



Agenzia Nazionale per le Nuove Tecnologie,
l'Energia e lo Sviluppo Economico Sostenibile



Ministero dello Sviluppo Economico

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Realizzazione e caratterizzazione di laminati in composito
polimerico termoplastico rinforzato con fibre naturali

Produzione di laminati con fibre naturali e loro caratterizzazione

L. Carrino, M. Durante



Report RdS/2011/150

REALIZZAZIONE E CARATTERIZZAZIONE DI LAMINATI IN COMPOSITO POLIMERICO
TERMOPLASTICO RINFORZATO CON FIBRE NATURALI. PRODUZIONE DI LAMINATI
CON FIBRE NATURALI E LORO CARATTERIZZAZIONE

L. Carrino, M. Durante (Università degli Studi di Napoli "Federico II", Dipartimento di
Ingegneria dei Materiali e della Produzione)

Settembre 2011

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

Area: Razionalizzazione e risparmio nell'uso dell'energia elettrica

Progetto: Studio per lo sviluppo di materiali innovativi per il risparmio di energia nel settore
elettrico con particolare attenzione ai materiali per i mezzi di trasporto collettivi: Nuovi
materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

Responsabile Progetto: Giovanni Pede, ENEA

Inquadramento programmatico.

Il Presente Report si inquadra nella Ricerca di Sistema Elettrico svolta dall'ENEA nell'ambito del relativo Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA.

La Ricerca di Sistema ha come obiettivo l'innovazione del Sistema Elettrico per migliorarne l'economicità, la sicurezza e la compatibilità ambientale, assicurando al Paese le condizioni per uno sviluppo sostenibile.

Per lo svolgimento delle attività di ricerca e sviluppo previste dal Piano Triennale della Ricerca di Sistema Elettrico il Ministero dello Sviluppo Economico ha stipulato Accordi di Programma con ENEA, CNR ed ERSE.

Le attività sono finanziate attraverso un fondo alimentato dalla componente A5 della tariffa di fornitura dell'energia elettrica, il cui ammontare viene stabilito dall'Autorità per l'Energia Elettrica e il Gas.

Nell'Accordo di Programma sono previsti temi di ricerca fondamentale e studi di carattere sistemico e prenormativo a totale beneficio dell'utente di sistema elettrico nazionale.

Le ricerche sono condotte dall'ENEA in collaborazione con le principali Istituzioni universitarie nazionali (oltre 28 Atenei e 65 diversi Dipartimenti coinvolti) e con le partecipate SOTACARBO e FN Nuove Tecnologie Avanzate. Nell'ambito dell'Accordo di Programma Triennale, l'ENEA ha terminato le attività terzo anno di attività.

L'accordo è meglio definito da un piano annuale di realizzazione, suddiviso in Attività. Ogni attività ha un contesto scientifico-programmatico di riferimento, suddiviso in aree e tematiche di ricerca, in ognuna delle quali sono definiti specifici progetti di ricerca, a loro volta suddivisi in obiettivi da perseguire.

Nel dettaglio, l'inquadramento programmatico completo del presente report è il seguente:

Accordo di Programma MSE-ENEA: Attività di ricerca e sviluppo di interesse generale per il sistema elettrico nazionale

Piano Triennale 2006-2008

Piano annuale di realizzazione Terza annualità (2008-2009): da realizzarsi tra l'ottobre 2010 ed il settembre 2011

Attività: Risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

Area di riferimento: razionalizzazione e risparmio nell'uso dell'energia elettrica

Tematica di ricerca: risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto elettrici

Progetto 3.5: studio per lo sviluppo di materiali innovativi per il risparmio di energia nel settore elettrico con particolare attenzione ai materiali per i mezzi di trasporto collettivi: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto

Obiettivo G.: Sviluppo di processi di ibridizzazione di microsferi metalliche con polimeri termoplastici e di processi per l'impiego di fibre naturali in compositi termoplastici.

Indice

FASE 2.1: realizzazione laminati in fibre naturali

Introduzione.....	5
1. Metodi di produzione del WPC.....	5
2. Farina di legno.....	8
3. Matrice:PE.....	11
4. Produzione dei pellets in WPC mediante Estrusore.....	11
5. Produzione di laminati in composito.....	17

FASE 2.2: caratterizzazione di laminati in fibre naturali

Introduzione.....	22
1. Macchinari di prova.....	23
2. Prove di flessione.....	27
3 Conclusioni.....	33

Introduzione

Obiettivo di questa fase è stato la realizzazione di pannelli in composito con matrice termoplastica rinforzata con fibre naturali e relativa caratterizzazione. In particolare, a valle della fase 1 si è deciso di scegliere uno dei materiali termoplastici più comuni quali il PE e di rinforzarlo con fibre naturali di diversa tipologia. Rinforzando la matrice termoplastica con fibre corte si è voluto realizzare un classico WPC adoperando la tecnologia di estrusione. Il WPC presenta buone qualità estetiche, mentre si sono volute valutare le prestazioni meccaniche di questo materiale al variare della percentuale volumetrica di fibre e del fattore di forma andando ad utilizzare fibre lunghe di canapa. Naturalmente per impiegare fibre lunghe è stato necessario adoperare la tecnologia di stampaggio, che consente però l'utilizzo anche di polimeri riciclati. Nella prima parte della relazione saranno illustrati i processi di fabbricazione dei pannelli, nella seconda parte si riportano le tipologie di prova e i risultati della caratterizzazione termomeccanica.

1. Metodi di produzione del WPC

Il Wood Plastic Composite viene realizzato utilizzando un estrusore bivate, mediante un'opportuna miscelazione di wood flour, PE e compatibilizzante. Quest'ultimo ha il compito di migliorare il legame tra la farina di legno ed il PE. In particolare, come compatibilizzante è stato scelto un polietilene "maleated" detto MAPE (Maleic anhydride grafted polyethylene) che si presenta come un solido incolore con odore acre, e che ha un indice di melt flow (indice di fluidità di un polimero fuso) di 5 g/10 min.

L'estrusione è un'operazione tecnologica che opera in condizioni stazionarie; produce diversi tipi di manufatti caratterizzati da sezioni simmetriche o asimmetriche che si ripetono identicamente lungo l'asse di estrusione. La formatura avviene per spinta del "fuso" polimerico attraverso una filiera destinata a impartire la forma desiderata. La forma del manufatto viene stabilizzata per raffreddamento. L'estrusore è costituito essenzialmente da un cilindro esterno resistente a pressione e da una vite, o due, ad elica che ruotano all'interno del cilindro (Fig 1). La prima parte della vite costituisce la zona di alimentazione. L'inizio della vite si trova sotto ad una tramoggia di carico del materiale che viene introdotto per gravità sotto forma di granuli o di polvere. La vite spinge poi il materiale allo stato solido anzitutto comprimendolo e riscaldandolo. Per permettere la compressione il coefficiente di attrito tra materiale e cilindro deve essere superiore a quello tra vite e materiale.

Segue la seconda parte della vite, detta di transizione, in cui il polimero fonde o rammollisce e viene riscaldato fino alla temperatura di lavorazione. Infine si giunge alla zona di uscita della vite detta di laminazione o dosaggio in cui la pressione viene spinta al massimo. In testa alla vite alla fine dell'estrusore viene spesso inserita una zona di omogeneizzazione costituita da elementi di taglio e di miscelazione : essi servono a meglio omogeneizzare i componenti della miscela costituita da PE, MAPE e wood flour.

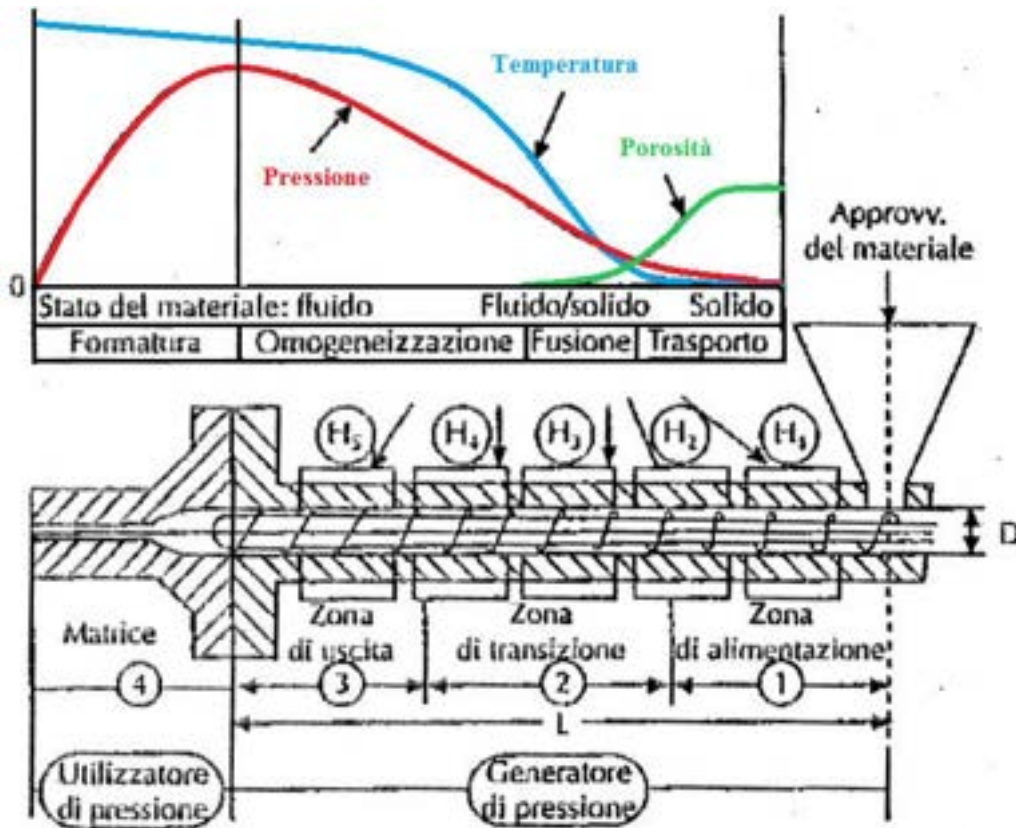


Fig 1 Estrusore.

Ogni vite è caratterizzata dal diametro esterno D_1 , dall'angolo θ , dalla profondità del canale h , dalla lunghezza W del canale, dal passo B e dalla lunghezza totale L (fig.2). Mentre il diametro esterno e la lunghezza di una vite sono costanti, la profondità può variare notevolmente lungo la vite, riducendosi nella zona finale di laminazione. Il rapporto tra la profondità iniziale e la profondità finale del canale h_0/h_m tiene conto della portata volumetrica del materiale che diminuisce quando la polvere o i granuli, entrati nell'estrusore allo stato "random", si compattano nella zona del fuso eliminando l'aria contenuta tra i granuli: aria e umidità tornano indietro in controcorrente attraversando il materiale alimentato oppure vengono allontanate per mezzo di un caminetto che attraversa lo spessore del cilindro di forza nella zona di transizione che precede la zona finale di pompaggio. Si nota che all'ingresso il materiale ha un volume specifico apparente superiore al volume specifico del composto fuso; ciò spiega la necessità di realizzare una sezione di passaggio $h_0 w > h_m w$. Il rapporto h_0/h_m viene chiamato rapporto di compressione e ha di solito valore $2 \div 2.5$.

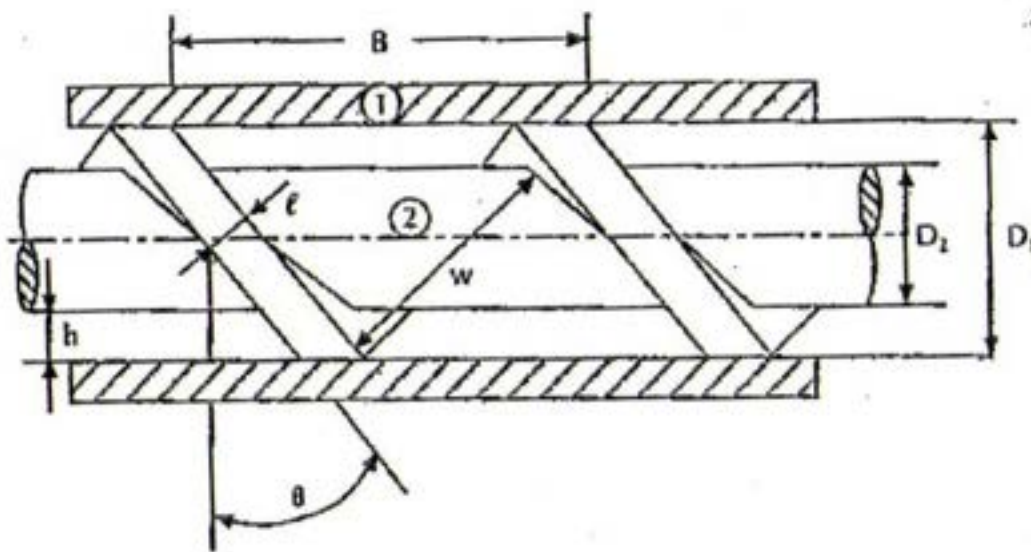


Fig 2 Schematizzazione della vite.

Il solido compresso nella parte iniziale della vite comincia a fondere formando un film fuso in vicinanza della parete calda del cilindro di forza: il fuso si raccoglie durante il moto vicino alla parte del filetto che spinge a costituisce un pozzetto fuso entro il quale si verifica una rotazione del fluido che viene a riscaldare il solido adiacente che a sua volta fonde. Il processo prosegue fino a che tutto il solido è fuso. Le viti spingeranno il fuso fino a farlo estrudere attraverso i fori della trafilata.

L'impianto di produzione comprende, oltre all'estrusore, una testa di estrusione, un sistema di calibrazione del diametro, un bagno di raffreddamento, un dispositivo di traino e un pellettizzatore. I pellets di WPC si ricavano utilizzando un pellettizzatore che taglia i filamenti ottenuti.

2. Farina di legno

La farina di legno deriva da diversi scarti di lavorazione del legno. La definizione "scarto di lavorazione" in realtà non rende l'idea della alta qualità delle farine che devono appartenere ad una specie o ad un gruppo di specie ben specifiche, devono essere prive di corteccia, e di altri corpi estranei. Molte specie di alberi da cui si ricava la farina di legno vengono scelte in base alla disponibilità di pulire le materie prime provenienti dalle industrie che lavorano il legno. Le farine di legno più comunemente usate per compositi plastici negli Stati Uniti sono ricavate da pini, querce ed aceri. Esistono molte ragioni che spingono alla scelta di una specie di albero piuttosto che di un'altra, comprese le differenze di colore, la disponibilità territoriale, e la lavorabilità.

Alcune specie, come la quercia rossa, possono contenere composti fenolici a basso MW (molecular weight), che può causare macchie se il composto è ripetutamente bagnato.

Anche se non esiste un metodo standard per produrre farina di legno, possono essere discusse alcune generalità. Le fasi principali della produzione di farina di legno sono la riduzione delle dimensioni e la classificazione delle dimensioni. Se vengono utilizzate materie prime di dimensioni molto grandi, la loro dimensione iniziale può essere ridotta mediante l'uso di apparecchiature, come un mulino a martelli (Hammer Mill, Fig3).

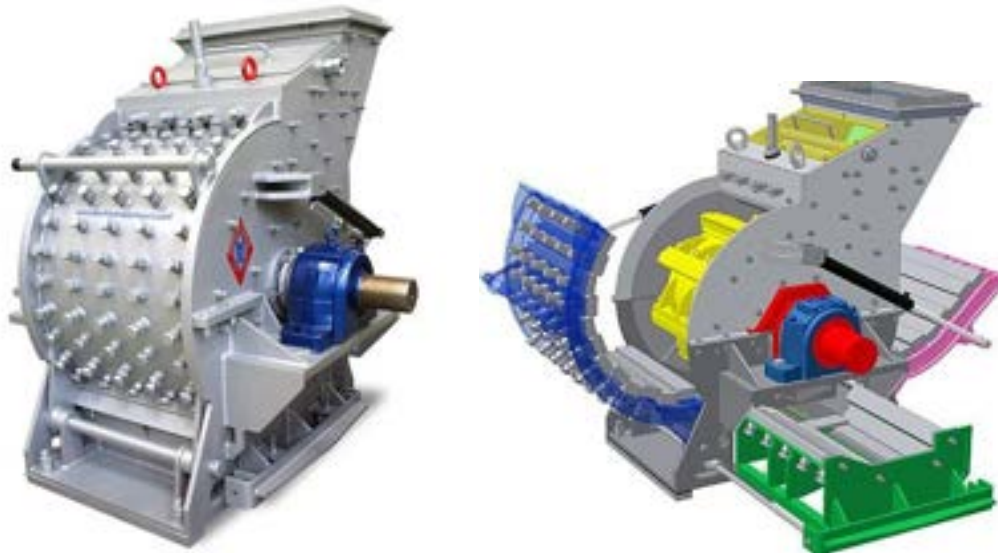


Fig 3 Hammer Mill.

Una volta macinato, il legno viene polverizzato dalla macinazione tra i dischi, che lo schiacciano tra i rulli . Possono essere usati anche altri mulini , ma sono meno comuni. Le polveri ottenute formano una miscela di particelle che contiene fasci di fibre e frammenti di fibre. In genere queste particelle hanno degli Aspect Ratio (cioè, rapporti di lunghezza / diametro)di soli 1-5 . I bassi valori dell'Aspect Ratio consentono alla farina di legno di essere dosata più facilmente della singola fibra. Tuttavia, il basso Aspect Ratio limita la loro capacità di rinforzo.

Una volta polverizzato, il legno può essere classificato con schermi vibranti, rotanti o oscillanti. La dimensione delle particelle di farina di legno viene spesso individuata dalla maglie del setaccio di tela metallica utilizzato per classificare le particelle.

La Tabella 1 elenca le dimensioni standard delle mesh americane e i corrispondenti diametri delle particelle . Tuttavia, questi diversi livelli possono essere utilizzati a livello internazionale.

Mesh US.	Diametro Particelle (μm)
20	850
25	710
30	600
35	500
40	425
45	355
50	300
60	250
70	212
80	180
100	150
120	125
140	106
170	90
200	75
230	63
270	53
325	45
400	38

Tabella 1 Conversione tra mesh standard US e diametro delle particelle

La farine di legno fabbricate maggiormente commercializzate, sono utilizzate come rinforzo in matrici termoplastiche, e in genere hanno un diametro di meno di 425 micron (40 mesh US standard). Le farine di legno molto fini possono costare di più ed avere maggiore viscosità di fusione rispetto alle farine di legno di diametro maggiore, ma compositi realizzati con queste hanno, in genere, un aspetto più uniforme e una finitura superficiale migliore. Inoltre se macinata troppo finemente, i fasci di fibre diventano polvere di legno, ossia dei frammenti che non sono più simili a fibre o fasci di fibre.

Farina di legno viene comunemente confezionata in: 1) sacchi di carta multi-strato(circa 23 kg o 50 libbre), 2) sacchetti all'ingrosso (in genere 1,5 metro cubo o 55 piedi cubi),oppure 3) alla rinfusa rimorchi . Farina di legno è fornita al cliente tipicamente con livello di umidità nel range 4-8% e deve essere asciugate prima di utilizzarla nelle matrici termoplastiche.



Fig. 5. Estrusore COLLIN ZK35

Ad eccezione della farina di legno, tutti i materiali componenti erano sotto forma di pellet. Le fibre di legno caratterizzate da una mesh nominale di 40. Dunque facendo riferimento alla Tab. 1 relativa alle dimensioni standard delle mesh americane, il diametro delle fibre di legno è di circa 425 micron. Il wood flour (WF) impiegato è di faggio europeo (*Fagus sylvatica*), ma in figura 6 è riportata una fotografia al microscopio ottico dalla quale si evince la presenza di fibre di cellulose di diametro nettamente inferiore ai 50 μm . Quindi fibre con un rapporto lunghezza diametro molto elevato in grado di fornire buone qualità al prodotto. In realtà dopo un'analisi delle dimensioni mediante la norma ISO 3310-1:2000 standard (tabella 1) i frammenti di legno risultano effettivamente più grandi delle dimensioni delle singole fibre, ma comunque considerando l'azione rifinitrice dell'estrusore si avranno alla fine fibre single con buon rapporto di forma.

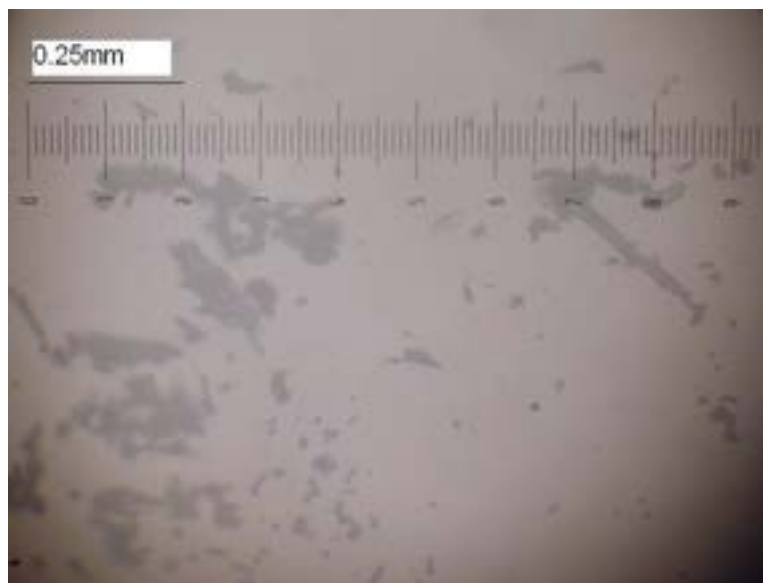


Fig. 6. Fotografia al microscopio ottico della polpa di legno

Mesh size (μm)	Fraction, weight percentage
R180	0.81
P180 – R125	36.28
P125 – R63	51.40
P63 – R45	10.18
P45 – R38	0.58
P38	0.75

Tabella 2. mesh size in accordo con ISO 3310-1:2000.

Le percentuali di rinforzo per i vari provini sono del 20%, 30%, 40%, 50%. Alla matrice e al rinforzo è stato aggiunto un *compatibilizzante*, che ha il compito di: o Migliorare l'adesione tra fibre di legno e matrice (HDPE).

o Ridurre le concentrazioni di stress create dalle fibre di legno. Il compatibilizzante utilizzato è un polietilene "maleated", MAPE (Maleic anhydride grafted polyethylene) che si presenta come un solido incolore con odore acre, e che ha un indice di fluidità di un polimero fuso di 5 g/10 min.

Tutti i componenti sono stati inseriti in rapporti appropriati a seconda della percentuale di wood flour. In particolare, a seconda della percentuale di wood flour, di volta in volta si è dovuto calcolare la portata di compatibilizzante.

È stato utilizzato un sistema di alimentazione gravimetrico per assicurare un'accurata misura di tutte le sostanze, nelle giuste proporzioni.

Tutto l'impianto di produzione comprende, oltre all'estrusore, una trafilatura, un sistema di calibrazione del diametro, un bagno di raffreddamento, un dispositivo di traino, ed un pellettizzatore (cioè un dispositivo per tagliare automaticamente il filo in pellets).

L'estrusore è caratterizzato da diverse gole di alimentazione che si suddividono in principali e secondarie. La miscela di pellets di MAPE e PE è stata inserita nell'imbuto di alimentazione principale come mostrato in Figura 5, mentre il wood flour è stato inserito in una gola di alimentazione secondaria o laterale. L'inizio della vite si trova proprio sotto la tramoggia principale di carico del materiale che viene introdotto per gravità. La vite spinge poi il materiale allo stato solido anzitutto comprimendolo e riscaldandolo. La temperatura è un fattore determinante per la realizzazione del prodotto finale e proprio per questo viene costantemente controllata attraverso un display (Fig 7), sul quale appare la T di "set point", ossia quella reale, e la T ideale, cioè quella programmata dall'operatore. In particolare l'estrusore COLLIN ZK 35 è dotato di un sistema di controllo della temperatura in 10 diversi stadi, e per la nostra applicazione si è deciso di imporre una T crescente da 155°C al primo stadio, fino a 185°C all'ultimo stadio, che corrisponde alla uscita del filo. Un altro parametro che si tiene costantemente sotto controllo sono i giri al minuto (rpm) della vite. Anche questo fattore è deciso dall'operatore il quale verifica attraverso il pannello di controllo se ci sono variazioni di tale fattore durante il processo.



Fig. 7 Pannello di controllo dell'estrusore

Per la nostra applicazione si è mantenuto un numero di giri al minuto di circa 130.

Dunque il composto in una zona intermedia della vite rammollisce e viene riscaldato fino alla T di lavorazione. Prima della zona di uscita è presente una “pompa a vuoto” la quale rimuove ogni presenza di vapore acqueo dal composto.

Nella zona di uscita della vite la pressione viene portata al valore massimo. All’uscita il materiale è stato fatto passare attraverso una filiera dotata di 4 fori mostrata in Fig. 7.



Fig. 8 Filiera

A causa della elevata temperatura dei fili risultava molto facile che questi si attaccassero tra di loro, e per evitare ciò si è utilizzato un dispositivo di traino e separazione manuale che inoltre consentiva di accompagnare i fili fino al bagno di raffreddamento (Fig. 8). Il bagno di raffreddamento consiste in una vasca lunga circa 3 metri nella quale viene inserita dell’acqua a T ambiente.

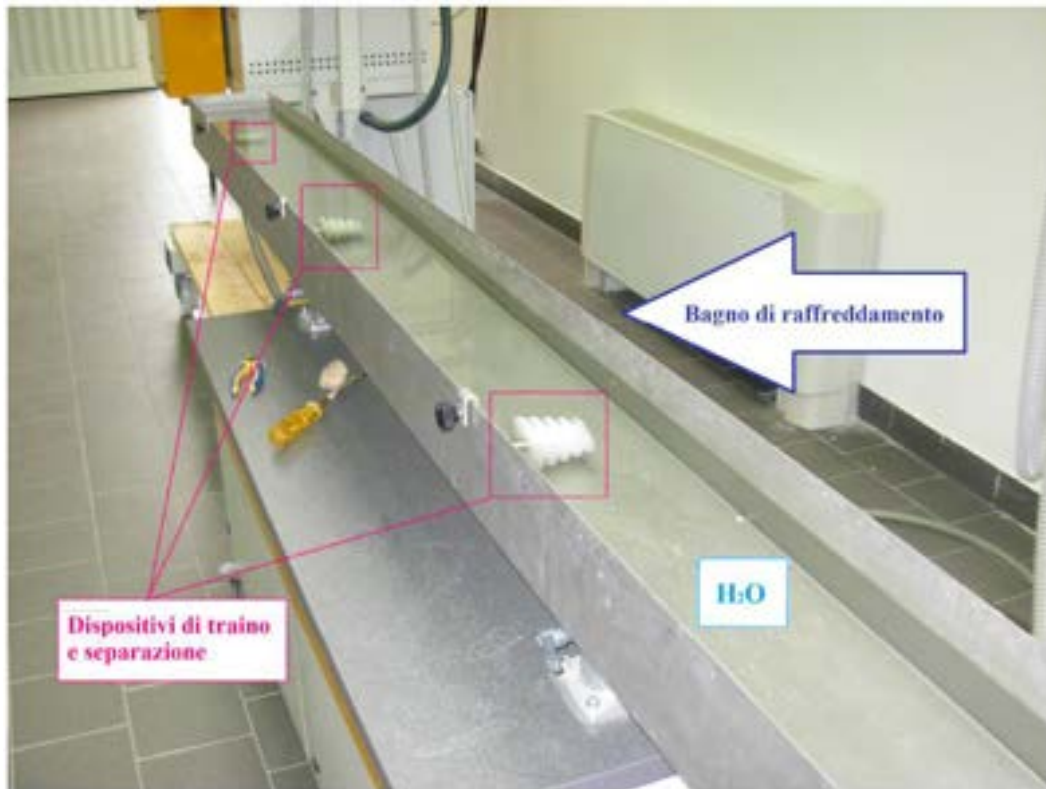


Fig. 9. Bagno di raffreddamento e dispositivi di traino

I fili vengono raffreddati, e dunque solidificano. A valle della vasca è presente il pellettizzatore (Fig. 10), dispositivo in grado di trasformare i fili, provenienti dalla vasca di raffreddamento, in pellets. (Fig. 11).



Fig.10. Pellettizzatore



Fig. 11. Pellets

5. Produzione di laminati in composito

I laminati compositi sono stati realizzati con WPC al 20%, 30%, 40%, 50% con e senza rinforzo in canapa. Al fine di conoscere il peso dei materiali utilizzati, per poter stabilire la composizione percentuale, in peso, dei laminati realizzati, si è fatto uso di una bilancia elettronica di precisione, in grado di effettuare una misurazione accurata del peso. La realizzazione del laminato ha previsto l'impiego di uno stampo metallico con compattazione sotto pressa.

Preparazione dello stampo: lo stampo utilizzato possiede geometria rettangolare con misure di lunghezza e larghezza utili interne pari a 220x150 mm, con uno spessore massimo di 20 mm. Si è optato per tale geometria e dimensioni dei laminati poiché bene si prestano alla successiva estrazione delle provette da destinare ai test di flessione, generando così il minimo sfrido di materiale. La preparazione dello stampo prevede l'accurata pulizia delle superfici a contatto con i materiali all'interfaccia, da eseguirsi con acetone puro al fine di poter rimuovere ogni possibile traccia di residui da cera e resina depositati da precedenti utilizzi. In pratica si intende ottenere una superficie pulita e liscia così da ritrovare per il laminato una superficie finale il più possibile liscia, priva di grinze, ovvero di qualsiasi altro difetto superficiale che sia microscopicamente osservabile tramite un'attenta analisi visiva. Successivamente si è ricoperto lo stampo e il controstampo con un film distaccante per facilitare la rimozione del laminato a solidificazione avvenuta. L'utilizzo dello

stampo garantisce l'adeguata impregnazione delle fibre con la matrice e la giusta disposizione delle stesse nel polietilene, evitando che esse possano deviare dalla direzione desiderata a causa della pressione esercitata dalla pressa. Infatti, in fase di stampaggio, sotto l'azione della pressa, le fibre tendono a spostarsi rispetto alla configurazione iniziale, andandosi ad intrecciare o a disporsi in posizione obliqua. Sullo strato di distaccante vengono successivamente posti i pellets di WPC o HDPE ed eventuali fibre di rinforzo e successivamente viene applicato un altro strato di carta forno. Dopo ciò lo stampo viene chiuso e posto nella pressa.

Posizionamento in pressa: i materiali così preparati sono stati trattati in pressa a piani caldi, precedentemente riscaldati alla temperatura di 175°C.

La pressa impiegata ha piastre in grado di raggiungere temperature elevate (250°C) ed è caratterizzata da un telaio, che può essere fissato nella posizione desiderata, e da una traversa mobile, che si accosta alla parte fissa attraverso una pompa oleodinamica, azionata manualmente. A queste due parti della macchina sono fissate meccanicamente le due piastre, che possono essere portate alla temperatura di stampaggio, grazie alla presenza di resistenze elettriche. La forza che si instaura tra le due piastre viene letta mediante un manometro.

Sulla parte frontale delle due piastre sono poste due termocoppie, ciascuna per ogni piastra che misurano la temperatura. A causa del contatto tra piastre e stampo si ha un abbassamento di temperatura quindi bisogna attendere una decina di minuti affinché le piastre ritornino a 175 °C. Raggiunta di nuovo la temperatura è stata applicata una pressione di 2 bar per circa 3 minuti.

Si è potuto monitorare l'effettiva temperatura raggiunta dal provino tramite una termocoppia inserita all'interno di esso. Successivamente è stata interrotta la di energia elettrica che alimentava le resistenze della pressa, in maniera tale che iniziasse la fase di raffreddamento delle piastre, della durata di circa 40 minuti, al fine di consentire una minore presenza di tensioni residue all'interno dei laminati così costruiti.

In figura 12 si riporta una foto scattata durante la preparazione di un laminato in WPC rinforzato con fibre di canapa con disposizione casuale; nella figura 13 si può notare la fotografia con i pellets di wpc al 20% e fibre di canapa. In figura 14 si riporta la fotografia dopo la chiusura dello stampo. Infine in fig.15 si riporta la fotografia dello stampo posizionato nella pressa.

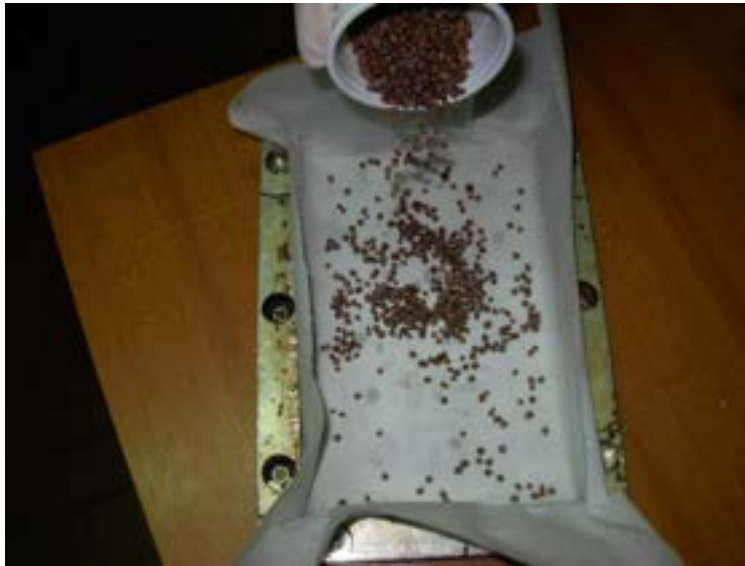


Fig.12. Inserimento dei pellets nello stampo



Fig. 13, WPC e Canapa



Fig. 14. Stampo chiuso e pronto per la pressa



Fig. 15. Posizionamento in pressa dello stampo.

Nella tabella 3 seguente vengono riportati tutte le tipologie di provini realizzati.

PROVINI	HPDE	WPC	Fibre di canapa lunghe
A	80%	20%	
B	70%	30%	
C	60%	40%	
D	50%	50%	
E	60%	20%	20% random
F	60%	20%	20 % monodirezionale
Pe	100%		

Tabella 3 tipologie di laminato realizzati

Fase 2.2

Introduzione

In questo capitolo verranno presentate tutte le prove realizzate ed i risultati acquisiti per mezzo di esse, effettuate sui laminati preparati con le modalità precedentemente descritte, al fine di caratterizzare il comportamento meccanico delle fibre naturali e dei laminati compositi rinforzati con tali fibre.

Inizialmente saranno illustrate le procedure per la determinazione delle caratteristiche meccaniche dei provini in solo WPC (fibre corte) e successivamente per quelli rinforzati con fibre naturali lunghe: in particolare si è proceduto alla determinazione del modulo e del comportamento a rottura attraverso prove di flessione. Tutte le tipologie di prova sia statiche che dinamiche sono state eseguite impiegando come configurazione quella a flessione che è generalmente la sollecitazione tipica a cui sono soggetti gli elementi realizzati mediante polimeri rinforzati.

Successivamente sono state eseguite sempre prove dinamiche con la configurazione di flessione a tre punti variando la temperatura per valutare la caduta del modulo all'incrementare di questa. L'esigenza di eseguire tale tipologie di test è sorta in quanto il polietilene, utilizzato come matrice, ha un comportamento viscoelastico, con un abbassamento del modulo elastico, e quindi della sua rigidità, al variare della temperatura di prova.

2.1 Macchinari di prova

La macchina TA Instruments RSA III ha permesso di effettuare la prova di flessione sui provini estratti dai laminati sia statiche che dinamiche al variare della temperatura.

Lo schema a blocchi dell'intero apparato è mostrato in Figura 2.1. L'analizzatore *DMA* è costituito essenzialmente dal motore lineare che permette un controllo preciso di tutti gli *stress* applicati al materiale e dalla fornace impiegata costituisce l'ambiente che ospita il campione.

In Tab. 2.1 sono riportate alcune caratteristiche dello strumento.

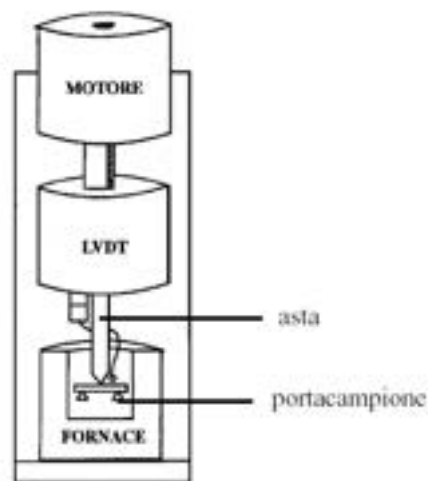


Fig. 2.1 Schema del DMA

Intervallo di Temperatura (°C)	25-600
Frequenza (Hz)	0.01– 20
Strain	0.00005
Forza max (N)	35

Tabella 2.1. Caratteristiche TA Instruments RSA III

Il *DMA* può essere usato per la misura di numerosi parametri meccanici. In particolare sono state effettuate due tipologie di prova: *prove statiche* e *prove dinamiche*.

Il comportamento reologico viene studiato in funzione della temperatura (o del tempo, se vale il principio di sovrapposizione tempo-temperatura) registrando i cambiamenti dello *strain* e di *tand*. Ciò consente di investigare numerosi meccanismi di rilassamento.

La configurazione usata è quella denominata *three point bending* (flessione vincolata in tre punti).

Questa geometria produce una flessione su di un campione sorretto da due "coltelli" posti simmetricamente rispetto al punto di contatto dell'asta come mostrato nella figura 2.2.

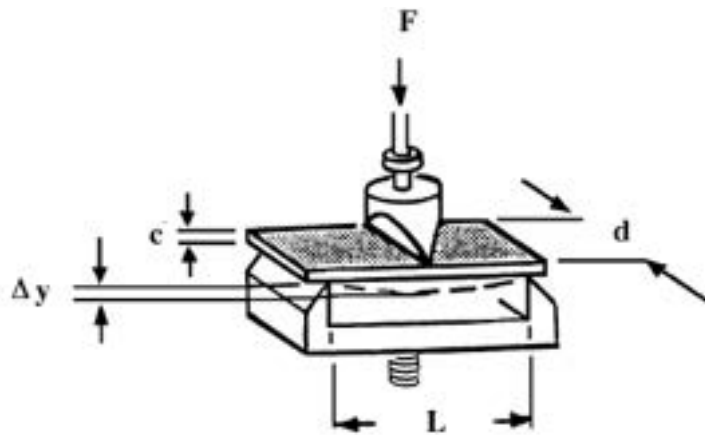


Fig. 2.2 Schema di flessione a tre punti

Le prove sono state condotte nel rispetto delle linee guida imposte dalla normativa ASTM 790m. La norma utilizzata descrive le condizioni di input della prova e della sua conduzione, come ad esempio i riferimenti per scegliere le dimensioni e la geometria delle provette.

La macchina è dotata di software per la raccolta dei dati in output dei test effettuati ed interfacciata ad un personal computer per consentire l'acquisizione in EXCEL dei dati numerici ottenuti dai file della macchina. L'ampiezza dello span, ovvero della luce fra gli appoggi del provino secondo lo schema statico trave appoggiata-appoggiata, è dipesa totalmente dallo spessore della provetta.

La provetta ha assunto geometria parallelepipedica, con dimensioni:

- *c*: altezza della sezione retta
- *d*: larghezza della sezione retta
- *l*: lunghezza minima della provetta

Il carico unitario di flessione espresso in [MPa], per un carico F concentrato, è stato dedotto dalla relazione seguente:

$$\sigma_f = \frac{M}{W}$$

dove M è il momento flettente indotto dal carico F e W invece il modulo d'inerzia della sezione retta espresso in mm³.

Il valore di W si deduce dall'applicazione di questa relazione:

$$W = \frac{d \cdot c^2}{6}$$

Il momento flettente si esprime mediante la formula seguente che tiene conto non solo del carico F concentrato espresso in [N], quanto dello span L espresso in [mm]:

$$M = \frac{F \cdot L}{4}$$

Quindi il carico unitario di flessione in [MPa] è così esprimibile:

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot d \cdot c^2}$$

Per la determinazione del modulo di elasticità a flessione espresso in [MPa] a partire da valori della curva appartenenti al ramo iniziale della curva, si è applicata la relazione:

$$E_b = \frac{L^3}{4 \cdot d \cdot c^3} \cdot \frac{\Delta F}{\Delta d}$$

In figura 2.3 è riportata la fotografia della configurazione adottata per le prove dinamiche e statiche.



Fig.2.3 Sistema adottato per le prove dinamiche e statiche

Per le prove dinamiche è necessario che il *probe* (come viene comunemente chiamata la punta) oltre che applicare uno *stress oscillante* (denominato *stress dinamico*) al campione imponga anche un carico costante allo stesso (denominato *stress statico*). È anche indispensabile che lo *stress statico* sia maggiore del massimo valore dello *stress* se così non fosse il campione non risulterebbe sempre premuto sui coltelli di appoggio con il rischio quindi di scivolamenti. Lo strumento consente di regolare il rapporto tra il carico statico e dinamico a seconda delle esigenze. La situazione è evidenziata in figura 2.4:

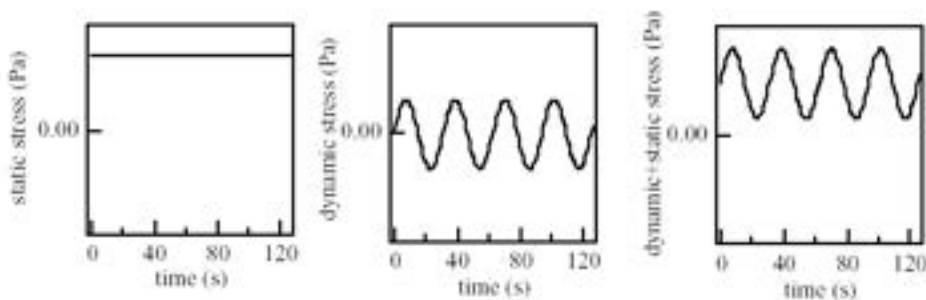


Fig. 2.4 Carico statico e dinamico applicati nell'analisi dinamico meccanica.

I primi due grafici sulla sinistra in figura 2.4 mostrano i due diversi tipi di sollecitazione applicati dal *DMA*:

- 1) lo stress statico, che risulta costante nel tempo
- 2) lo stress dinamico, che invece varia sinusoidalmente.

Il vantaggio della geometria a flessione é quello di essere in grado di produrre deformazioni relativamente grandi. Per il calcolo delle grandezze meccaniche lo *stress statico* è ininfluenza, a meno di possibili ripercussioni sul rapporto segnale/rumore. Il *DMA* utilizza pertanto solo il massimo *stress dinamico* e la massima ampiezza di deformazione prodotta (insieme naturalmente ai parametri geometrici del campione) per la determinazione del modulo.

I dati forniti dalle prove effettuate sono stati raccolti sul personal computer che correde tale macchinario; attraverso il software della macchina presente sul PC, è stato possibile prelevare i dati necessari alla costruzione dei diagrammi presenti nel seguito di tale trattazione.

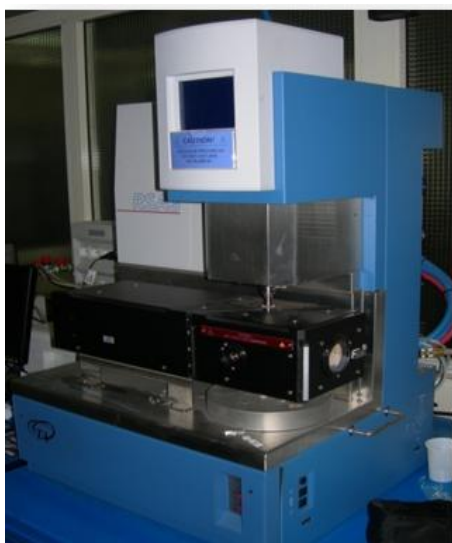


Fig. 2.5 TA Instruments RSA III

2.2 Prove di flessione sui laminati realizzati

2.2.1 Laminati in WPC

I provini testati, sono stati ricavati nelle dimensioni previste dalla norma ASTM 790m mediante taglio con sega a nastro diamantato. Le tipologie di provini testati sono riportate in Tabella 2.2; per ogni tipologia di provino sono stati testati 5 provini.

	Nome identificativo provino	Wood Flour (%)
HDPE	PE	100
WPC	A	20
	B	30
	C	40
	D	50

Tabella 2.2 Codifica dei provini

2.2.2 Risultati Prove Statiche

Le prove di flessione *statiche* condotte sui provini di HDPE e di WPC nelle diverse percentuali di carica hanno fatto registrare un comportamento meccanico crescente con la percentuale di carica. In particolare in figura 2.6 si riporta l'andamento del modulo in funzione della percentuale di fibre di legno; in funzione della stesa percentuale in figura 2.7 si riportano i valori della sollecitazione massima registrata nelle stesse prove. Nelle figure sono evidenziate anche gli intervalli con i valori minimi e massimi ottenuti per i cinque provini testati per ciascuna tipologia.

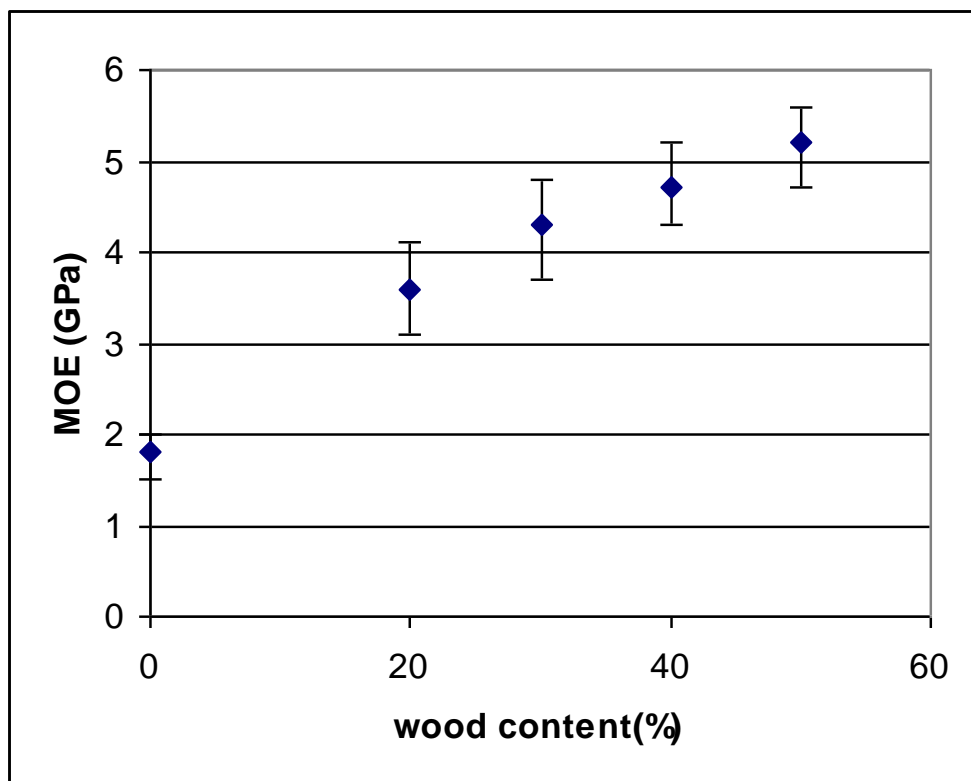


Fig.2.6. Valori del modulo elastico a flessione

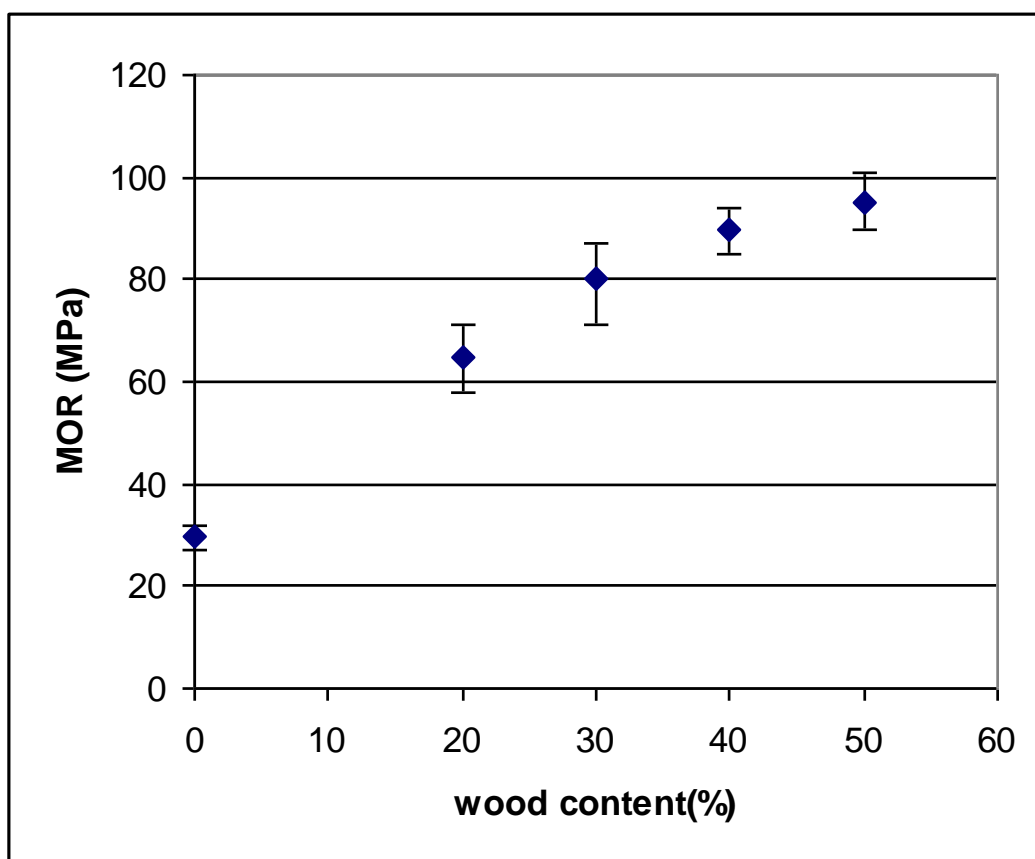


Fig. 2.7. Valori della sollecitazione massima

Il massimo valore dello stress, come indicato dai precedenti diagrammi, è stato registrato dal provino D relativo al provino composto da WPC al 50 % di farina di legno. Per tale tipologia di composito il massimo valore dello stress raggiunto in una prova è stato di 102 MPa.

In tabella 2.3 sono riportati i valori delle σ_{\max} medie relativi alle varie tipologie di provini.

Nome identificativo provino	Wood Flour (%)	σ_{\max} (MPa)
A	20	65
B	30	80
C	40	89
D	50	94
HDPE	0	28

Tabella 2.3. Valori degli stress massimi.

Si osserva una notevole differenza dei valori delle σ_{\max} tra i provini in WPC e quello composto da solo HDPE. Infatti paragonando il valore della σ_{\max} del laminato in solo HPDE al 100% con quello del provino D (cioè quello che ha riportato il valore più alto della σ_{\max}) si ha uno scarto di 70 MPa, o meglio si nota che il valore della σ_{\max} risulta triplicato.

2.2.3 Laminati in WPC rinforzati con Fibre lunghe di canapa

Sono state realizzate due tipologie di compositi con fibre lunghe di canapa con percentuale del 20%; sono stati impiegati pellets in wpc con il 20% di polpa di legno. Le due tipologie si differenziano per la disposizione di fibre lunghe: random e monodirezionale. Quest'ultima configurazione è stata testata sempre in direzione delle fibre per valutare le massime proprietà che è possibile ottenere con fibre lunghe.

In figura 8 si riportano i valori del modulo per le due tipologie con fibre lunghe e per confronto i valori ottenuti per il solo HDPE e per il WPC con la massima percentuale di carica di legno.

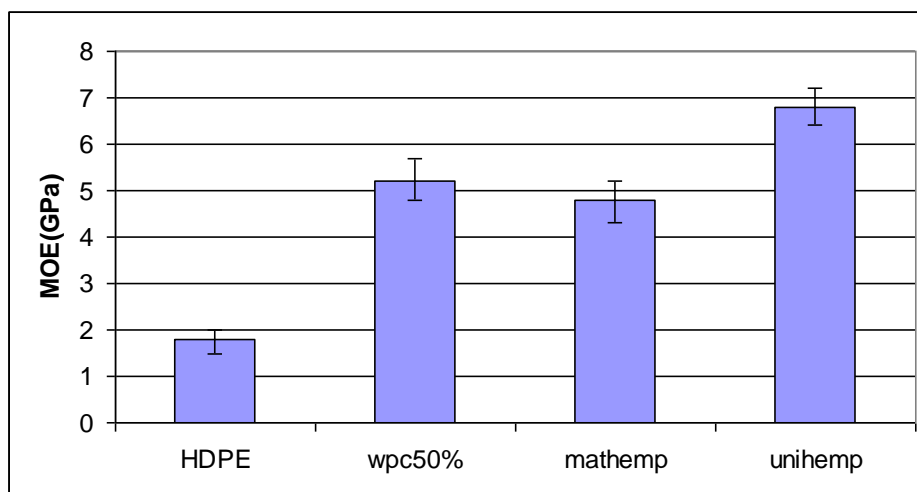


Fig. 2.8. Valori del modulo per I differenti compositi

In figura 2.9 si riportano i valori della massima sollecitazione per le due tipologie con fibre lunghe e per confronto i valori ottenuti per il solo HDPE e per il WPC con la massima percentuale di carica di legno.

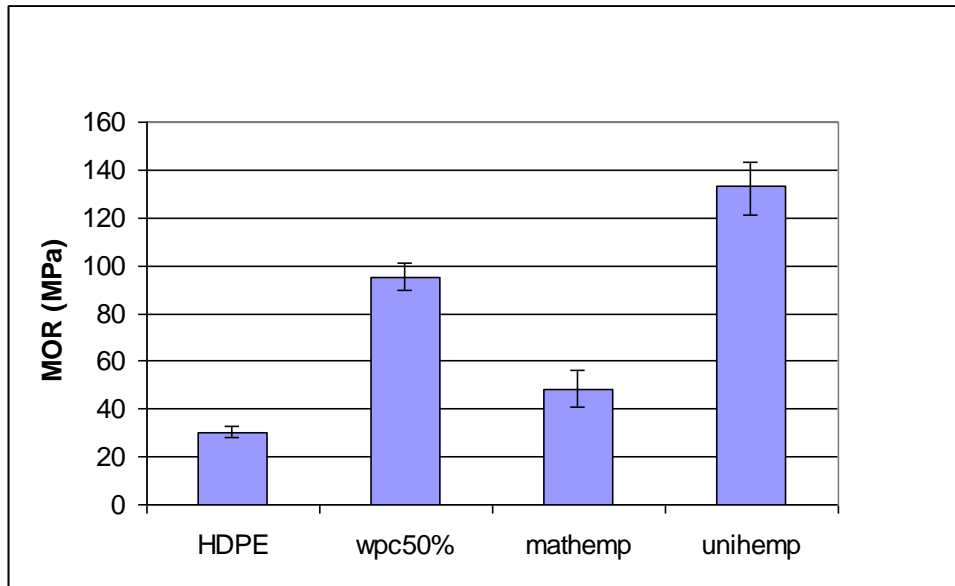


Fig.2.9. Valori della sollecitazione massima

Dagli istogrammi riportati nelle figure precedenti è evidente il miglioramento delle proprietà per i compositi con fibre lunghe monodirezionali. Mentre le fibre di canapa disposte in modo casuale non fanno registrare un miglioramento delle proprietà rispetto al wpc al 40% di polpa di legno.

2.2.4 Prove Dinamiche a Temperatura variabile

Sono state svolte sui laminati prodotti, prove a flessione dinamiche in cui si è valutato il modulo di elasticità al variare della temperatura. In particolare in fig.10 si riporta l'andamento del modulo in funzione della temperatura per i laminati in WPC alle diverse percentuali di carica di legno.

Dalla figura è possibile notare che pur partendo da valori differenti a temperatura ambiente si giunge ad elevate temperature a valori del modulo molto simili indipendentemente dalla percentuale di carica.

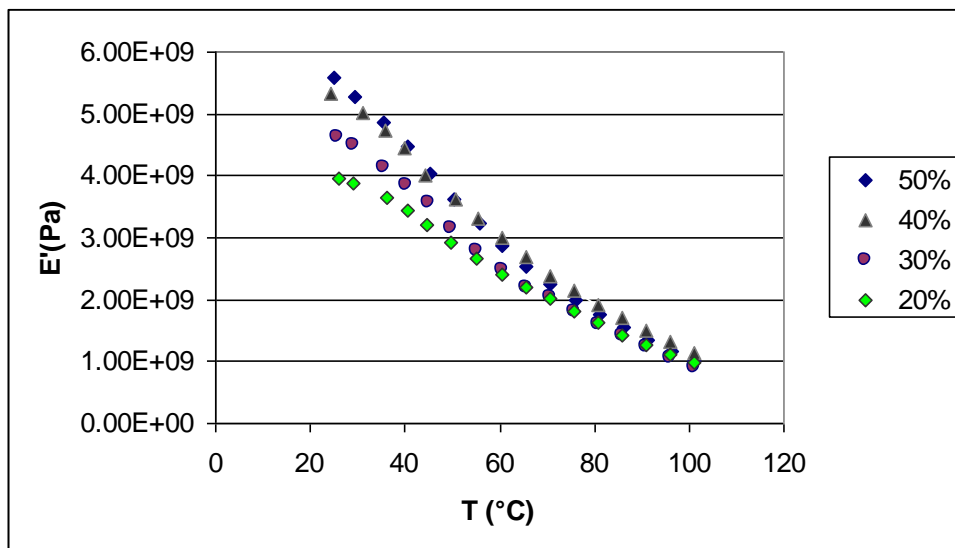


Fig. 2.10. Andamento del modulo elastico in funzione della temperatura

L'andamento del modulo con la temperatura riportato in fig.2.11 è relativo alle tipologie di laminato con fibre lunghe e per confronto ai laminati in solo HDPE e WPC al 50% di polpa di legno.

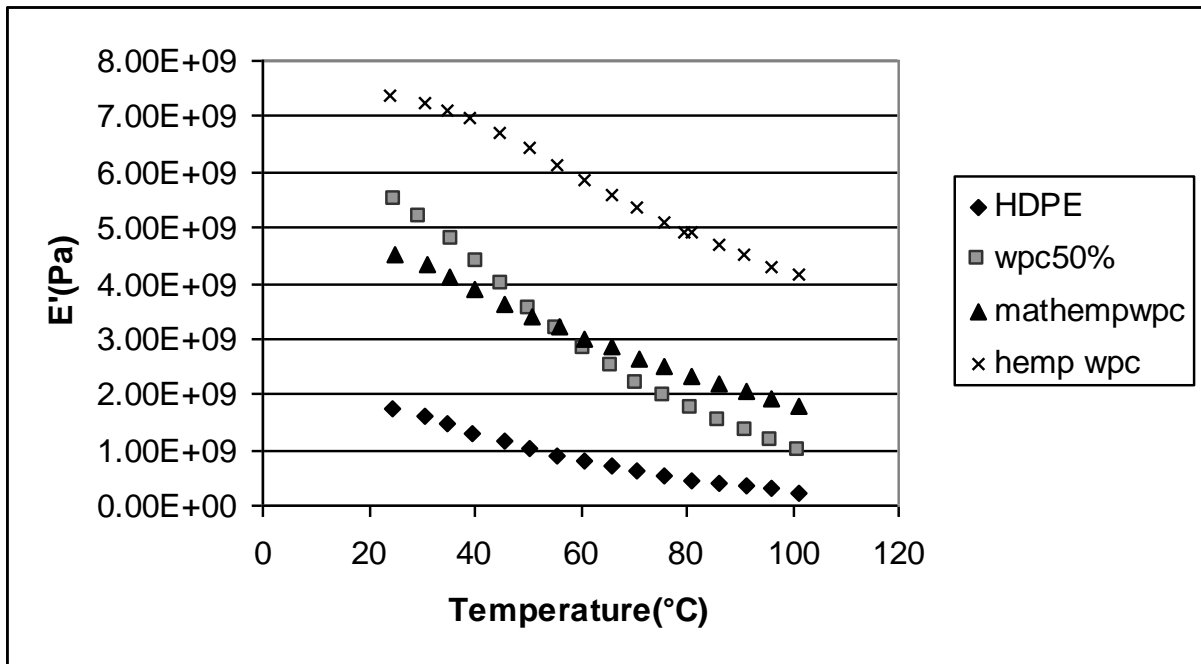


Fig.2.11. Andamento del modulo elastico in funzione della temperatura

Il modulo del composito con fibre lunghe monodirezionali presenta il miglior comportamento sia come valore maggiore alle diverse temperature sia come minor decremento del valore all'aumentare della temperatura rispetto a quello a temperatura ambiente.

E' interessante anche il comportamento del laminato con fibre lunghe random che presenta un contenuto decadimento con l'aumentare della temperatura.

2.3 Conclusioni

Da tutte le prove sia statiche che dinamiche è risultato un notevole incremento delle proprietà del polietilene caricato con fibre naturali. L'incremento di modulo elastico e di sollecitazione massima è proporzionale alla percentuale di carica per il WPC. Mentre le proprietà meccaniche crescono ulteriormente rinforzando il WPC con fibre lunghe di canapa monodirezionali ; un modulo di circa 7 GPa e resistenze superiori a 100 MPa rappresentano incrementi di proprietà notevoli rispetto ai circa 2GPa e 30MPa del solo polietilene.

Per i laminati di WPC rinforzati con fibre lunghe disposte in modo casuale le proprietà meccaniche sono inferiori al solo WPC al 40% di polpa di legno. Tale risultato potrebbe essere imputabile a due fattori: il primo al processo di produzione che favorisce l'azione dell'anidride maleica per la polpa di legno, ma non per le fibre lunghe inserite con lo stampaggio, il secondo legato alla elevata percentuale di canapa che compattandosi non permette alla matrice di impregnare bene le fibre con zone quasi secche che fanno decadere le proprietà. Tuttavia le fibre lunghe anche in disposizione random conferiscono delle buone proprietà al composito all'aumentare della temperatura. Infatti a differenza del WPC che presenta un forte decadimento delle proprietà, tutti i laminati con fibre lunghe presentano decrementi più contenuti con l'aumentare della temperatura. Questo è evidentemente legato ad un effetto lunghezza delle fibre.

In definitiva si può concludere che i laminati in WPC rinforzati con fibre lunghe di canapa presentano elevate proprietà meccaniche che subiscono decadimenti contenuti con l'aumentare della temperatura mantenendo le buone proprietà estetiche del WPC.