



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



Ministero dello Sviluppo Economico

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Il riciclaggio di materiali compositi in PP rinforzato con kenaf e messa a punto di una/due tecnologie per la realizzazione di materiali cellulari ibridi metallo-polimero basati su sfere/grani cave

M. Schwarz, F. Caretto, T. Marciànò, F. Valentino

IL RICICLAGGIO DI MATERIALI COMPOSITI IN PP RINFORZATO CON KENAF E MESSA A PUNTO DI UNA/DUE TECNOLOGIE PER LA REALIZZAZIONE DI MATERIALI CELLULARI IBRIDI METALLO-POLIMERO BASATI SU SFERE/GRANI CAVE

M. Schwarz, F. Caretto, T. Marciànò, F. Valentino (ENEA)

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: Risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto: 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

1. Premessa	6
1.1 Compositi polimerici caricati con fibre naturali	6
1.2 Materiali cellulari ibridi a base di resine termoplastiche e sfere cave	6
2. Il riciclaggio di materiali compositi in PP rinforzato con kenaf	7
2.1 Preparazione dei materiali	7
2.2 Caratterizzazione DMA del compound PP/Kenaf	13
2.3 Report prove a trazione su materiale vergine	15
2.3.1 PP puro	15
2.3.2 PP/kenaf	17
2.3.3 PP/Fibra vetro	19
2.4 Report prove a trazione su materiale riciclato	21
2.4.1 PP puro	21
2.4.2 PP/kenaf	24
2.4.3 PP/Fibra vetro	26
2.5 Conclusioni	28
3. Messa a punto di una/due tecnologie per la realizzazione di materiali cellulari ibridi metallo-polimero basati su sfere/grani cave	29
3.1 Messa a punto del processo di fabbricazione in scala laboratorio di sfere/grani cavi	29
3.1.1 Premessa	29
3.1.2 Prove sperimentali del processo di granulazione di polvere di alluminio	30
3.2 Fabbricazione di campioni a geometria semplice da destinare ai test di caratterizzazione	31
3.2.1 Preparazione dei campioni per prove meccaniche	31
3.2.2 Preparazione dei campioni per misure di conducibilità	32
3.3 Caratterizzazione meccanica e termica del pannello in schiuma metallica	32
3.3.1 Dimensione dei campioni	32

3.3.2 Risultati delle prove di compressione	33
3.3.3 Risultati delle prove di flessione.....	34
3.3.4 Risultati delle misure di conducibilità termica	35
3.4 Conclusioni	36
Allegato 1	37
<p>Rapporto tecnico relativo al Contratto di Ricerca: <i>"Programma per la messa a punto di una/due tecnologie per la realizzazione di materiali cellulari ibridi metallo-polimero basati su sfere/grani cave"</i> (Fasi 1-2)</p>	
Allegato 2.....	45
<p>Rapporto tecnico relativo al Contratto di Ricerca: <i>"Programma per la messa a punto di una/due tecnologie per la realizzazione di materiali cellulari ibridi metallo-polimero basati su sfere/grani cave"</i> (Fase 3)</p>	

1. Premessa

In questi ultimi anni le preoccupazioni di carattere ambientale, il bisogno di diversificazione delle fonti di energia e le opportunità di risparmio energetico, insieme ai grandi progressi tecnologici nel campo dell'accumulo, hanno rivalutato l'uso della trazione elettrica, che consente una notevole riduzione dei consumi energetici.

Le linee di ricerca che sono state sviluppate, sono rivolte a studi ed applicazioni relativi al settore dei nuovi materiali e dei componenti innovativi: compositi polimerici caricati con fibre naturali e materiali cellulari ibridi a base di resine termoplastiche e sfere cave .

1.1 Compositi polimerici caricati con fibre naturali

Le fibre naturali e la polpa di legno sono forse i più antichi additivi impiegati nei materiali polimerici; la loro applicazione risale alla realizzazione della bakelite, mediante la carica di resina fenolica con fibre naturali. Le fibre naturali presentano la caratteristica di rinnovabilità delle risorse. Le plastiche rinforzate con fibre naturali offrono un abbattimento dei costi per qualsiasi applicazione. L'utilizzo delle fibre naturali in polimeri termoindurenti porta ad una riduzione dei costi, del peso e a compositi ecocompatibili. I difetti di tali applicazioni sono legati all'assorbimento di umidità da parte delle fibre naturali e alla instabilità dimensionale; altro vincolo è legato alle temperature di processo ed alle proprietà dell'interfaccia fibra matrice.

Il passaggio innovativo è dovuto alla combinazione delle fibre naturali con i termoplastici, diverse applicazioni hanno conseguito una certa popolarità dal 1980. In particolare i concetti legati alla rinnovabilità delle risorse ed alla riciclabilità dei materiali hanno portato allo sviluppo di materiali termoplastici rinforzati con fibre naturali . Il potenziale di tali materiali non è stato ancora pienamente individuato a causa principalmente dell'incompatibilità tra le caratteristiche idrofile della fibra di cellulosa e quelle idrofobe dei polimeri. L'interfaccia ha quindi un ruolo significativo sugli effetti di trasferimento del carico dalla matrice alla fibra. Comunque l'attenzione maggiore è concentrata sulla sostituzione di riempitivi minerali o fibre artificiali con fibre naturali per polimeri termoplastici.

C'è però da tenere presente che i nuovi approcci alla progettazione devono necessariamente tener conto della riciclabilità dei prodotti, una volta raggiunta la loro fine vita (EoL). In questi termini un materiale se riciclabile, ha un valore aggiunto che può essere il fattore chiave per il suo utilizzo.

Ovviamente non si può pensare di ripetere il riciclo infinite volte, perchè, ad ogni riprocessamento, le proprietà dei diversi componenti, degradano. In particolare la lunghezza delle fibre diminuisce e quindi l'equilibrio delle sollecitazioni tra queste e la matrice viene modificato profondamente

In questa linea di ricerca si è studiata la riciclabilità del polipropilene rinforzato con fibre corte naturali di kenaf.

1.2 Materiali cellulari ibridi a base di resine termoplastiche e sfere cave

Le schiume metalliche sono un materiale metallico di nuova concezione, che viene espanso a forma di spugna, successivamente alla fusione di lingotti di alluminio con ingredienti chimici di vario genere, presentando una struttura interna costituita da una moltitudine di celle cave.

I materiali porosi si contraddistinguono per la leggerezza, per un migliore assorbimento dell'energia e una minore conduttività rispetto ai materiali metallici di origine.

In particolare, le schiume di alluminio sono destinate a una vasta gamma di applicazioni grazie alle loro ottime caratteristiche fonoassorbenti, alla permeabilità ai liquidi, dell'aria, ecc.

In particolare le schiume di alluminio trovano impiego nell'industria dei trasporti e negli ambiti che richiedono stabilità termica a temperature superiori a 200°C. Inoltre, aspetto estremamente importante, sono prodotti riciclabili e pertanto, compatibili con l'ambiente.

Tra le varie tecniche di produzione di materiali cellulari metallici ibridi, si è concentrata l'attenzione sullo sviluppo, a livello laboratorio, e la qualificazione delle tecnologie di realizzazione di sfere cave in alluminio, di piccolo diametro es. 2-6 mm, del loro utilizzo per la realizzazione di componenti, cellulari anche di geometria complessa, miscelando le sfere con opportuni polimeri in modo da conferire le necessarie proprietà di resistenza, rigidità ed assorbimento di energia.

2. Il riciclaggio di materiali compositi in PP rinforzato con kenaf

Come accennato precedentemente i nuovi approcci alla progettazione devono necessariamente tener conto della riciclabilità dei prodotti, una volta raggiunta la loro fine vita (EoL). In questi I nuovi approcci alla progettazione devono necessariamente tener conto della riciclabilità dei prodotti, una volta raggiunta la loro fine vita (EoL). In questi termini un materiale se riciclabile, ha un valore aggiunto che può essere il fattore chiave per il suo utilizzo.

Per i materiali compositi termoplastici il riciclaggio passa necessariamente attraverso un processo di tipo meccanico, da cui si ottengono granulati, polveri o prodotti fibrosi, da utilizzare in seguito in processi di estrusione o di iniezione una volta miscelati con un parte di polimero vergine.

Ovviamente non si può pensare di ripetere questo ciclo infinite volte, ad ogni riprocessamento le proprietà dei diversi componenti, degradano. In particolare la lunghezza delle fibre diminuisce e quindi l'equilibrio delle sollecitazioni tra queste e la matrice.

In questo lavoro si è studiata la riciclabilità del polipropilene rinforzato con fibre corte naturali di kenaf.

2.1 Preparazione dei materiali

Il materiale ha subito una serie di processi costituiti da stampaggio sotto pressa, caratterizzazione meccanica e successiva frantumazione e riduzione in granuli.

Si sono così ottenuti i valori di decadimento delle proprietà meccaniche per ogni ciclo di recupero.

Il materiale utilizzato è un composito in PP con una percentuale di Kenaf tra il 16% e il 20% in peso, inoltre è presente circa un 30% di carica minerale.

Una serie di caratterizzazioni DMA e TGA-DSC sono state effettuate per rilevarne le caratteristiche termiche più importanti.

Il test di riciclabilità è stato realizzato eseguendo diversi cicli successivi di stampaggio e relativa macinatura.

Per avere un termine di confronto le stesse operazioni sono state eseguite su PP vergine e PP caricato con fibre di vetro al 18% in peso.

Di seguito i grafici che mostrano l'andamento delle caratteristiche meccaniche al variare del numero di riciclaggi.



Fig.1 PP puro



Fig.2 Compound in PP con il 16-20% di kenaf



Fig.3 PP puro con carica in fibra di vetro

La carica PP e fibra di vetro processata tramite un mixer della *Thermo scientific* ha permesso di ottenere il compound PP e 18% di fibra di vetro. Una fase di triturazione ha permesso di ottenere i granuli necessari per la successiva fase di stampaggio. Di seguito sono riportate le immagini delle varie fasi di processo.



Fig. 4 Mixer per la realizzazione del compound in PP e 18% in fibra di vetro



Fig.5 Compound PP e18% di fibra di vetro



Fig.6 Granuli in PP e 18% di fibra di vetro

I granuli dei tre compound: PP, PP+kenaf e PP+GF sono così pronti per lo stampaggio delle lastre da cui ottenere i provini per i test meccanici.



Fig.7 Pressa per lo stampaggio delle lastre



Fig.8 Stampo caricato con pellets di PP puro

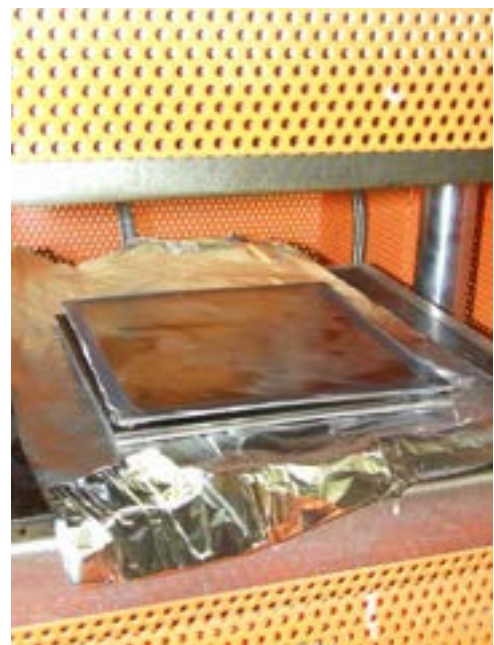


Fig.9 Stampo inserito nella pressa



Fig 10 Lastra in PP+kenaf ottenuta dallo stampaggio

Tramite un pantografo automatizzato, sono ricavate dalle lastre i provini ad osso di cane utili per le prove meccaniche



Fig.11 Particolare processo di taglio



Fig.12 Controllo dimensionale dei provini ricavati



Fig.13 Particolare della prova a trazione eseguita

Realizzati i provini e misurate le caratteristiche a trazione, gli stessi e i relativi sfridi sono stati macinati nel mulino a lame.

Le tre tipologie PP, PP/kenaf e PP/FV sono state integrate con un 30% del relativo compound vergine. Dopodiché si è ripetuto il processo di stampaggio e di realizzazione e test dei provini a osso di cane. I risultati sono riportati nella seguente tabella:

Modulo di Young

riciclo	PP	PP+kenaf	PP+FV
0	1743 (dv 66)	3157 (dv 331)	2331(dv 111)
1	1709 (dv 57)	3136 (dv 202)	2251 (dv 155)
2			

Resistenza a rottura

riciclo	PP	PP+kenaf	PP+FV
0	30,2 (dv 0,1)	19,9 (dv 0,8)	25,9 (dv 0,7)
1	26,1 (dv 1,6)	19,0 (dv 0,6)	22,0 8dv 1,9)
2			

2.2 Caratterizzazione DMA del compound PP/Kenaf

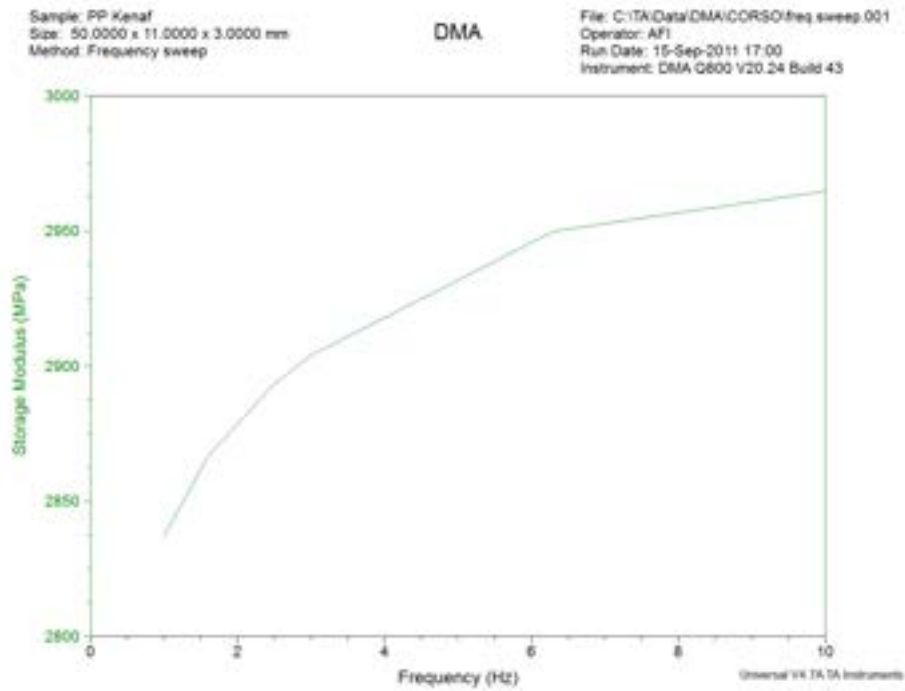


Fig.14 PP/Kenaf Storage Modulus

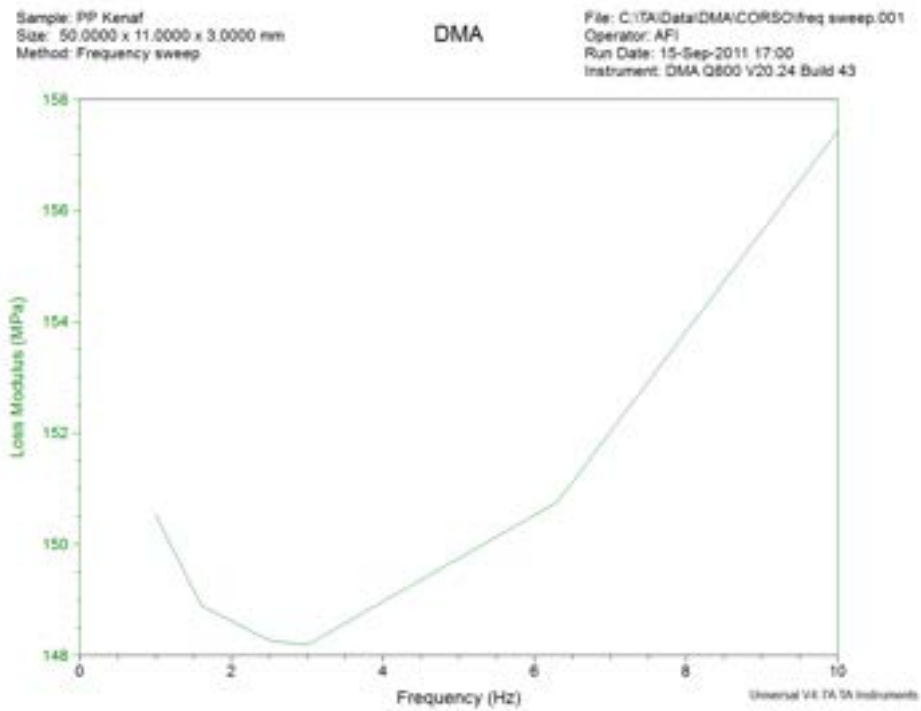


Fig.15 PP/Kenaf Loss Modulus

Sample: PP Kenaf
Size: 50.0000 x 11.0000 x 3.0000 mm
Method: Frequency sweep

DMA

File: C:\TA\Data\DMA\CORSO\freq sweep.001
Operator: AF1
Run Date: 15-Sep-2011 17:00
Instrument: DMA Q800 V20.24 Build 43

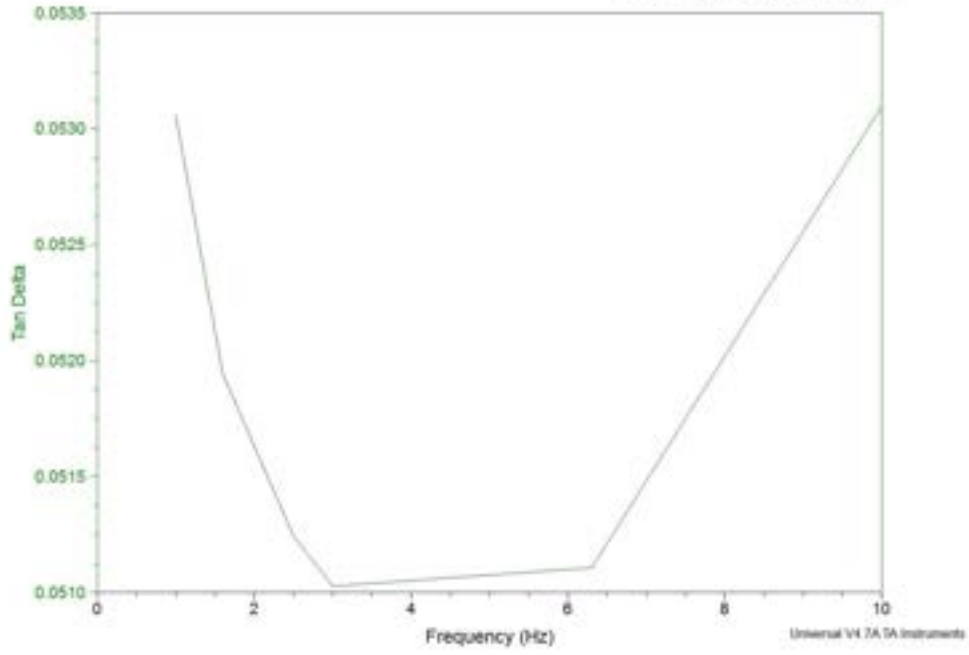


Fig.16 PP/Kenaf Tan Delta

2.3 Report prove a trazione su materiale vergine

2.3.1 PP puro

ENEA

Sample ID: PPpuroHP540J_16sept11.mss

Test Date: 16/09/2011

Method: PP Extens-Crossh SI.msm

Sample Information:

Name	Value
SampleID	PPpuroHP540J_16sept11

Specimen Results:

Specimen	Width mm	Thickness mm	Specimen Comment	Peak Load (carico Massimo) N	Peak Stress (resistenza a trazione) MPa	Strain At Break (deformazione a rottura) mm/mm
1	6.144	2.818	ok in g.l.	522.8	30.2	0.323
2	6.132	2.979	ok in g.l.	550.5	30.1	0.887
3	6.103	2.912	ok in g.l.	539.0	30.3	0.248
4	6.069	2.962	ok in g.l.	542.5	30.2	2.693
MeaMedia	6.112	2.918		538.7	30.2	1.037
Std. Dev.	0.033	0.072		11.65	0.1	1.2

Specimen	Modulus MPa	Chord Modulus (UNI EN ISO 527) MPa	%Strain At Peak (al carico Massimo) mm/mm
1	1736.4	1751.2	0.063
2	1717.7	1742.3	0.070
3	1837.0	1860.3	0.062
4	1682.6	1751.7	0.067
MeaMedia	1743.4	1776.3	0.066
Std. Dev.	66.256	64.744	0.003

Calculation Inputs:

Name	Value	Units
Nominal Gage Length	25.000	mm
Grip Distance	65.0	mm

Test Inputs:

Name	Value	Units
Data Acq. Rate	20.0	Hz
Test Speed	1.000	mm/min

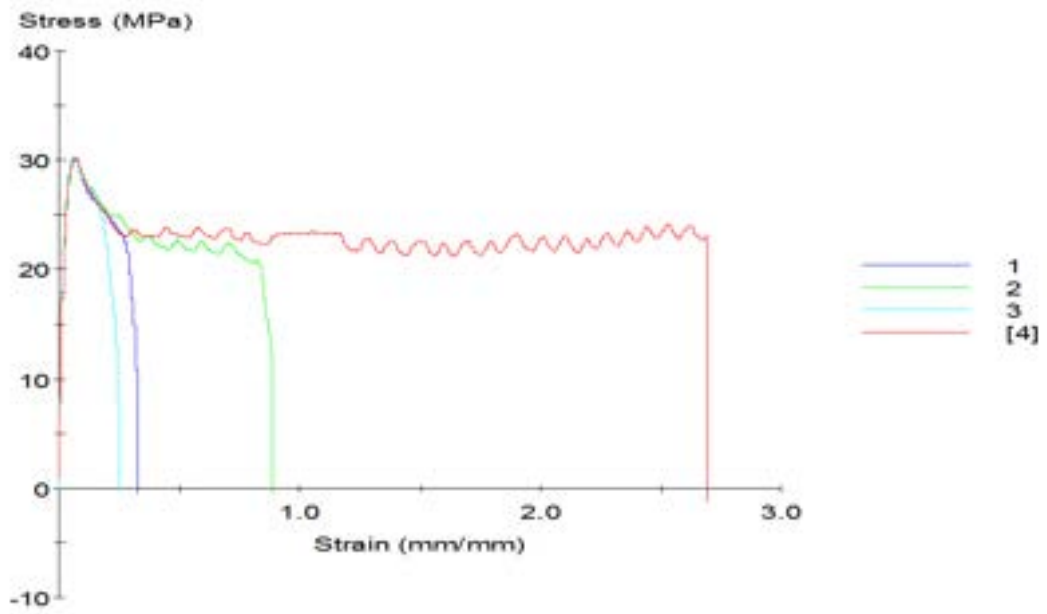


Fig 17 PP puro-Modulo Young

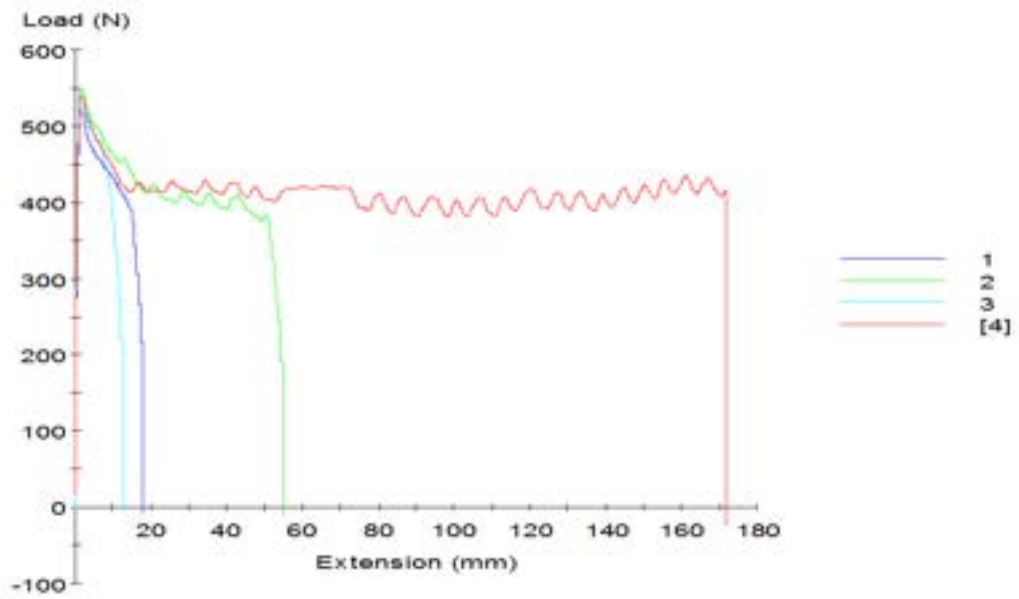


Fig 18 PP puro- Resistenza a rottura

2.3.2 PP/kenaf

ENEA

Sample ID: PP/KENAF_15sept11.mss
Method: PP Extens-Crossh Sl.msm

Test Date: 15/09/2011
Operator: ENEA (F. Valentino)

Sample Information:

SampleID	PPKEMAF_15sept11

Specimen Results:

Specimen #	Width mm	Thickness mm	Specimen Comment	Peak Load N	Peak Stress MPa	Strain At Break mm/mm	Modulus (Young) MPa	Chord Modulus Strain 1 - 2 MPa
1	6.252	2.971	FTU	383.372	20.6	0.020	2685.6	2268.7
2	6.121	2.982	ok (al centro)	341.544	18.7	0.016	3386.7	2915.3
3	6.114	2.967	ok (in g.l.)	367.597	20.3	0.022	3390.3	3004.0
4	6.112	2.951	ok (in g.l.)	358.632	19.9	0.022	3165.8	2829.0
MeaMedia	6.150	2.968		362.786	19.9	0.019	3157.1	2754.2
Std. Dev.	0.068	0.013		17.468	0.8	0.003	331.4	331.5

NOTA : il modulo Corda riportato nei Risultati è calcolato tra i punti strain 0.0005 e 0.0025 come consigliato dalla UNI EN ISO 527

Calculation Inputs:

Name	Value	Units
Nominal Gage Length	25.000	mm

Test Inputs:

Name	Value	Units
Data Acq. Rate	20.0	Hz
Test Speed	1.000	mm/min

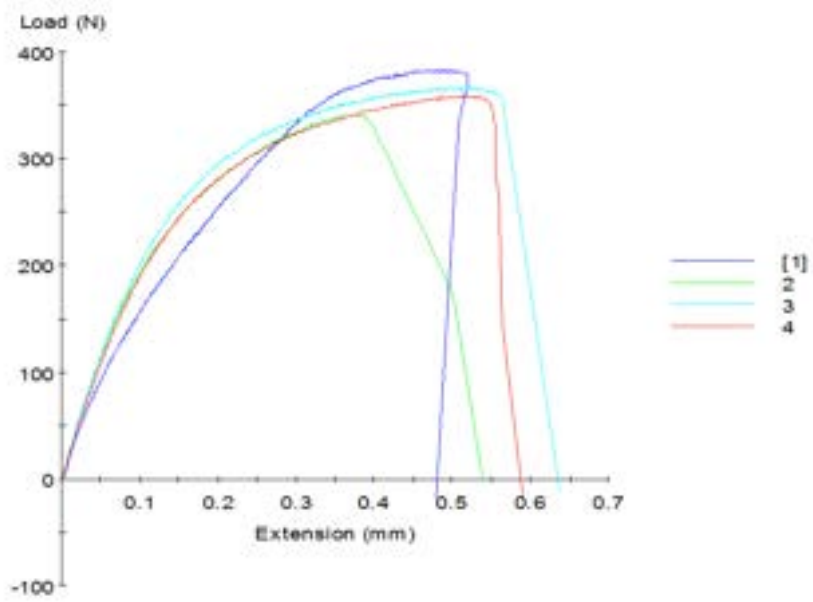


Fig.19 PP/Kenaf- Modulo Young

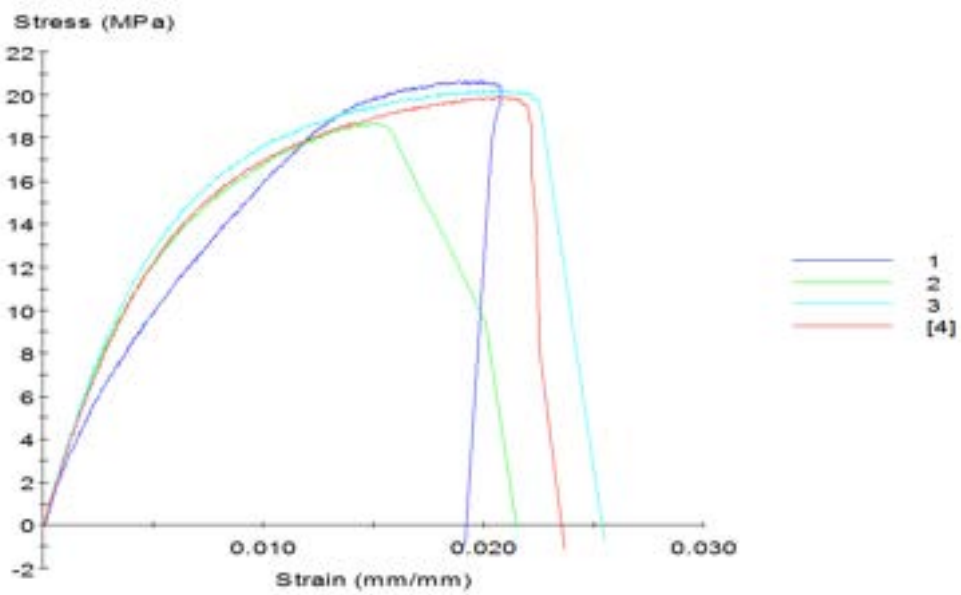


Fig.20 PP/Kenaf- Resistenza a rottura

2.3.3 PP/Fibra vetro

ENEA

Sample ID: PP/FV_15spt11.mss
Method: PP Extens-Crossh Sl.msm

Test Date: 15/09/2011
Operator: ENEA (F. Valentino)

Sample Information:

Name	Value
SampleID	PPFV_15spt11

Specimen Results:

Specimen #	Width mm	Thickness mm	Specimen Comment	Peak Load N	Peak Stress MPa	Strain At Break mm/mm	Modulus MPa	Chord Modulus Strain 1 - 2 MPa
1	6.096	2.801	ok al centro	433.745	25.4	0.030	2239.956	2192.700
2	6.078	2.822	ok in g.l.	447.359	26.1	0.026	2411.912	2356.897
3	6.109	2.847	ok al centro	441.893	25.4	0.028	2230.180	2186.435
4	6.107	2.875	ok bordo interno g.l.	471.806	26.9	0.027	2441.556	2396.115
MeaMedia	6.098	2.836		448.701	25.9	0.026	2330.901	2283.037
Std. Dev.	0.014	0.032		16.388	0.7	0.002	111.390	109.140

Calculation Inputs:

Nominal Gage Length	25.000	mm
---------------------	--------	----

Test Inputs:

Name	Value	Units
Data Acq. Rate	20.0	Hz
Test Speed	1.000	mm/min

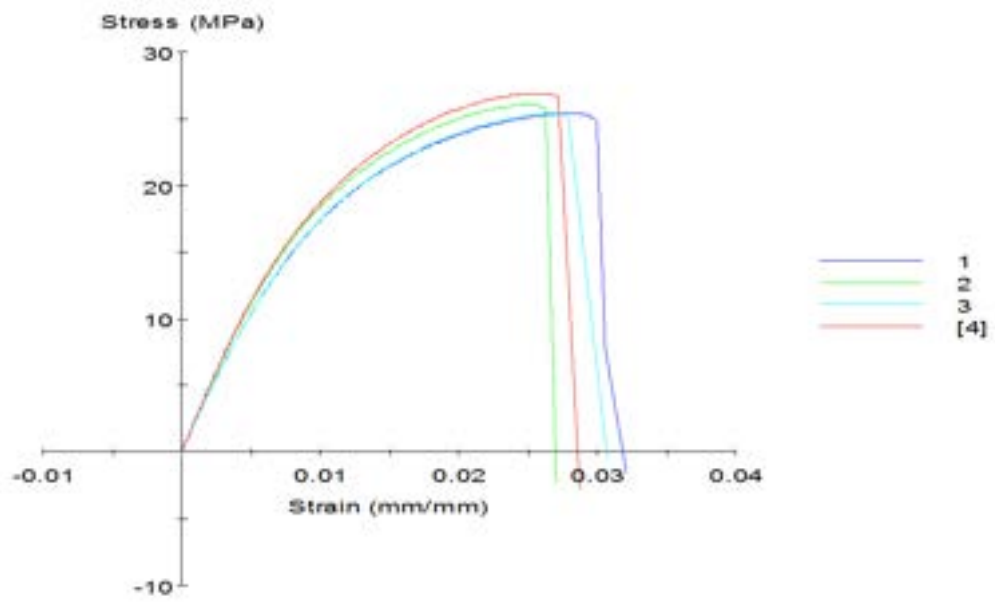


Fig.21 PP/Fibra vetro -Modulo Young

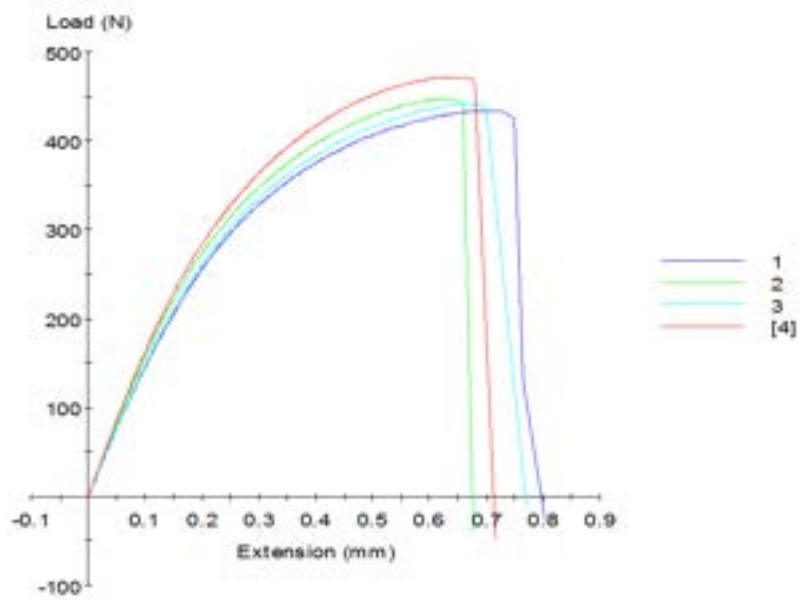


Fig.22 PP/Fibra vetro- Resistenza a rottura

2.4 Report prove a trazione su materiale riciclato

2.4.1 PP puro

ENEA

Sample ID: PPRECYCLED+30%vergine.mss
Method: PP Extens-Crossh SI.msm

Test Date: 20/09/2011
Enea Operator: Filiberto Valentino

Sample Information:

Name	Value
Sample	PP HP 540J recycled + 30 puro

Specimen Results:

Specimen	Width mm	Thickness mm	Peak Load N	Peak Stress MPa	Strain At Break mm/mm
1	6.149	2.855	482.307	27.5	0.081
2	6.149	2.892	430.570	24.2	0.031
3	6.186	2.815	477.559	27.4	0.056
4	6.174	2.775	435.567	25.4	0.052
MeaMedia	6.164	2.834	456.501	26.1	0.055
Std. Dev.	0.019	0.050	27.203	1.6	0.009

Specimen	Modulus MPa	Chord Modulus Strain 1 - 2 MPa	%Strain At Peak mm/mm
1	1640.7	1651.0	0.052
2	1776.4	1766.7	0.031
3	1728.4	1738.3	0.047
4	1691.0	1686.5	0.044
MeaMedia	1709.1	1710.6	0.044
Std. Dev.	57.4	51.8	0.009

Specimen Comments:

Specimen	Comments
1	ok al centro
2	FTU
3	ok al centro
4	ok al centro

Calculation Inputs:

Name	Value	Units
Nominal Gage Length	25.000	mm
Grip Distance	65	mm

Test Inputs:

Name	Value	Units
Data Acq. Rate	20.0	Hz
Test Speed	1.000	mm/min

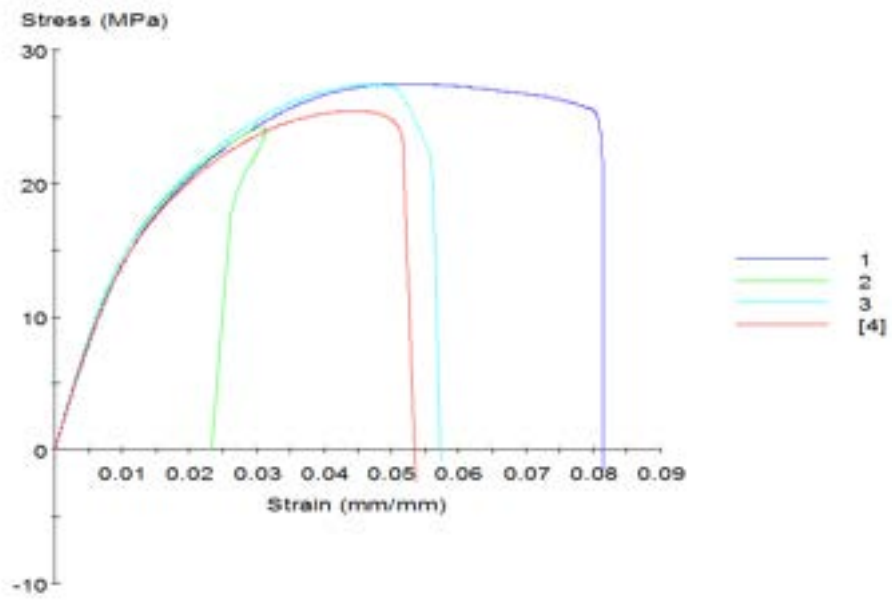


Fig.23 PP puro -Modulo Young

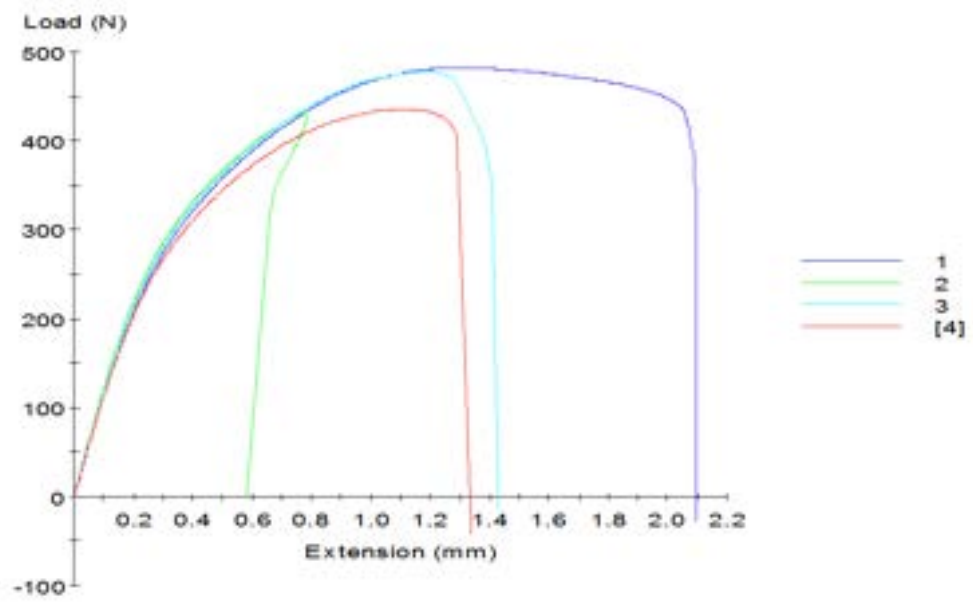


Fig. 24 PP puro-Resistenza a rottura

2.4.2 PP/kenaf

ENEA

Sample ID: PP/KENAFrecycled+30%verGINE.mss
Method: PP Extens-Crossh Sl.msm

Test Date: 20/09/2011
Enea Operator: FilibertoValentino

Sample Information:

Name	Value
SampleID	PP+KENAFrecycled+30Kenaf

Specimen Results:

Specimen	Width mm	Thickness mm	Peak Load N	Peak Stress MPa	Strain At Break mm/mm
1	6.154	2.837	343.231	19.7	0.029
2	6.107	2.823	334.764	19.4	0.025
3	6.145	2.834	326.474	18.7	0.026
4	6.133	2.848	319.751	18.3	0.019
MeaMedia	6.135	2.835	331.055	19.0	0.025
Std. Dev.	0.020	0.010	10.178	0.6	0.003

Specimen	Modulus MPa	Chord Modulus Strain 1 - 2 MPa	%Strain At Peak mm/mm
1	3179.7	2871.4	0.024
2	3187.8	2854.2	0.022
3	2850.6	2620.7	0.022
4	3328.2	2890.4	0.016
MeaMedia	3136.6	2809.2	0.021
Std. Dev.	202.5	126.5	0.003

Specimen Comments:

Specimen #	Comments
1	ok in g.l.
2	ok al centro
3	ok al centro
4	ok al centro

Calculation Inputs:

Name	Value	Units
Nominal Gage Length	25.000	mm
Grip Separation	65	mm

Test Inputs:

Name	Value	Units
Data Acq. Rate	20.0	Hz
Test Speed	1.000	mm/min

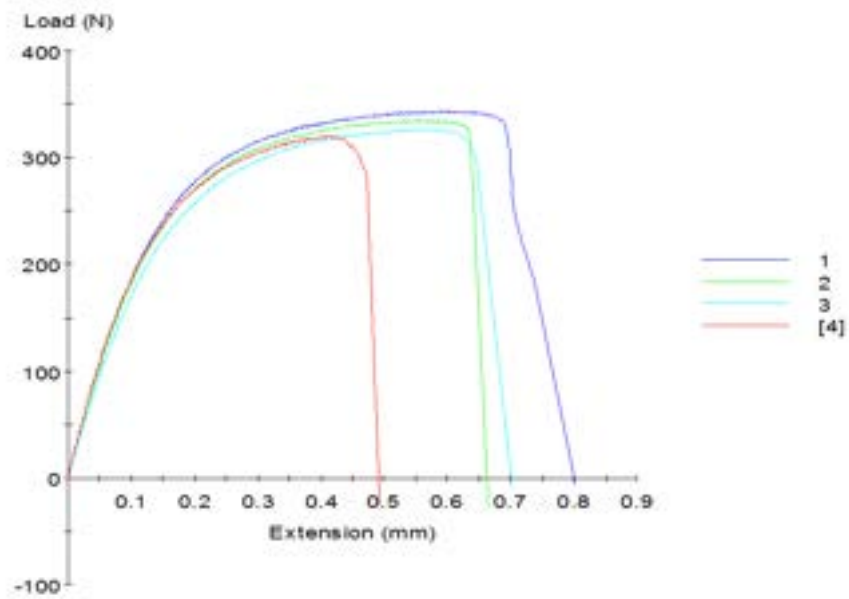


Fig. 25 PP/Kenaf- Modulo Young

2.4.3 PP/Fibra vetro

ENEA

Sample ID: PP/FVRECYC+30%verGINE.mss
 Method: PP Extens-Crossh Sl.msm

Test Date: 20/09/2011
 Enea Operator: Filiberto Valentino

Sample Information:

Name	Value
Sample	PP + Fibra vetro recycled + 30 puro

Specimen Results:

Specimen	Width mm	Thickness mm	Peak Load N	Peak Stress MPa	Strain At Break mm/mm
1	6.062	2.796	415.947	24.5	0.029
2	6.170	2.785	340.175	19.8	0.018
3	6.150	2.751	370.449	21.9	0.025
4	6.231	2.762	373.551	21.7	0.029
MeaMedia	6.153	2.774	375.030	22.0	0.025
Std. Dev.	0.070	0.021	31.157	1.9	0.004

Specimen	Modulus MPa	Chord Modulus Strain 1 - 2 MPa	%Strain At Peak mm/mm
1	2470.5	2380.0	0.026
2	2109.1	2040.1	0.017
3	2196.5	2143.2	0.021
4	2228.9	2149.9	0.026
MeaMedia	2251.3	2178.3	0.023
Std. Dev.	154.7	143.6	0.004

Specimen Comments:

Specimen #	Comments
1	ok in g.l.
2	ok in g.l.
3	ok in g.l.
4	ok in g.l.

Calculation Inputs:

Name	Value	Units
Nominal Gage Length	25.000	mm
Grip Separation	65	mm

Test Inputs:

Name	Value	Units
Data Acq. Rate	20.0	Hz
Test Speed	1.000	mm/min

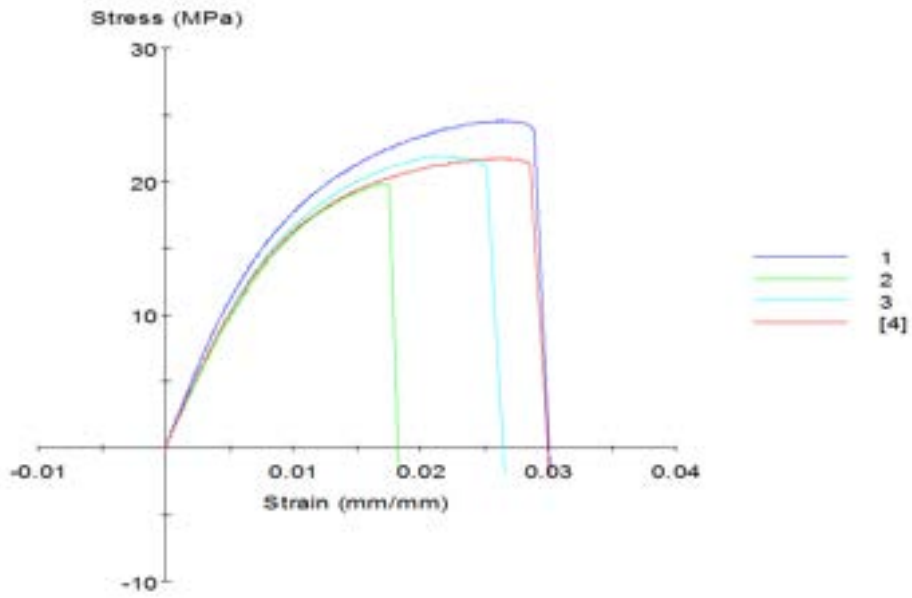


Fig.26 PP/Fibra vetro- Modulo Young

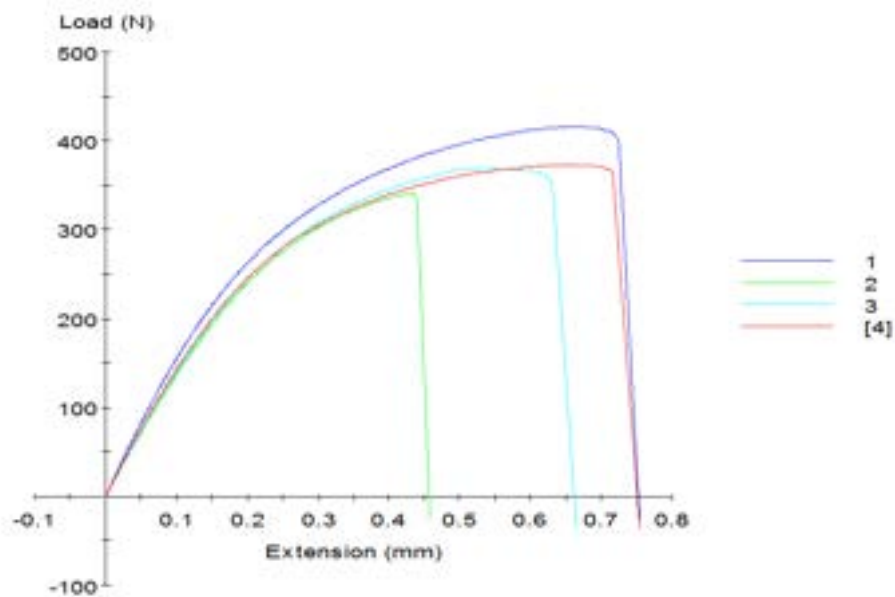


Fig. 27 PP/Fibra vetro -Resistenza a rottura

2.5 Conclusioni

Il presente lavoro, ancora in itinere, ha l'intento di valutare la riciclabilità di compound rinforzati con fibre naturali quali quelle di kenaf.

Lo scopo è di rilevare, con un accurata caratterizzazione fisico/meccanica, come variano le proprietà fisiche del composito a seguito del processo di riciclaggio che classicamente consiste in una fase di triturazione che porta ad avere un prodotto pronto per essere stampato.

In particolare i test meccanici hanno al momento rivelato come il modulo elastico a flessione non vari con il processo di triturazione e stampaggio.

A variare è invece la resistenza a rottura che ha registrato un calo del 15% per il compound caricato con fibre di vetro, del 13% per il polipropilene puro e di solo il 4% per il compound caricato con kenaf. Il risultato è incoraggiante e lascia intravedere che le fibre naturali, rispetto a quelle di vetro, siano meno suscettibili al processo di riciclaggio

3. Messa a punto di una/due tecnologie per la realizzazione di materiali cellulari ibridi metallo-polimero basati su sfere/grani cave

3.1 Messa a punto del processo di fabbricazione in scala laboratorio di sfere/grani cavi

3.1.1 Premessa

L'obiettivo di questa fase è la definizione di un processo in scala laboratorio finalizzato all'ottenimento di sfere o grani cavi. L'esigenza di ottenere sfere/grani cavi proviene dal fatto di avere disponibile un materiale che opportunamente assemblato garantisca determinate proprietà di resistenza meccanica ed isolamento acustico e/o termico. Sulla base di una valutazione dello stato dell'arte si sono selezionate e valutate tre differenti tecnologie:

- Gocciolamento con doppio ago
- Rivestimento di sfere organiche
- Granulazione di polveri di alluminio

3.1.1.1 Gocciolamento a doppio ago

Questa tecnologia si basa sul gocciolamento di una lega fusa con solidificazione in acqua cercando di riprodurre il meccanismo di formazione di cavità che in maniera indesiderata talvolta si formano all'interno di componenti ottenuti per fusione. Infatti quando un metallo fuso viene colato in uno stampo inizia a solidificare a contatto con le pareti dello stampo. Visto che il solido ha normalmente una densità maggiore del liquido, la contrazione di volume associata alla solidificazione porta alla formazione di cavità denominate cavità da ritiro. Nel caso specifico dell'alluminio il processo si basa nel disporre di un forno che porti a fusione la polvere di alluminio ($T > 660^{\circ}\text{C}$) e il fuso deve essere gocciolato tramite un ago di materiale idoneo in un contenitore di acqua fredda in presenza di aria direzionata verso la goccia tramite il secondo ago. Questo processo presenta pertanto notevoli problemi tecnologici quali la necessità di lavorare ad alta temperatura con attrezzature da laboratorio che ne impediscono sostanzialmente l'applicabilità al caso specifico dell'alluminio.

3.1.1.2 Rivestimento di sfere organiche

Il rivestimento di sfere di materiale organico è una tecnologia sviluppata, tra gli altri, dall'istituto Fraunhofer IFAM di Dresda. Questo processo si basa nel ricoprire sfere di polistirolo con una miscela di polvere metallica e legante che viene spruzzata su un letto fluido di sfere. Questo processo ha il limite che produce sfere con granulometria poco dispersa che non garantisce quindi la possibilità di ottenere un elevato coefficiente di impaccamento nella realizzazione di materiali cellulari.

3.1.1.3 Granulazione di polveri di alluminio

La granulazione di polveri di alluminio consiste nell'agglomerare la polvere in grani a forma sferica tramite l'ausilio di un legante organico. La granulazione avviene utilizzando dei contenitori a V che ruotando a velocità definita permettono l'agglomerazione della polvere tramite rotolamento lungo le pareti del contenitore. I granuli ottenuti presentano una granulometria abbastanza dispersa e richiedono un trattamento termico per l'eliminazione del solvente e del legante organico. Il processo avviene a temperatura ambiente e l'apparecchiatura richiesta è semplice e poco costosa. Sulla base di queste considerazioni questo processo è stato scelto per la sperimentazione e la messa a punto del processo di realizzazione di sfere/grani.

3.1.2 Prove sperimentali del processo di granulazione di polvere di alluminio

Sono state fatte delle prove di granulazione di polvere di alluminio finalizzate alla valutazione della possibilità di ottenere granuli di alluminio porosi. Le prove sono state condotte utilizzando il granulatore di Figura 28.



Figura 28: Granulatore da laboratorio



Figura 29: Miscelatore Turbula

I granuli ottenuti dopo trattamento termico a 650°C sono riportati in Figura 30.



Figura 30: Granuli di alluminio dopo trattamento a 650°C

Dall'immagine di Figura 30 si nota come la forma dei granuli sia irregolare e che la granulometria è altamente dispersa.

3.2 Fabbricazione di campioni a geometria semplice da destinare ai test di caratterizzazione

Con l'obiettivo di supportare l'ottimizzazione del processo di fabbricazione dei grani porosi è stata effettuata una caratterizzazione meccanica preliminare su un pannello prototipo prodotto su scala laboratorio utilizzando materiali (grani) simili, per caratteristiche morfologiche, a quelli in fase di sviluppo con la tecnica di granulazione.

E' stato quindi assemblato, ancora con tecniche di laboratorio, un pannello di spessore nominale 15 mm nel quale i grani cavi in alluminio sono stati consolidati, utilizzando un polimero commerciale, fra due lamiere piane in alluminio di spessore 1,5 mm.

3.2.1 Preparazione dei campioni per prove meccaniche

Per le prove di compressione sono stati usati campioni di dimensione circa 50x55 mm² (Figura 31), mentre campioni 145x47,5 mm² (Figura 32) sono stati utilizzati per delle prove di flessione.

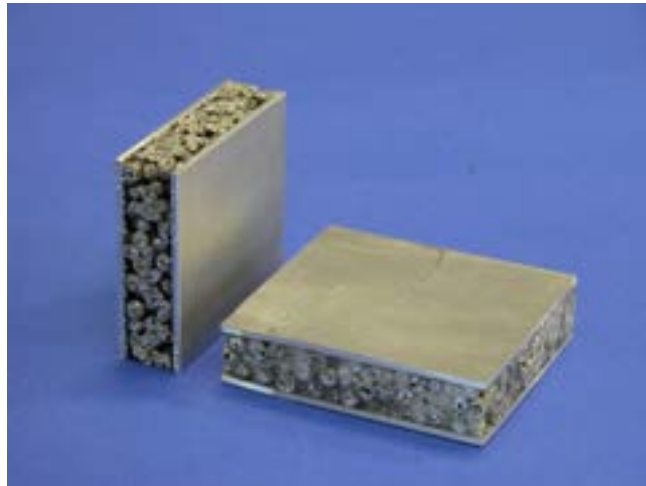


Figura 31: Campioni di materiale cellulare per prove meccaniche di compressione



Figura 32: Campioni di materiale cellulare per prove meccaniche di flessione

Uno dei campioni per prove di compressione è stato consolidato con ulteriore resina, rispetto alla sola impregnazione dei grani effettuata per il pannello, al fine di valutare l'effetto del grado di consolidamento sulla rigidità e sulla resistenza meccanica.

3.2.2 Preparazione dei campioni per misure di conducibilità

Per le misure di conducibilità termica a temperatura ambiente, sono stati ricavati due campioni cilindrici, per carotatura, di diametro 2" (50,8 mm), da utilizzare nel termo flussimetro con anello di guardia (Fig. 33).



Figura 33: Campioni di materiale cellulare per misure di conducibilità termica

3.3 Caratterizzazione meccanica e termica del pannello in schiuma metallica

3.3.1 Dimensione dei campioni

In Tab. 1 si riportano le dimensioni dei campioni (lo spessore delle lamiere in alluminio è pari a circa 1.5 mm).

Campione	Tipologia di prova	Dimensioni lunghezza x larghezza x spessore [mm]	Note
campione 0	compressione	52.39 x 60.17 x 14.67	core addizionato con resina
campione 1	compressione	47.24 x 49.16 x 15.01	
campione 0	flessione a tre punti	144.13 x 47.24 x 15.05	
campione 1	flessione a tre punti	144.30 x 47.13 x 14.80	
PANNELLO 1	conducibilità term.	Φ 50.8 x 14.5	
PANNELLO 2	conducibilità term.	Φ 50.8 x 14.5	

Tab. 1: dimensioni dei campioni sottoposti a prova

La densità è stata misurata sia per i campioni tal quali, rappresentativi dell'intero pannello, sia per il campione addizionato con resina. I valori sono pari rispettivamente a circa 0.85 g/cm³ e 1.26 g/cm³, corrispondenti, in percentuale rispetto all'alluminio solido (2.7 g/cm³), rispettivamente al 31,5% ed al 46,7%, con, quindi, una rilevante riduzione di peso specifico.

3.3.2 Risultati delle prove di compressione

Nella Tab. 2 sono presentati i risultati sintetici delle prove di compressione.

Campione	Ultimate strength [MPa]	2% deflection stress [MPa]	Compressive Young's modulus [GPa]
campione 0	21.1	2.00	0.44
campione 1	11.9	1.10	0.17

Tab. 2: risultati prove di compressione

Il diagramma stress-strain, ottenuto elaborando i dati registrati di carico e spostamento, per entrambe le prove di compressione, é riportato in Fig. 34.

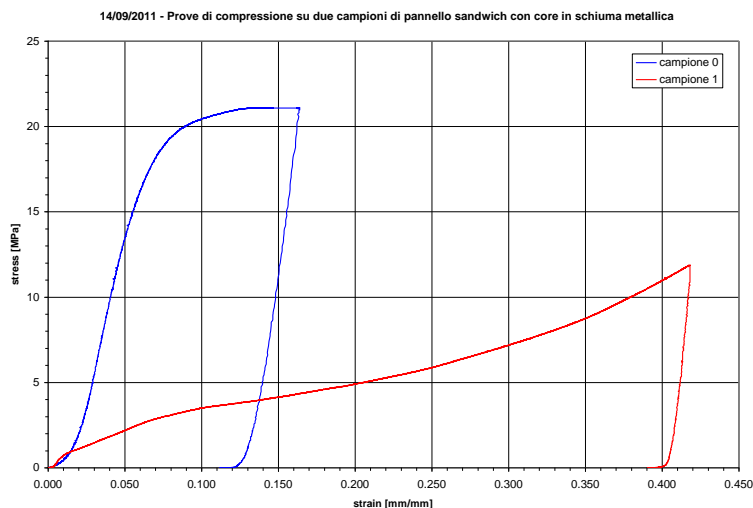


Fig. 34. Andamento dello stress in funzione dello strain per i campioni 0, con resina aggiuntiva, e per il campione 1

La curva stress-strain di riferimento del pannello assemblato con i grani porosi è rappresentata dal campione 1, caratterizzato da una resistenza a compressione, a basse deformazioni (2÷5%), stimabile in 1÷2 MPa, che cresce, senza raggiungere la rottura, all'aumentare della deformazione e compattazione dei grani.

Anche per quanto riguarda le proprietà meccaniche a compressione del pannello assemblato con grani porosi, si può osservare che queste sono dello stesso ordine di grandezza, anche se leggermente inferiori, dei valori medi riportati in letteratura, per le diverse schiume metalliche commerciali.

Infine è importante sottolineare che l'aumento della quantità di resina di consolidamento, sperimentata sul campione 0, comporta un significativo aumento sia della resistenza a compressione che della rigidità, come si vede dalla curva stress-strain del campione 0,

evidenziando l'importanza di questo parametro di processo, sulle caratteristiche meccaniche del pannello in schiuma metallica.

3.3.3 Risultati delle prove di flessione

Nella Tab. 3 sono presentati i risultati delle prove di flessione, in accordo con la norma di riferimento.

Campione	P max [N]	Core shear ultimate stress [MPa]	Facing stress [MPa]
campione 0	854	0.67	20.76
campione 1	1351	1.08	33.52

Tab. 3: risultati prove di flessione

Il diagramma carico-spostamento (corsa del pistone della macchina di prova) è riportato in Fig. 35.

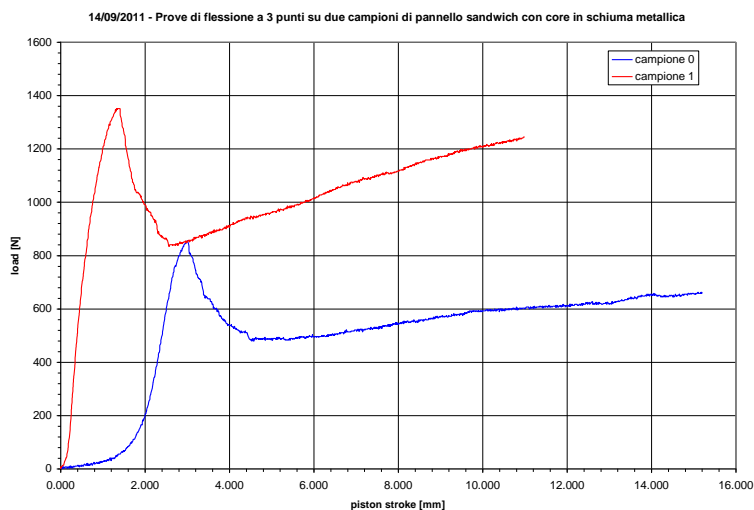


Fig. 35. Andamento del carico in funzione della corsa del pistone

Le curve carico-spostamento di entrambi i campioni presentano un primo picco cui segue una rapida riduzione della resistenza e successiva ripresa della stessa.

La causa di questo comportamento è il distacco parziale, per taglio, di una delle lamiere di alluminio che contengono il core in schiuma metallica, come si nota dalle Fig. 36.



Fig. 36. Dettaglio della parziale delaminazione della lamiera inferiore (lato sinistro)

Questo indica che l'adesione core-lamiera realizzata attraverso la resina di consolidamento del core va migliorata con prevedibile beneficio sulla resistenza a flessione del pannello.

In nessuno dei due campioni provati si è verificata una rottura del core, una delle modalità classiche di rottura delle schiume metalliche realizzate con processi tradizionali.

La differenza di carico massimo registrata durante le prove sui due campioni è prevedibilmente imputabile a differenze di omogeneità del core e dell'adesione dello stesso alle lamiere e ad una cavità macroscopica rilevata all'interno del campione 0.

3.3.4 Risultati delle misure di conducibilità termica

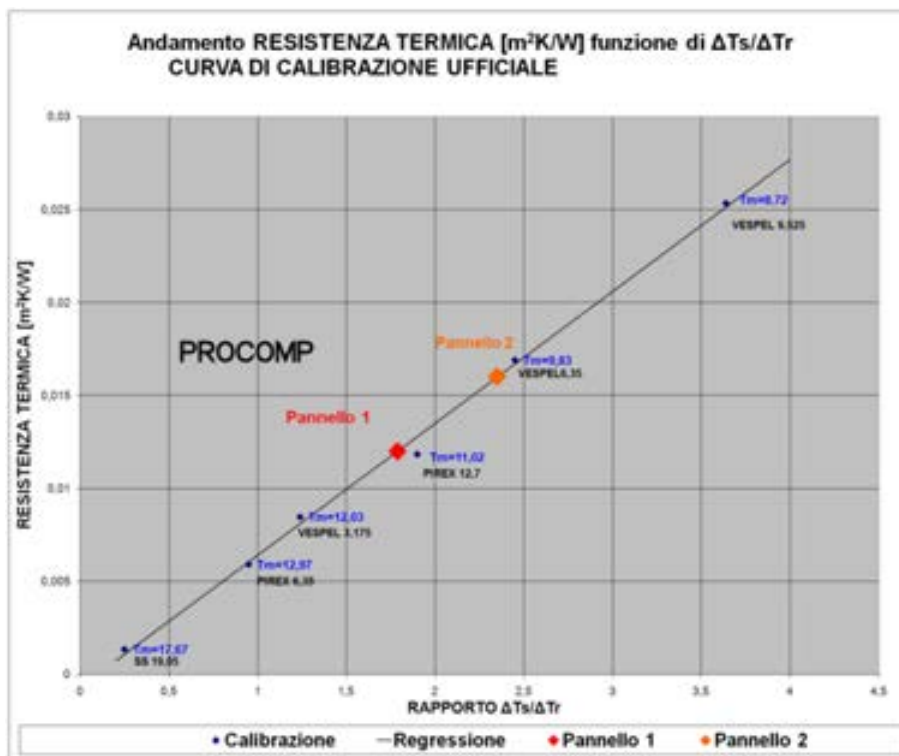


Fig. 37 Risultati della misura di conducibilità su due campioni di pannello in schiuma metallica

I risultati numerici delle misure di conducibilità sui campioni ricavati dal pannello realizzato con grani porosi sono riportati nella Tab.4.

MATERIALE	SPESSORE [m]	RAPPORTO $\Delta T_s / \Delta T_f$	TEMPERATURA MEDIA SAMPLE [°C]	λ [W/mK]	RESISTENZA TERMICA MISURATA [m^2K/W]
Pannello 1	0,0146	1,79	10,91	1,218	0,011986864
Pannello 2	0,0145	2,35	9,99	0,906	0,016004415

Tab. 4: risultati delle misure di conducibilità termica

Si può osservare che i valori di conducibilità misurati sono leggermente differenti fra loro, causa, probabilmente, di una possibile disomogeneità nella distribuzione dei grani nel core e della distribuzione della resina di consolidamento.

L'elemento di maggior interesse per le possibili applicazioni termiche è il valore di conducibilità termica medio misurato, attorno ad 1 W/mK, enormemente inferiore a quello dell'alluminio metallico (230 W/mK).

La causa di questa rilevante riduzione è sicuramente legata alla distribuzione dei micro vuoti interni ai grani porosi e fra gli stessi che, oltre a ridurre la densità del pannello, impediscono i moti convettivi dell'aria intrappolata, elevano notevolmente il potere isolante del core.

Queste misure confermano la possibilità di utilizzare le schiume metalliche realizzate con grani porosi come componente di strutture isolanti da un punto di vista termico e, probabilmente, anche da un punto di vista acustico.

In conclusione si può affermare che la tecnologia di fabbricazione di sfere/grani porosi messa a punto a livello laboratorio ed in fase di ottimizzazione sembra promettente per la realizzazione del materiale base per la realizzazione di componenti in schiuma metallica, anche con geometria complessa.

Il pannello sperimentale, assemblato con tecniche di laboratorio, ha permesso di ricavare campioni per prove meccaniche e misure di conducibilità che presentano aspetti morfologici e geometrici adeguati per la esecuzione delle caratterizzazioni previste.

Anche i risultati ottenuti dalla caratterizzazione del pannello sandwich risultano incoraggianti, in quanto comparabili con i dati reperibili in letteratura, anche se riferiti a pannelli realizzati con tecnologie diverse con densità simili.

3.4 Conclusioni

La tecnologia di fabbricazione di sfere/grani porosi messa a punto a livello laboratorio ed in fase di ottimizzazione sembra promettente per la realizzazione del materiale base per la realizzazione di componenti in schiuma metallica, anche con geometria complessa.

Il pannello sperimentale, assemblato con tecniche di laboratorio, ha permesso di ricavare campioni per prove meccaniche e misure di conducibilità che presentano aspetti morfologici e geometrici adeguati per la esecuzione delle caratterizzazioni previste.

Allegato 1

Rapporto tecnico relativo al Contratto di Ricerca

“Programma per la messa a punto di una/due tecnologie per la realizzazione di materiali cellulari ibridi metallo-polimero basati su sfere/grani cave”

(Rif. 2011/7336/C.F. 9140) (Fase 1 e Fase 2)

Realizzato dal Consorzio PROCOMP per conto di ENEA

Autori:

**Labanti Martino
Sangiorgi Sergio**

Rotondella (MT), 14.09.2011

Sommario

Lo scopo dell'attività è lo sviluppo, a livello laboratorio, e la qualificazione, delle tecnologie di realizzazione di sfere cave in leghe leggere (es. alluminio), di piccolo diametro es. 2-6 mm, del loro utilizzo per la realizzazione di componenti, cellulari anche di geometria complessa, miscelando le sfere con opportuni polimeri in modo da conferire le necessarie proprietà di resistenza, rigidità ed assorbimento di energia.

In particolare vengono descritte la messa a punto del processo e la realizzazione di granuli cavi in alluminio (Fase 1) e di campioni a geometria semplice (Fase 2).

Le principali attività effettuate sono:

Fase 1: messa a punto del processo per la fabbricazione in scala laboratorio di sfere cave:

- valutazione, sulla base delle esperienze pregresse e su una analisi dello stato dell'arte attuale, dei metodi ottimali per la realizzazione di sfere o grani cavi (es. realizzabilità con tecnologie applicabili anche su scala laboratorio o prepilota).
Sono stati presi in considerazione processi basati sia sulla tecnica di gocciolamento, con doppio ago, della lega fusa e solidificazione es. in acqua sia sulla tecnica di metallurgia delle polveri, mediante rivestimento di sfere organiche con slurry contenenti polveri di metallo, successivo dewaxing e sinterizzazione e tecniche di formatura con miscela di polveri metalliche, organiche e successiva granulazione anche con utilizzo di leganti, successivo dewaxing e sinterizzazione,
- scelta, dopo una serie di prove preliminari, del processo più promettente, realizzabile anche su scala laboratorio: quello basato sulla granulazione di miscele di polveri di alluminio e polveri organiche, e legante organico, successivo dewaxing e sinterizzazione,
- realizzazione delle attrezzature di laboratorio necessarie ed effettuazione le prove di messa a punto del processo fino alla produzione di un lotto limitato di granuli cavi/porosi,
- i granuli ottenuti sono stati caratterizzati da un punto di vista microstrutturale.

Fase 2: fabbricazione di campioni a geometria semplice da destinare ai test di caratterizzazione:

- valutazione delle possibili opzioni commerciali per la scelta del polimero da utilizzare come legante delle sfere/granuli per la realizzazione del materiale cellulare e successive prove di miscelazione ad analisi della bagnabilità,
- realizzazione, per riempimento della intercapedine fra due lamiere in alluminio, di un pannello con dimensioni limitate ma tali da poter essere utilizzato per ricavare alcuni campioni per la caratterizzazione meccanica di base (flessione, compressione).

Fase 1: messa a punto del processo per la fabbricazione in scala laboratorio di sfere cave

1. Introduzione

Lo scopo di questo programma di ricerca è la definizione di un processo per la realizzazione in scala laboratorio di sfere o grani cavi da utilizzare nella fabbricazione di componenti cellulari anche di geometria complessa. Questo rapporto è relativo alle attività della Fase 1 (Messa a punto del processo per la fabbricazione in scala laboratorio di sfere cave) e della Fase 2 (Fabbricazione di campioni a geometria semplice da destinare ai test di caratterizzazione).

2. Messa a punto del processo di fabbricazione in scala laboratorio di sfere/grani cavi

L'obiettivo di questa fase è la definizione di un processo in scala laboratorio finalizzato all'ottenimento di sfere o grani cavi. L'esigenza di ottenere sfere/grani cavi proviene dal fatto di avere disponibile un materiale che opportunamente assemblato garantisca determinate proprietà di resistenza meccanica ed isolamento acustico e/o termico. Sulla base di una valutazione dello stato dell'arte si sono selezionate e valutate tre differenti tecnologie:

1. Gocciolamento con doppio ago
2. Rivestimento di sfere organiche
3. Granulazione di polveri di alluminio

2.1 Gocciolamento a doppio ago

Questa tecnologia si basa sul gocciolamento di una lega fusa con solidificazione in acqua cercando di riprodurre il meccanismo di formazione di cavità che in maniera indesiderata talvolta si formano all'interno di componenti ottenuti per fusione. Infatti quando un metallo fuso viene colato in uno stampo inizia a solidificare a contatto con le pareti dello stampo. Visto che il solido ha normalmente una densità maggiore del liquido, la contrazione di volume associata alla solidificazione porta alla formazione di cavità denominate cavità da ritiro. Nel caso specifico dell'alluminio il processo si basa nel disporre di un forno che porti a fusione la polvere di alluminio ($T > 660^{\circ}\text{C}$) e il fuso deve essere gocciolato tramite un ago di materiale idoneo in un contenitore di acqua fredda in presenza di aria direzionata verso la goccia tramite il secondo ago. Questo processo presenta pertanto notevoli problemi tecnologici quali la necessità di lavorare ad alta temperatura con attrezzature da laboratorio che ne impediscono sostanzialmente l'applicabilità al caso specifico dell'alluminio.

2.2 Rivestimento di sfere organiche

Il rivestimento di sfere di materiale organico è una tecnologia sviluppata, tra gli altri, dall'istituto Fraunhofer IFAM di Dresda. Questo processo si basa nel ricoprire sfere di polistirolo con una miscela di polvere metallica e legante che viene spruzzata su un letto fluido di sfere. Questo processo ha il limite che produce sfere con granulometria poco dispersa che non garantisce quindi la possibilità di ottenere un elevato coefficiente di impaccamento nella realizzazione di materiali cellulari.

2.3 Granulazione di polveri di alluminio

La granulazione di polveri di alluminio consiste nell'agglomerare la polvere in grani a forma sferica tramite l'ausilio di un legante organico. La granulazione avviene utilizzando dei contenitori a V che ruotando a velocità definita permettono l'agglomerazione della polvere tramite rotolamento lungo le pareti del contenitore. I granuli ottenuti presentano una granulometria abbastanza dispersa e richiedono un trattamento termico per l'eliminazione del solvente e del legante organico. Il processo avviene a temperatura ambiente e l'apparecchiatura richiesta è semplice e poco costosa. Sulla base di queste considerazioni questo processo è stato scelto per la sperimentazione e la messa a punto del processo di realizzazione di sfere/grani.

3. **Prove sperimentali del processo di granulazione di polvere di alluminio** Sono state fatte delle prove di granulazione di polvere di alluminio finalizzate alla valutazione della possibilità di ottenere granuli di alluminio porosi. Le prove sono state condotte utilizzando il granulatore di Figura 1.



Figura 1: Granulatore da laboratorio

Alla polvere di alluminio (Carlo Erba) posta nel contenitore a V si aggiunge una soluzione di acqua al 5% in peso di legante organico (Cerfix K50, Ceramco). La soluzione viene spruzzata all'interno del contenitore rotante in modo da ottenere una miscela omogenea con la polvere. Dopo alcuni minuti il prodotto ottenuto viene posto di un adeguato contenitore di polietilene al fine di terminare la granulazione con l'apparecchiatura di Figura 2.



Figura 2: Miscelatore Turbula

I granuli ottenuti dopo trattamento termico a 650°C sono riportati in Figura 3.



Figura 3: Granuli di alluminio dopo trattamento a 650°C

Dall'immagine di Figura 3 si nota come la forma dei granuli sia irregolare e che la granulometria è altamente dispersa. I granuli sono quindi stati esaminati con il microscopio elettronico a scansione (SEM) per valutare la porosità interna. I granuli mostrano una superficie abbastanza compatta (Figura 4), mentre internamente mostrano delle porosità residue maggiormente concentrate verso il centro del granulo (Figura 5).

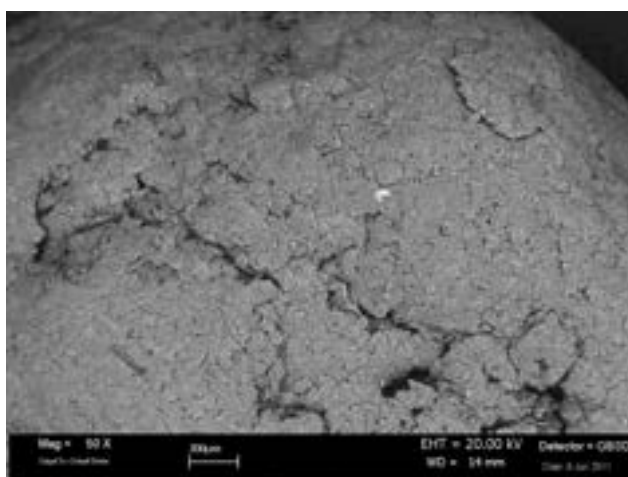


Figura 4: Immagine SEM della superficie di un granulo di alluminio

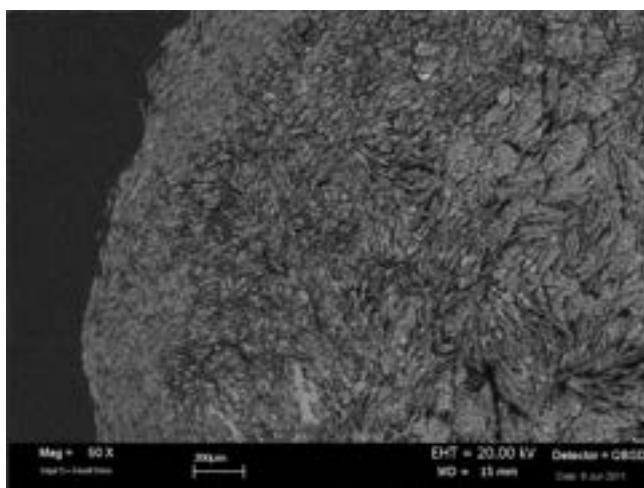


Figura 5: Immagine SEM della sezione di un granulo di alluminio

Le porosità residue sono dovute anche al legante che viene eliminato durante il ciclo termico di sinterizzazione. Nell'ottica di aumentare la porosità si potrà aumentare il quantitativo di legante e/o aggiungere alla polvere di alluminio del materiale organico sottoforma di microgranuli che verranno opportunamente eliminati prima della sinterizzazione.

Fase 2: fabbricazione di campioni a geometria semplice da destinare ai test di caratterizzazione

Con l'obiettivo di supportare l'ottimizzazione del processo di fabbricazione dei grani porosi è stata effettuata una caratterizzazione meccanica preliminare su un pannello prototipo prodotto su scala laboratorio utilizzando materiali (grani) simili, per caratteristiche morfologiche, a quelli in fase di sviluppo con la tecnica di granulazione.

I grani porosi utilizzati, erano stati prodotti, in quantità limitata, ancora su scala laboratorio, da un istituto di ricerca europeo con cui PROCOMP ha precedentemente collaborato.

E' stato quindi assemblato, ancora con tecniche di laboratorio, un pannello di spessore nominale 15 mm nel quale i grani cavi in alluminio sono stati consolidati, utilizzando un polimero commerciale, fra due lamiere piane in alluminio di spessore 1,5 mm.

La caratterizzazione di questi campioni rappresenta una valida base di confronto per i campioni che verranno prodotti con i granuli ottimizzati e, analizzando, in particolare, le modalità di deformazione e rottura, fornisce utili elementi per la messa a punto del processo di fabbricazione dei grani (es. granulometria, porosità, etc.) e del pannello (es. livello di impregnazione della resina, tipologia della stessa, etc.).

Nella possibile ipotesi di utilizzare pannelli in schiuma metallica come componenti di strutture resistenti al fuoco (es. porte taglia fuoco), si è ritenuto opportuno effettuare anche una prima valutazione della conducibilità termica del pannello realizzato con grani cavi.

1. Preparazione dei campioni per prove meccaniche

Per le prove di compressione sono stati usati campioni di dimensione circa $50 \times 55 \text{ mm}^2$ (Figura 6), mentre campioni $145 \times 47,5 \text{ mm}^2$ (Figura 7) sono stati utilizzati per delle prove di flessione.



Figura 6: Campioni di materiale cellulare per prove meccaniche di compressione

Uno dei campioni per prove di compressione è stato consolidato con ulteriore resina, rispetto alla sola impregnazione dei grani effettuata per il pannello, al fine di valutare l'effetto del grado di consolidamento sulla rigidità e sulla resistenza meccanica.

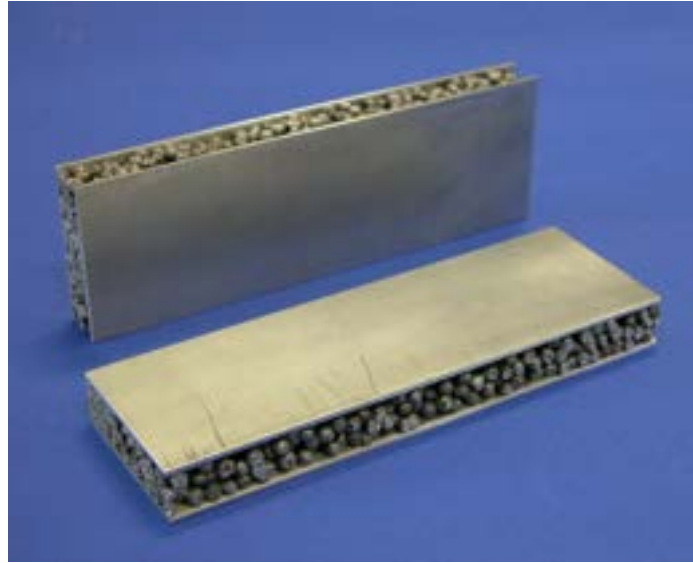


Figura 7: Campioni di materiale cellulare per prove meccaniche di flessione

2. Preparazione dei campioni per misure di conducibilità

Per le misure di conducibilità termica a temperatura ambiente, sono stati ricavati due campioni cilindrici, per carotatura, di diametro 2" (50,8 mm), da utilizzare nel termo flussimetro con anello di guardia (Fig. 8).



Figura 8: Campioni di materiale cellulare per misure di conducibilità termica

Conclusioni

La tecnologia di fabbricazione di sfere/grani porosi messa a punto a livello laboratorio ed in fase di ottimizzazione sembra promettente per la realizzazione del materiale base per la realizzazione di componenti in schiuma metallica, anche con geometria complessa.

Il pannello sperimentale, assemblato con tecniche di laboratorio, ha permesso di ricavare campioni per prove meccaniche e misure di conducibilità che presentano aspetti morfologici e geo

Allegato 2

Rapporto tecnico relativo al Contratto di Ricerca

“Programma per la messa a punto di una/due tecnologie per la realizzazione di materiali cellulari ibridi metallo-polimero basati su sfere/grani cave”

(Rif. 2011/7336/C.F. 9140) (Fase 3)

Realizzato dal Consorzio PROCOMP per conto di ENEA

Autori:

**Labanti Martino
Sangiorgi Sergio**

Rotondella (MT), 16.09.2011

Sommario

Lo scopo dell'attività è lo sviluppo, a livello laboratorio, e la qualificazione, delle tecnologie di realizzazione di sfere cave in leghe leggere (es. alluminio), di piccolo diametro es. 2-6 mm, del loro utilizzo per la realizzazione di componenti, cellulari anche di geometria complessa, miscelando le sfere con opportuni polimeri in modo da conferire le necessarie proprietà di resistenza, rigidità ed assorbimento di energia.

In particolare vengono descritte la caratterizzazione meccanica (Fase 3) dei campioni realizzati nella Fase 2 e la caratterizzazione termica del pannello da cui sono stati realizzati i campioni stessi.

Le principali attività effettuate sono:

Fase 3: caratterizzazione meccanica e termica del pannello in schiuma metallica realizzato con grani cavi:

- esecuzione di prove di flessione su campioni con geometria parallelepipedica ricavati dal pannello, valutazione della sollecitazione di rottura, della rigidità e della modalità di deformazione e rottura,
- esecuzione di prove di compressione su campioni con geometria a sezione quadrata ricavati dal pannello, valutazione della resistenza a rottura, della rigidità e della modalità di deformazione e rottura,
- valutazione complessiva del comportamento meccanico del pannello in schiuma metallica realizzato con grani cavi e confronto con i dati di letteratura relativi a pannelli in schiuma metallica realizzati con diverse tecnologie.
- Valutazione sperimentale della conducibilità termica del pannello, su campione cilindrico ricavato dallo stesso e confronto con le proprietà termiche del materiale base e di analoghi pannelli in schiuma metallica realizzato con diverse tecnologie.

Fase 3: caratterizzazione meccanica e termica del pannello in schiuma metallica realizzato con grani cavi

Lo scopo principale della caratterizzazione meccanica e termica, condotta sul pannello sperimentale in schiuma metallica realizzato con grani porosi simili a quelli in fase di sviluppo mediante granulazione di polveri di alluminio, è di fornire una valida base di confronto per i campioni che verranno prodotti con i granuli ottimizzati, al fine di ottimizzarne il processo di fabbricazione.

-

Preparazione dei campioni

Le prove di compressione e flessione a tre punti sono state eseguite sui campioni riportati rispettivamente in Figg. 1 e 2 mentre le misure di conducibilità sono state effettuate su due campioni cilindrici come in Fig. 3.

In Tab. 1 si riportano le dimensioni dei campioni (lo spessore delle lamiere in alluminio è pari a circa 1.5 mm).

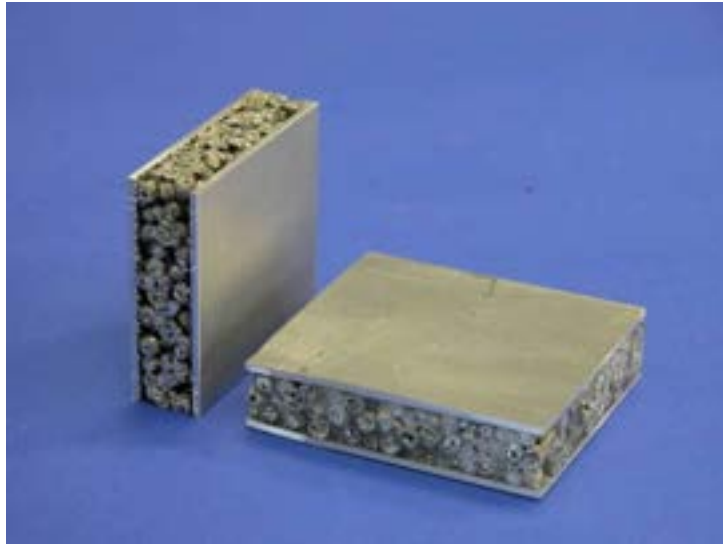


Fig.1: campioni di materiale cellulare per prove meccaniche di compressione



Fig.2: campioni di materiale cellulare per prove meccaniche di flessione



Figura 3: Campioni di materiale cellulare per misure di conducibilità termica

Campione	Tipologia di prova	Dimensioni	Note
		lunghezza x larghezza x spessore [mm]	
campione 0	compressione	52.39 x 60.17 x 14.67	core addizionato con resina
campione 1	compressione	47.24 x 49.16 x 15.01	
campione 0	flessione a tre punti	144.13 x 47.24 x 15.05	
campione 1	flessione a tre punti	144.30 x 47.13 x 14.80	
PANNELLO 1	conducibilità term.	Φ 50.8 x 14.5	
PANNELLO 2	conducibilità term.	Φ 50.8 x 14.5	

Tab. 1: dimensioni dei campioni sottoposti a prova

La densità è stata misurata sia per i campioni tal quali, rappresentativi dell'intero pannello, sia per il campione addizionato con resina.

I valori sono pari rispettivamente a circa 0.85 g/cm³ e 1.26 g/cm³, corrispondenti, in percentuale rispetto all'alluminio solido (2.7 g/cm³), rispettivamente al 31,5% ed al 46,7%, con, quindi, una rilevante riduzione di peso specifico.

- *Attrezzature e procedure di prova*

Le prove di compressione e di flessione sono state effettuate utilizzando una macchina elettroidraulica MTS con carico massimo applicabile di 70 kN equipaggiata con cella di carico MTS di fondo scala 100 kN (tutta la strumentazione è dotata di certificazione SIT, datata luglio 2011).

Per le prove di compressione la macchina è stata attrezzata con 2 piatti, di cui quello superiore dotato di snodo sferico, per permettere una migliore distribuzione superficiale del carico.

Per le prove di flessione la macchina è stata attrezzata con un punzone superiore e con un supporto inferiore a due appoggi, distanti 95 mm, realizzati appositamente per effettuare prove di flessione.

I due sistemi di prova completi sono visibili rispettivamente (compressione e flessione) in Figg. 4 e 9.

Per le procedure di prova adottate si è fatto riferimento ai seguenti standard di comune utilizzo:

- compressione - norma ASTM C365/C365M – 11 “Standard Test Method for Flatwise Compressive Properties of Sandwich Cores”.
- flessione - norma ASTM C393/C393M – 06 “Standard Test Method for Core Shear Properties of Sandwich Constructions by Beam Flexure”.

Le misure di conducibilità termica sono state effettuate, a temperatura ambiente, utilizzando un termo flussimetro con anello di guardia ANTER Unitherm 2022 in grado di effettuare misure nel range di temperatura media sul campione -20÷300 °C.

Per la procedura di misura si è fatto riferimento alla:

- norma ASTM E1530 – 11” Standard Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission of Materials by the Guarded Heat Flow Meter Technique”,

- *Risultati delle prove di compressione*

In Fig. 4 è riportata, a titolo esemplificativo, la foto del campione 1 montato sui piattelli di compressione, prima dell'avvio della prova.

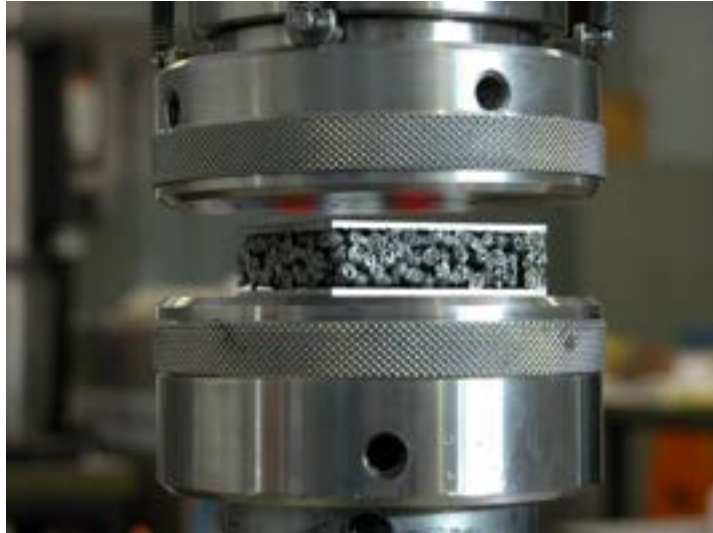


Fig. 4. Compressione: sistema di prova assemblato, campione 1.

Nella Tab. 2 sono presentati i risultati sintetici delle prove di compressione.

Campione	Ultimate strength [MPa]	2% deflection stress [MPa]	Compressive Young's modulus [GPa]
campione 0	21.1	2.00	0.44
campione 1	11.9	1.10	0.17

Tab. 2: risultati prove di compressione

Il diagramma stress-strain, ottenuto elaborando i dati registrati di carico e spostamento, per entrambe le prove di compressione, é riportato in Fig. 5.

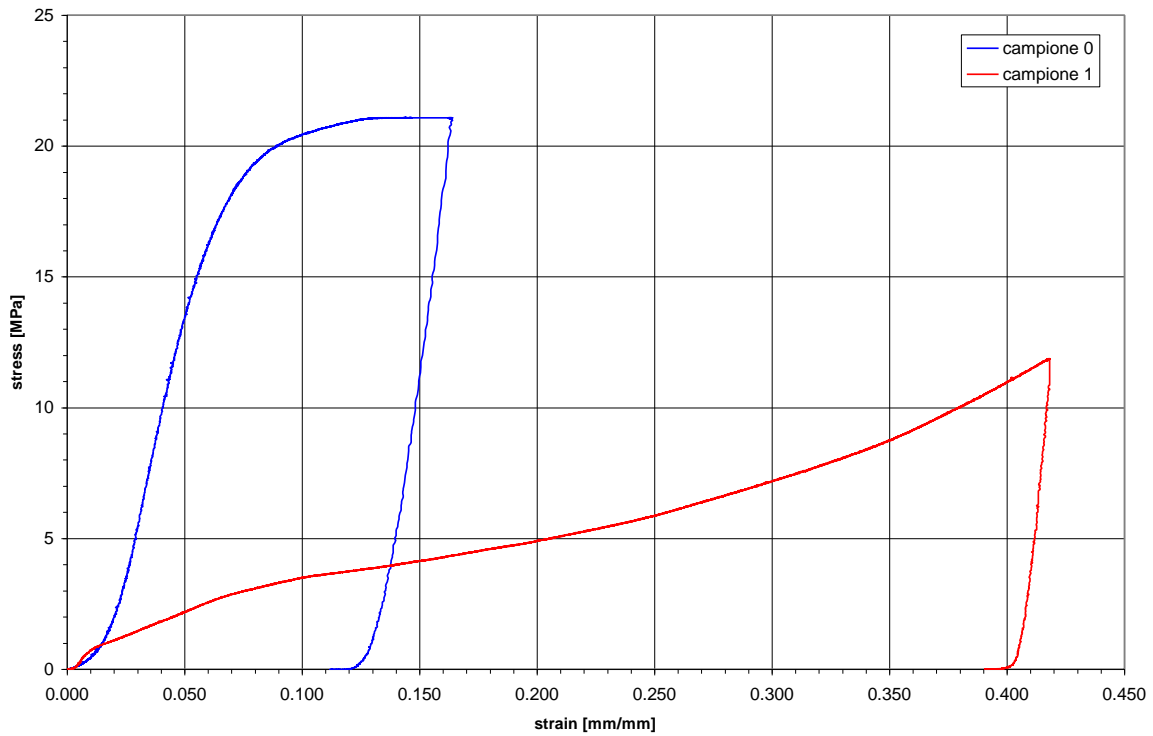


Fig. 5. Andamento dello stress in funzione dello strain per i campioni 0, con resina aggiuntiva, e per il campione 1

La curva stress-strain di riferimento del pannello assemblato con i grani porosi è rappresentata dal campione 1, caratterizzato da una resistenza a compressione, a basse deformazioni (2÷5%), stimabile in 1÷2 MPa, che cresce, senza raggiungere la rottura, all'aumentare della deformazione e compattazione dei grani.

Come si può osservare dall'analisi della curva stress-strain del campione 1, il comportamento meccanico del pannello sperimentale realizzato con grani cavi è sostanzialmente analogo al comportamento teorico a compressione di una generica schiuma metallica (Fig. 6).

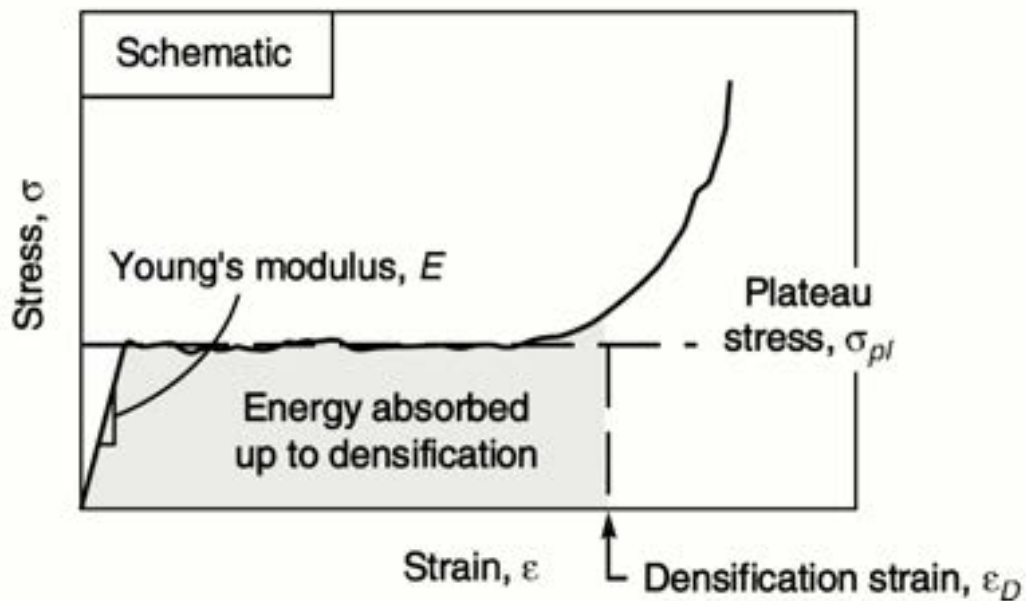


Fig. 6. Andamento schematico dello stress in funzione dello strain per una generica schiuma metallica

Anche per quanto riguarda le proprietà meccaniche a compressione del pannello assemblato con grani porosi, si può osservare che queste sono dello stesso ordine di grandezza, anche se leggermente inferiori, dei valori medi riportati in letteratura, per le diverse schiume metalliche commerciali (Fig. 7)

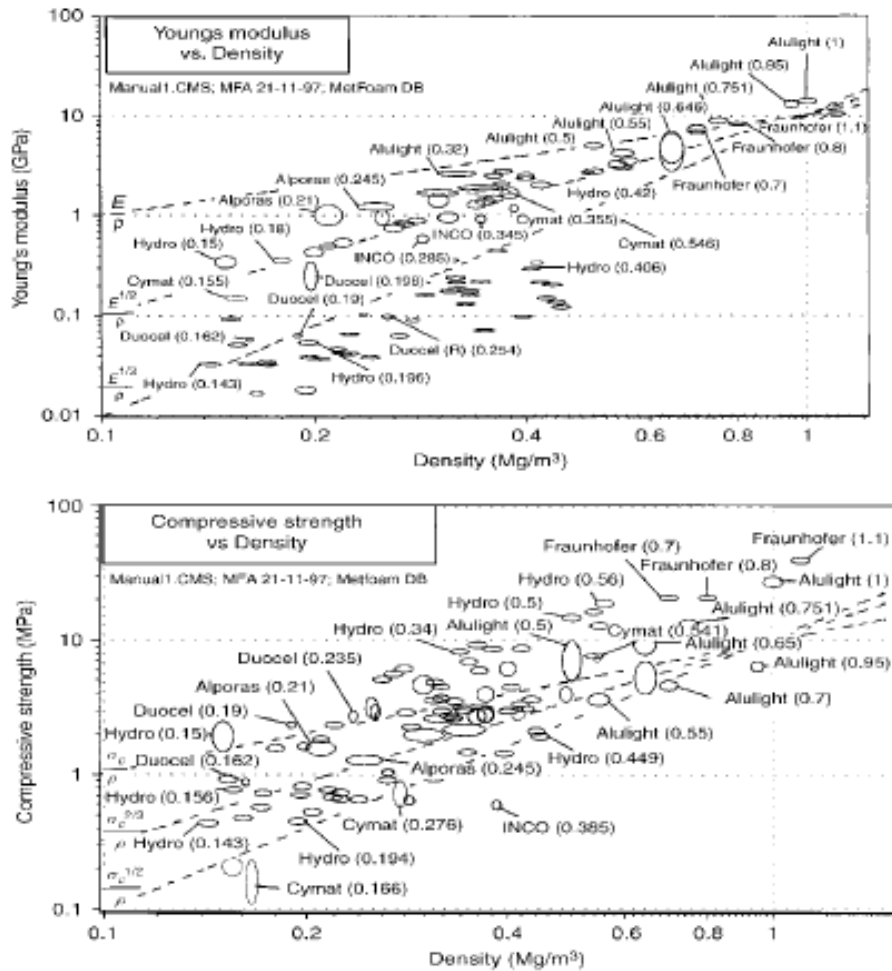


Fig. 7. Proprietà meccaniche a compressione delle schiume metalliche commerciali

L'aumento della quantità di resina di consolidamento, sperimentata sul campione 0, comporta un significativo aumento sia della resistenza a compressione che della rigidità, come si vede dalla curva stress-strain del campione 0, evidenziando l'importanza di questo parametro di processo, sulle caratteristiche meccaniche del pannello in schiuma metallica.

In Fig. 8 è riportata la foto del campione 1 deformato dalla prova di compressione.

Si può vedere che, pur avendo raggiunto una deformazione massima superiore al 40%, il campione mantiene sostanzialmente la forma, i grani assorbono una parte significativa della deformazione, indice che la quantità e distribuzione della resina di consolidamento dei grani fra di loro ed alle lamiere di alluminio è sufficiente ad evitare uno sgretolamento completo del core.



Fig. 8. Campione 1 dopo prova di compressione

- *Risultati delle prove di flessione*

In Fig. 9 è riportata, a titolo esemplificativo, la foto dell'assemblaggio per la prova di flessione a tre punti con il campione 0 montato.



Fig. 9. Attrezzatura per prove di flessione e campione 0 montato sulla stessa

Nella Tab. 3 sono presentati i risultati delle prove di flessione, in accordo con la norma di riferimento.

Campione	P max [N]	Core shear ultimate stress [MPa]	Facing stress [MPa]
campione 0	854	0.67	20.76
campione 1	1351	1.08	33.52

Tab. 3: risultati prove di flessione

Il diagramma carico-spostamento (corsa del pistone della macchina di prova) è riportato in Fig. 10.

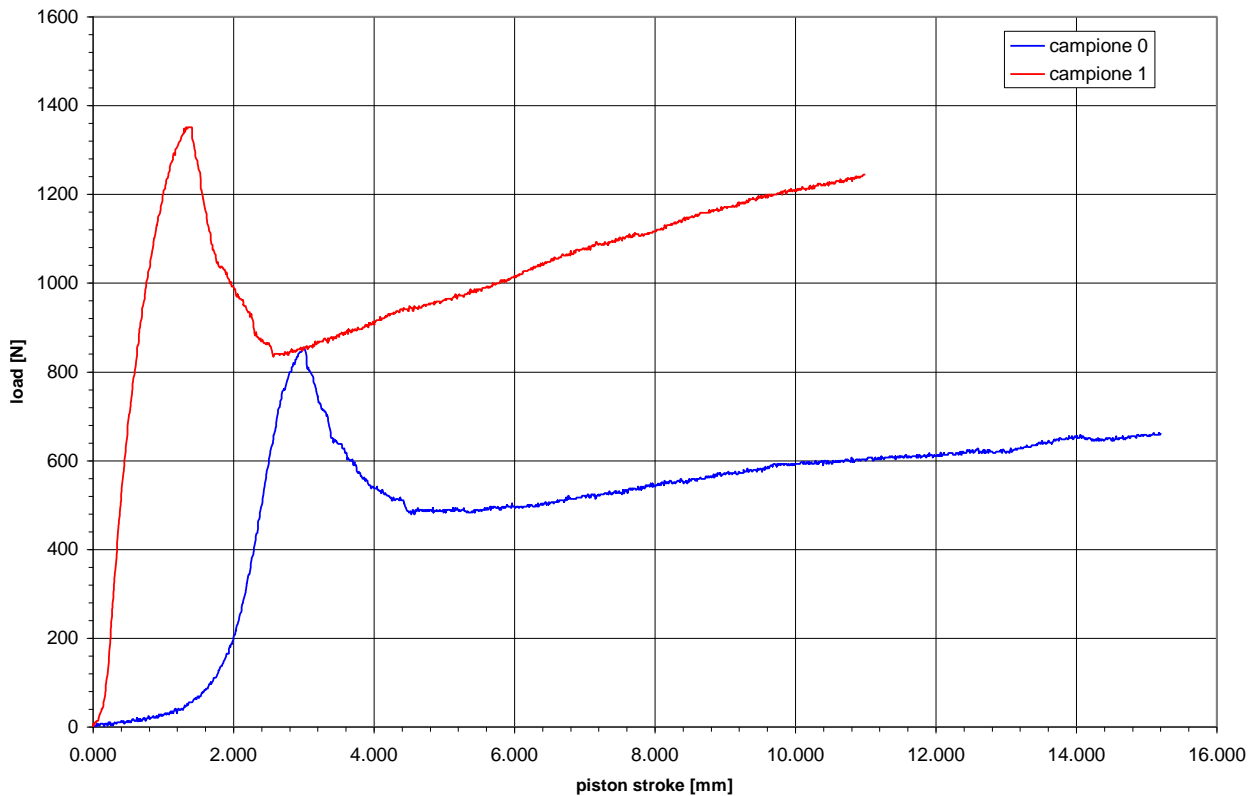


Fig. 10. Andamento del carico in funzione della corsa del pistone.

Le curve carico-spostamento di entrambi i campioni presentano un primo picco cui segue una rapida riduzione della resistenza e successiva ripresa della stessa. La causa di questo comportamento è il distacco parziale, per taglio, di una delle lamiere di alluminio che contengono il core in schiuma metallica, come si nota dalle Figg. 10, 11.



Fig. 10. Campione 0 dopo prova di flessione



Fig. 11. Dettaglio della parziale delaminazione della lamiera inferiore (lato sinistro)

Questo indica che l'adesione core-lamiera realizzata attraverso la resina di consolidamento del core va migliorata con prevedibile beneficio sulla resistenza a flessione del pannello.

In nessuno dei due campioni provati si è verificata una rottura del core, una delle modalità classiche di rottura delle schiume metalliche realizzate con processi tradizionali.

La differenza di carico massimo registrata durante le prove sui due campioni è prevedibilmente imputabile a differenze di omogeneità del core e dell'adesione dello stesso alle lamiere e ad una cavità macroscopica rilevata all'interno del campione 0 (vedi Fig. 12).



Fig. 12. Cavità macroscopica all'interno del campione 0.

- *Risultati delle misure di conducibilità termica*

Nelle Figg. 13, 14 sono riportate le foto del termo flussimetro con anello di guardia utilizzato per le misure di conducibilità termica del pannello con schiuma metallica realizzato con grani cavi ed il dettaglio dello stack interno di misura.



Fig. 13. Termoflussimetro Unitherm 2022 per la misura della conducibilità termica – 1 pannello di controllo; 2 chiller; 3 stack di misura; 4 PC con sw di gestione ed acquisizione dati; 5 impianto azoto

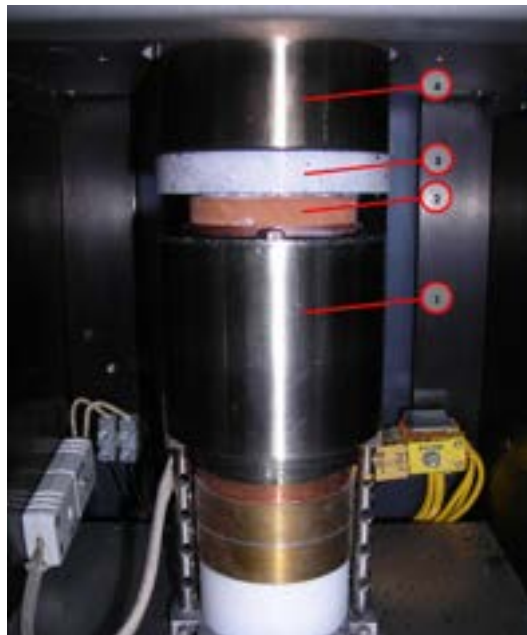


Fig. 14. Stack di misura del termo flussimetro – 1 bottom furnace; 2 campione in prova; 3 anello refrattario; 4 top furnace

Il termo flussimetro effettua la misura di conducibilità termica mediante la misura diretta della resistenza termica del campione e per confronto con una retta di calibrazione realizzata con campioni certificati di diversa resistenza termica (Fig. 15).

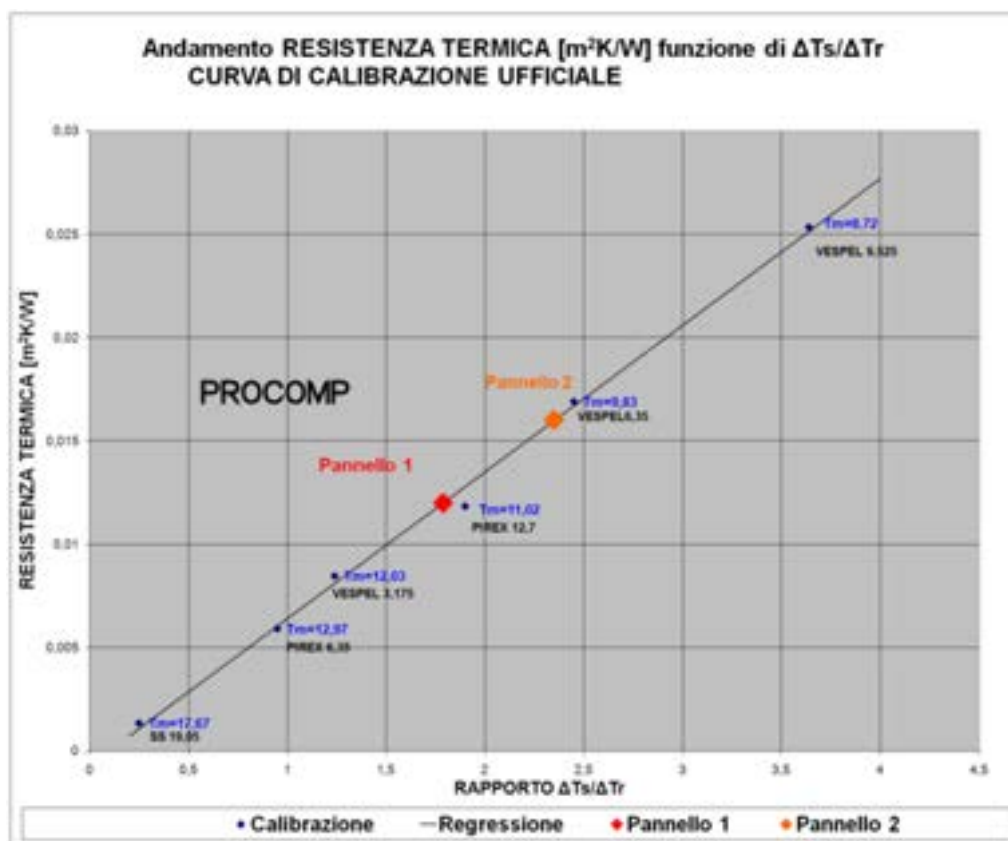


Fig. 15. Risultati della misura di conducibilità su due campioni di pannello in schiuma metallica

I risultati numerici delle misure di conducibilità sui campioni ricavati dal pannello realizzato con grani porosi sono riportati nella Tab.4.

MATERIALE	SPESSORE [m]	RAPPORTO ΔTs/ΔTr	TEMPERATURA MEDIA SAMPLE [°C]	λ [W/mK]	RESISTENZA TERMICA MISURATA [m²K/W]
Pannello 1	0,0146	1,79	10,91	1,218	0,011986864
Pannello 2	0,0145	2,35	9,99	0,906	0,016004415

Tab. 4: risultati delle misure di conducibilità termica

Si può osservare che i valori di conducibilità misurati sono leggermente differenti fra loro, causa, probabilmente, di una possibile disomogeneità nella distribuzione dei grani nel core e della distribuzione della resina di consolidamento.

L'elemento di maggior interesse per le possibili applicazioni termiche é il valore di conducibilità termica medio misurato, attorno ad 1 W/mK, enormemente inferiore a quello dell'alluminio metallico (230 W/mK).

La causa di questa rilevante riduzione è sicuramente legata alla distribuzione dei micro vuoti interni ai grani porosi e fra gli stessi che, oltre a ridurre la densità del pannello, impediscono i moti convettivi dell'aria intrappolata, elevano notevolmente il potere isolante del core.

Queste misure confermano la possibilità di utilizzare le schiume metalliche realizzate con grani porosi come componente di strutture isolanti da un punto di vista termico e, probabilmente, anche da un punto di vista acustico.

Conclusioni

Le caratterizzazioni meccaniche e termiche condotte sul pannello sperimentale realizzato mediante un core di grani porosi in alluminio consolidati da una resina, posto fra due lamiere piane di alluminio, indicano, in generale, un risultato complessivo positivo confermando che questa tecnologia può portare alla realizzazione di componenti, anche di geometria complessa, interessanti per la loro bassa densità, associata a buona resistenza meccanica e rigidità ed a interessanti proprietà di isolamento termico.

Le proprietà meccaniche rilevate rientrano, sostanzialmente, nell'ambito di quelle delle schiume metalliche commerciali, mentre le proprietà termiche indicano un potere isolante significativo.

Il pannello assemblato con tecniche di laboratorio va comunque ottimizzato, in particolare, per la quantità e distribuzione di resina, per migliorarne l'omogeneità e, specificamente, per elevare la resistenza al taglio fra le lamiere ed il core.

Inoltre, ogni miglioramento acquisibile nel processo di fabbricazione in sviluppo dei grani porosi, in particolare l'aumento della porosità interna mantenendo una adeguata resistenza meccanica, si rifletterà positivamente sulle proprietà meccaniche e termiche del componente realizzato con questa tipologia di schiuma metallica.