotante, a velocità di giri variabile, su cui poter applicare piccoli dischi di carta abrasiva a granulometria decrescente. Sulla stessa testa rotante sono poi applicati dei panni per la lucidatura, impiegando sospensioni diamantate a granulometria decrescente. Ad
20 ogni passaggio delle carte o dei panni la superficie è opportunamente lavata con alcool e/o acetone. La zona superficiale 20, in seguito indicata come zona di prelievo 20, una volta lucidata, è preferibilmente attaccata chimicamente con una soluzione chimica appropriata a seconda del
25 campione di materiale da sottoporre a replicazione.

In varianti realizzative, la preparazione della zona di prelievo 20 potrà essere realizzata differentemente ed in modo tale da preparare la superficie al successivo passo.

5 Durante le suddette operazioni, la qualità della superficie della zona di prelievo 20 è preferibilmente controllata mediante l'uso di un microscopio di campo portatile.

Alla fase di preparazione della zona di prelievo 20, indicata in figura 2, segue una fase di applicazione dell'elemento 1 sulla zona di prelievo 20, come indicato in figura 3.

10 L'elemento 1 viene dapprima prelevato, qualora presente, dalla capsula ove è protetto da agenti esterni che potrebbero danneggiarlo o contaminarlo.

L'elemento 1 è quindi applicato con la sua superficie in vista 3 sulla zona di prelievo 20.

15 Le caratteristiche di flessibilità dell'elemento 1 consente, vantaggiosamente, che esso si adatti alla forma non planare della superficie esterna del componente C.

20 Preferibilmente, l'elemento 1 è applicato sulla zona di prelievo 20 mediante una opportuna pressione esercitata sull'elemento 1 medesimo.

Preferibilmente, la pressione è funzione del tipo di materiale di cui il campione è realizzato.

Tale pressione è esercitata preferibilmente sulla porzione di supporto 4.

25 L'applicazione di tale pressione permette di ottenere

un'ottima planarità e quindi un'ottima adesione superficiale nonché topologica dell'elemento al campione C. Ciò grazie alla flessibilità e/o plasticità della porzione di supporto 4 che, pressata, si adatta alla forma della superficie del
5 campione C. L'elemento 1 quindi si modella ed assume una forma topologicamente analoga alla zona di prelievo 20. In altre parole, l'elemento 1, cioè lo strato con indio 2 e la porzione di supporto 4, si adattano alla forma e/o alle caratteristiche superficiali del componente da analizzare.

10 Si è potuto verificare che durante l'applicazione della pressione, la superficie in vista 3 dello strato con indio 2 viene impressionata, ovvero memorizza ed estrae la macrostruttura topologica e la microstruttura fine del materiale di cui è costituito il componente C, realizzando la
15 replica estrattiva 50 della superficie del materiale da analizzare.

Grazie alla presenza di indio (In) o ossido di indio (In_2O_3) nello strato 2, vantaggiosamente, si ha l'estrazione dei precipitati.

20 Infatti, l'indio ha dimostrato la sua capacità di estrarre i precipitati presenti sul campione da esaminare. Più in particolare, i precipitati vengono estratti dal campione (quali ad esempio fasi di Laves, M_{23}C_6 , Mx) e rimangono "appiccicati" all'indio. In altre parole, detti precipitati
25 vengono estratti dal campione C e rimangono, almeno in

alcune percentuali significative, incollati/intrappolati/adesi allo strato 2 con indio. Per tale ragione, la tipologia di replica attuabile con il metodo/elemento dell'invenzione è detta replica estrattiva.

5 La replicazione estrattiva a base di indio presenta ulteriori notevoli vantaggi. In particolare l'indio, grazie:

- alle sue eccezionali caratteristiche chimico-fisiche (o meccaniche);

- al suo basso punto di fusione;

10 - al fatto di essere molto tenero e duttile (può essere scalfito ed impressionato anche a bassissima temperatura);

- alla sua una notevole plasticità (tanto da poter essere deformato indefinitamente per compressione e di presentare il fenomeno della bagnabilità per semplice
15 pressione a freddo e in grado quindi di saldarsi su superfici metalliche e non, quali vetro ceramica, ecc), permette di ottenere delle repliche estrattive che consentono di indagare più approfonditamente il campione in esame.

20 Inoltre l'indio essendo un semiconduttore consente vantaggiosamente di evitare la fase di metallizzazione della replica. Infatti, i campioni che devono essere osservati al SEM per la determinazione della morfologia e della
microstruttura devono essere montati e trattati in modo
25 opportuno. Nelle tecniche di replicazione di tipo noto il

campione qualora non sia conduttivo per propria natura, come ad esempio precedentemente descritto, deve essere reso conduttivo almeno nel suo strato superficiale mediante ricopertura con un sottile strato d'oro (coating o metallizzazione). La ricopertura superficiale ad esempio in oro delle repliche di tipo noto rende quasi impossibile l'osservazione di immagini ad alta risoluzione della microstruttura fine (ad esempio: fasi di Laves, $M_{23}C_6$, Mx), o di immagini con correlazione alla composizione elementare della superficie, o analisi chimica semiquantitativa del campione, perché gli spettri di emissione caratteristici dei materiali superficiali utilizzati per la metallizzazione si sovrappongono agli spettri caratteristici degli elementi costituenti la microstruttura del campione (ad esempio i precipitati). Va inoltre osservato che l'indio oltre ad essere un semiconduttore con caratteristiche chimico-fisiche ben determinate, ha uno spettro caratteristico che non si sovrappone alle righe spettrali di emissione dei precipitati, come vedremo meglio nel seguito della descrizione. Ciò permette vantaggiosamente di effettuare indagini al SEM-EDS o XRD nettamente più efficaci rispetto alle tecniche di replicazione di tipo note, in grado quindi di cogliere il dettaglio microstrutturale fine. Queste ed altre caratteristiche chimico-fisiche rendono l'indio un materiale tale da poter essere impegnato per ottenere gli scopi prefissi

della presente invenzione, ovvero esso permette di realizzare la nuova metodica di replicazione estrattiva ed un elemento per la realizzazione di repliche come descritti nella presente domanda.

5 Grazie alle suddette caratteristiche vantaggiose dell'indio, si è pertanto sorprendentemente verificato che l'indio è particolarmente adatto ad essere utilizzato per la realizzazione di repliche estrattive.

Dopo un opportuno tempo di pressione, la replica 50 viene
10 rimossa dalla zona di prelievo 20, come mostrato in fig. 4.

Preferibilmente, la rimozione avviene avendo cura di utilizzare un movimento regolare. La replica 50 viene poi preferibilmente incapsulata.

La replica 50 così preparata è pronta per l'osservazione
15 diretta attraverso un opportuna strumentazione S, come indicato schematicamente in figura 5.

In una prima forma realizzativa, la replica 50 è sottoposta ad una indagine tramite microscopio ottico.

Mediante l'indagine al microscopio ottico è possibile
20 osservare e determinare le dimensioni dei grani del campione sottoposto ad analisi e la loro omogeneità dimensionale, il grado di incrudimento e di ricristallizzazione, la presenza di composti di precipitazioni su bordo grano, di cricche, porosità o lesioni, presenza di
25 diverse fasi (ad esempio fasi di Laves, nei limiti

naturalmente della risoluzione ottica del microscopio ottico), nonché la presenza e l'entità di fenomeni di corrosione.

Vantaggiosamente, l'osservazione della replica 50 secondo l'invenzione presenta una risoluzione ed una sensibilità
5 maggiore rispetto alle osservazioni che impiegano repliche secondo le tecniche note.

In una differente forma realizzativa, la replica 50 è sottoposta ad una indagine tramite microscopio elettronico.

In tal caso, vantaggiosamente, la replica 50 non necessita di
10 alcun processo di metallizzazione, in quanto, come precedentemente detto, la replica estrattiva proposta è già per sua natura conduttiva, a temperatura ambiente.

Ciò consente di evitare una fase di preparazione nell'indagine rispetto alle tecniche di tipo, semplificando in
15 tal modo la procedura di indagine stessa rendendola più rapida ed economica.

Mediante tale indagine, ancora vantaggiosamente, la replica estrattiva secondo l'invenzione consente di studiare in
maniera fine la microstruttura del campione replicato, tanto
20 da essere in grado di rilevare con un elevato grado di precisione diverse tipologie di precipitati es: $M_{23}C_6$, Mx, fasi di Laves, Z fasi, classi di precipitazione per dimensione media, composizione chimica del precipitato, nucleazione e crescita di nuove fasi "Laves" (attualmente non rilevabili con
25 metodica di replicazione tradizionale).

Ancora vantaggiosamente, mediante l'osservazione al SEM-EBSD, al SEM-EDS o al XRD della replica secondo l'invenzione è possibile mettere in evidenza la distribuzione dimensionale delle fasi di Laves degli $M_{23}C_6$ ed Mx (con diametro medio variabile da 20 a 40 nm per gli Mx ai 5 200/300 micron fasi di Laves) rilevando nel campione di materiale in esame (ad esempio acciaio) un'alta densità delle dislocazioni dei precipitati.

Vantaggiosamente, l'osservazione della replica 50 secondo 10 l'invenzione presenta una risoluzione ed una sensibilità maggiore rispetto alle osservazioni che impiegano repliche secondo le tecniche note.

In una ulteriore forma realizzativa, la replica 50 è sottoposta ad una indagine tramite diffrattometro.

15 In una preferita forma realizzativa dell'invenzione, l'elemento a base indio (In) o ossido di indio (In_2O_3) comprende una porzione di supporto (costituita da un disco di forma e dimensione prestabilite generalmente costituito da materiale a base metallica o polimerica) sul quale viene 20 alloggiato un sottile strato di indio (In) o ossido di indio (In_2O_3) spesso alcuni millimetri. Per impedire il danneggiamento del supporto con indio (In) o ossido di indio (In_2O_3) il tutto viene alloggiato all'interno di capsule (o cartucce). L'elemento a base indio (In) o ossido di indio 25 (In_2O_3) viene posizionato sulla superficie del campione o del

dispositivo da analizzare esercitando una opportuna pressione per il lasso di tempo (circa 10-30 secondi) necessario ad ottenere la replicazione metallografica della superficie in esame. Prima di eseguire la detta procedura, le
5 superfici del campione sono preparate impiegando una procedura standard (ad esempio secondo quanto riportato nelle norme di riferimento UNI) e poi in seguito attaccate con soluzione acide di vario genere a seconda del materiale da esaminare (ad esempio secondo quanto riportato nelle
10 norme di riferimento UNI). Tale metodica di replicazione estrattiva viene quindi eseguita ponendo in mutuo contatto la superficie da analizzare con lo strato comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3).

La metodica di replicazione estrattiva così applicata
15 permette di ottenere un'ottima planarità superficiale (difficilmente ottenibile con le metodiche di replicazione a pellicola di acetato, e resina a base siliconica o polimerica) nonché di assicurare una corretta distribuzione ed equipartizione delle pressioni in prossimità delle superfici di
20 contatto, grazie all'ausilio della porzione di supporto la quale aiuta nell'operazione di guida di modellazione (permette cioè di mantenere costante ed uniforme lo spessore dello strato comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3) in modo tale da non avere porzioni di replica a
25 differente spessore) completandone e assicurandone così la

corretta distribuzione superficiale e topologica sul campione o dispositivo in esame.

Dopo un opportuno tempo di pressione, indicato orientativamente in circa 10-30 secondi, la porzione di
5 supporto con lo strato comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3) viene staccata dalla superficie del campione e/o dispositivo da analizzare, avendo cura di eseguire un movimento lineare e regolare. La replica estrattiva così
ottenuta viene re-incapsulata. La replica estrattiva così
10 ottenuta non necessita di alcuna altra operazione di preparazione consentendo in tal modo l'osservazione diretta al LM, FE-SEM, SEM-EBSD, XRD, o qualsiasi altro dispositivo di analisi.

Vantaggiosamente, la replica secondo l'invenzione riproduce
15 in maniera altamente fedele la microstruttura del materiale tanto da essere indistinguibile dalla superficie metallografica originale: l'osservazione al LOM permette di monitorare con un ottimo grado di affidabilità lo strato macrostrutturale e micro del materiale, mentre l'indagine in microscopia
20 elettronica (SEM-EBSD) consente di approfondire la microstruttura fine del campione allo stesso modo di un campione metallografico.

Ancora vantaggiosamente, la replica estrattiva secondo l'invenzione consente di studiare in maniera fine la
25 microstruttura del campione replicato, tanto da essere in

grado di rilevare con un elevato grado di precisione diverse tipologie di precipitati es: $M_{23}C_6$, Mx, fasi di Laves, Z fasi, classi di precipitazione per dimensione media, composizione chimica del precipitato, nucleazione e crescita di nuove fasi "Laves" (attualmente non rilevabili con metodica di replicazione tradizionale).

Ancora vantaggiosamente, mediante l'osservazione al SEM-EBSD della replica secondo l'invenzione è possibile mettere in evidenza la distribuzione dimensionale delle fasi di Laves degli $M_{23}C_6$ ed Mx (con diametro medio variabile da 20 a 40 nm per gli Mx ai 200/300 micron fasi di Laves) rilevando nel campione di materiale in esame (ad esempio acciaio) un alta densità delle dislocazioni dei precipitati. Le misure ottenute mediante EBSD sono state condotte con passo di 0.15 micron a 20Kv, distanza di lavoro 19 mm, apertura a 120 micron, sonda di corrente tra 0.1 e 1 nA, le mappe sono state ottenute con elettroni retrodiffusi (BSE) fasi di Laves arricchite con Mo, Vn, Nb, sono chiaramente visibili (formazione di subgrani).

Infine sono stati osservati chiaramente precipitati tipo $M_{23}C_6$ principalmente posizionati sul confine, sono stati rilevati anche piccole quantità di Mx finemente distribuiti nelle soluzione solida della matrice.

La metodica di replicazione estrattiva secondo l'invenzione consente vantaggiosamente di ottenere un elevato grado di

informazione ottenibile mediante riproducibilità della macrostruttura e in modo particolare della microstruttura (in quando sede dell'osservazioni dell'evoluzione microstrutturale del materiale in esame). Inoltre tale
5 metodica di replicazione estrattiva permette di utilizzare diverse tecnologie di analisi strumentale non utilizzabili nelle tecniche di tipo noto (per scarsità di informazioni e limitatezza chimico-fisica delle metodiche di replicazione oggi disponibile, ad esempio la replicazione con pellicola di
10 acetato di cellulosa o con resina polimerica, come ampiamente descritto sopra).

A titolo esplicativo, nelle figure 6, 7 ed 8 sono rappresentate immagini ad alta risoluzione della morfologia e topologia superficiale di un campione di acciaio martensitico di grado
15 P91 ottenute al SEM a differenti ingrandimenti di una replica estrattiva ottenuta secondo l'invenzione.

In particolare la figura 6 rappresenta un'immagine ottenuta al SEM ad un ingrandimento di $20\mu\text{m}$ (2000x), mentre le figure 7 ed 8 rappresentano, rispettivamente, due immagini
20 ottenute sempre al SEM ma ad ingrandimenti differenti rispettivamente a $20\mu\text{m}$ (5000x) e $2\mu\text{m}$ (25000x) della medesima replica estrattiva.

Tali immagini permettono di evidenziare come la replica estrattiva ottenuta secondo l'invenzione consenta di
25 apprezzare con grande dettaglio la macro e microstruttura

del campione sottoposto ad analisi. In particolare in figura 8 sono particolarmente evidenti a bordo grano dettagli microstrutturali finemente distribuiti quali fasi di Laves (indicati con 100 in figura), $M_{23}C_6+Mx$ (indicati con 101 in
5 figura), ed infine Laves+Mx (indicati con 102 in figura).

Le figure 9, 10 ed 11 rappresentano, rispettivamente, gli spettri ottenuti mediante analisi chimica semiquantitativa puntuale (microanalisi) del campione con la sonda EDS con la quale è possibile ottenere spettri per identificare la
10 composizione elementare del campione e mappe della distribuzione degli elementi. In particolare, quindi, nelle figure 9, 10 e 11 sono rappresentati gli spettri ottenuti su diverse posizioni puntuali di replica estrattiva, indicati precedentemente nella figura 8 rispettivamente con 100 (fasi
15 di Laves), con 101 ($M_{23}C_6 + Mx$) e con 102 (fasi di Laves+Mx).

In figura 12 sono riportati lo spettro dell'indio (indicato con 200) sovrapposto allo spettro della fase di Laves (indicato con 201) ottenuti su campione con effetto della matrice.

20 Analogamente, in figura 13 sono riportati lo spettro dell'indio (indicato con 200) sovrapposto allo spettro della fase dell'Mx (indicato con 202), ottenuti anch'essi su campione con effetto della matrice.

A titolo puramente esplicativo, lo spettro caratteristico del
25 solo indio è rappresentato in figura 14.

Da tali spettri risulta evidente come i picchi caratteristici dello spettro dell'Indio non si sovrappongono, sostanzialmente, con i picchi caratteristici degli spettri rispettivamente della fasi di Laves, $M_{23}C_6$ ed Mx . Ciò
5 permette quindi di ottenere un'analisi della replica estrattiva ottenuta secondo l'insegnamento della presente domanda di brevetto che non è alterata dalla spettro della matrice del materiale di cui è composto l'elemento 1.

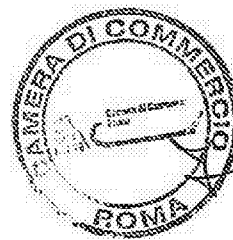
Da quanto sopra esplicitato è chiaro quindi che, sempre
10 secondo la presente invenzione, è anche possibile sottrarre lo spettro caratteristico della matrice della replica estrattiva (Indio) dallo spettro caratteristico dei componenti (fasi di Laves, $M_{23}C_6$, $Mx...$) che costituiscono il campione esaminato.

15 Da quanto sopra descritto si è quindi dimostrato che la presente invenzione permette di raggiungere gli scopi prefissati. In particolare permette la realizzazione di un elemento atto a realizzare una replica estrattiva di una superficie di un materiale da analizzare in cui la successiva
20 osservazione porta ad un risultato qualitativamente e quantitativamente nettamente superiore rispetto alle tecniche di tipo noto.

Mentre la presente invenzione è stata descritta con riferimento alle forma di realizzazione particolare
25 rappresentata nelle figure, va notato che la presente

invenzione non è limitata alla particolare forma di realizzazione rappresentata e descritta; al contrario, ulteriori varianti della forma di realizzazione descritta rientrano nello scopo della presente invenzione, scopo che è definito dalla
5 rivendicazioni.

Francesco Domenico N'Orlando



110

RIVENDICAZIONI

1. Elemento (1) per la realizzazione di una replica estrattiva superficiale (50) di un materiale da analizzare (C), detto elemento (1) comprendendo uno strato (2) atto ad essere
5 posto a contatto con una zona superficiale (20) di detto materiale da analizzare (C) per la memorizzazione delle caratteristiche di detto materiale da analizzare (C); **caratterizzato dal fatto che** detto strato (2) comprende indio (In) o ossido di indio (In_2O_3).
- 10 2. Elemento (1) secondo la rivendicazione 1, **caratterizzato dal fatto che** detto strato (2) comprende un film in materiale metallico.
3. Elemento (1) secondo la rivendicazione 1 o 2, **caratterizzato dal fatto che** detto film è flessibile.
- 15 4. Elemento (1) secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, **caratterizzato dal fatto di** comprendere inoltre una porzione di supporto (4) per detto strato (2).
5. Elemento (1) secondo la rivendicazione 4, **caratterizzato dal fatto che** detta porzione di supporto (4) comprende
20 un materiale conduttore.
6. Elemento (1) secondo la rivendicazione 4 o 5, **caratterizzato dal fatto che** detta porzione di supporto (4) è flessibile.
7. Elemento (1) secondo una qualsiasi delle rivendicazioni
25 precedenti, **caratterizzato dal fatto che** in detta replica

estrattiva (50) elementi superficiali di detto materiale da analizzare (C), preferibilmente precipitati, vengono estratti e aderiscono a detto strato (2) comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3).

- 5 8. Elemento (1) secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che detto materiale da analizzare (C) è un materiale metallico.
9. Elemento (1) secondo la rivendicazione 8, caratterizzato dal fatto che detto materiale metallico comprende
10 acciaio.
10. Kit comprendente un involucro ed un elemento per la realizzazione di una replica estrattiva, caratterizzato dal fatto che detto elemento (1) è un elemento (1) secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 9, detto
15 involucro essendo atto a creare un ambiente protetto da agenti esterni che potrebbero danneggiare o contaminare detto strato (2) comprendente indio (In) o ossido di indio (In_2O_3) di detto elemento (1).
11. Metodo per realizzare una replica estrattiva superficiale
20 (50) di un materiale da analizzare (C), detto metodo comprendendo una fase di posizionamento di un elemento (1) a contatto con una zona superficiale (20) di detto materiale da analizzare (C) per la memorizzazione delle caratteristiche di detto materiale da analizzare (C)
25 ed una fase di rimozione di detto elemento (1);

caratterizzato dal fatto che detto elemento (1) è un elemento (1) secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 9.

5 12. Metodo secondo la rivendicazione 11, caratterizzato dal fatto di comprendere una fase in cui detto elemento (1) viene pressato contro detta zona superficiale (20) ad una pre-determinata pressione.

10 13. Metodo secondo la rivendicazione 11 o 12, caratterizzato dal fatto che in detta fase di posizionamento di detto elemento (1) a contatto con detta zona superficiale (20) di detto materiale da analizzare (C) elementi superficiali di detto materiale da analizzare (C), preferibilmente precipitati, vengono estratti e aderiscono a detto strato (2) comprendente indio (In) o
15 ossido di indio (In_2O_3).

14. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 11 a 13, caratterizzato dal fatto di comprendere una fase preliminare di preparazione di detta zona superficiale (20).

20 15. Metodo secondo la rivendicazione 14, caratterizzato dal fatto che detta fase preliminare comprende almeno una tra le operazioni del gruppo comprendente le fasi di: abrasione, lucidatura, pulitura tramite lavaggio o attacco chimico.

25 16. Metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 11

a 15, caratterizzato dal fatto che detto materiale da analizzare (C) è un materiale metallico.

17. Metodo secondo la rivendicazione 16, caratterizzato dal fatto che detto materiale metallico comprende acciaio.

5 18. Metodo per l'analisi di una replica estrattiva superficiale (50) comprendente una fase di realizzazione di una replica estrattiva superficiale (50) di un materiale da analizzare (C) ed una fase di indagine tramite strumentazione di detta replica estrattiva superficiale
10 (50); caratterizzato dal fatto che detta replica estrattiva superficiale (50) è ottenuta tramite il metodo secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 11 a 17.

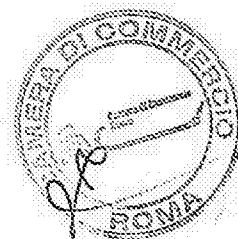
15 19. Metodo secondo la rivendicazione 18, caratterizzato dal fatto che detta fase di indagine tramite strumentazione comprende almeno una tra le indagini del gruppo comprendente: analisi al microscopio ottico, analisi al microscopio elettronico, analisi al diffrattometro.

20 20. Uso dell'indio (In) o dell'ossido di indio (In_2O_3) in un metodo per realizzare una replica estrattiva superficiale (50) di un materiale da analizzare (C).

21. Uso dell'indio (In) o dell'ossido di indio (In_2O_3) per la memorizzazione delle caratteristiche superficiali di un materiale in un metodo di indagine superficiale di un materiale da analizzare (C).

Francesco Domenico Costa

F. C.



CLAIMS

1. Element (1) for making a surface extraction replica (50) of a material to be analysed (C), said element (1) comprising a layer (2) suited to be placed in contact with a surface area (20) of said material to be analysed (C) so as to memorize the characteristics of said material to be analysed (C), characterized in that said layer (2) comprises indium (In) or indium oxide (In_2O_3).
2. Element (1) according to claim 1, characterized in that said layer (2) comprises a film in a metallic material.
3. Element (1) according to claim 1 or 2, characterized in that said film is flexible.
4. Element (1) according to any of the preceding claims, characterized in that it also comprises a supporting portion (4) for said layer (2).
5. Element (1) according to claim 4, characterized in that said supporting portion (4) comprises a conductive material.
6. Element (1) according to claim 4 or 5, characterized in that said supporting portion (4) is flexible.
7. Element (1) according to any of the preceding claims, characterized in that in said extraction replica (50) surface elements of said material to be analysed (C), preferably precipitates, are extracted and adhere to said layer (2) comprising indium (In) or indium oxide (In_2O_3).

8. Element (1) according to any of the preceding claims, characterized in that said material to be analysed (C) is a metallic material.
9. Element (1) according to claim 8, characterized in that
5 said metallic material comprises steel.
10. Kit comprising a casing and an element for making an extraction replica, characterized in that said element (1) is an element (1) according to any of the claims from 1 to 9, said casing being suited to create an environment
10 protected against external agents that may damage or contaminate said layer (2) comprising indium (In) or indium oxide (In_2O_3) of said element (1).
11. Method for making a surface extraction replica (50) of a material to be analysed (C), said method comprising a
15 step of positioning an element (1) in contact with a surface area (20) of said material to be analysed (C) so as to memorize the characteristics of said material to be analysed (C) and a step of removal of said element (1), characterized in that said element (1) is an element (1)
20 according to any of the claims from 1 to 9.
12. Method according to claim 11, characterized in that it comprises a step during which said element (1) is pressed against said surface area (20) exerting a predetermined pressure.
- 25 13. Method according to claim 11 or 12, characterized in

that during said step of positioning of said element (1) in contact with said surface area (20) of said material to be analysed (C), surface elements of said material to be analysed (C), preferably precipitates, are extracted and adhere to said layer (2) comprising indium (In) or indium oxide (In_2O_3).

14. Method according to any of the claims from 11 to 13, characterized in that it comprises a preliminary step during which said surface area (20) is prepared.

15. Method according to claim 14, characterized in that said preliminary step comprises at least one among the operations belonging to the group including the following steps: abrasion, polishing, cleaning through washing or chemical etching.

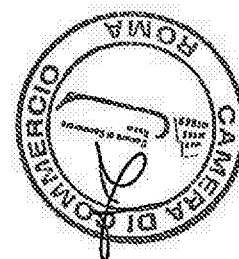
16. Method according to any of the claims from 11 to 15, characterized in that said material to be analysed (C) is a metallic material.

17. Method according to claim 16, characterized in that said metallic material comprises steel.

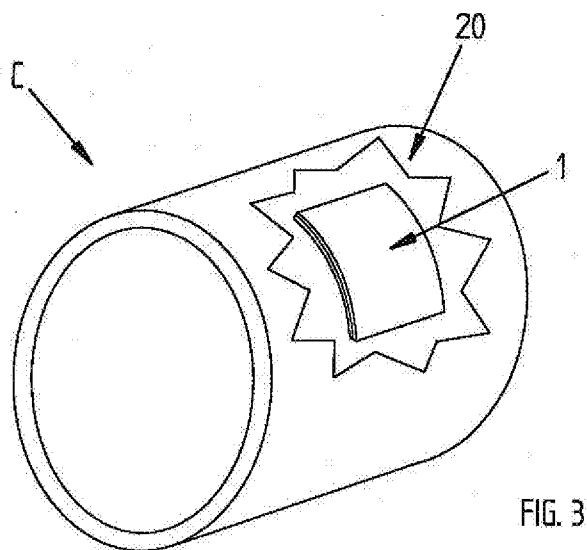
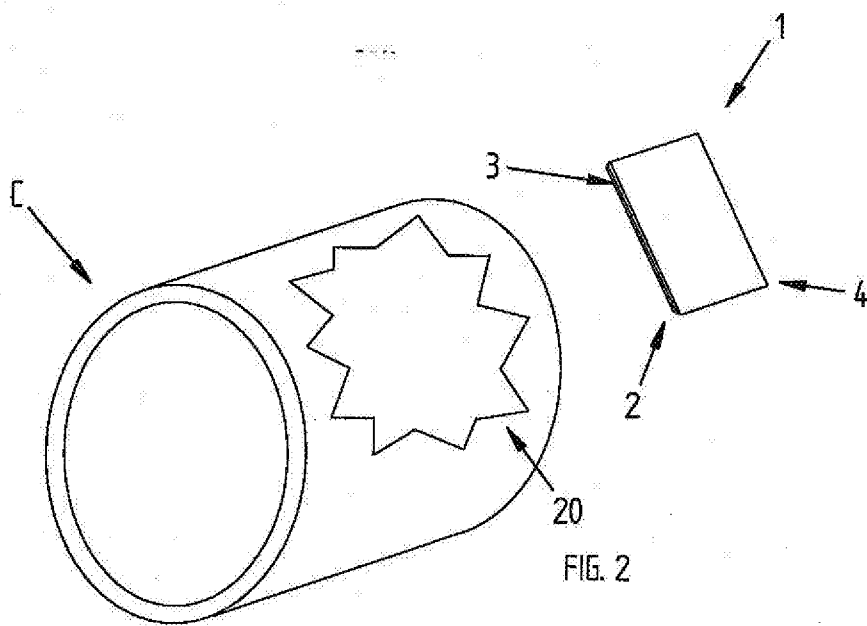
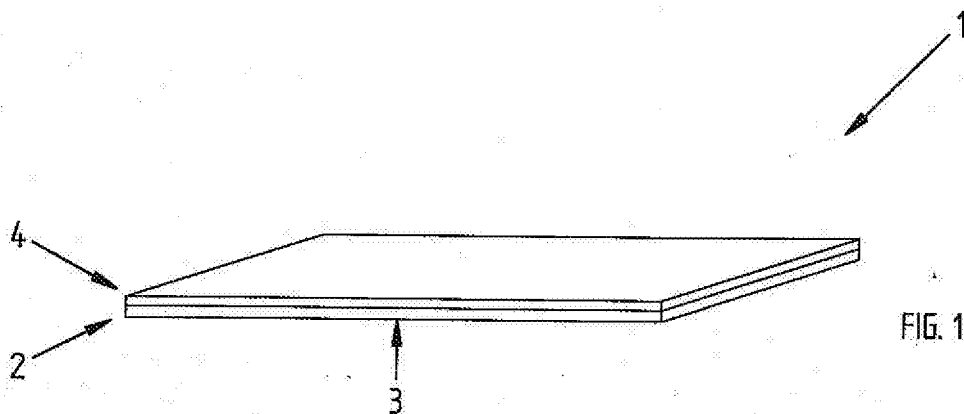
18. Method for analysing a surface extraction replica (50), comprising a step of making a surface extraction replica (50) from a material to be analysed (C) and a step of investigating said surface extraction replica (50) with instruments, characterized in that said surface extraction replica (50) is obtained by means of the

method according to any of the claims from 11 to 17.

19. Method according to claim 18, characterized in that said investigation step carried out with instruments comprises at least one among the investigations included in the following group: optical microscope analysis, electron microscope analysis, diffractometer analysis.
20. Use of indium (In) or indium oxide (In_2O_3) in a method for making a surface extraction replica (50) of a material to be analysed (C).
21. Use of indium (In) or indium oxide (In_2O_3) to memorize the surface characteristics of a material in a method for investigating the surface of a material to be analysed (C).



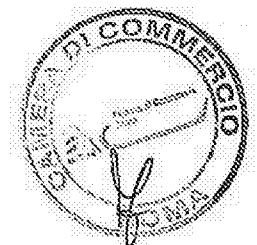
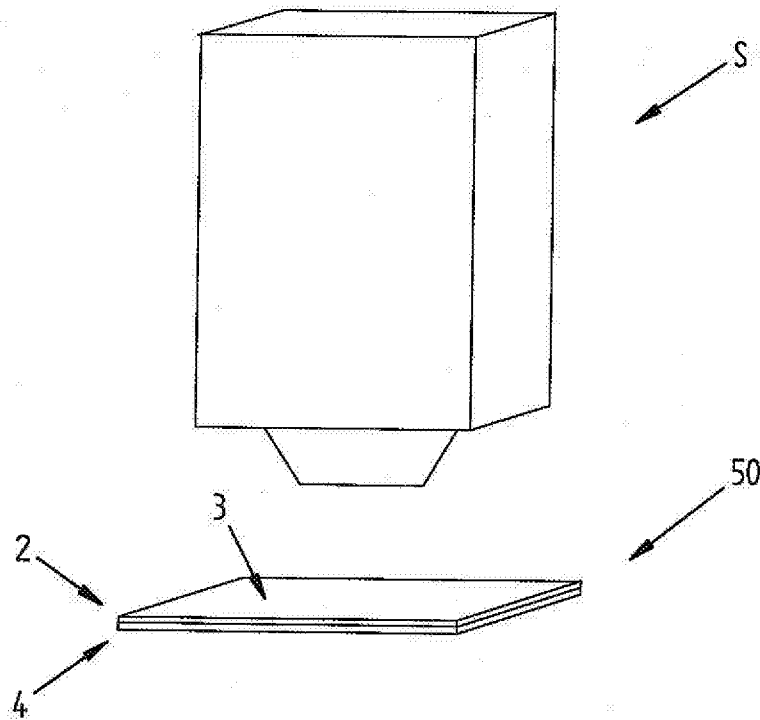
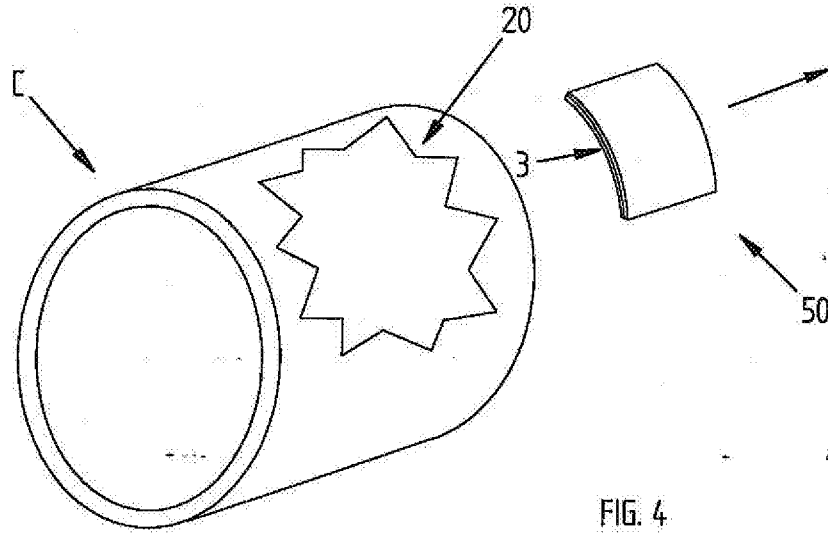
1/7



Franco Domenico d'Orto



2/7



Francesco Domenico d'Onofrio

3/7

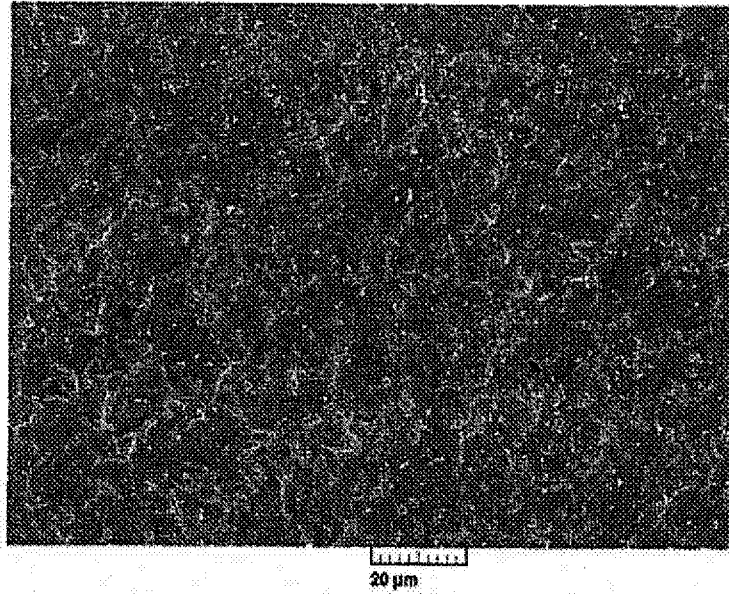


FIG. 6

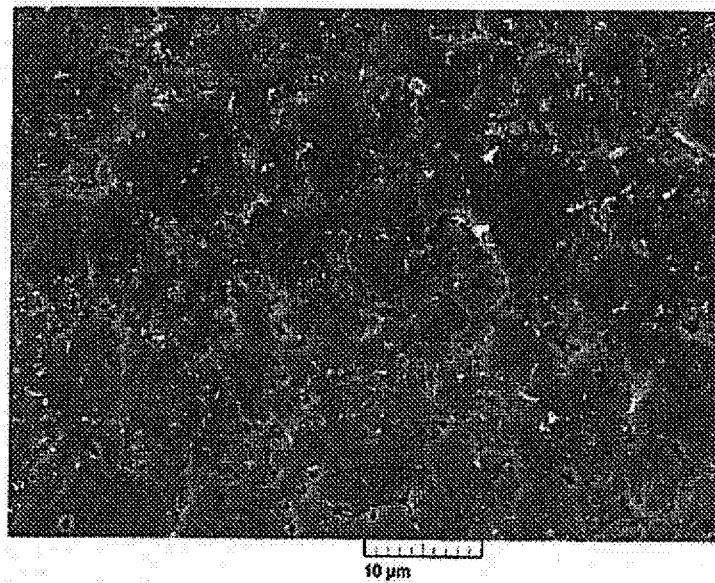
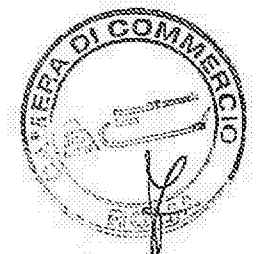


FIG. 7



Francesco Domenico d'Orto

4/7

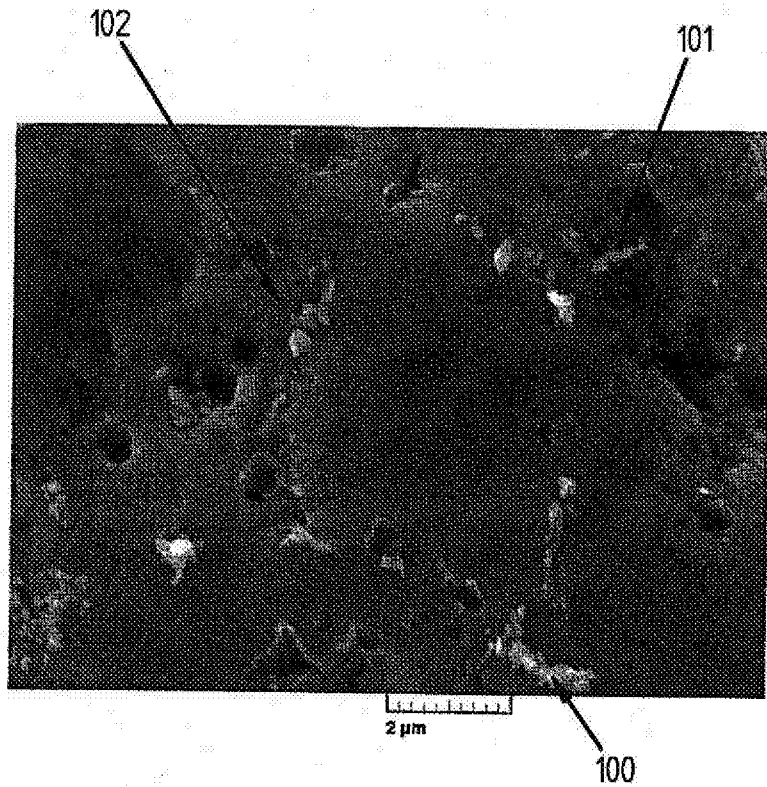


FIG. 8

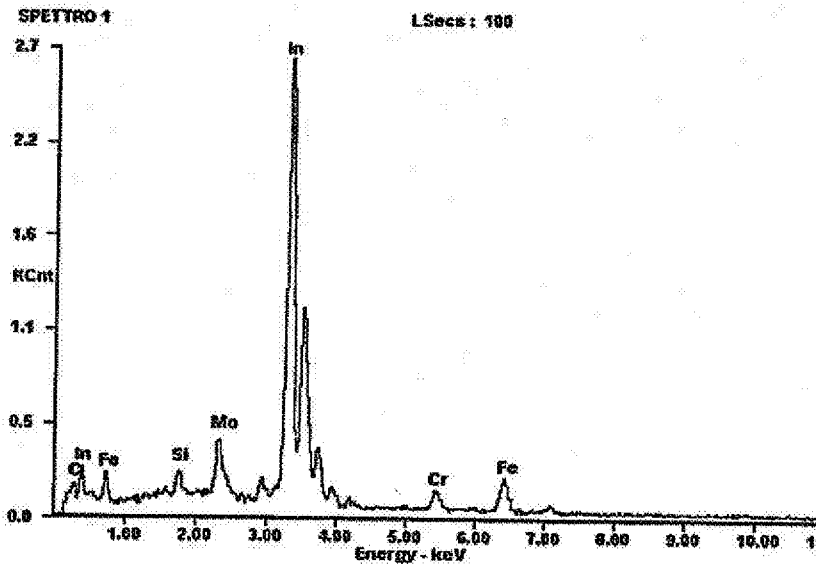
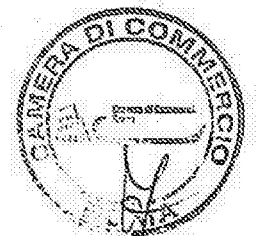


FIG. 9



Francesco Domenico A'Artio

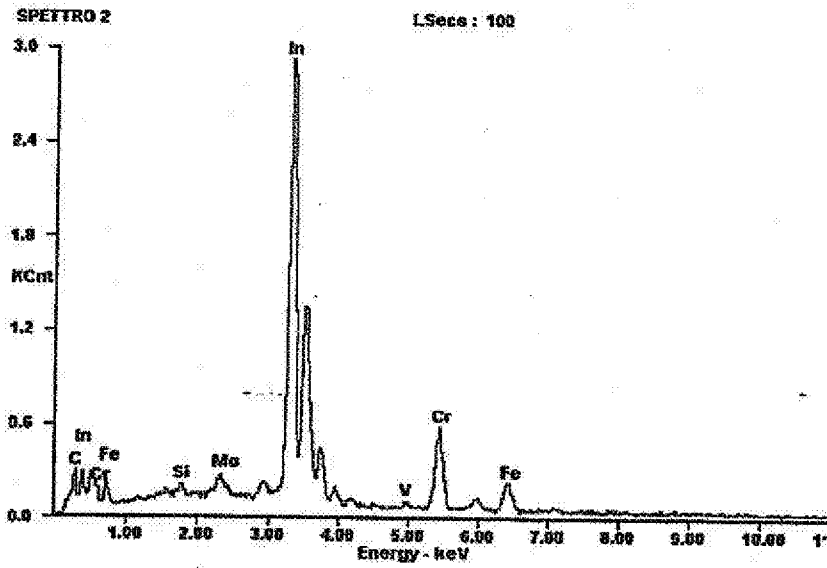


FIG. 10

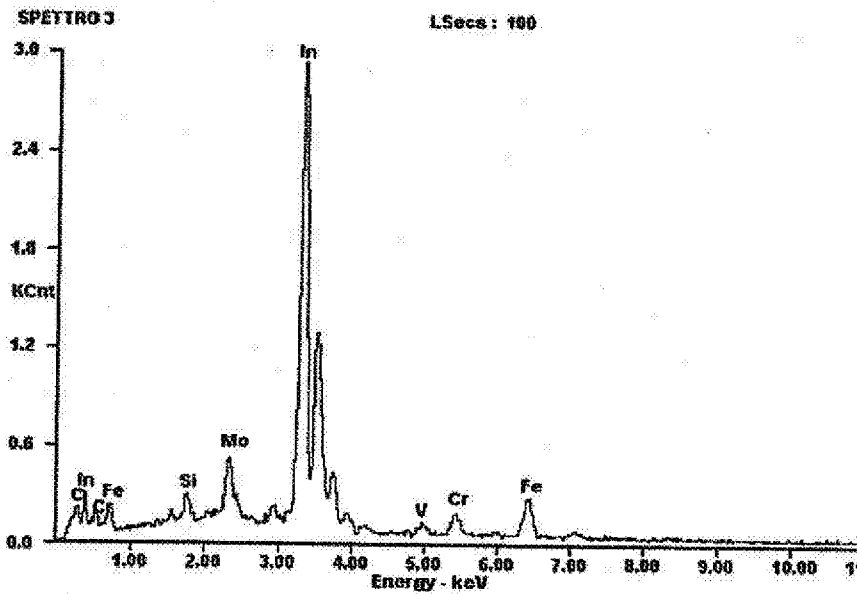


FIG. 11



Francesco Damiano et al.

6/7

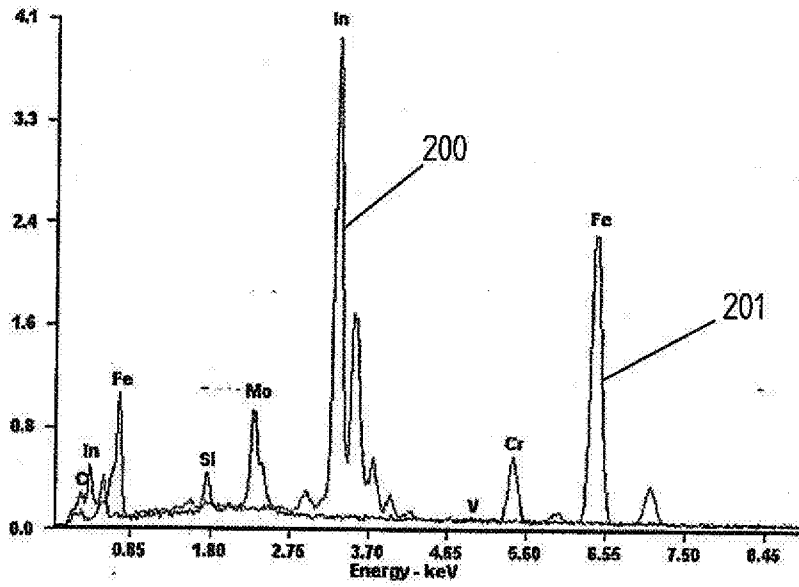


FIG. 12

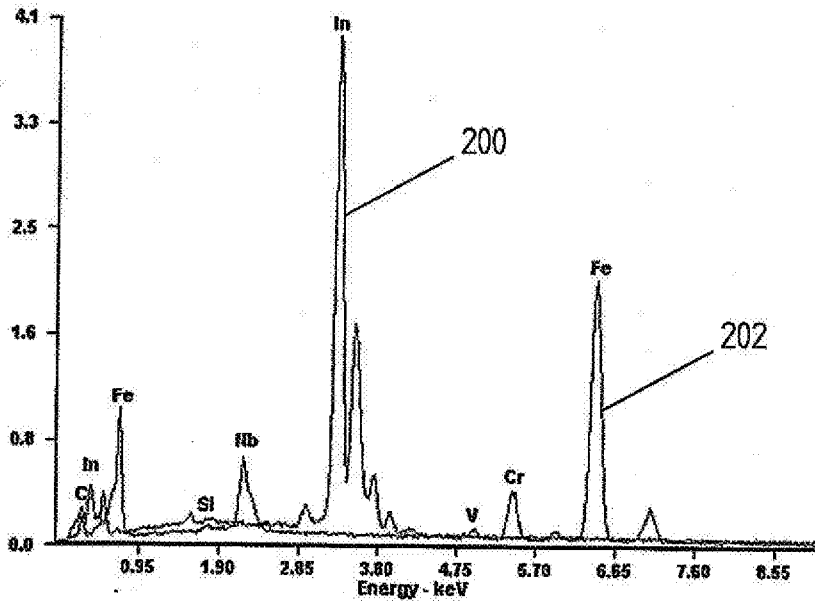
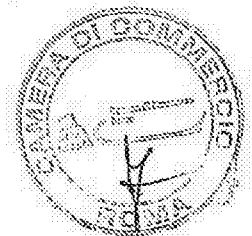


FIG. 13



Francesco Domenico N'Orso

717

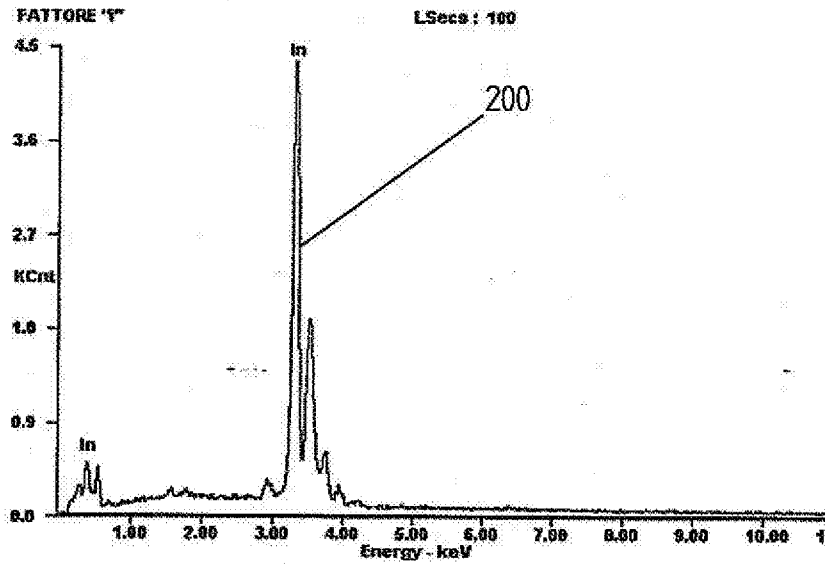


FIG. 14



Francesco Domenico d'Amico