



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA GESTIONALE

Uso di magnesio nella produzione di precursori per schiume di alluminio

Relatore: Ch.mo Prof. FRANCO BONOLLO

Correlatori: Dott. SIMONE VEZZÙ

Laureando: FRANCESCO PAGOTTO

Anno Accademico 2014/2015

Ai miei nonni Aldo e Carlo

Indice

Introduzione	1
---------------------------	----------

CAPITOLO 1: Le schiume metalliche. Definizione, struttura e metodi di produzione. 3

1.1 Cenni storici sui materiali cellulari	5
--	----------

1.2 Nozioni generali sulle schiume metalliche.....	10
---	-----------

<u>1.2.1 Introduzione alle schiume metalliche.....</u>	<u>10</u>
--	-----------

<u>1.2.2 Struttura e morfologia delle schiume metalliche</u>	<u>12</u>
--	-----------

<i>1.2.2.1 Alcune osservazioni sulla struttura delle schiume metalliche e sul legame fra quest'ultima e le loro possibili applicazioni</i>	<i>25</i>
--	-----------

1.3 Metodi di produzione	28
---------------------------------------	-----------

<u>1.3.1 Processi di produzione di schiume metalliche a partire da polveri metalliche</u>	<u>31</u>
---	-----------

<i>1.3.1.1 Schiumatura di impasti liquidi.....</i>	<i>31</i>
--	-----------

<i>1.3.1.2 Processo con elementi "space holder"</i>	<i>32</i>
---	-----------

<i>1.3.1.3 Processo IFAM</i>	<i>33</i>
------------------------------------	-----------

<u>1.3.2 Processi di produzione di schiume metalliche a partire da metallo liquido</u>	<u>37</u>
--	-----------

<i>1.3.2.1 Processo Alcan/Norsk Hydro</i>	<i>38</i>
---	-----------

<i>1.3.2.2 Processo Alporas.....</i>	<i>40</i>
--------------------------------------	-----------

<i>1.3.2.3 Processo Gasar</i>	<i>41</i>
-------------------------------------	-----------

<i>1.3.2.4 Colata attorno ad elementi "space holder".....</i>	<i>43</i>
---	-----------

<i>1.3.2.5 Replica di una matrice polimerica.....</i>	<i>43</i>
---	-----------

CAPITOLO 2: Caratteristiche, proprietà e possibili applicazioni delle schiume metalliche..... 45

2.1 Proprietà delle schiume metalliche	47
---	-----------

<u>2.1.1 Proprietà meccaniche</u>	<u>49</u>
---	-----------

<i>2.1.1.1 Proprietà a compressione</i>	<i>55</i>
---	-----------

<i>2.1.1.2 Mappe caratteristiche per proprietà a compressione.....</i>	<i>62</i>
--	-----------

<i>2.1.1.3 Proprietà a trazione.....</i>	<i>65</i>
--	-----------

<i>2.1.1.4 Proprietà a fatica.....</i>	<i>72</i>
--	-----------

<u>2.1.2 Proprietà termiche.....</u>	<u>73</u>
--------------------------------------	-----------

<i>2.1.2.1 Mappe caratteristiche per proprietà termiche</i>	<i>74</i>
---	-----------

<u>2.1.3 Proprietà elettriche</u>	75
<u>2.1.4 Proprietà acustiche</u>	76
<u>2.1.5 Relazioni di scala</u>	77
2.2 Conseguenze dell'aggiunta di elementi chimici all'alluminio puro	
o alle leghe Al-Si da cui verranno poi prodotte le schiume.	78
<u>2.2.1 Aggiunta di magnesio e rame nelle leghe Al-Si</u>	79
<u>2.2.2 Aggiunta di zinco all'alluminio puro</u>	83
<u>2.2.3 Aggiunta di manganese all'alluminio puro</u>	86
2.3 Applicazioni delle schiume metalliche	89
<u>2.3.1 Applicazioni strutturali</u>	91
2.3.1.1 <i>Industria automobilistica</i>	92
2.3.1.2 <i>Strutture a basso peso</i>	95
2.3.1.3 <i>Isolamento dagli urti</i>	97
2.3.1.4 <i>Smorzamento meccanico, controllo delle vibrazioni ed isolamento acustico</i>	100
2.3.1.5 <i>Trasporto pubblico, commerciale ed aeronautico/aerospaziale</i>	102
2.3.1.6 <i>Settore edilizio e civile</i>	105
2.3.1.7 <i>Applicazioni mediche</i>	106
<u>2.3.2 Applicazioni funzionali</u>	106
2.3.2.1 <i>Filtri – separatori</i>	107
2.3.2.2 <i>Scambiatori di calore e macchine di raffreddamento</i>	107
2.3.2.3 <i>Supporti per catalizzatori</i>	108
2.3.2.4 <i>Controllo del flusso del fluido</i>	109
2.3.2.5 <i>Controllo termico: blocco delle fiamme</i>	109

CAPITOLO 3: Selezione e caratterizzazione delle polveri, descrizione del processo di realizzazione dei verdi e del processo di schiumatura. 111

3.1 Premessa all'attività sperimentale	113
3.2 Selezione e caratterizzazione delle polveri	115
<u>3.2.1 Polveri metalliche a base di Alluminio</u>	117
3.2.1.1 <i>Analisi LOM polveri Al₁₂Si ECKA Granules</i>	118
3.2.1.2 <i>Analisi SEM polveri Al₁₂Si ECKA Granules</i>	121
3.2.1.3 <i>Analisi DTATG polveri Al₁₂Si ECKA Granules</i>	127
<u>3.2.2 Polveri di idruro di titanio</u>	130
3.2.2.1 <i>Analisi SEM polveri TiH₂ Metalpolveri Srl</i>	131
3.2.2.2 <i>Analisi DTATG polveri TiH₂ Metalpolveri Srl</i>	133

3.2.3 Polveri di magnesio.....	135
3.2.3.1 <i>Analisi SEM polveri Mg Cometox Srl</i>	135
3.3 Descrizione del processo di realizzazione dei precursori ed	
analisi di questi ultimi	138
3.3.1 Miscelazione delle polveri	138
3.3.2 Compattazione delle polveri	140
3.3.2.1 <i>Principi e schemi di funzionamento generale del processo HVC</i>	140
3.3.2.2 <i>Alcune osservazioni a riguardo del processo “High Velocity Compaction”</i>	145
3.3.2.3 <i>Fasi del processo HVC</i>	147
3.3.2.4 <i>Prove di compattazione</i>	156
3.4 Processo di schiumatura, analisi degli schiumati ottenuti e	
considerazioni finali	160
3.4.1 Il processo di schiumatura	160
3.4.1.1 <i>Il processo di deidrogenazione</i>	162
3.4.2 Considerazioni preliminari all’analisi di schiume prodotte con metodologia HVC.....	164
3.4.2.1 <i>Descrizione dettagliata della procedura di ottenimento delle micrografie</i>	171
3.4.3 Elaborazione delle micrografie e successiva raccolta e gestione dei dati ottenuti	183
3.4.3.1 <i>Primo step di analisi delle micrografie: elaborazione mediante ImageJ</i>	183
3.4.3.2 <i>Secondo step di analisi delle micrografie: organizzazione dei dati ottenuti in output da ImageJ e prime elaborazioni</i>	186
3.4.3.3 <i>Importanti considerazioni sulla struttura Excel di elaborazione ed analisi dei dati ottenuti in output da ImageJ</i>	201
3.4.4 Risultati derivanti dall’analisi delle micrografie	201
3.4.4.1 <i>Conclusioni relative allo studio approfondito dei campioni 31-33, 32-11 e 33-13</i>	216
3.5 Possibili miglioramenti	220
 Bibliografia	 221

Introduzione

Negli ultimi anni i materiali cellulari, ed in particolar modo le schiume metalliche, stanno destando un interesse via via crescente sia tra gli studiosi sia nel mondo dell'industria. Le schiume metalliche offrono infatti un ampio ventaglio di proprietà e ciò le rende adatte a svariate applicazioni, anche molto diverse tra loro.

Il presente lavoro di tesi si focalizza sulle schiume di alluminio, in particolar modo sull'ottimizzazione dei parametri dell'innovativo processo di "High Velocity Compaction" (utilizzato per la produzione di verdi da schiumare) e sull'identificazione della composizione ottimale di un precursore, realizzato con tale tecnica, a partire dalla metallurgia delle polveri.

L'obiettivo generale del progetto è quello di individuare una modalità sistematica per produrre schiume di alluminio a partire da precursori ottenuti mediante processo HVC, che abbiano una qualità per lo meno paragonabile a quella delle schiume in commercio; in questo modo si riuscirebbero ad abbattere fortemente i costi di produzione delle schiume metalliche (in particolare di alluminio), ad oggi prodotte con più costose tecniche di estrusione.

Le schiume metalliche esaminate nel lavoro esposto in seguito, sono state realizzate in due fasi distinte:

- ✓ la miscelazione delle polveri e la successiva compattazione delle stesse tramite tecnologia High Velocity Compaction, è stata eseguita nei laboratori dell'associazione CIVEN Veneto Nanotech (sede di Marghera – Ve);
- ✓ il trattamento termico di schiumatura, invece, è stato svolto presso le strutture del centro MUSP di Piacenza.

La trattazione dettagliata si articola in particolare su tre capitoli:

1. E' un capitolo di carattere descrittivo: sono presentate le schiume metalliche e vengono delineati i principali metodi di produzione (dilungandosi, per meglio caratterizzarla, sulla tecnica di High Velocity Compaction). In altri termini, accompagnata da svariati riferimenti alla letteratura in merito, viene fornita una definizione formale di tali materiali, dando però anche peso alla storia evolutiva degli stessi;
2. Anche questo è un capitolo teorico: vengono considerate, ponendo particolare enfasi sulle schiume di alluminio, le principali proprietà e le potenziali applicazioni. Si evidenzia, inoltre, come le proprietà di una schiuma siano funzione della sua struttura, composizione e densità;
3. E' il capitolo "core" del progetto di tesi, di carattere unicamente operativo. In esso vengono descritte nel dettaglio tutte le fasi di produzione dei campioni di schiuma analizzati, accompagnate da numerosi dati quantitativi che sostengono le osservazioni e conclusioni in merito.
Chiudono il capitolo le conclusioni e gli spunti per possibili miglioramenti futuri.

**CAPITOLO 1: Le schiume metalliche. Definizione,
struttura e metodi di produzione.**

1.1 Cenni storici sui materiali cellulari

I materiali cellulari, comunemente indicati con il nome di schiume, sono generalmente definiti come materiali bifasici, in cui una fase solida coesiste con una fase gassosa. In particolare, il termine “cellulare” indica aggregati di celle adiacenti, che hanno spigoli ed eventualmente facce in comune, assemblate in maniera tale da riempire uno spazio tridimensionale [5].

Esistono diverse strutture di questo tipo in natura, basti pensare al legno, al sughero, alle spugne, al tufo, ai coralli, agli alveari, alle ossa e molti altri ancora (figura 1.1).

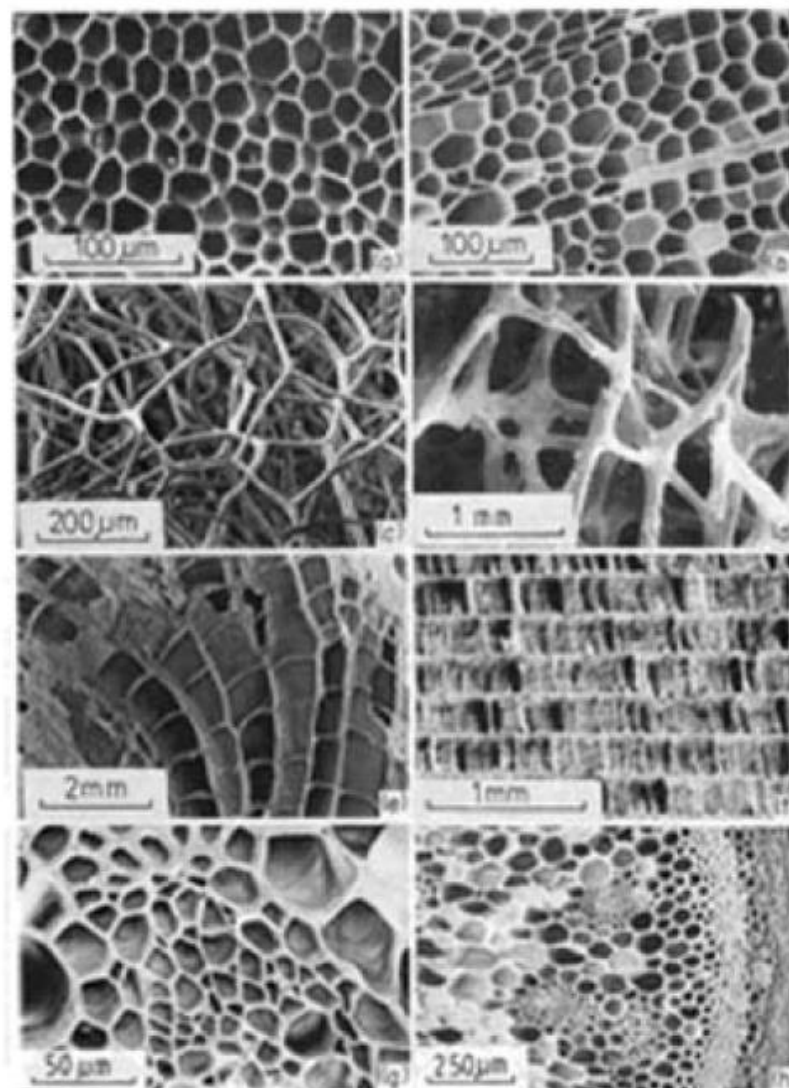


Figura 1.1 Materiali cellulari naturali. In ordine da sinistra a destra e dal basso verso l'alto: sughero, legno, spugna, osso trasversale, corallo, osso di seppia, foglia, pianta [6].

Come studieremo in dettaglio nel corso del presente capitolo, l'accoppiamento di una fase solida ad una fase gassosa, conferisce alla struttura che si origina elevate prestazioni specifiche in termini di rapporto tra proprietà e peso. La struttura cellulare infatti conferisce proprietà uniche. Le più significative sono leggerezza, isolamento termico, assorbimento acustico, galleggiamento ed assorbimenti di energia ad impatto.

Nel corso della storia, fin dai tempi più remoti, l'uomo si è sempre servito dei materiali cellulari naturali per le più svariate applicazioni: il sughero ad esempio, per le sue proprietà di isolamento termico, veniva utilizzato già nell'antica Roma per tappare le otri di vino. Un largo impiego di questo tipo di materiali è stato però da sempre fatto nel settore civile-edile: il legno è uno dei principali materiali utilizzati per le costruzioni di case, strutture ed imbarcazioni, fin dalla preistoria. La realizzazione di opere di grandi dimensioni è stata possibile solo grazie all'utilizzo di materiali alleggeriti: senza le imponenti e complesse strutture ausiliari in legno, gli egiziani non sarebbero mai riusciti a costruire le piramidi; i famosi Moai dell'isola di Pasqua, sono strutture monolitiche ricavate da un unico blocco di tufo vulcanico. Proprio il tufo è uno dei materiali cellulari più utilizzati per le costruzioni presenti nell'area di Napoli, sin dai primi insediamenti antropici di epoca greca.

Anche le argille espanse sono da considerarsi un altro esempio di materiale cellulare naturale alleggerito, molto utilizzato nel settore edile come inerte "leggero", per la produzione di calcestruzzi naturali.

Nel corso dei secoli l'uomo ha poi iniziato a riprodurre artificialmente tali materiali, migliorandone ulteriormente le prestazioni ed allargandone i campi di applicazione. I polimeri espansi sono attualmente i materiali cellulari sintetici più utilizzati.

Le tappe fondamentali dello sviluppo commerciale dei polimeri espansi, sono riportate in tabella 1.1.

PRODOTTO	ANNO
Gomma	1910
PVC, rigido e flessibile	1942
Poliuretano rigido	1942
Polistirene	1944
Polietilene	1944
Poliuretano (spray)	1951
Siliconi	1952
Polistirene (estrusione)	1952
Poliuretano flessibile	1952
Polietilene bassa densità	1958
Polipropilene reticolato	1963
Poliimmide	1978
Policarbonato	Anni 90
PET	Anni 90

Tabella 1.1 Storia dei principali polimeri espansi

Come spesso verificatosi nel tempo, significative evoluzioni tecnologiche sono nate e state sviluppate in ambiente militare o in grossissime aziende e multinazionali. Anche il caso delle schiume metalliche, e più in generale dei materiali cellulari, non fa eccezione.

La sintesi dei primi materiali cellulari è dovuta a Whyndham R. Dunstan, che nel 1906 riuscì a riprodurre artificialmente la gomma. La Bayer, nel 1910, ha poi messo a punto il processo di polimerizzazione a livello industriale.

La svolta nella produzione di polimeri espansi arrivò nel 1942, sempre grazie alla Bayer, con la realizzazione del poliuretano espanso, che è tuttora il materiale cellulare più diffuso grazie alla sua versatilità.

E' proprio in questi anni che sono state effettuate le prime ricerche sulle schiume metalliche: il primo tentativo di realizzare schiume metalliche è attribuito a Benjamin Sosnick, il quale, nel 1943, registrò il brevetto "Process for making foamlike mass of metal", basato sul principio che una lega metallica contenente più fasi sostanzialmente differenti in termini di temperatura di fusione ed evaporazione, può essere portata in forma di schiuma semplicemente scaldandola.

Come si evince dalla figura 1.2, tale riscaldamento avveniva in un recipiente sottopressione così da impedire la fuga della fase gassosa da quella liquida. La diversità delle fasi implicava l'utilizzo, all'interno della lega, di elementi basso fondenti in quantità rilevanti (ad es. mercurio), in modo da creare la porosità desiderata.

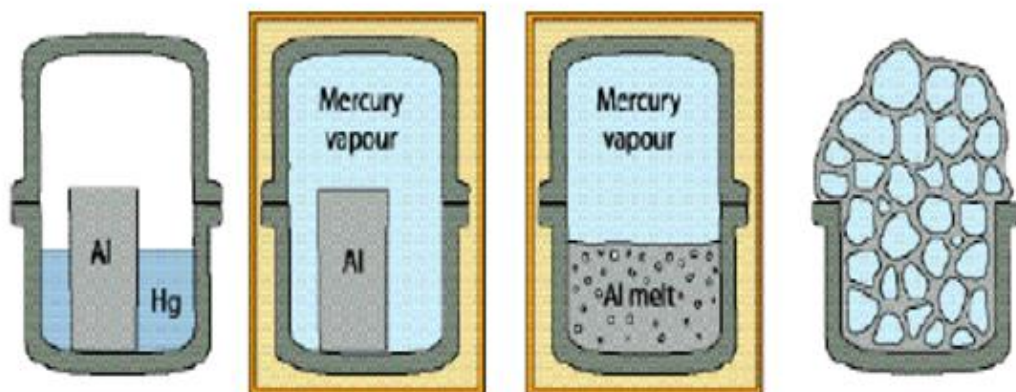


Fig.1.2 Metodo brevettato da Benjamin Sosnick

Il metodo appena descritto si rivelerà di scarso successo, venendo presto dimenticato. Tuttavia esso ha aperto la strada al concetto di una nuova classe di materiali, appunto le schiume metalliche, verso i quali l'interesse e le relative applicazioni sono accresciuti negli anni.

Nel 1956, J.C. Elliot sostituisce il mercurio con agenti schiumogeni, generando così gas per decomposizione termica. In questo modo si è reso possibile lo sviluppo e la creazione di schiume metalliche, evitando la tossicità del mercurio.

L'anno successivo, nel 1957, J. Bjorksten dichiarò che “le schiume metalliche offrono un grande potenziale di mercato e potrebbero rappresentare il 10% di tutti i metalli prodotti entro vent'anni”. Dichiarò inoltre: “molto lavoro resta ancora da realizzare per avere una produzione su vasta scala, come ad esempio un maggior controllo della densità e delle dimensioni dei pori”.

Sfortunatamente solo la seconda dichiarazione si rivelò corretta, infatti, anche se è passato molto tempo dai primi brevetti, la produzione di schiume metalliche ha iniziato ad essere abbastanza significativa solo negli ultimi anni.

Nel 1959 B.C. Allen inventò e brevettò la “PCF route” (Powder Compact Foaming route) per la produzione di manufatti in schiuma metallica, partendo da materiale denso solido invece che da un bagno fuso. Il successo nella preparazione delle schiume metalliche prima, e la scoperta delle loro molteplici proprietà dopo, ha acceso un euforico entusiasmo rispetto a questo tipo di materiali.

Nel 1963 Hardy e Peisker studiano e propongono l'introduzione dell'agente schiumante invece che nel metallo in polvere, direttamente nel fuso, con una conseguente notevole riduzione dei costi. Oltretutto, per regolare la viscosità del liquido e rendere pertanto più semplice il processo di schiumatura, introducono nelle miscele dei materiali a base di silicio.

In ogni caso è opportuno sottolineare come la ricerca sulla produzione, caratterizzazione e proprietà delle schiume metalliche è rimasta ad un livello accademico fino agli anni '80, quando iniziò una nuova “fase”, grazie alle attività svolte dal Fraunhofer Institute for Advanced Materials di Brema, in Germania.

Ecco che allora, grazie a nuove tecniche produttive e significativi miglioramenti apportati nel campo delle schiume metalliche, ci fu un'importante riduzione dei costi di produzione di questi materiali, rendendoli così attrattivi per l'industria in vari settori, in particolare quella dei trasporti, per la realizzazione di strutture leggere ed elementi strutturali con ottime capacità di assorbimento urti.

Ad oggi è teoricamente possibile espandere qualsiasi materiale, appartenente a svariate classi, come ceramici, polimeri, metalli, vetri, ma anche classici materiali da

costruzione quali cementi e calcestruzzi, il tutto sempre attraverso tecnologie che prevedono l'utilizzo di agenti espandenti.

In definitiva, quindi, l'attenzione dell'ingegneria è stata a lungo ed è tuttora rivolta verso queste strutture espanse reticolate, costituite cioè da materiale interconnesso ad elevate prestazioni, per le applicazioni più svariate, che spaziano dall'edilizia d'avanguardia, ai processi chimici, al controllo delle emissioni, al riscaldamento industriale ed alle applicazioni biomedicali.

Negli anni '90 nacquero le prime aziende di produzione su larga scala di schiume metalliche (Alulight, Alporas, Karman, Incofoam, Duocel, Cymat etc.) tuttora operanti, per alcune delle quali andremo a studiare in dettaglio le schiume realizzate.

Si capisce come tutt'oggi una grande quantità e varietà di materiali (in particolare metalli) cellulari è prodotta da laboratori di ricerca e dipartimenti di sviluppo industriale. Gli studi futuri di maggior interesse sembrano riguardare la realizzazione di materiali cellulari ibridi, costituiti simultaneamente da fasi organiche ed inorganiche.

1.2 Nozioni generali sulle schiume metalliche

1.2.1 Introduzione alle schiume metalliche

Negli ultimi decenni, in svariati settori industriali, sono sorte delle esigenze che precedentemente non esistevano. In particolare vengono richiesti materiali che presentino contemporaneamente proprietà di leggerezza (che si traduce nella pratica applicativa in termini di bassa densità), rigidezza, durezza, resistenza e svariati tipi di sollecitazione (compressione, flessione, trazione principalmente), ma devono anche combinare buone, se non ottime capacità di assorbimento di energia, di isolamento termico ed acustico, oltre che ottime capacità di schermatura di onde elettromagnetiche.

A tutti questi requisiti rispondono le schiume metalliche, una nuova classe di materiali, non ancora perfettamente caratterizzata. Inoltre, le schiume metalliche, risultano essere riciclabili e non tossiche. Per tutte queste ragioni, tale classe di materiali promette un'importante penetrazione nel mercato in vari settori.

Tra tutti i materiali cellulari realizzati dall'uomo, i più comunemente utilizzati al giorno d'oggi, sono le schiume polimeriche. Esse sono infatti impiegate e diffuse per numerose applicazioni in svariati settori tecnologici [1]. Tuttavia, anche se meno conosciute ed utilizzate, stanno "prendendo sempre più piede" le schiume metalliche che, grazie alle loro caratteristiche e proprietà peculiari, hanno stimolato nuove applicazioni.

Dal punto di vista ingegneristico, diverse proprietà delle schiume metalliche sono migliori rispetto a quelle delle schiume polimeriche. Ecco il motivo per cui questa tesi si concentra sullo studio delle prime, in particolar modo sulle schiume metalliche di alluminio (alle quali eventualmente vengono aggiunti altri elementi come Cu, Mg, Sn etc., così come descritto nel capitolo successivo).

Oggigiorno le schiume metalliche commercialmente più utilizzate e disponibili sono quelle basate su alluminio o nickel. Esistono tuttavia metodi per schiumare magnesio, rame, bronzo, titanio, acciaio e altri metalli (addirittura anche l'oro per ordini customizzati).

E' bene però anticipare, prima di addentrarsi nello studio di dettaglio delle schiume metalliche, come, vista la rapidità e l'intensità della ricerca e dei processi di sviluppo in

tale campo, i tipi di schiume disponibili e il range delle loro caratteristiche possa subire anche grandi variazioni ed evoluzioni negli anni a venire [2].

A questo punto si può iniziare a trattare l'argomento principe del presente capitolo. Bisogna anzitutto osservare come il termine "schiuma o foam" non sia sempre usato in maniera propria, motivo per cui occorre fornirne una definizione rigorosa.

Dalla figura 1.3, che illustra ed elenca la classificazione di tutte le possibili dispersioni di una fase in una seconda fase (dove ogni fase può essere in uno dei tre stati della materia), si evince chiaramente la definizione di cui si necessita; si può definire una schiuma come una dispersione uniforme di una fase gassosa in un liquido o in un solido [10], ossia indica tutti quei materiali cellulari che presentano delle inclusioni di gas interamente racchiuse su base solida o liquida.

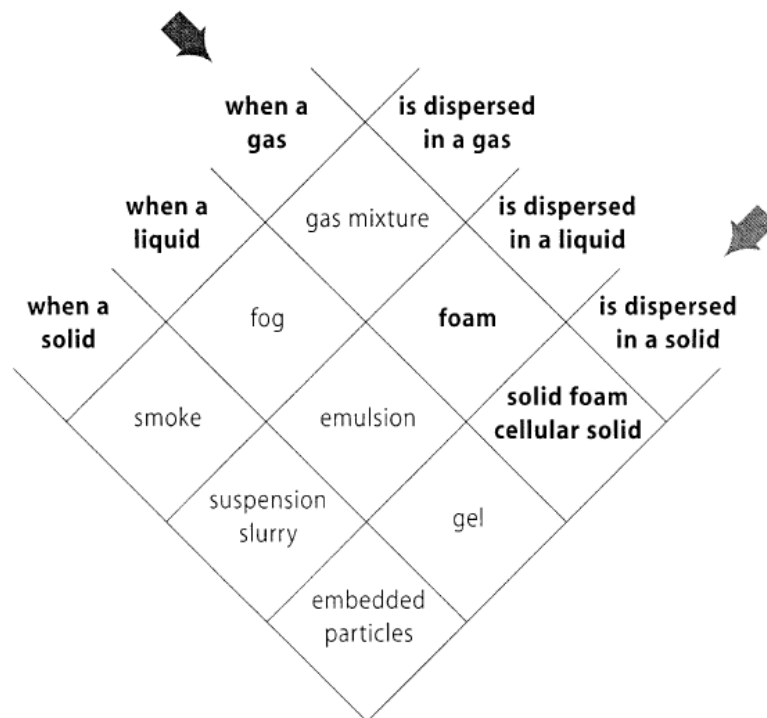


Fig. 1.3 Classificazione di tutte le possibili dispersioni di una fase in una seconda fase

Quando si parla di schiume metalliche, ci si riferisce generalmente ad un particolare caso delle cosiddette schiume solide o solid foam; si può definire una schiuma metallica, per quanto sopra riportato, come una struttura cellulare costituita da un metallo solido, in cui buona parte del volume è costituito da pori di aria.

Tecnicamente quindi, una "schiuma metallica" è un termine che indica tutti quanti i materiali cellulari che presentano delle inclusioni di gas, più o meno uniformemente distribuite, racchiuse su base metallica.

Le schiume solide, e di conseguenza le schiume metalliche, restano comunque una sottocategoria della grande famiglia dei “solidi cellulari”.

E' importante chiarire subito che una schiuma metallica liquida è semplicemente uno stage transitorio che si verifica durante la fabbricazione del materiale finale [1].

Come vedremo dettagliatamente nei prossimi paragrafi, così come in un liquido la minimizzazione dell'energia superficiale permette la formazione solamente di determinate morfologie della schiuma, allora la morfologia della schiuma solida, che è solo un'immagine della sua controparte liquida, è vincolata allo stesso modo [1].

Infine, è sempre utile tener presente che le possibili applicazioni di una schiuma metallica dipendono da diversi fattori (cfr paragrafo 2.3), tra cui i principali sono:

- Il metallo di cui essa è costituita;
- La sua morfologia (quindi tipo di porosità, dimensione e forma delle celle, densità etc.);
- La possibilità di impartire alla schiuma la forma voluta;
- I costi necessari per produrre la schiuma su scala industriale.

1.2.2 Struttura e morfologia delle schiume metalliche

Le schiume metalliche (metallic foam), trovano particolare utilizzo in quei settori industriali dove proprietà quali peso ridotto, buona/ottima rigidità, resistenza meccanica, capacità di smorzamento (sia acustico che meccanico), resistenza agli shock e ridotta conducibilità termica sono richieste simultaneamente quindi devono coesistere nel materiale.

I metalli che oggi vengono utilizzati come base per la fabbricazione di schiume metalliche sono molteplici, (i più comuni sono alluminio, titanio, ferro, rame, piombo, superleghe) e vengono selezionati a seconda del particolare scopo ed utilizzo per cui la schiuma stessa viene creata, quindi a seconda delle proprietà che deve possedere.

Nelle pagine successive sono descritti brevemente gli usi ed illustrate alcune delle schiume più comuni.



Fig. 1.4 Esempio di schiuma di alluminio

Le schiume metalliche più utilizzate e studiate nel campo dell'ingegneria sono, senza ombra di dubbio alcuna, quelle con base di leghe di alluminio.

Esse trovano una vasta applicazione in svariati campi dell'industria, soprattutto nell'industria del trasporto.

Proprio grazie alla loro isotropia, tali schiume vengono adoperate come materiale di riempimento per componenti cavi di telai, o ancora per realizzare strutture atte all'assorbimento di energia.

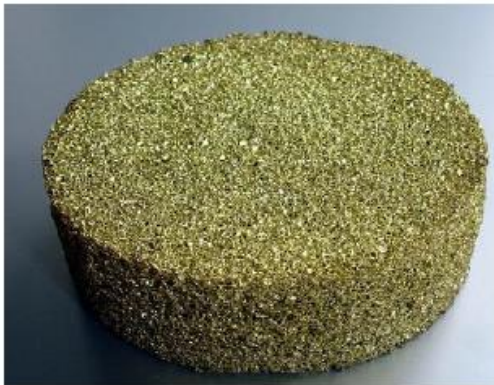


Fig. 1.5 Esempio di schiuma di ottone

Le schiume metalliche a base di leghe di ottone e bronzo vengono invece utilizzate, proprio in virtù delle loro proprietà battericidi, per la costruzione di sistemi di filtraggio (ad es. nella purificazione dell'acqua).

Le schiume di ferro possono avere numerose applicazioni, dalla realizzazione di componenti per automobili, fino allo sfruttamento della porosità (nel caso di struttura a celle aperte) per operazioni di filtraggio.

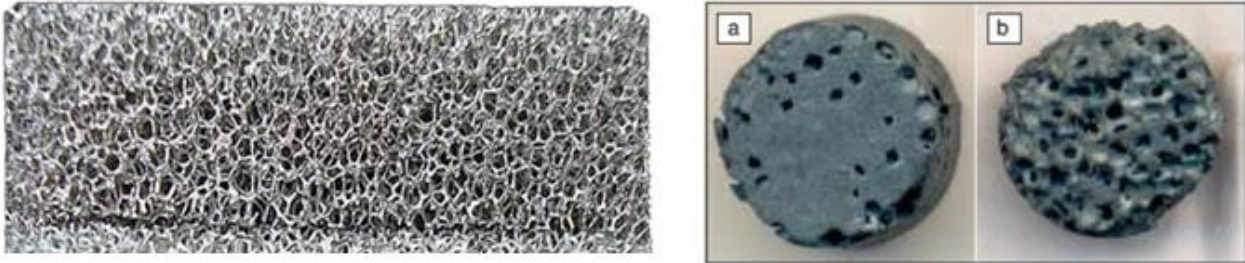


Fig 1.6 Esempio di schiuma di ferro e nickel a sinistra, mentre a destra è riportato il fronte e il retro di un provino di schiuma di solo ferro.

Meritano sicuramente una piccola parentesi le schiume di titanio, anche se poi ciò esula dall'approfondimento realizzato in questa tesi, in quanto vengono utilizzate ormai prepotentemente in ambito biomedico per impianti ossei artificiali; esse copiano infatti la struttura porosa dell'osso e quest'ultimo crescerà proprio nelle cavità della schiuma stessa.

Il titanio ha avuto molto successo proprio grazie alle sue buone proprietà meccaniche, affiancate alla resistenza a corrosione e alla grande biocompatibilità.

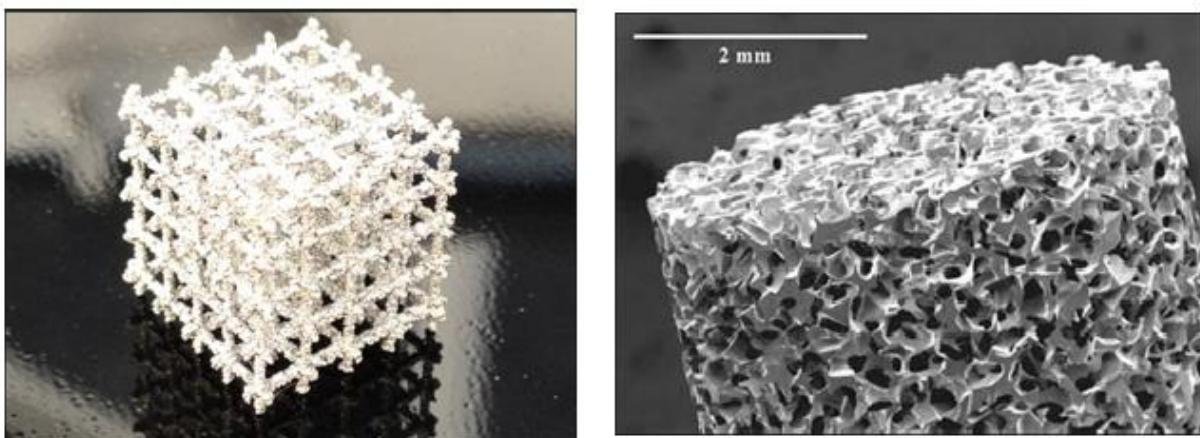


Fig 1.7 A sinistra è riportato un esempio di tecnologia di sostituzione della struttura ossea, mentre a destra è riportato un esempio di una tipica schiuma di titanio

Ci si concentra ora, dopo questo breve excursus sui più comuni tipi di schiume metalliche, sull'argomento specifico trattato nella presente tesi, vale a dire lo studio, l'analisi e la caratterizzazione di schiume con base di alluminio puro e di varie leghe di alluminio.

La caratteristica strutturale, nonché il parametro fisico più importante che permette di caratterizzare questa tipologia di materiali compositi eterogenei (schiume metalliche), risulta essere la densità, che dipende dal rapporto volumetrico tra fase gassosa e fase solida metallica [11]. Per meglio definire le caratteristiche del materiale quindi della schiuma, soprattutto in comparazione ad altri, si preferisce usare la densità relativa ρ (relative density), ottenuta rapportando la densità della schiuma ρ^* (foam density) con la densità del materiale metallico di riferimento ρ_s (solid or bulk density):

$$\rho = \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

Si osservi subito come le schiume metalliche presentano tipicamente una densità relativa ρ inferiore a 0,3.

Fondamentale per uno studio ed una caratterizzazione più approfondita delle schiume metalliche, è l'analisi dell'architettura cellulare (principalmente si intende l'analisi della dimensione, dispersione, tipologia e dei tipi di difetti delle celle). Si pensi che una fluttuazione nella distribuzione, piuttosto che nella dispersione, etc. delle celle/pori all'interno della matrice metallica, può causare disomogeneità delle caratteristiche meccaniche macroscopiche del materiale stesso, pregiudicandone l'utilizzo.

Come descritto dettagliatamente nel paragrafo 1.3, ogni processo produttivo porta alla creazione di una diversa struttura cellulare, caratteristica proprio del particolare tipo di processo utilizzato per la produzione della stessa; ecco che allora anche le strutture cellulari sono determinate dallo specifico processo attraverso il quale vengono realizzate.

Generalmente, per descrivere l'intera struttura del materiale e per meglio comprendere la morfologia dei materiali cellulari (nel nostro caso delle schiume metalliche), è necessario definire alcuni elementi e parametri geometrici caratteristici che contraddistinguono la struttura in esame. A tal fine si fa riferimento al "modello di cella ideale" che ora andremo ad esporre e studiare.

Ciò nonostante è bene osservare come la definizione dei parametri geometrici ed elementi strutturali caratteristici, appena sopra citati, sia utile oltretutto a definire una nomenclatura univoca, che verrà adottata in tutto il resto della presente tesi.

Il modello che si vuole ora studiare, considera come cella ideale, nonché unità fondamentale della struttura ideale, una unità tetra-decaedrica, definita come “cella di Kelvin (Kelvin cell)”.

Dalla figura 1.8 è palese che quest’ultima non è altro che una cella poligonale ossia un poliedro formato da sei facce quadrate ed otto facce esagonali; ad una tale cella ideale corrisponde la minima energia superficiale (condizione a cui tende ogni struttura in natura).

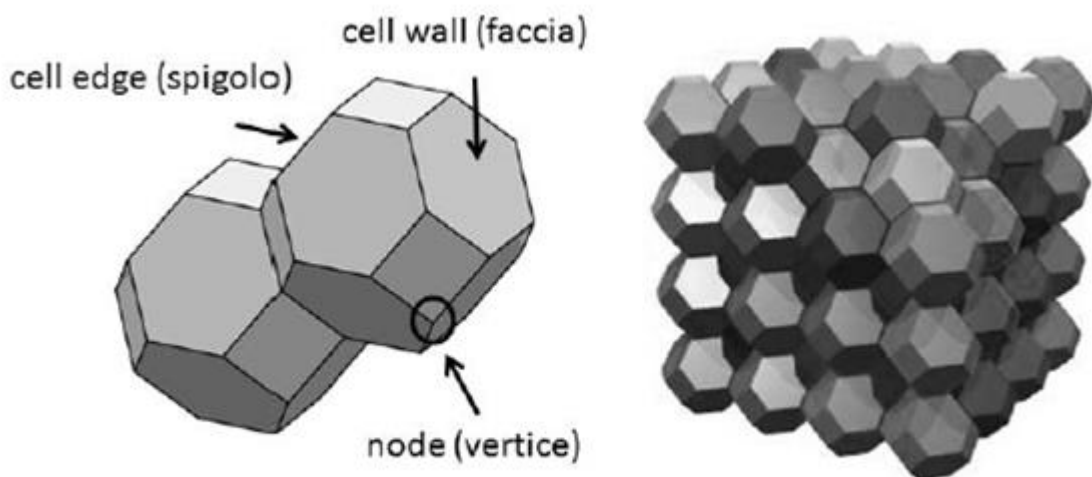


Fig 1.8 Modello di cella ideale e struttura della cella di Kelvin

Gli elementi geometrici che caratterizzano la cella di Kelvin (può esser assunta anche come struttura elementare che costituisce lo “scheletro” portante della struttura) sono i seguenti:

- Spigoli (cell edge);
- Vertici (node);
- Facce (cell wall).

Questa tipologia di cella (cella ideale o di Kelvin), sebbene non descriva perfettamente ed accuratamente la struttura reale delle schiume metalliche, risulta comunque essere la miglior struttura a disposizione per la modellizzazione di cui si necessita (cioè per la descrizione della struttura delle schiume metalliche); garantisce infatti un elevato riempimento spaziale, minimizzando lo sviluppo superficiale per unità di volume (figura 1.9). Questo tipo di struttura, si ripete, consente la minimizzazione dell’energia del sistema.

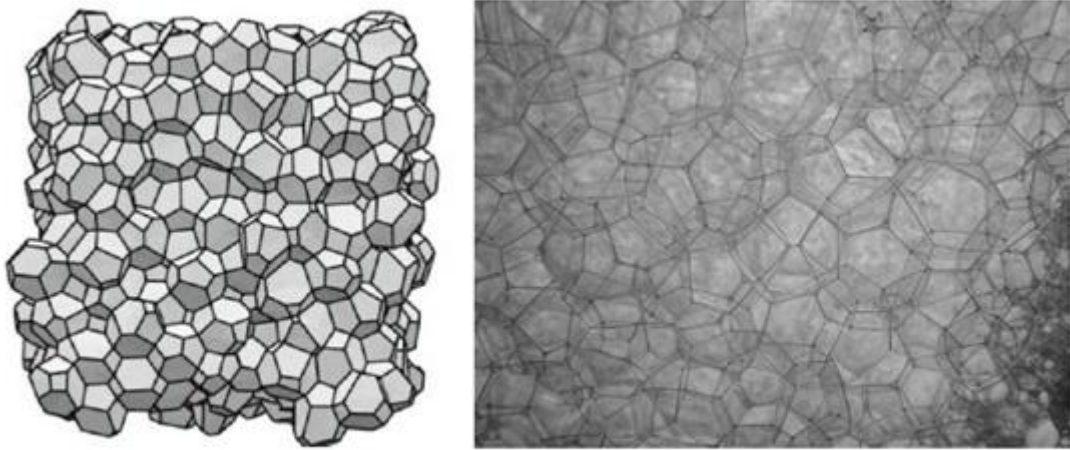


Fig 1.9 Altra visione del modello di cella ideale

Tuttavia, oltre agli elementi geometrici sopra definiti, è utile e doveroso definire anche dei parametri che inglobino in essi e pertanto riflettano le imperfezioni o i difetti del materiale in esame rispetto al corrispettivo ideale (quindi rispetto anche alla singola unità cellulare ideale). Questo particolare tema sarà trattato successivamente nel presente lavoro di tesi.

Rimaniamo per ora concentrati su quella che è la struttura di un materiale cellulare, che risulta essere caratterizzata principalmente dalla porosità: in una schiuma metallica, in particolare, la porosità oscilla tra il 60% e il 97% circa, in relazione allo specifico processo produttivo utilizzato per realizzarla.

La porosità viene abitualmente calcolata mediante la seguente espressione generale:

$$P = \left(1 - \frac{\rho}{\rho_s}\right) \times 100$$

Nell'espressione appena esplicitata, la notazione utilizzata possiede lo stesso significato già studiato, vale a dire che il rapporto $\frac{\rho}{\rho_s}$ rappresenta la densità relativa, ρ la densità della schiuma e ρ_s la densità della lega di base.

E' proprio in base alla porosità che viene effettuata una prima importante classificazione delle schiume metalliche. Si distinguono in tal senso due grandi famiglie di schiume:

- Schiume a celle chiuse (closed-cell foam): son caratterizzate da sfere chiuse adiacenti contenenti gas. In altri termini, son strutture cellulari nelle quali celle adiacenti sono separate da facce.

Come approfondiremo, il materiale base costituente una schiuma a celle chiuse è confinato principalmente negli spazi fra tre o più sfere adiacenti. Esso conferisce così elevate proprietà meccaniche alla schiuma stessa, proprio in virtù del fatto che le pareti cellulari, seppur molto sottili, forniscono un contributo aggiuntivo alla rigidità. Ecco che, per tale ragione, schiume a celle chiuse trovano vasta applicazione come materiali strutturali al fine di aumentare la rigidità e diminuire il peso di una certa struttura, oltre che smorzare le vibrazioni cui quest'ultima può esser soggetta.

Le schiume a celle chiuse mostrano anche un'ottima capacità di dissipazione di energia d'urto. Esse infatti non trasmettono, o comunque trasmettono in quantità molto più limitata, tale energia a valle; sono infatti utilizzate in campi dove è necessario assorbire l'energia generata da urti più o meno violenti (es. componenti automobili).

- Schiume a celle aperte (open-cell foam): sono altresì indicate con il nome di spugne metalliche e presentano una porosità contigua, quindi un'interconnessione tra celle adiacenti. In altre parole, sono caratterizzate da cavità collegate tra loro.

Le schiume appartenenti a questa tipologia sono generalmente più costose di quelle a celle chiuse e rispondono ai requisiti di svariati campi applicativi. Sono utilizzate cioè per una grande varietà di applicazioni, tra cui le più frequenti sono negli scambiatori di calore, negli assorbitori di energia e rumore, nei filtri (anche per acqua) e catalizzatori.

Queste schiume vengono inoltre utilizzate nella produzione industriale e addirittura in tecnologie aerospaziali avanzate.

Appena sotto, in figura 1.10, vengono riportate due micrografie di una porzione di sezione, una per ogni tipologia di schiuma (secondo la classificazione appena esplicitata).

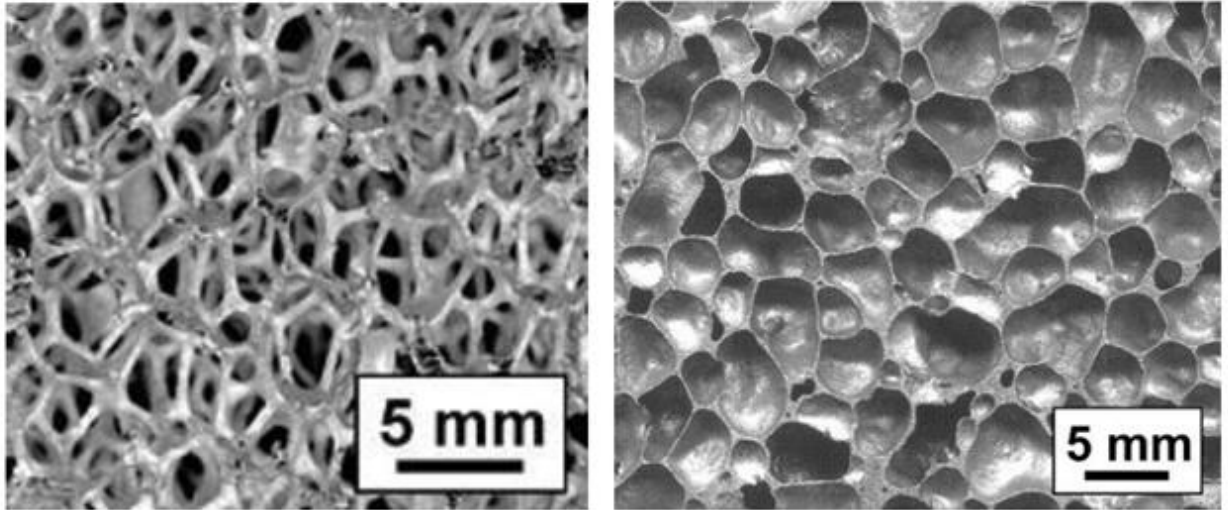


Fig 1.10 Esempio di schiuma metallica a celle aperte (a sinistra) e a celle chiuse (a destra)

Bisogna tuttavia sottolineare che questa prima differenziazione introdotta non è del tutto chiara, in quanto, in alcuni sistemi di schiume metalliche, si osservano coesistere entrambe le strutture morfologiche.

In ogni caso, per poter comprendere i fenomeni che determinano la struttura cellulare di una schiuma, è necessario far riferimento alle “leggi di Plateau”. Queste ultime, formulate nel XIX secolo dall’omonimo fisico belga a partire da osservazioni sperimentali da egli stesso condotte, descrivono la struttura di una lamina di sapone. Successivamente però è stato rilevato e dimostrato che molti altri modelli in natura obbediscono a tali leggi.

Configurazioni diverse da quelle indicate dalle leggi di Plateau sono instabili e tenderanno rapidamente a riorganizzare sé stesse per conformarsi a tali leggi.

Queste leggi inoltre valgono per una superficie minima, come dimostrato matematicamente da Jean Taylor attraverso la teoria geometrica della misura.

In altri termini, la formazione, la dimensione e la persistenza di bolle all’interno di una fase continua è legata a concetti di idrofobia del materiale in questione e di tensione superficiale delle bolle stesse.

Le leggi di Plateau di interesse nel presente lavoro sono quelle che definiscono l’interazione fra le bolle e definiscono come esse si distribuiscono nello spazio.

In particolare, le bolle si incontrano sempre in gruppi di tre lungo un bordo, chiamato “bordo di Plateau”, e lo fanno con un angolo di 120° .

Questi bordi di Plateau si incontrano in un vertice a quattro e lo fanno con un angolo pari ad $\arccos(-1/3) \approx 109,47^\circ$ (angolo tetraedrico).

Quanto appena esplicitato, può essere più facilmente e chiaramente compreso osservando le figure 1.11 e 1.12.

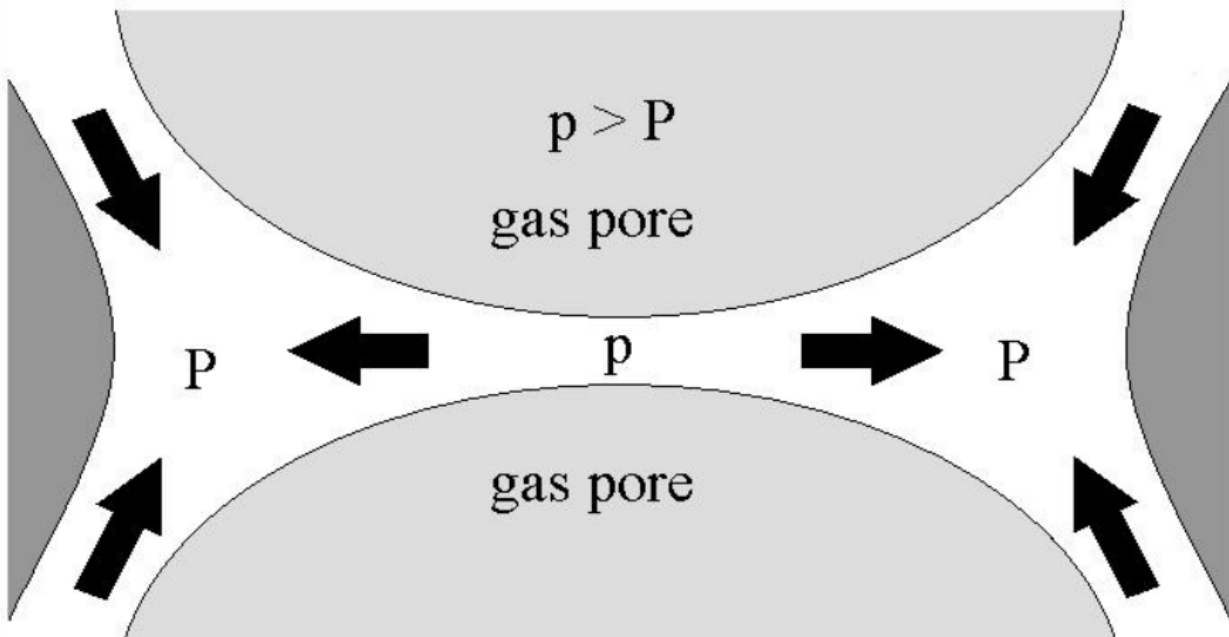


Figura 1.11 Leggi di Plateau: principi di idrofobia dei materiali e di tensione superficiale che governano la formazione delle bolle.

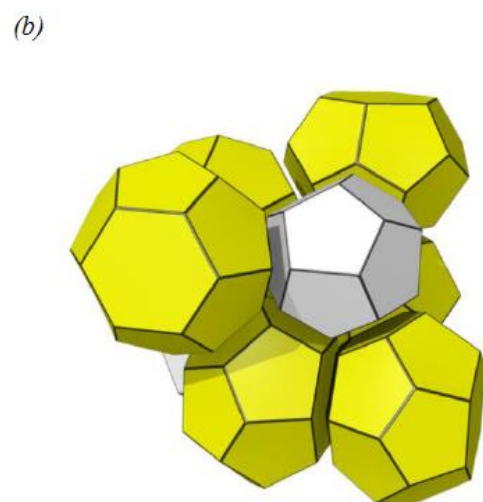
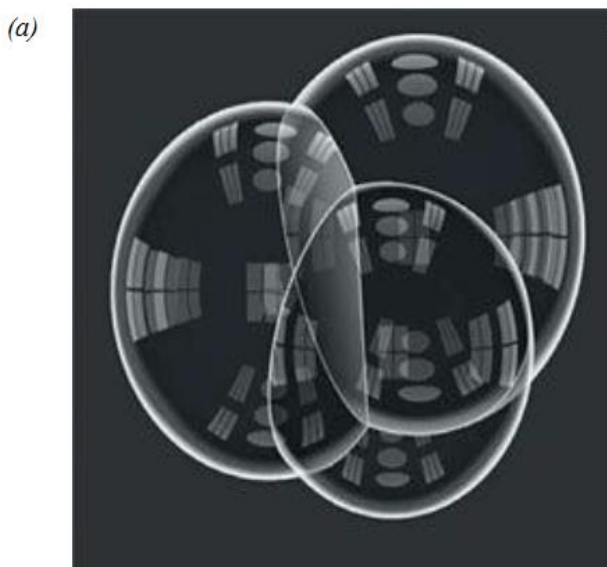


Figura 1.12 Rappresentazione della distribuzione spaziale delle bolle: (a) incontro in gruppi di tre lungo il bordo di Plateau, (b) incontro dei bordi di Plateau in un vertice a quattro.

Al variare della composizione e quindi dell'idrofobia del materiale, oltre che della tensione superficiale, mutano gli angoli di contatto tra le superfici così come quelli tra i bordi, fino ad arrivare alla formazione di una struttura "open cell" a causa del raggiungimento di valori limite che comportano la rottura delle superfici cellulari.

E' fin da subito bene chiarire come, nella presente tesi, i termini schiuma e materiale cellulare vengono spesso usati come sinonimi. Le schiume, in realtà ed in modo più corretto, vengono inserite all'interno dell'ampia famiglia dei materiali cellulari, vale a dire materiali che presentano al loro interno una struttura più o meno ripetitiva, intervallata da spazi vuoti (es. honeycomb – a nido d'ape etc.) . Come già introdotto in precedenza, in generale tali materiali (in particolar modo le schiume metalliche) vengono sviluppati con l'obiettivo di diminuire il peso specifico del materiale di base, mantenendo però al contempo elevati valori di rigidità, resistenza agli urti ed altre importanti proprietà meccaniche.

Fatta questa piccola ma importante nota, è bene sottolineare come una più corretta e completa classificazione delle schiume metalliche dovrebbe esser condotta prendendo in considerazione, oltre al valore di densità relativa, anche ulteriori parametri morfologici correlabili all'architettura cellulare, a pori e celle, ed alle caratteristiche dello "scheletro" metallico, sia a livello macroscopico sia a livello microscopico (tabella 1.2).

struttura geometrica (architettura cellulare)	= celle (porosità)	+ pareti delle celle (di metallo massivo)
<ul style="list-style-type: none"> - Celle chiuse o aperte - Disposizione delle celle stocastica o regolare - Relazioni di prossimità - Modelli stocastici - Composizione chimica del materiale cellulare 	<ul style="list-style-type: none"> - Porzione di volume - Coefficiente di forma - Rapporto di superficie - Orientamento - Dimensione 	<ul style="list-style-type: none"> - Spessore e lunghezza delle pareti cellulari - Numero/area dei nodi - Curvatura/corrugazione delle pareti delle celle <p>Microstruttura</p> <ul style="list-style-type: none"> - Struttura dendritica → Eutettico - Grani → Microporosità - Omogeneità chimica → Inclusioni - Precipitati - Dislocazioni

Tabella 1.2 Parametri che influenzano e descrivono la struttura geometrica di una schiuma.

In altri termini, una schiuma metallica è caratterizzata da un punto di vista strutturale dalla topologia delle celle in essa presenti (celle aperte o celle chiuse), dalla densità relativa, dalla dimensione delle varie celle, dalla forma delle celle e dall'anisotropia [2].

Per ottenere una misura il più possibile precisa e realistica della densità, generalmente si pesa un campione di volume noto. La stima/misura di tutti gli altri parametri necessari per un'analisi morfologica completa ed accurata richiedono l'utilizzo di un microscopio.

Per individuare le caratteristiche morfologiche delle schiume metalliche cioè, si utilizzano principalmente metodi metallografici (microscopia ottica, a scansione elettronica etc.); è proprio in questo modo che si riescono ad ottenere tutte le informazioni (densità esclusa) necessarie ad una analisi completa (riguardanti, come ad inizio pagina descritto, dimensione dei pori, spessore della parete cellulare, orientamento etc.) [12].

- La microscopia ottica è utile per caratterizzare schiume metalliche a condizione che la schiuma venga completamente impregnata con resina epossidica opaca (o equivalente) prima della lucidatura. A tal fine è richiesto che il campione di schiuma che si è interessati a caratterizzare sia immerso in un termoindurente a bassa viscosità contenente un agente colorante (meglio se blu scuro o nero), sia posto in una camera a vuoto e degassato e successivamente ripressurizzato per forzare il polimero all'interno delle celle. Tale procedura può essere ripetuta per schiume a celle chiuse dopo la lucidatura "grossolana", dal momento che ciò spesso porta all'apertura di celle precedentemente chiuse [2]. La lucidatura convenzionale fornisce sezioni affidabili ed adeguate per la microscopia ottica (figura 1.13 (a)).

- Per quanto riguarda la microscopia elettronica a scansione (SEM), si può affermare quanto segue: è una tecnica molto semplice in quanto l'unica precauzione necessaria è relativa alla preparazione della superficie (procedura standard descritta in modo completo, esaustivo e chiaro alla sezione 3.2 del riferimento [2] della bibliografia della presente tesi).

Il SEM risulta fornire più informazioni, ed è pertanto più adatto, nel caso di schiume a celle aperte (figura 1.13 (b)). Le immagini ricavate dal SEM per schiume a celle chiuse, infatti, presentano spesso un quadro piuttosto confuso dal quale è difficile estrarre dati affidabili circa forma e dimensioni dei pori etc.

- La tomografia computerizzata a raggi X (CT) offre immagini a basso ingrandimento dei piani interni alla schiuma analizzata con tale processo, che possono essere così successivamente assemblate in un'unica immagine tridimensionale (figura 1.13 (c)).

Gli scanner medici CT, ad esempio, sono limitati ad una risoluzione di circa 0.7mm, mentre apparecchiature CT industriali possono raggiungere una risoluzione di 200 μ m.

Tale metodo permette di esaminare l'interno di una schiuma a celle chiuse e risulta essere sufficientemente rapido da permettere lo studio della distorsione delle celle mediante "successive imaging" rispetto alla deformazione del campione [2].

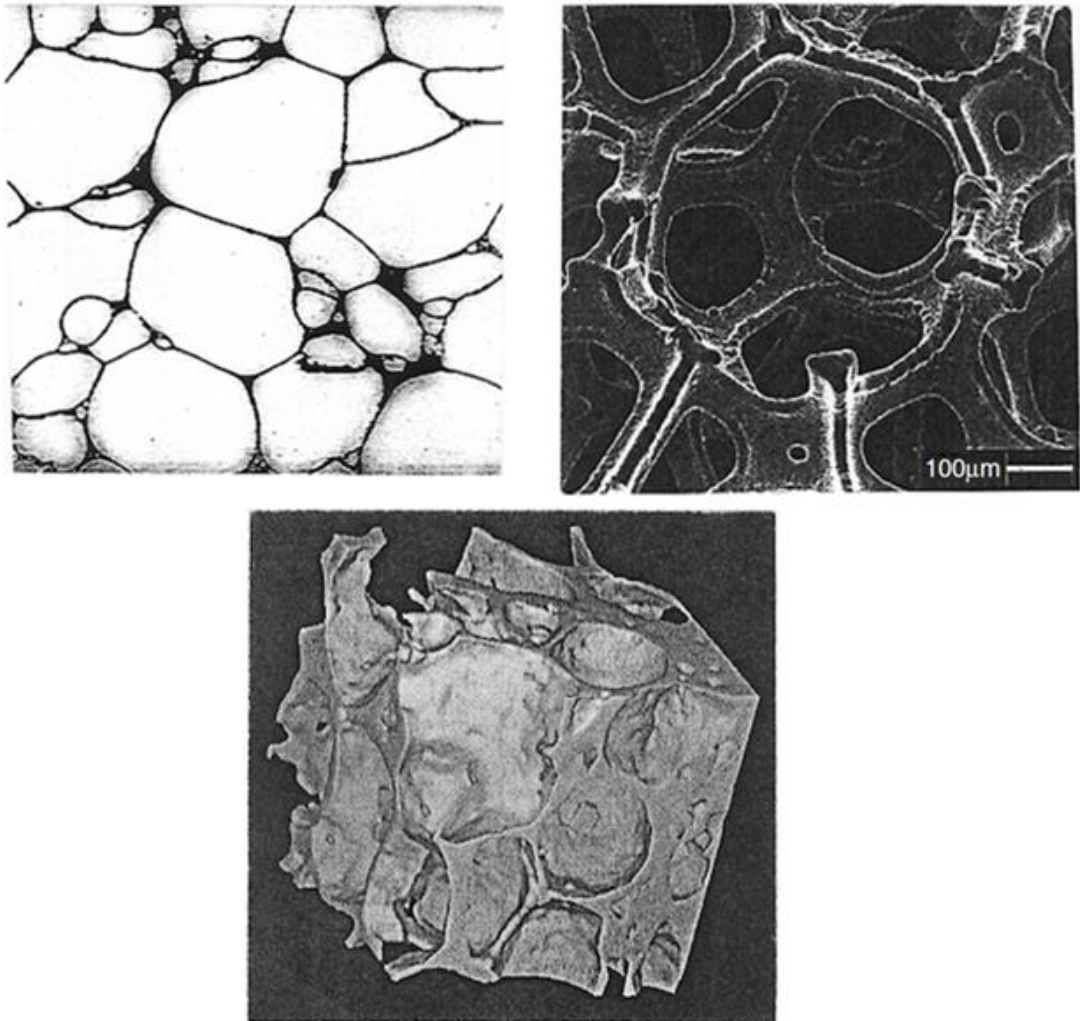


Figura 1.13 (a) Micrografia ottica di una sezione lucidata di una schiuma di alluminio *Alcan*; (b) Micrografia SEM di una schiuma di nickel *INCO*; (c) Tomografia a raggi X di una schiuma *Alulight*

Tuttavia, come è facile intuire, l'analisi morfologica relativa alla struttura architettonica delle schiume, risulta essere alquanto complessa ma necessaria per riuscire a definire una relazione tra i parametri appena citati (presenti in tabella 1.2) e le proprietà fisico-meccaniche delle stesse.

Nel seguito del presente capitolo, verranno descritte le principali proprietà fisico-meccaniche delle schiume metalliche a base di alluminio, nonché le loro principali applicazioni in campo industriale.

Già dalle poche nozioni finora introdotte sulle schiume metalliche stesse, è possibile comprendere che, proprio grazie alla loro struttura, questi materiali combinano una elevata rigidità e resistenza con una bassa densità; per questa ragione vengono spesso utilizzati in applicazioni e situazioni in cui occorre minimizzare il peso (di una struttura etc.), pur mantenendo buone caratteristiche meccaniche.

Le strutture cellulari, in particolar modo le schiume metalliche, presentano inoltre un'elevata resistenza al danneggiamento e alle forze impulsive: la loro struttura infatti, composta da una consistente presenza di vuoti relativamente omogeneamente distribuiti, permette di assorbire ampie deformazioni sia in trazione che in compressione (per i dettagli si rimanda al paragrafo 2.1).

Più in particolare, si può notare che i metalli massivi di cui sono composte le schiume metalliche, qualsiasi essi siano (i più comuni sono stati elencati nel corso del paragrafo 1.1), sono in grado di assorbire grandi quantità di energia durante la loro deformazione, grazie al movimento di dislocazioni al loro interno (deformazione plastica).

A questo punto è doveroso segnalare che, nonostante siano studiate da diverso tempo, le schiume metalliche non sono state, ad oggi, ancora caratterizzate in modo completo. Lo scenario, oltretutto, sta mutando rapidamente e continuamente; ciò nonostante, grazie alla tabella 1.2, è possibile ottenere una prima visione di insieme circa le proprietà meccaniche e le caratteristiche da investigare per caratterizzare una determinata schiuma.

1.2.2.1 Alcune osservazioni sulla struttura delle schiume metalliche e sul legame fra quest'ultima e le loro possibili applicazioni

Come già studiato (si veda anche la figura 1.10), una prima macro-distinzione tra le varie schiume, può esser fatta in base alla natura della struttura porosa: i pori possono infatti esser chiusi (schiuma a celle chiuse) oppure possono formare una rete interconnessa (schiuma a celle aperte).

Le schiume metalliche a celle aperte sono generalmente prodotte a partire da schiume poliuretaniche, anch'esse a celle aperte, e possono trovare applicazione in diversi settori industriali: possono essere utilizzate per costruire scambiatori di calore (elettronica di raffreddamento, processi a cambiamento di fase etc.), come assorbitori di energia termica (blocco della propagazione delle fiamme etc.) e possono essere utilizzate anche nella produzione di sistemi di filtraggio dei fluidi. Tuttavia, a causa del loro elevato costo, le schiume metalliche a celle aperte sono tipicamente impiegate in tecnologie aerospaziali avanzate e in importanti componenti in ambito industriale per i quali il costo è giustificato e viene assorbito con il funzionamento degli stessi.

Per quanto riguarda le schiume metalliche a celle chiuse invece, vengono utilizzate principalmente come materiale impatto-assorbente (in modo analogo alle schiume polimeriche che costituiscono i caschi). Esse sono piuttosto leggere (in genere 10%-25% della densità del metallo di cui sono composte, solitamente alluminio) e anche rigide. Sono spesso proposte come materiale leggero strutturale. Esse sono caratterizzate anche da resistenza al fuoco, riciclabilità del materiale massivo e galleggiano in acqua.

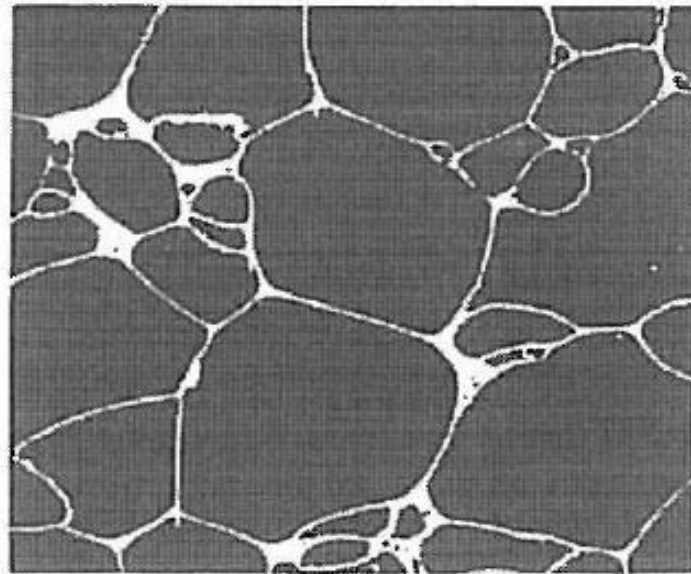
In generale, è già stato espresso come le schiume metalliche siano composte da una serie di bolle di gas separate da una fase metallica; quest'ultima fase costituisce la vera e propria struttura delle schiume.

Non è però stata esposta e spiegata la significativa influenza della scelta dei materiali e dei parametri del processo di produzione sulla struttura risultante: la dimensione media dei pori e il numero di questi ultimi dipendono dalla viscosità del metallo, dalle percentuali di agente schiumante, dal particolare processo di produzione utilizzato per la produzione della schiuma ed infine anche dai parametri di schiumatura. Un altro parametro determinato dai materiali utilizzati è lo spessore delle pareti delle celle, che dipende principalmente dalla viscosità e dall'idrofobia del metallo scelto.

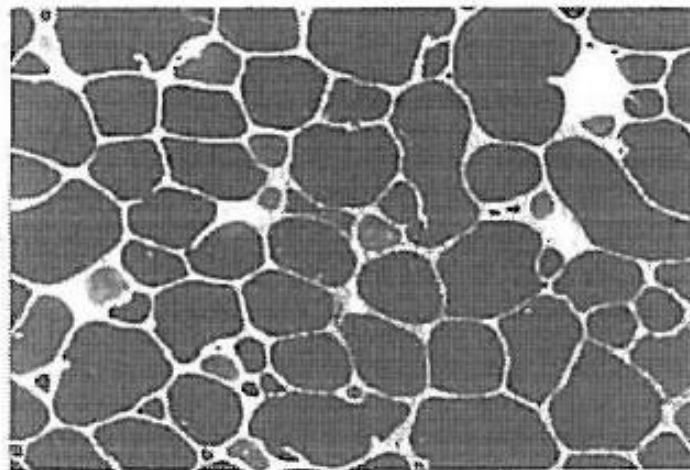
In figura 1.13, a titolo di esempio, sono riportate tre micrografie che mostrano la struttura di altrettante schiume metalliche, realizzate da tre differenti produttori (tra i più importanti a livello mondiale, che ritroveremo più volte nel corso dei vari capitoli): Cymat Technologies Ltd (Canada), Mepura Metallpulvergesellschaft m.b.H. (Germania) conosciute col nome commerciale “Alulight” e Shinko Electric Industries Co. Ltd (Giappone) conosciute col nome commerciale “Alporas”.

Le tre micrografie sono ordinate in base alla densità relativa crescente, come si può facilmente notare, dall’alto verso il basso:

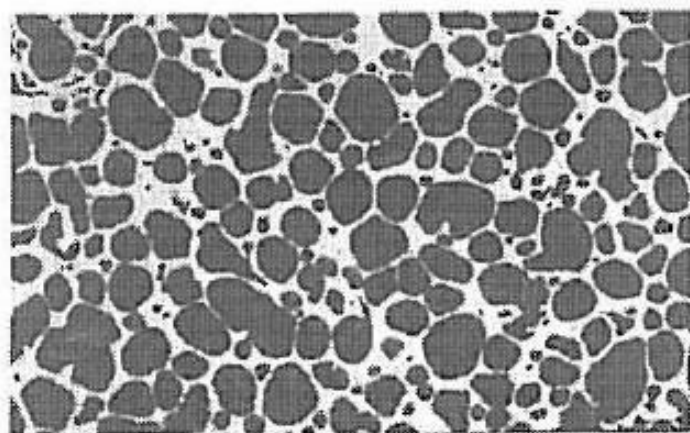
- La schiuma Cymat (Al-SiC), riportata in figura 1.13 (a), ha una densità relativa $\rho/\rho_s = 0.05$ e una dimensione media delle celle di circa 5mm. Le schiume di questo tipo sono disponibili in commercio con densità relativa compresa nel range $0.02 < \rho/\rho_s < 0.2$;
- La schiuma Alporas (Al-Ca), riportata in figura 1.13 (b), ha una dimensione media delle celle inferiore rispetto alla schiuma Cymat e presenta densità relative comprese nel range $0.08 < \rho/\rho_s < 0.2$ (nel caso specifico riportato in figura, $\rho/\rho_s = 0.09$);
- La schiuma Alulight (Al-TiH), riportata in figura 1.13 (c), è caratterizzata da una dimensione media delle celle inferiore rispetto alle due schiume precedenti ed è disponibile in commercio con un range di densità relative $0.1 < \rho/\rho_s < 0.35$ (nel caso specifico riportato in figura, $\rho/\rho_s = 0.25$).



(a)



(b)



(c)

Figura 1.13 (a) Schiuma Cymat con densità relativa 0.04 (densità 108kg/m^3), (b) schiuma Alporas con densità relativa 0.09 (densità 240kg/m^3), (c) schiuma Alulight con densità relativa 0.25 (densità 435kg/m^3).

1.3 Metodi di produzione

Nel presente paragrafo verrà fornita una descrizione dei processi di produzione delle schiume metalliche. Essendo però tali processi oramai noti da tempo, pertanto studiati approfonditamente e sviscerati in letteratura in modo più che approfondito (basti far riferimento alle pietre miliari in materia, [1] e [2]), viene ora realizzata solo una riassuntiva trattazione degli stessi, volta unicamente ad un breve ed efficace richiamo.

Come facile immaginare, esistono diverse metodologie produttive per la realizzazione di schiume metalliche (o più in generale di materiali cellulari), ognuna delle quali porterà alla produzione di schiume con peculiari caratteristiche strutturali e, di conseguenza, anche con proprietà meccaniche e funzionali differenti [13].

E' subito bene ricordare come le tecniche produttive vengono generalmente classificate in base allo stato fisico in cui si trova il metallo (più in generale del materiale) durante il processo di schiumatura. Occorre sottolineare, per correttezza, che alcuni dei processi che andremo a descrivere, son del tutto simili a quelli usati per schiumare materiali polimerici; essendo, tuttavia, nella presente tesi interessati ai metalli, in particolare alle leghe di alluminio, focalizzeremo l'attenzione unicamente sui processi ad esse relativi. Altri processi, invece, sono stati specificamente progettati al fine di riuscire a sfruttare al meglio le caratteristiche peculiari delle materie prime di partenza (tipicamente polveri metalliche) [14].

Per le ragioni finora esposte, è chiaro il motivo per cui tradizionalmente si definiscono quattro famiglie di processi di produzione (ad ognuna delle quali corrisponde un particolare stato della materia):

- I. A partire da metallo solido (sottoforma di polveri);
- II. A partire da metallo liquido;
- III. A partire da metallo in fase gassosa;
- IV. A partire da una soluzione di ioni metallici.

Dalla tabella 1.4, riportata poco più avanti, si capisce perché le famiglie di processi III. e IV. non verranno approfondite nella trattazione a seguire; esse non sono infatti utilizzabili per la produzione di schiume metalliche a base di leghe di alluminio ed inoltre non sono ancora disponibili su scala industriale.

La classificazione delle famiglie di processi sopra riportata, può esser esplosa in modo più dettagliato, di cui sotto, in tabella 1.3.

Tecniche per la produzione di materiali cellulari			
Materiale solido (tipicamente polvere)	Materiale liquido	Materiale in fase gassosa	Ioni metallici
Sinterizzazione di sfere cave	Creazione diretta della schiuma con gas	Deposizione da fase vapore	Deposizione elettrochimica
Espansione di gas intrappolato	Creazione diretta della schiuma con agenti schiumogeni		
Creazione di schiume da impasti liquidi	Eutettici gas metallo (<u>Gasars</u>)		
Pressatura con un materiale di riempimento	Fusione di polveri sinterizzate		
Sinterizzazione di polveri o fibre	<u>Spray forming</u>		
Estrusione di miscele metallo/polimero	Miscela di metalli liquidi con differenti temperature di fusione		
Sinterizzazione e riduzione di ossidi			

Tabella 1.3 Metodi per la produzione di materiali cellulari

Nella sottostante tabella 1.4, vengono riportati, per i vari processi elencati in tabella 1.3, le corrispondenti porosità percentuali e i corrispondenti metalli - leghe metalliche di base utilizzabili, oltre all'indicazione se essi sono effettivamente utilizzati o meno nella produzione commerciale.

Processo	Porosità (%)	Metallo	Commercio?
Metallo solido (tipicamente polveri metalliche)			
Sinterizzazione	20 ÷ 80	Bronzo, Acciaio	Si
Intrappolamento di gas	≤ 45	Ti	No
<u>Slurries foaming</u>	≤ 93	Al	No
Pressatura delle polveri attorno a spazi vuoti	≤ 70	Ti	No
Strutture a sfere cave	≤ 80	Acciaio	No
<u>Reaction sintering</u>	≤ 50	Fe, Cu	No
Metallo liquido			
Immissione di gas dall'esterno	80 ÷ 97.5	Al, <u>Zn</u>	Si
Agente schiumogeno a rilascio di gas nel fuso	91 ÷ 93	Al, <u>Zn</u>	Si
<u>Gasars</u>	5 ÷ 75	Ni, Cu, Al, Mg	No
Formazione del precursore a partire da bagno liquido	60 ÷ 90	Al, <u>Zn</u> , <u>Pb</u>	Si
Colata in stampo su schiume polimeriche	80 ÷ 97	Al, <u>Zn</u>	Si
<u>LBM's "Lattice Block Materials"</u>	–	Al	No
Colata su sfere cave	≤ 65	Al, <u>Zn</u> , <u>Pb</u> , Cu	Si
<u>"Osprey process"</u>	≤ 60	Acciaio, Cu	No
Metallo allo stato gassoso			
Vapori di metallo	93 ÷ 97.5	Ni, <u>Ni-Cr</u> , Cu	Si
Ioni metallici			
Elettrodeposizione	92 ÷ 95	Ni, Cu	Si

Tabella 1.4 Principali processi di produzione per materiali metallici

1.3.1 Processi di produzione di schiume metalliche a partire da polveri metalliche

In questa famiglia di processi, le strutture cellulari vengono ottenute a partire da polveri metalliche e, durante tutta la durata di tali processi, le polveri metalliche di partenza non subiscono alcun cambiamento di stato (rimangono cioè sempre allo stato solido); al più, le polveri metalliche vengono sottoposte ad un trattamento di sinterizzazione, così da consolidarne la struttura (bisogna porre attenzione al fatto che ciò andrà ad influenzare significativamente la morfologia della struttura risultante, infatti, le polveri sinterizzate, generalmente tendono a formare strutture cellulari a celle aperte).

In ogni caso i processi studiati in questo sottoparagrafo si basano sull'espansione, con rilascio di gas, da parte di un agente schiumante. E' pertanto sempre richiesta una miscelazione delle polveri metalliche con un agente schiumante (ed eventuali additivi), miscelazione che può essere realizzata in diversi modi.

1.3.1.1 Schiumatura di impasti liquidi

Le schiume metalliche possono essere prodotte a partire da una pasta composta da polveri metalliche, agenti schiumanti ed alcuni eventuali additivi se opportuno o necessario. Tale pasta viene travasata all'interno di uno stampo, mescolata e mantenuta a temperature elevate (ovviamente inferiori alla temperatura di fusione della fase solida). Grazie all'azione combinata dell'agente schiumante e di eventuali additivi, l'impasto diventa viscoso ed inizia ad espandersi in quanto gli additivi aumentano la viscosità complessiva anche a basse temperature e, contemporaneamente, gli agenti schiumanti iniziano a reagire, portando alla formazione di gas all'interno dell'impasto [20]. Attraverso confacenti accortezze, la pasta essiccherà completamente e si otterrà una schiuma metallica (scheletro metallico contenente gas).

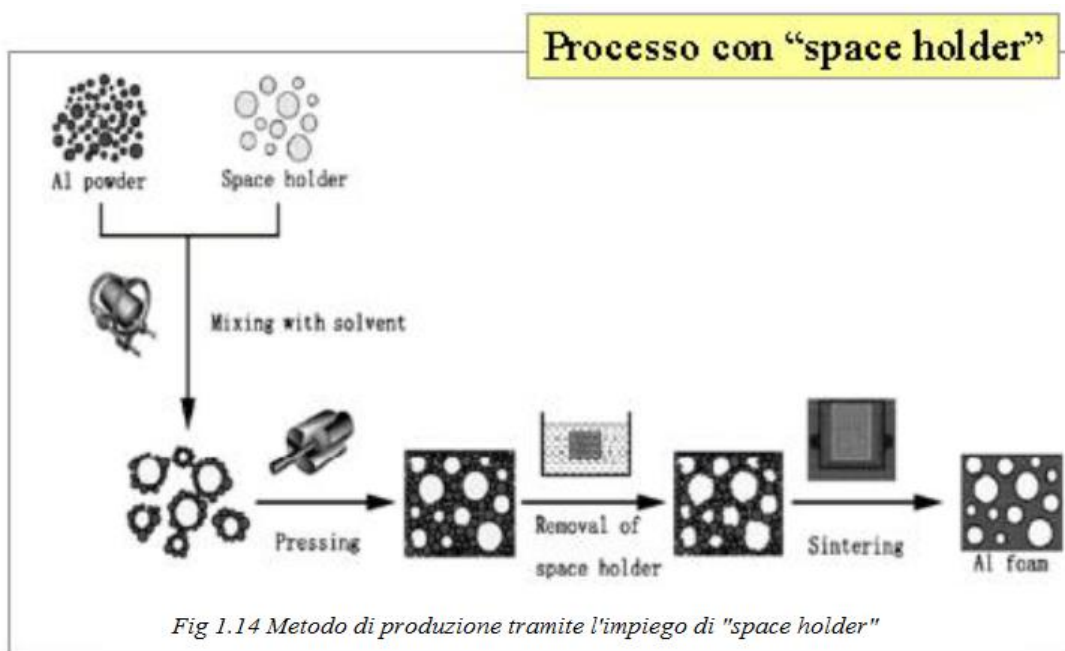
Densità relative fino al 7% possono essere ottenute facendo uso di polveri metalliche di alluminio e di agenti schiumanti quali acido ortofosforico e acido idrocloridrico. In questi casi però si riscontra molto frequentemente la formazione e l'innescò di cricche, che portano pertanto a problemi di resistenza.

1.3.1.2 Processo con elementi "space holder"

Già dal nome della tecnica si intuisce il suo principio funzionale: la schiuma metallica viene prodotta tramite l'utilizzo dei cosiddetti "space holder", una sorta di anime chiamate spesso in tale ambito preforme, realizzati attraverso sostanze che possono poi esser successivamente disciolte mediante opportuni solventi o acidi, i quali non vanno però ad intaccare la schiuma appena prodotta.

Una chiara ed efficace schematizzazione del processo di produzione di schiume metalliche (in particolare di alluminio) tramite "space holder" è riportata appena sotto (Figura 1.14).

Tale processo inizia pertanto con la miscelazione delle polveri metalliche e "space holder", seguita da una compattazione in uno stampo. A questo punto vengono rimossi gli "space holder", i quali lasceranno delle cavità che copiano la forma degli stessi. Infine, verrà effettuato un processo di sinterizzazione: si ottiene così una schiuma i cui pori avranno dimensione e forma uguale a quella delle particelle (space holder) utilizzate inizialmente per realizzare la preforma [16].



E' doveroso osservare che il materiale degli "space holder" deve soddisfare alcuni requisiti fondamentali: deve esser inerte e possedere un punto di fusione più alto rispetto al metallo o lega utilizzata, deve mantenere un'accettabile stabilità dimensionale durante il processo di sinterizzazione, deve aver un costo contenuto ed infine deve poter esser facilmente disciolto tramite solvente od acido.

1.3.1.3 Processo IFAM

Nel seguente sottoparagrafo viene descritto in modo riassuntivo, poi approfondito nella sezione sperimentale della tesi, il metodo che viene utilizzato nei laboratori dell'azienda Veneto Nanotech nella sede di Marghera (Ve), attraverso il quale sono state realizzate le schiume oggetto di analisi nel presente lavoro di tesi.

Questa metodologia di produzione di schiume, a partire da polveri metalliche, è stata sviluppata e brevettata dall'istituto Fraunhofer di Brema.

Il principio alla base di tale processo è la fusione di polveri compattate; bisogna subito evidenziare come il processo di schiumatura avvenga però in fase liquida.

In poche parole, come schematizzato in figura 1.15, il processo IFAM consiste nel miscelare polveri metalliche con un appropriato agente schiumante, pressare la miscela così ottenuta così da realizzare un precursore compatto, ed infine scaldare quest'ultimo portando a fusione il metallo in specifici forni [21].

In altri termini, si può immaginare il processo avvenire in due macro-fasi: una prima fase di realizzazione di un precursore solido schiumabile ed una seconda fase di schiumatura.

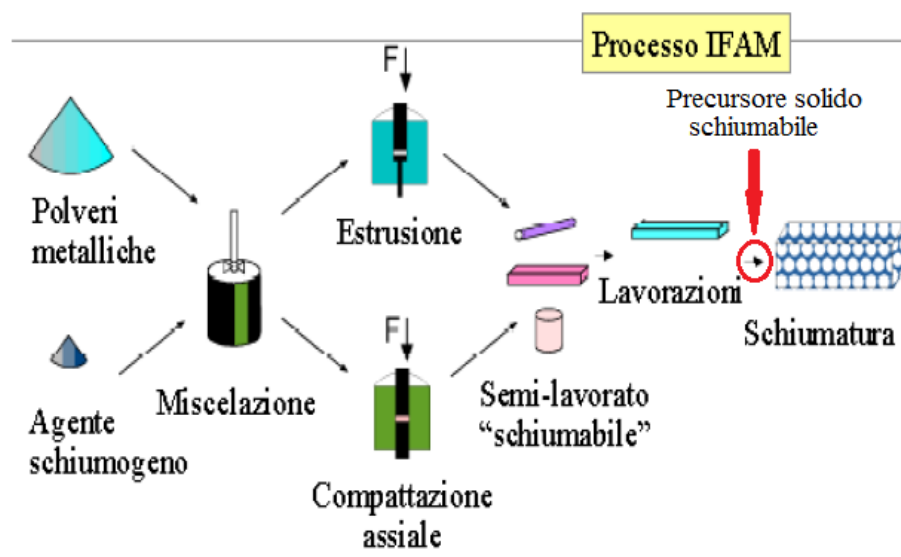


Fig. 1.15 Metodo di produzione per fusione di polveri compattate

Il processo produttivo inizia dunque con la miscelazione di polveri metalliche, siano esse metalli puri o leghe, con un opportuno agente schiumante (per l'alluminio e le sue leghe solitamente si utilizza idruro di titanio in percentuali che vanno da 0.4% ÷ 0.6% in peso).

Ovviamente l'agente schiumante deve essere scelto, a seconda delle situazioni, in modo tale che si decomponga ad una temperatura inferiore a quella di fusione del metallo o della lega che si intende schiumare. Sotto tali condizioni, infatti, il gas rilasciato espande il fuso e si ottiene così la schiuma desiderata.

Ritornando al processo produttivo, la miscela realizzata nello step iniziale sopra descritto, viene compattata al fine di produrre dei blocchi di semilavorato, chiamati in gergo "verdi". La compattazione può avvenire per mezzo di svariate tecnologie industriali di lavorazione, generalmente compattazione monoassiale a caldo (Warm Compaction), estrusione o ancora laminazione/rullatura [27]. In ogni caso, lo scopo ultimo è quello di inglobare uniformemente, in modo permanente, l'agente schiumante all'interno del semilavorato, nonché di limitare la porosità interna dello stesso [2]. La scelta circa il metodo di compattazione da utilizzare è funzione della forma che si desidera imprimere al verde e della qualità desiderata, quest'ultima intesa soprattutto in termini di composizione chimica e contenuto di porosità. Finora, da un punto di vista economico (senza gravose rinunce in termini di qualità) pare che l'estrusione sia la tecnica migliore.

La fase successiva consiste nel riscaldare il precursore (ottenuto come appena spiegato) fino ad una temperatura leggermente superiore a quella di fusione della fase solida. Ecco che, così operando, si spinge l'agente schiumante, uniformemente distribuito all'interno della matrice metallica, a decomporsi, con conseguente rilascio e formazione di bolle di gas all'interno del metallo/lega costituente il precursore.

Tale gas induce un'espansione nella fase metallica semisolida che si trasforma così in una struttura altamente porosa.

Il tempo richiesto per una completa espansione può essere di pochi secondi come di alcuni minuti; dipende infatti dalla temperatura di processo, dalla conducibilità termica del precursore e dalla dimensione delle particelle di cui quest'ultimo è costituito.

Una volta completato il raffreddamento, si ottiene una schiuma metallica caratterizzata da bassa densità, a celle chiuse e con una porosità che varia dal 60% all'86%.

A tal proposito è interessante soffermarsi ad osservare il diagramma illustrato in figura 1.16. Esso riporta la curva di espansione, pertanto l'andamento volumetrico, di una miscela di alluminio e idruro di titanio compattata, in funzione del tempo di schiumatura. Il grado di massima espansione, quindi la densità relativa della schiuma, è determinato controllando alcuni parametri come la temperatura, la velocità di riscaldamento e la quantità di reagenti (contenuto di schiumante) [17].

Si capisce perciò facilmente come la forma della curva di espansione, così come la morfologia (struttura e dimensione dei pori che si formano), risultano esser funzione del tempo di permanenza del precursore alla temperatura di processo.

Sempre dalla figura 1.16, si evince anche come al grado di massima espansione della schiuma corrisponde una morfologia piuttosto uniforme mentre, nel caso in cui il precursore rimanga sottoposto alla temperatura di processo per un tempo superiore a quello richiesto per raggiungere il grado di massima espansione, iniziano ad aver luogo in esso dei processi degenerativi:

- Collasso: ovvero il cedimento delle pareti cellulari con conseguente rilascio di gas nell'atmosfera;
- Coalescenza: ovvero la maggiore crescita di alcune bolle rispetto ad altre a causa del processo di diffusione del gas da una cella all'altra della schiuma;
- Drenaggio: ovvero il flusso di liquido che attraversa le pareti della schiuma e ne fuoriesce per gravità.

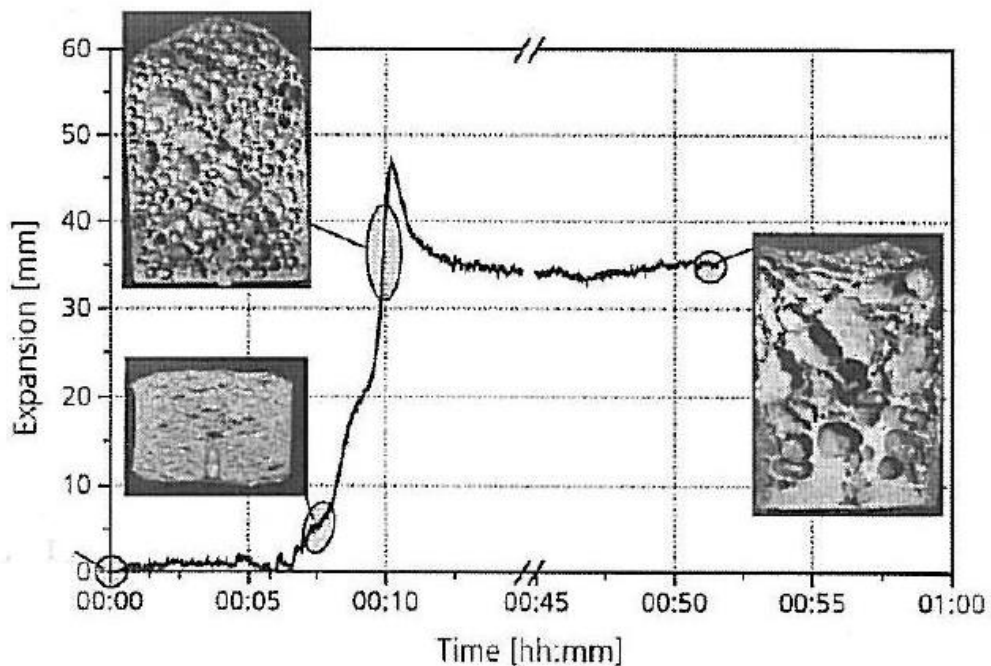


Fig. 1.16 Diagramma della curva di espansione volumetrica di una schiuma di alluminio, in funzione del tempo di permanenza all'interno del forno

La tecnica di produzione di schiume appena descritta comporta diversi vantaggi. Anzitutto, per conferire alla schiuma (output del processo) una determinata forma, si può sfruttare il fatto che l'espansione in forno avviene uniformemente se non è vincolata in alcuna direzione. Basta pertanto far espandere il precursore all'interno di uno stampo adeguato, della forma desiderata (eventualmente costruendolo ad hoc) e l'obiettivo è raggiunto. Per migliorare l'espansione, può essere utile lavorare il precursore solido, in modo da conferirgli una forma molto simile a quella dello stampo nel quale verrà fatto schiumare.

In alternativa il verde può essere fatto espandere liberamente, senza vincolo alcuno e, una volta espanso, si va a post-processare, adattando la forma dell'espanso stesso attraverso opportune lavorazioni (tipicamente taglio e altre lavorazioni per asportazione).

Un altro grosso vantaggio del processo IFAM è rappresentato dalla possibilità di miscelare leghe diverse (es. di alluminio) per formare il verde. In questo modo si possono utilizzare, mischiandole in quantità opportune, anche polveri di bassa qualità e poco costose.

Forse l'unico ma importante svantaggio del processo appena descritto, è di carattere economico: consiste nel fatto che, molto frequentemente, le polveri metalliche hanno un costo maggiore rispetto ai materiali "in formato standard" da cui derivano. Inoltre, i macchinari e le apparecchiature richieste per la compattazione delle polveri, richiedono un ingente investimento iniziale, giustificabile solo con una notevole produzione che permetta il loro ammortamento.

Il procedimento IFAM è sfruttato, ad oggi, ad uno stadio commerciale su bassa/media scala. Alcune aziende cui parte della produzione è realizzata con tale processo, sono la società tedesca Schunk-Honsel, l'austriaca Alulight International GmbH, Mepura (la quale utilizza un processo di compattazione per estrusione continua) e Neuman.

1.3.2 Processi di produzione di schiume metalliche a partire da metallo liquido

I processi facenti parte di questa seconda famiglia permettono di ottenere strutture cellulari a partire da metallo liquido, pertanto dopo la fusione dello stesso; si tratta di processi ad alta produttività, a basso costo e che forniscono la possibilità di riciclare sfridi o scarti provenienti da lavorazioni “esterne”, non collegate cioè in alcun modo ai processi in esame.

Questi ultimi si possono suddividere in varie sottofamiglie, in funzione della modalità con cui il metallo fuso viene schiumato, quindi fatto divenire poroso. In sintesi: schiumatura diretta (iniezione diretta del gas all'interno del fuso oppure mediante decomposizione di agenti schiumanti nel fuso); schiumatura indiretta (il processo di schiumatura non coinvolge direttamente il fuso), utilizzando una schiuma polimerica oppure colando il fuso attorno a dei componenti, chiamati in gergo, “space holder”.

La trattazione specifica dei processi di produzione di schiume metalliche verrà ivi realizzata analizzando prima i metodi di schiumatura diretta dei metalli e poi quelli di schiumatura indiretta.

Per quanto riguarda i primi, sono processi che prevedono di portare il metallo fuso a schiumatura in modo diretto e ciò, come accennato appena sopra, può avvenire nei seguenti due modi (in seguito analizzati più in dettaglio):

- I. Attraverso l'introduzione di una fase gassosa (insufflata dall'esterno) nel bagno di metallo, che provoca la formazione di bolle di gas all'interno del bagno di metallo stesso;
- II. Attraverso l'aggiunta di composti chimici, altresì detti agenti schiumanti che, per decomposizione (in genere deidrogenazione) alla temperatura di processo, rilasciano composti gassosi.

Le bolle di gas che si formano all'interno del metallo fuso (attraverso uno dei due modi appena esplicitati), a causa delle elevate forze che si generano per il principio di Archimede, tendono normalmente a risalire piuttosto rapidamente verso la superficie. Questo effetto (risalita delle bolle con conseguente perdita della fase gassosa appena formata) è palese come sia assolutamente nocivo nella produzione delle schiume metalliche. Ecco che allora tale risalita viene generalmente limitata o addirittura totalmente impedita, agendo sulla viscosità del fuso [2]. La ritenzione della fase gassosa all'interno del fuso metallico è agevolata dall'aumento di viscosità della fase liquida, che viene attualmente ottenuta attraverso l'introduzione di polveri ceramiche e specifici elementi alliganti nel fuso stesso [18].

1.3.2.1 Processo Alcan/Norsk Hydro

Storicamente è stato il primo metodo sviluppato per la produzione di schiume metalliche. Oggigiorno è ancora utilizzato dalla Hydro Aluminum in Norvegia e dalla Cymat Aluminum Corporation in Canada, ed è un processo che permette di fabbricare pezzi di grandi dimensioni (limitate dalla sola dimensione del serbatoio contenente il fuso), con porosità variabile dal 90% ÷ 97%.

Il principio che sta alla base di tale processo è l'iniezione di gas dall'esterno, direttamente all'interno del bagno di metallo fuso.

Occorre subito notare come, grazie alla bassa densità e alla non eccessiva ossidazione quando il fuso viene esposto all'atmosfera o ad altro gas contenente ossigeno, questa sia una tecnica facilmente implementabile nel caso di produzione di schiume di alluminio.

Questo processo è anche caratterizzato da una produzione continua, nella maggior parte dei casi industriali considerata un vantaggio.

Questa tecnica prevede diverse varianti, ma il principio di base è quello già esposto. Si può pertanto, a questo punto, con riferimento alla figura 1.17 sotto riportata, descrivere schematicamente il processo in esame.

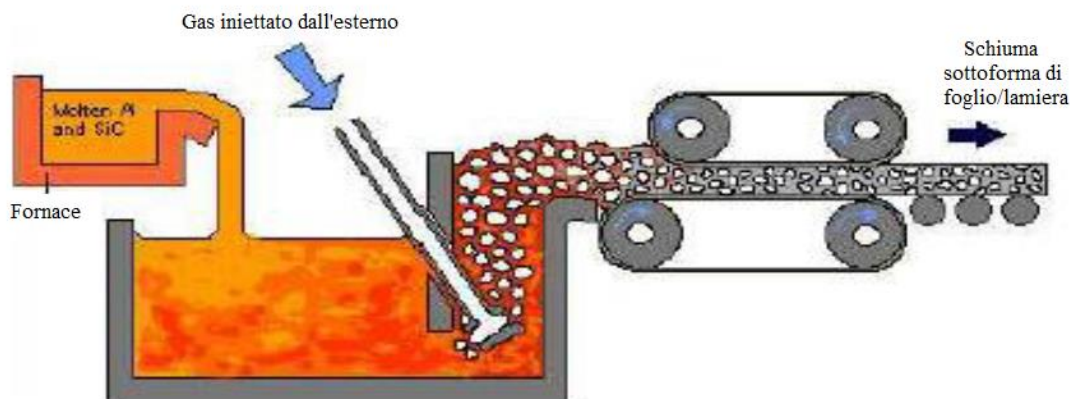


Fig. 1.17 Schema del processo di schiumatura diretta mediante iniezione di gas nel fuso

La prima fase del processo Alcan/Norsk Hydro prevede la fusione del metallo di base. Appena tutto il metallo (o tutta la lega) di partenza si trova in fase liquida, vengono immessi in quest'ultima degli additivi, generalmente polveri ceramiche (carburo di silicio etc.), ossidi di magnesio oppure ossidi di alluminio, che si trovano normalmente in percentuali di volume che variano tra il 10% e il 20%. Lo scopo di tali aggiunte è quello di regolare ed aumentare la viscosità del fuso al fine di facilitare la successiva ritenzione della fase gassosa.

A questo punto inizia la seconda fase, nella quale, tramite ugelli rotanti e/o vibranti oppure tramite soffianti ad elica appositamente disegnati, viene iniettato un gas inerte (abituamente argon, idrogeno o semplicemente aria) nel bagno ottenuto nella prima fase. A questo punto si iniziano a formare all'interno del fuso delle bolle di gas caratterizzate da piccole dimensioni ed uniformemente distribuite in esso. Come anticipato, per il principio di Archimede, la miscela viscosa di bolle e metallo fuso così ottenuta, tende a galleggiare sulla superficie della fase ancora totalmente liquida. Verrà pertanto ivi dato luogo alla vera e propria schiuma liquida, mano a mano che la parte di metallo fuso in eccesso cola verso il basso. Tale schiuma, proprio grazie alla presenza degli additivi prima aggiunti, risulta relativamente stabile e potrà quindi esser agevolmente prelevata da un nastro trasportatore, nel quale avverrà la completa solidificazione attraverso un raffreddamento controllato.

Particolare attenzione deve esser posta in questa fase del processo, in quanto la schiuma si trova ancora in una fase semi-solida; occorre pertanto evitare danneggiamenti alla struttura porosa, considerato che la qualità e le proprietà di una schiuma metallica sono fortemente influenzate dalla dimensione delle bolle (controllata intervenendo su parametri progettuali e di funzionamento a livello di miscelatore, come dimensione e numero palette, velocità di rotazione etc.) e dal grado di uniformità della loro distribuzione all'interno della matrice solida [27].

Come chiaro dalla figura sopra riportata, è possibile un'ulteriore fase, che deve forzatamente avvenire prima della completa solidificazione della schiuma. Si tratta di una lavorazione meccanica della schiuma, attraverso due rulli, al fine di conferire alla schiuma lo spessore desiderato.

In figura 1.18 sono illustrati due esempi di schiume a base alluminio ottenute col processo appena descritto.

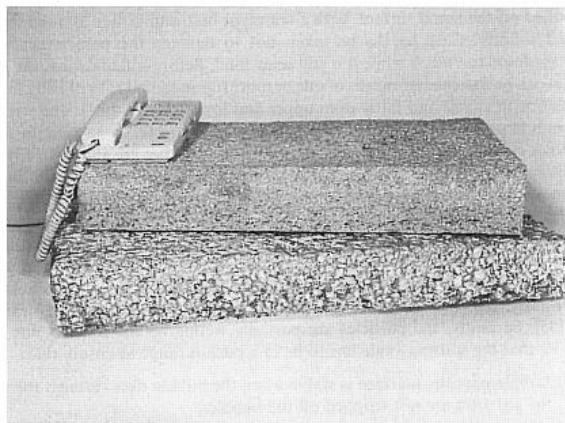


Fig. 1.18 Lastre di schiuma a base Al con differente densità e porosità (Hydro Aluminum)

1.3.2.2 Processo Alporas

Questo è il secondo e ultimo processo di schiumatura diretta dei metalli. Esso è stato brevettato e viene tuttora utilizzato dalla Shinko Wire Company, azienda giapponese di Amagasaki, che commercializza il proprio prodotto con il nome Alporas, dal quale ha preso il nome il corrispondente metodo di fabbricazione che si andrà ora a descrivere.

Il principio alla base del processo in esame è la schiumatura mediante agente schiumante: in altri termini viene aggiunto direttamente nel fuso un agente in grado di liberare gas, denominato, come visto nel paragrafo introduttivo, proprio “agente schiumante”. Esso si decompone sotto l'effetto del calore, rilasciando composti gassosi che portano alla formazione di bolle all'interno del fuso.

Il processo Alporas è ben schematizzato in figura 1.19. Come si può notare, nel particolare caso cui la figura si riferisce, viene subito aggiunto al bagno di alluminio un 1.5% wt. di calcio, al fine di aumentare la viscosità del fuso stesso, quindi stabilizzare e favorire l'effetto schiumogeno (il Ca viene infatti rapidamente ossidato, formando particelle di CaCO e di CaAl_2O_4).

La temperatura di processo nel caso specifico è di 680°C .

A questo punto il fuso viene travasato in uno stampo adeguato ed energicamente mescolato per alcuni minuti, durante i quali, per i motivi sopra spiegati, la viscosità della fase liquida aumenta. Una volta raggiunto il corretto livello di viscosità, viene aggiunto, per mezzo di un ugello rotante, l'agente schiumante.

L'agente schiumante per eccellenza (soprattutto nel caso di alluminio e sue leghe) è l'idruro di titanio (TiH_2), che sprigiona bolle di gas quando viene riscaldato al di sopra dei 400°C , in quanto si decompone e rilascia Ti e H_2 (deidrogenazione) all'interno del liquido viscoso. Nella realtà applicativa, l'idruro di titanio è adoperato con una concentrazione che va dal 1% ÷ 2% in peso (nel caso in esame 1.6% wt.) e con particelle di diametro compreso tra $5\mu\text{m}$ ÷ $20\mu\text{m}$.

Non appena le particelle di TiH_2 vengono disperse nel fuso, il sistema di mescolamento viene immediatamente ritirato. Il fuso si espande lentamente fino a riempire lo stampo ed ha così inizio il processo di schiumatura, che viene controllato governando tre parametri principali: pressione applicata al fuso (la schiumatura deve avvenire ad una pressione costante), temperatura e tempo di schiumatura. E' stato dimostrato che un'attenta ottimizzazione dei parametri di processo può portare a schiume al quanto omogenee [1].

Terminato il processo di schiumatura (la totale deposizione dell'idruro di titanio richiede circa una decina di minuti), lo stampo viene raffreddato e portato ad una temperatura inferiore al punto di fusione della lega; si evita così la fuoriuscita di idrogeno ed il collasso delle bolle. A questo punto la schiuma solidifica, può essere estratta senza complicazioni e problemi dallo stampo e sottoposta, se necessario, a successive eventuali lavorazioni.

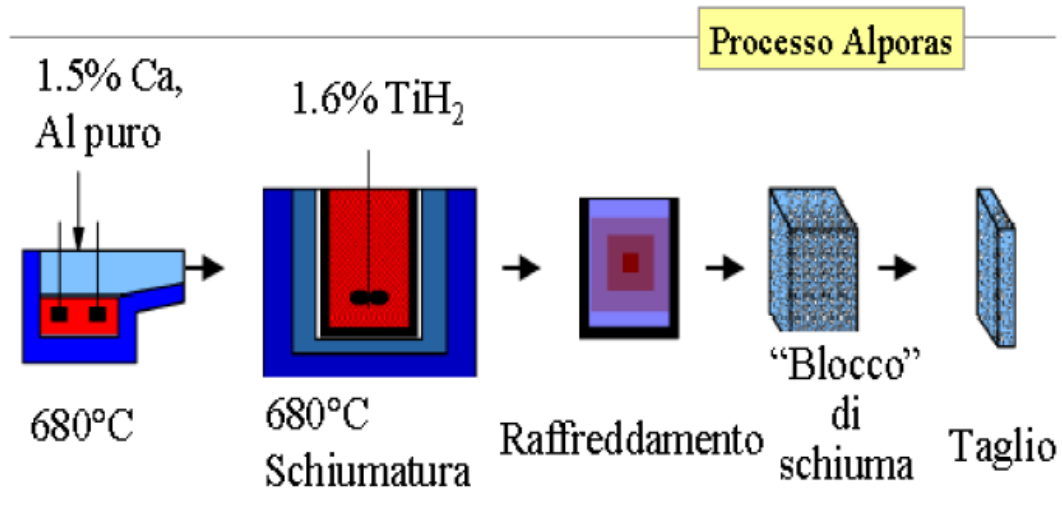


Fig. 1.19 Schema del processo di produzione per decomposizione di agente schiumante

I diametri delle celle delle schiume prodotte con processo Alporas variano da 0.5mm ÷ 5mm, mentre la loro porosità varia dal 89% ÷ 93%. Preme sottolineare nuovamente come, questo in esame, sia il metodo che presenta la maggior uniformità di distribuzione dei pori. Inoltre, a differenza del processo Alcan, nel quale le bolle devono essere abbastanza grandi per vincere la viscosità del metallo liquido e riuscire quindi a salire in superficie, con il processo Alporas si riescono ad ottenere pori di qualsiasi dimensione, anche molto piccoli, così da ottenere una miglior qualità morfologica [1].

1.3.2.3 Processo Gasar

E' un metodo di produzione di schiume che ha circa una decina d'anni, pertanto relativamente recente. E' stato sviluppato dal DMI in Ucraina e sfrutta la variazione di solubilità dell'idrogeno, in funzione della pressione, nell'alluminio.

Praticamente, si porta a fusione l'alluminio in atmosfera di gas idrogeno ad alta pressione (da 10atm ÷ 50atm). Generalmente ciò avviene all'interno di un'autoclave.

Operando in questo modo si riescono ad ottenere dei fusi omogenei carichi di idrogeno. Il livello di porosità conseguibile non è alto (da 5% ÷ 75%) [19]. Segue una fase di progressivo raffreddamento e contemporanea diminuzione di pressione. Ne consegue un abbassamento di temperatura (al di sotto di quella di transizione) che porta il metallo fuso da una fase eutettica ad una fase eterogenea solido-gas, quindi con sviluppo di idrogeno gassoso sul fronte di solidificazione. Ciò si può comprendere facilmente facendo riferimento alla figura 1.20 e si può a questo punto anche comprendere il motivo per cui tale processo è alternativamente indicato con il nome di “metodo di produzione per solidificazione eutettica solido – gas”.

Nel processo Gasar sia il contenuto di idrogeno (che determina la pressione interna) sia la pressione esterna devono essere controllati in modo coordinato, in quanto la composizione eutettica dipende dalla pressione complessiva del sistema in esame.

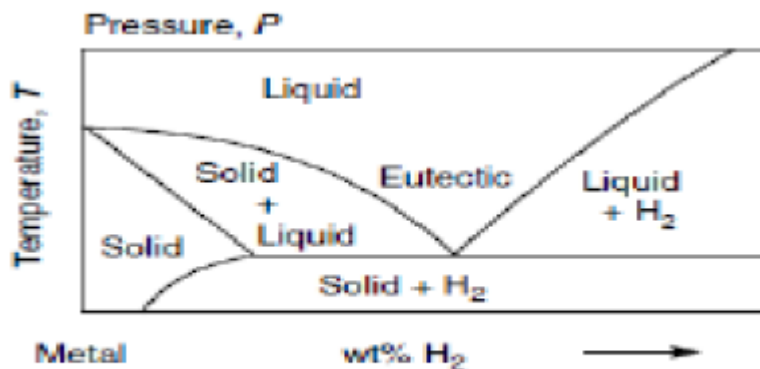


Figura 1.20 Diagramma di fase metallo-idrogeno

Bisogna inoltre considerare che la rimozione di calore dal metallo fuso determina una solidificazione direzionale: mano a mano che il fronte di solidificazione avanza attraverso il liquido, aumenta il contenuto di idrogeno nei pressi del piano di solidificazione, con conseguente formazione di bolle di gas. Al fine di garantire il mantenimento di queste ultime, è importante scegliere adeguatamente i parametri di processo cosicché le bolle non si dissolvano nella fase liquida, bensì rimangano intrappolate all'interno del prodotto solido finale [27].

Il processo appena descritto, tuttavia, a causa degli eccessivi costi che comporta, della complessità di ottimizzazione dei parametri di processo, della discontinuità del processo etc., non è ancora utilizzato a livello industriale, ma relegato ancora a laboratori specializzati.

1.3.2.4 Colata attorno ad elementi "space holder"

Il principio alla base di questo metodo è del tutto analogo a quello dell'omonimo metodo, che prevedeva però del materiale solido di partenza (polveri metalliche in particolare). Nel caso in esame, invece, come schematicamente illustrato in figura 1.21, viene colato il metallo (o la lega) in fase liquida all'interno di un apposito contenitore nel quale sono presenti granuli o sfere cave costituite da materiale, organico o inorganico a seconda dei casi, a bassa densità.

I suddetti granuli possono esser rimossi, senza grandi sforzi, per mezzo di solventi o acidi appositi, o ancora attraverso un trattamento termico; possono però, in alternativa, esser lasciati all'interno del materiale, nel qual caso il prodotto finito viene denominato "schiuma sintattica" [25].

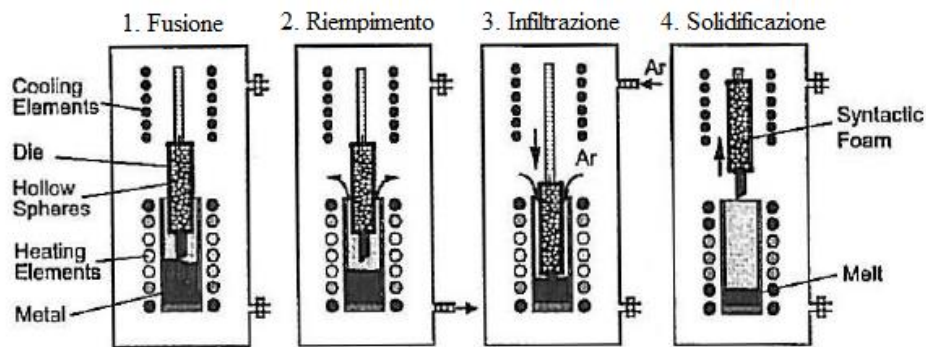


Fig 1.21 Possibile sequenza per la produzione di schiume per colata attorno ad elementi "space holder"

1.3.2.5 Replica di una matrice polimerica

Denominata anche "stampaggio da schiuma polimerica", questa particolare tecnica di produzione è stata sviluppata in Nuova Zelanda, precisamente ad Oakland, dalla ERG Material and Aerospace Corporation. L'output di tale processo sono schiume metalliche meglio conosciute con il nome commerciale di spugne Duocel.

Come si può dedurre dalla schematizzazione del processo che si sta analizzando (figura 1.22), si possono anche produrre schiume metalliche a partire da metallo fuso, ma senza che avvenga il processo di schiumatura, perciò senza l'inserimento di agenti schiumanti piuttosto che gas nel fuso stesso.

Tale metodo di produzione è caratterizzato da una procedura standard che prevede di iniziare da una schiuma polimerica (tipicamente poliuretanic a celle aperte con pori di

dimensione compresa tra 1mm e 5mm), la cui densità e dimensioni dei pori è pari a quella della schiuma metallica che si vuole produrre.

Ecco che la schiuma polimerica verrà inizialmente riempita con del materiale, in fase liquida, contraddistinto da una sufficiente resistenza al calore (temperatura di fusione molto maggiore di quella del polimero costituente la schiuma), in genere una miscela di resine fenoliche e carbonato di calcio oppure una miscela di mullite.

Una volta che tale miscela si è distribuita uniformemente all'interno di tutti i pori (riempiendoli completamente) e si è solidificata, il polimero costituente la schiuma di partenza viene rimosso tramite un adeguato trattamento termico. Rimane così la struttura speculare di materiale termoresistente.

A questo punto si può pressare il metallo liquido (alluminio, leghe metalliche etc.) all'interno della struttura termoresistente che, in modo del tutto naturale, andrà a riempire le cavità lasciate libere dalla schiuma polimerica.

Una volta che il metallo (o la lega) è solidificato, si passa ad eseguire l'ultimo step: si rimuove il materiale termoresistente (tipicamente con acqua in pressione) e si otterrà così la replica esatta, nel metallo desiderato, della morfologia della schiuma di partenza [1, 2].

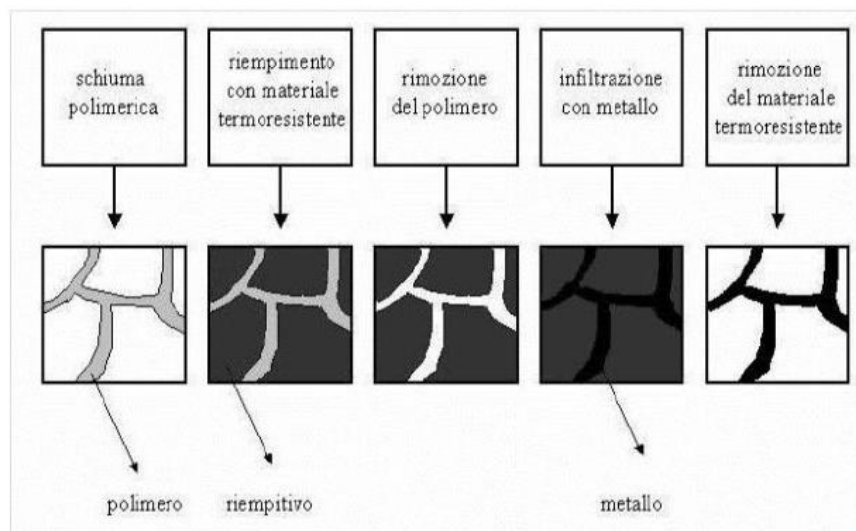


Fig. 1.22 Processo di replica di una matrice polimerica

CAPITOLO 2: Caratteristiche, proprietà e possibili applicazioni delle schiume metalliche.

2.1 Proprietà delle schiume metalliche

Paragonate ai materiali tradizionali, le schiume di alluminio presentano notevoli vantaggi: bassa densità combinata ad elevata rigidità, elevato assorbimento urti, bassa conduttività termica, bassa conduttività elettromagnetica ed eccellente smorzamento. Tutto ciò ha portato il campo di ricerca sui solidi cellulari ad esser uno dei più vasti ed interessanti in assoluto per quanto riguarda l'alta tecnologia.

Essendo queste schiume un materiale relativamente nuovo, sono necessari ancora molti studi per caratterizzare ed analizzare, in modo completo, le loro proprietà.

Tuttavia, il processo di schiumatura, come si andrà a studiare approfonditamente nel presente capitolo, modifica drasticamente le proprietà fisico-meccaniche del materiale di base, pertanto caratteristiche del materiale "bulk" come rigidità, resistenza meccanica, conducibilità e diffusività termica ed ancora resistività elettrica, subiranno molto probabilmente delle significative variazioni, raggiungendo valori fino anche a mille volte inferiori rispetto ai corrispondenti del materiale di riferimento. Al contrario, altre proprietà del materiale metallico di base (come la struttura cristallina, la composizione chimica, la temperatura o intervallo di fusione, il coefficiente di espansione termica etc.), non vengono sensibilmente influenzate dal processo di schiumatura [2].

In ogni caso, è sin da subito importante metter in chiaro che, come esposto nel capitolo precedente e come andremo ad approfondire nel corso del presente capitolo, molte proprietà delle schiume metalliche son direttamente dipendenti non solo dalla densità o porosità delle stesse, ma anche da fattori morfologici, strutturali e geometrici che sono legati alla forma, alla distribuzione e alla dimensione delle celle costituenti il solido cellulare. In altri termini, esistono tre classi di fattori che condizionano principalmente le proprietà, nonché il comportamento fisico-meccanico dei materiali (in particolare dei metalli) cellulari:

1. Proprietà del materiale "bulk", ossia della fase solida costituente la schiuma (sia esso, nel campo di nostro interesse, un metallo o una lega);
2. Topologia, connettività e morfologia della struttura cellulare (facce, spigoli, dimensioni celle etc.);
3. Valore della densità relativa ρ/ρ_s (così come definita nel capitolo precedente);

La tabella 2.1 riporta una panoramica delle principali proprietà delle più comuni e note schiume metalliche attualmente in commercio. Occorre prestare attenzione che, per ogni voce riportata nella tabella, si hanno degli intervalli di valori; ciò trova spiegazione col fatto che molti produttori di schiume realizzano ed offrono la stessa schiuma con diverse densità e pertanto con diverse proprietà.

Uno degli aspetti più interessanti dei materiali cellulari è proprio questo: si può ottenere un determinato insieme di proprietà desiderate selezionando il materiale e la densità appropriati per la schiuma.

Ranges per le proprietà meccaniche di alcune schiume metalliche in commercio

Property, (units), symbol	Cymat	Alulight	Alporas	ERG	Inco
Material	Al-SiC	Al	Al	Al	Ni
Relative density (-), ρ/ρ_s	0.02-0.2	0.1-0.35	0.08-0.1	0.05-0.1	0.03-0.04
Structure (-)	Closed cell	Closed cell	Closed cell	Open cell	Open cell
Density (Mg/m ³), ρ	0.07-0.56	0.3-1.0	0.2-0.25	0.16-0.25	0.26-0.37
Young's modulus (GPa), E	0.02-2.0	1.7-12	0.4-1.0	0.06-0.3	0.4-1.0
Shear modulus (GPa), G	0.001-1.0	0.6-5.2	0.3-0.35	0.02-0.1	0.17-0.37
Bulk modulus (GPa), K	0.02-3.2	1.8-13.0	0.9-1.2	0.06-0.3	0.4-1.0
Flexural modulus (GPa), E_f	0.03-3.3	1.7-12.0	0.9-1.2	0.06-0.3	0.4-1.0
Poisson's ratio (-), ν	0.31-0.34	0.31-0.34	0.31-0.34	0.31-0.34	0.31-0.34
Comp. strength (MPa), σ_c	0.04-7.0	1.9-14.0	1.3-1.7	0.9-3.0	0.6-1.1
Tensile elastic limit (MPa), σ_y	0.04-7.0	2.0-20	1.6-1.8	0.9-2.7	0.6-1.1
Tensile strength (MPa), σ_t	0.05-8.5	2.2-30	1.6-1.9	1.9-3.5	1.0-2.4
MOR (MPa), σ_{MOR}	0.04-7.2	1.9-25	1.8-1.9	0.9-2.9	0.6-1.1
Endurance limit (MPa), σ'_e	0.02-3.6	0.95-13	0.9-1.0	0.45-1.5	0.3-0.6
Densification strain (-), ϵ_D	0.6-0.9	0.4-0.8	0.7-0.82	0.8-0.9	0.9-0.94
Tensile ductility (-), ϵ_f	0.01-0.02	0.002-0.04	0.01-0.06	0.1-0.2	0.03-0.1
Loss coefficient (%), η'	0.4-1.2	0.3-0.5	0.9-1.0	0.3-0.5	1.0-2.0
Hardness (MPa), H	0.05-10	2.4-35	2.0-2.2	2.0-3.5	0.6-1.0
Fr. tough. (MPa.m ^{1/2}), K_{IC}	0.03-0.5	0.3-1.6	0.1-0.9	0.1-0.28	0.6-1.0

Ranges per le proprietà termiche di alcune schiume metalliche commerciali

Property (units), symbol	Cymat	Alulight	Alporas	ERG	Inco
Material	Al-SiC	Al	Al	Al	Ni
Relative density (-)	0.02-0.2	0.1-0.35	0.08-0.1	0.05-0.1	0.03-0.04
Structure	Closed cell	Closed cell	Closed cell	Open cell	Open cell
Melting point (K), T_m	830-910	840-850	910-920	830-920	1700-1720
Max. service temp. (K), T_{max}	500-530	400-430	400-420	380-420	550-650
Min. service temp. (K), T_{min}	1-2	1-2	1-2	1-2	1-2
Specific heat (J/kg.K), C_p	830-870	910-920	830-870	850-950	450-460
Thermal cond. (W/m.K), λ	0.3-10	3.0-35	3.5-4.5	6.0-11	0.2-0.3
Thermal exp. (10 ⁻⁶ /K), α	19-21	19-23	21-23	22-24	12-14
Latent heat, melting (kJ/kg), L	355-385	380-390	370-380	380-395	280-310

Ranges per la resistività elettrica di alcune schiume metalliche commerciali

Property (units), symbol	Cymat	Alulight	Alporas	ERG	Inco
Material	Al-SiC	Al	Al	Al	Ni
Relative density (-)	0.02-0.2	0.1-0.35	0.08-0.1	0.05-0.1	0.03-0.04
Structure	Closed cell	Closed cell	Closed cell	Open cell	Open cell
Resistivity (10 ⁻⁸ ohm.m), R	90-3000	20-200	210-250	180-450	300-500

Tabella 2.1 Principali proprietà di alcune schiume metalliche in commercio [2]

2.1.1 Proprietà meccaniche

Come si può facilmente evincere dando una semplice occhiata al diagramma riportato in figura 2.1, il comportamento meccanico (sia nel caso di sforzi a trazione, sia nel caso di sforzi in compressione) delle schiume metalliche, è completamente diverso rispetto al comportamento del corrispondente metallo da cui le schiume stesse sono ricavate.

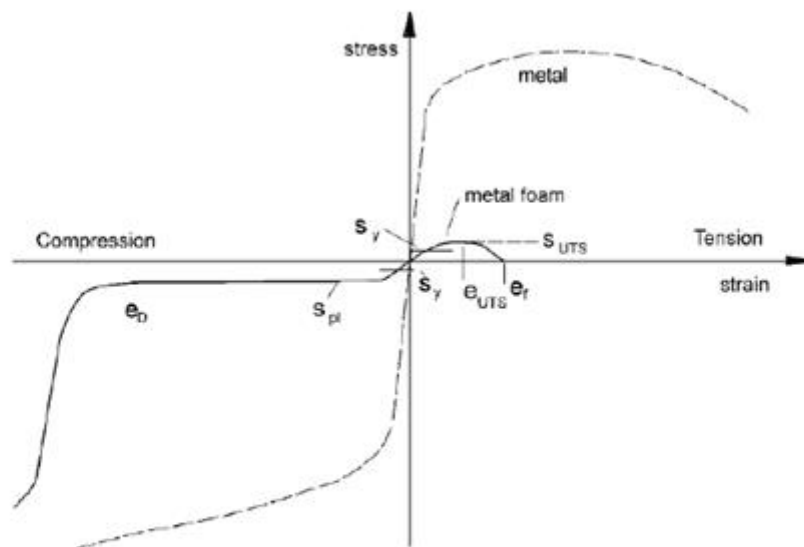


Figura 2.1 Confronto schematico tra comportamenti stress-strain di una schiuma metallica ed il corrispondente metallo di riferimento.

La differenza ora evidenziata tra risposte a sollecitazione meccanica può essere agevolmente compresa studiando tali risposte in funzione di alcune caratteristiche fisiche e strutturali (direttamente connesse alla morfologia, topografia etc. delle celle) del materiale costituente la fase solida della schiuma ed in funzione della densità relativa della schiuma stessa. Questi argomenti, proprio per la loro importanza, verranno trattati minuziosamente nel presente paragrafo e, nel corso di quest'ultimo, si vedrà come una delle chiavi per comprendere al meglio il comportamento dei solidi cellulari, sia quella di utilizzare modelli matematici adeguati, oramai ampiamente consolidati (modello di Gibson e Ashby) che approssimano la realtà operativa.

In particolare, andremo a mettere in evidenza come le schiume a celle aperte sono ben descritte da questi modelli, mentre le schiume a celle chiuse hanno moduli e resistenze (sia a compressione che a trazione monoassiali) che cadono ben al di sotto di quelli previsti mediante i modelli in questione. Ciò è attribuibile ai difetti presenti nella microstruttura cellulare delle schiume a celle chiuse. È interessante perciò vedere come, nonostante tutto, si è riusciti a tener conto di tutti i difetti più significativi e

modificare di conseguenza i modelli originari, poco precisi, per ottenere previsioni più accurate.

Ciò che preme sottolineare a questo punto, prima di iniziare la trattazione sui modelli per solidi cellulari, è quanto segue: le proprietà meccaniche delle schiume possono essere modificate considerando il meccanismo mediante il quale le celle si deformano e collassano [3].

Dopo tale premessa, si possono andare a studiare in dettaglio i modelli di cui sopra.

Anzitutto, sottoposte a sforzo monoassiale (sia di compressione che di trazione), le schiume si comportano in modo differente a seconda che la loro struttura sia a celle aperte o chiuse.

Le schiume elasto-plastiche a celle aperte, si deformano per piegatura seguita, per carichi sufficientemente elevati, dalla formazione di “cerniere plastiche” all’interno delle pareti delle celle. Semplici equazioni dimensionali (equazioni 1 e 2) forniscono modulo elastico E^* e carico di snervamento σ_{pl}^* :

$$\frac{E^*}{E_s} = C_1 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 \quad (1)$$
$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{ys}} = C_2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} \quad (2)$$

..dove ρ^ , E^* e σ_{pl} indicano (come da convenzione) rispettivamente densità, modulo di Young e resistenza della schiuma, mentre ρ_s , E_s e σ_{ys}^* indicano (come da convenzione) le stesse proprietà, ma riferite alla matrice metallica solida..*

Così come nelle successive equazioni, C_1 e C_2 rappresentano costanti riferite alla geometria delle celle. Inoltre i dati sperimentali raccolti mostrano come, per una grande varietà di schiume, $C_1 = 1$ e $C_2 = 0,3$.

Ai fini dello svolgimento del presente lavoro di tesi però, è molto più rilevante lo studio delle proprietà meccaniche (quindi del comportamento) delle schiume a celle chiuse; i dati riguardanti schiume a celle aperte (in particolare ERG) vengono riportati per conoscenza e per consentire eventuali interessanti paragoni, ma l’attenzione del paragrafo sarà rivolta unicamente alle schiume a celle chiuse.

Le schiume a celle chiuse, sottoposte a sforzo monoassiale, mostrano invece una piegatura dei bordi delle celle accompagnata dall’allungamento delle facce delle stesse. Per tale ragione, l’equazione del modulo elastico avrà un termine lineare riferito alla distensione delle facce delle celle ed un termine elevato al quadrato relativo al

piegamento dei bordi. Allo stesso modo, anche l'equazione della resistenza a collasso plastico avrà un termine aggiuntivo, come si vede dalle equazioni 3 e 4:

$$\frac{E^*}{E_s} = C_1 \phi^2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + C_1' (1 - \phi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (3) \quad \text{..dove } \phi \text{ è la frazione di volume di solido}$$

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{ys}} = C_2 \left(\phi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2} + C_2' (1 - \phi) \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (4) \quad \text{contenuto nei bordi delle celle..}$$

Tramite simulazioni agli elementi finiti di una schiuma a celle chiuse tetraedriche con facce piane (quindi ideale), si arrivano a determinare le relazioni appena sotto riportate:

$$\frac{E}{E_s} = 0.32 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + 0.32 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (5)$$

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{ys}} = 0.33 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 + 0.44 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (6)$$

Da queste ultime si vede che, per basse densità relative (inferiori a 0.2), domina il secondo addendo del secondo membro (in entrambe le equazioni). L'implicazione di quanto appena osservato è molto indicativa: permette di asserire che l'allungamento delle facce delle celle è il meccanismo di deformazione più significativo nelle schiume a celle chiuse.

Tuttavia, come già accennato, i valori reali di modulo elastico e resistenza della maggior parte delle schiume a celle chiuse, risultano inferiori a quelli stimati con il modello appena presentato (valido per schiume ideali a celle chiuse), e questo accade perché tale modello non contempla alcun tipo di irregolarità all'interno di una schiuma. In realtà invece, come facile immaginare, nelle schiume reali sono sempre presenti dei difetti che fanno sì che queste si discostino, in modo più o meno marcato, dal modello ideale di riferimento.

In particolare sono stati modellati, tramite simulazione agli elementi finiti di una cella tetraedrica periodica, l'effetto della curvatura della parete cellulare e delle corrugazioni sul modulo elastico e sul carico di snervamento. I risultati di tale analisi sono stati sorprendenti: si è capito che la curvatura della parete delle celle e le corrugazioni delle pareti cellulari possono costituire la causa di un calo fino al 70% del modulo elastico e del carico di snervamento reali rispetto a quelli stimati dal modello nel caso di pareti cellulari piane.

Sempre mediante simulazioni agli elementi finiti, sono stati anche studiati gli effetti sul modulo elastico e sul carico di snervamento di schiume a celle chiuse da parte di

in spessimenti localizzati e concentrati delle pareti delle celle in corrispondenza dei nodi e da parte di altre imperfezioni nella struttura della cella/schiuma (es. forma della cella, variazioni locali di densità etc.). Da questo studio si è desunto che per tipiche e comuni distribuzioni di materiale solido, le variazioni di modulo elastico e carico di snervamento sono inferiori al 10% rispetto ai corrispondenti valori “ideali”, quindi non sono trascurabili, ma sicuramente possono essere considerate variazioni secondarie rispetto a quelle causate dalla curvatura e dalle corrugazioni delle pareti cellulari.

Introduciamo e definiamo ora quello che nel resto del paragrafo 2.1 andremo ad indicare col nome “gruppo di campioni misti”, al quale si riferiscono molti dati che presenteremo nel corso del presente paragrafo. In questo gruppo sono incluse le schiume di alluminio realizzate dai seguenti cinque produttori (figura 2.2): Cymat (Mississauga, Ont., Canada; schiume ottenute utilizzando il processo Alcan, densità nominale = 380 kg/m^3), Shinko Wire (Amagasaki, Japan; nome commerciale Alporas, densità nominale = 216 kg/m^3), Fraunhofer Institut Fuer Angewandte Materialforschung (IFAM, Bremen, Germany; densità nominale = $375\div 750 \text{ kg/m}^3$), Mepura (Ranshofen, Austria; nome commerciale Alulight, densità nominale = $260\div 470 \text{ kg/m}^3$) ed ERG (Oakland, CA; nome commerciale Duocel, densità nominale = 216 kg/m^3).

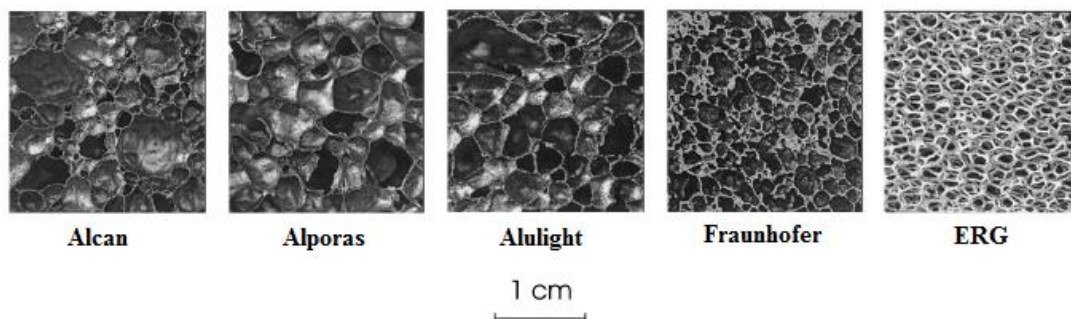


Figura 2.2 Fotografie di ognuna delle schiume appartenenti al "gruppo di campioni misti", realizzate con microscopio ottico

Assodata la grande importanza della curvatura e delle corrugazioni delle pareti cellulari, è opportuno dedicare qualche riga del paragrafo per capire come queste possono essere quantificate. I due metodi che andremo ora a descrivere in breve, rispettivamente per la stima della curvatura e delle corrugazioni, sono metodi geometrici, e sono quelli che sono stati impiegati per ricavare i dati riportati nelle tabelle 2.2 e 2.3 (che si riferiscono al “gruppo” appena sopra definito). E’ importante peraltro tener presente che non sono gli unici metodi utili a tale scopo, ma sono tra i più utilizzati, in quanto relativamente rapidi e precisi.

Per quanto riguarda la curvatura, per avere dei dati attendibili, è necessario misurare le curvature di un numero sufficientemente ampio (ordine delle centinaia) di pareti cellulari. Il metodo geometrico in questione, prescrive la misura della lunghezza della corda (L) e dell'area triangolare (A) come mostrato in figura 2.3(a). Noti questi ultimi, si può comodamente calcolare la curvatura normalizzata della parete cellulare ($L/2R$) cui le misure si riferiscono:

$$\theta = 4 \tan^{-1} \left(\frac{4A}{L^2} \right) \longrightarrow \frac{L}{2R} = \sin \left(\frac{\theta}{2} \right) \quad (7)$$

Per quanto riguarda il “gruppo di campioni misti”, sono state misurate le curvature di almeno 300 pareti cellulari per ogni schiuma.

Si è successivamente passati a determinare la corrugazione delle stesse schiume: per ogni campione e per ogni parete cellulare corrugata, sono state misurate la lunghezza L , l'ampiezza media α e il numero di corrugazioni λ come mostrato in figura 2.3(b). La corrugazione si pensa esser dovuta al parziale collasso delle celle durante la solidificazione delle pareti cellulari delle schiume stesse.

I dati scaturiti dall'applicazione dei metodi di cui sopra possono esser riassunti nelle seguenti due tabelle:

Foam	Cell size (mm)	Average $L/2R$	E/E_0	95th percentile $L/2R$	σ^*/σ_0^*
ERG	2.5	–	–	–	–
Alcan 3%	13.2 ^a	0.33	0.52	0.69	0.15
Alcan 6%	7.5 ^a	0.28	0.62	0.62	0.34
Alcan 14%	3.4 ^a	0.34	0.66	0.64	0.48
Alporas	4.5 ^a	0.21	0.72	0.56	0.45
Alulight	4.2	0.37	0.63	0.74	0.32
Fraunhofer	2.6	–	–	–	–

Tabella 2.2 Dimensione cella e curvatura parete cellulare per alcune schiume di alluminio

Foam	Average L/λ	Average α/L	E/E_0	95th percentile L/λ	95th percentile α/L	σ^*/σ_0^*
Alcan 3%	1.67	0.067	0.46	3.0	0.05	0.71
Alcan 6%	1.14	0.058	0.65	3.2	0.19	0.22

Tabella 2.3 Ampiezza e frequenza di corrugazione per alcune schiume di alluminio

Un commento confacente riguardo le due tabelle appena riportate, riguarda l'assenza di dati relativi ad alcune schiume costituenti il “gruppo di campioni misti”; essa è da attribuire alla morfologia e ad alcune altre importanti caratteristiche intrinseche dei diversi tipi di schiume. In ogni caso, per approfondimenti su tali dati e sulle modalità di misurazione degli stessi (in particolare per le schiume Alcan, le cui proprietà variano attraverso lo spessore del pannello a causa della variazione di densità dovuta al drenaggio durante il loro processo di produzione), si faccia riferimento a [30].

Prima di addentrarsi nello studio specifico delle proprietà, rispettivamente a compressione e a trazione delle schiume metalliche, risultano appropriate ancora alcune note di approfondimento:

- Per quanto riguarda la curvatura media delle pareti delle celle, essa è utilizzata per stimare, mediante l'utilizzo della simulazione agli elementi finiti di Simone e Gibson [40], la riduzione del modulo elastico rispetto a quello della corrispondente schiuma ideale a celle chiuse che è definito dall'equazione (5);
- Il 95^{-esimo} percentile della curvatura delle pareti delle celle è utilizzato, ancora una volta grazie alla simulazione agli elementi finiti di Simone e Gibson, per stimare la riduzione della resistenza a compressione rispetto ad una stessa schiuma ideale a celle chiuse per la quale il valore è fornito dall'equazione (6).
- Per quanto riguarda i dati relativi alle corrugazioni delle pareti cellulari, sono stati messi in evidenza la media e il 95^{-esimo} percentile della ampiezza normalizzata (α/L) e della frequenza normalizzata (L/λ) delle corrugazioni, così come si vede in tabella 2.3. Questi valori vengono utilizzati per stimare rispettivamente la riduzione del modulo di Young e della resistenza a compressione che si verificano nelle schiume reali a celle chiuse rispetto alle corrispondenti ideali;
- In tabella 2.4 sono riportate la composizione e le principali proprietà meccaniche delle varie tipologie di schiume appartenenti al "gruppo di campioni misti", dati utili nel prosieguo del paragrafo. Per comprendere a fondo da dove scaturiscono i dati riportati in tabella 2.4 si rimanda a [30].

Foam	Composition	Volume fraction	Solid density ρ_s (kg/m ³)	Reference Young's modulus E_s (GPa)	Measured yield strength, σ_{ys} (MPa)	Reference yield strength σ_{ys} (MPa)
ERG (6101/T6)	Al-0.6Mg-0.5Si	–	2690 ^a	69 ^a	–	193 ^a
Alcan	Al	0.819	2760	93 ^b	330 Al matrix only	310 ^b 390 ^c
	SiC	0.152				
	Al/Si/Mg/Fe	0.013				
	Al/Si/Fe	0.006				
Alporas	Al	0.831	2710	69	120	130 ^d 172 ^c
	Al/Ti/Ca	0.163				
	Al/Fe	0.006				
Alulight	Al	0.695	2860	69	250	250 ^d
	Al/Si/Fe	0.260				
	Al/Ti	0.025				
	Si	0.018				
Fraunhofer	Ti	0.002	2720	69	215	173 ^e 250 ^c
	Al	0.891				
	Al/Si/Fe	0.096				
	Al/Si/Ti	0.012				
	Ti	0.002				

Tabella 2.4 Composizione e principali proprietà meccaniche delle schiume appartenenti al "gruppo di campioni misti"

- Per conoscere nei dettagli le condizioni dei campioni (preparazione campioni, tecniche utilizzate per determinare la morfologia e composizione delle schiume studiate, tecniche usate per i test etc.) sotto le quali sono stati ricavati tutti i dati ed i diagrammi che abbiamo presentato e presenteremo nel corso del paragrafo 2.1, si rimanda a [30, 34].

A questo punto possiamo entrare nello specifico delle proprietà a compressione e a trazione delle schiume metalliche di alluminio.

In letteratura si trova una moltitudine di informazioni riguardanti confronti tra resistenza a trazione e a compressione delle schiume di alluminio, e si vede come tali confronti mostrino differenti risultati per differenti schiume. Ciò si può constatare anche dalla parca trattazione che segue. In quest'ultima, verrà fatto ampio uso del modello di Gibson e Ashby presentato all'inizio del paragrafo che, sebbene sia stato sviluppato prendendo in considerazione un modello geometrico *open-cell*, è applicabile con le dovute approssimazioni, come è già stato esposto, alla maggior parte delle schiume metalliche, siano esse a celle aperte o celle chiuse. Si tenga inoltre a mente che il modello risulta maggiormente attendibile per valori di densità relativa inferiori a 0,2.

2.1.1.1 Proprietà a compressione

Il modulo di Young e la resistenza a compressione di alcune delle schiume più comuni in commercio sono stati analizzati in diversi studi; solo per citarne alcuni [35, 36, 39, 41, 42]. I risultati in tal senso sono riassunti in figura 2.3.

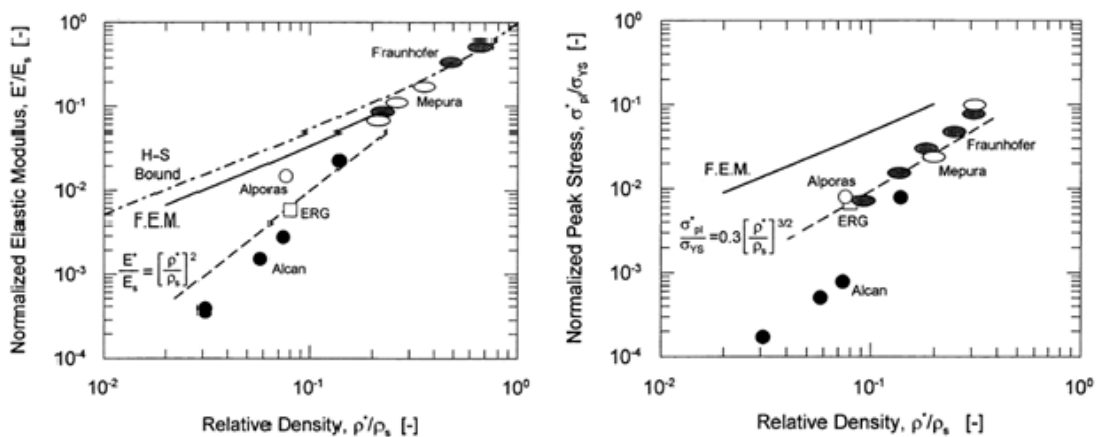


Figura 2.3 Modulo di Young e resistenza a compressione di alcune delle schiume più comuni in commercio

Questi due grafici diagrammano rispettivamente il modulo elastico e la resistenza a compressione delle schiume di alluminio normalizzati rispetto a quelli del materiale delle pareti cellulari costituenti la schiuma stessa, in funzione della densità della schiuma normalizzata rispetto alla densità del materiale di “bulk”.

Per un’analisi approfondita delle dinamiche e delle motivazioni che portano a questi ultimi due grafici e a tutti gli altri grafici che presenteremo in questa sezione, si rimanda a [30, 35, 36, 39, 41, 42] e al resto della vastissima letteratura a riguardo.

In ogni caso, la tipica forma della curva sforzo-deformazione per una schiuma metallica in un test di compressione è quella mostrata in figura 2.4.

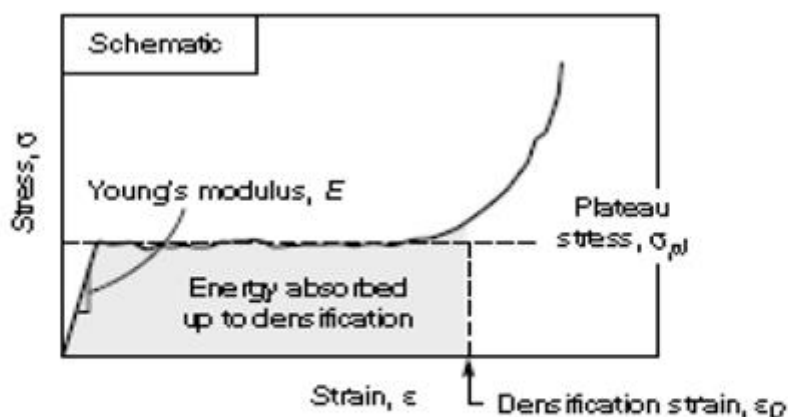


Figura 2.4 Andamento schematico della curva σ - ϵ per una schiuma metallica in un test di compressione

Il peculiare comportamento a compressione (appena illustrato) di una generica schiuma metallica è suddiviso in tre fasi distinte. Si ha una prima fase (fase I) di risposta lineare elastica caratterizzata da un modulo di Young E , che termina con il raggiungimento del limite elastico del materiale. Arrivati a questo punto, inizia la seconda fase (fase II), nella quale gli spigoli della cella sono soggetti a fenomeni plastici. Tali fenomeni comportano deformazioni irreversibili della struttura interna della schiuma e conseguenti rotture interne. La struttura cellulare, superando il limite elastico, continua a collassare mantenendo una concentrazione degli sforzi pressoché costante contraddistinta dal cosiddetto “plateau stress” σ_{pl} . Questa seconda fase termina quando viene raggiunto il valore, specifico per ogni materiale, di “densification stress” ϵ_D ; inizia così la terza fase (fase III), in cui la struttura cellulare collassa quasi completamente, con conseguente aumento dello sforzo applicato.

La figura 2.5 mostra la “curva di compressione stress-strain” di una generica struttura cellulare a celle chiuse, ed evidenzia le tre fasi descritte di sollecitazione meccanica.

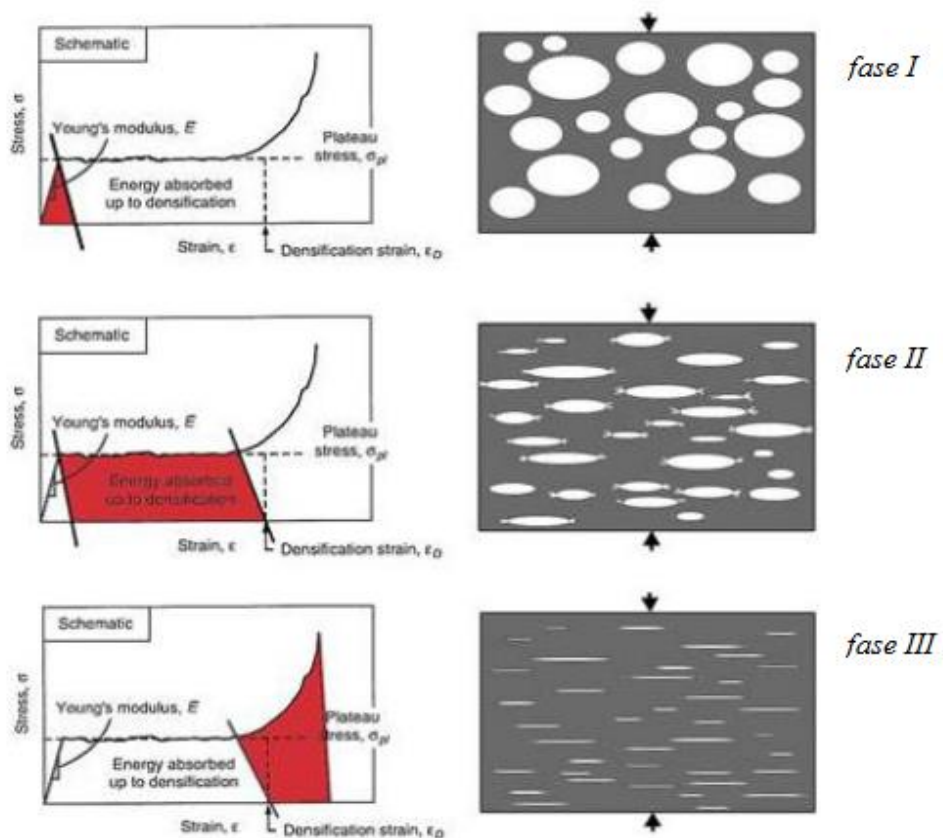


Figura 2.5 Generico comportamento a compressione per una schiuma a celle chiuse. Dall'alto verso il basso sono riportate le tre fasi caratterizzanti la risposta meccanica del materiale costituente la schiuma generica.

Questo andamento “generale” si riflette nei risultati di moltissimi test a compressione, alcuni dei quali sono anche riportati nel corso del presente paragrafo. A titolo emblematico, vengono appena sotto riportate (figura 2.6) le curve σ - ϵ delle più conosciute schiume Alporas e Cymat.

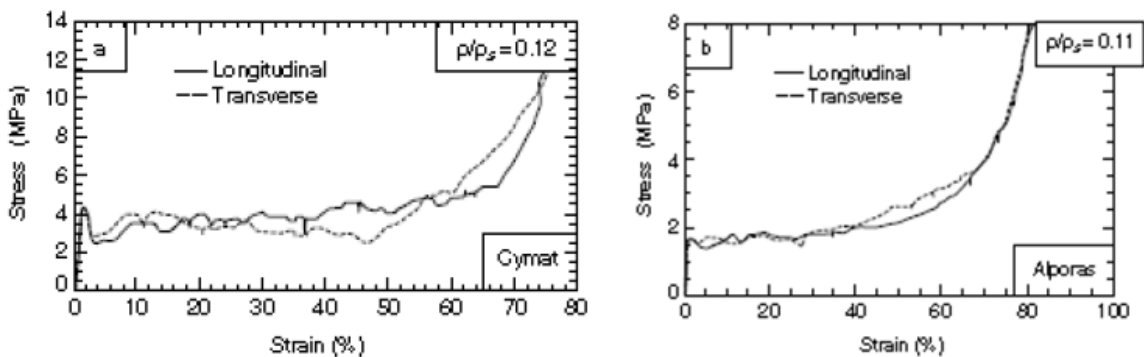


Figura 2.6 Curva sforzo-deformazione a compressione per le schiume (a) Cymat e (b) Alporas

Grafici di questo tipo possono essere benissimo interpretati attraverso il “modello di Gibson e Ashby” introdotto ad inizio paragrafo 2.1. Si ricordi che tutte le equazioni esposte in merito a tale modello sono valide finché il meccanismo di deformazione della struttura cellulare risulta essere quello di flessione e si ricordi anche come, attraverso l'equazione (6), si riesca a descrivere la seconda fase di “plateau stress” quantificando lo sforzo σ_{pl} .

Durante la fase di densificazione (fase III) invece, lo stress comincia ad aumentare. Questo effetto è correlabile ad un aspetto puramente geometrico: le facce opposte delle singole celle strutturali vengono a contatto, limitando in questo modo ulteriori processi di deformazione e di rottura. La compressione è perciò, in ultima analisi, la causa del sensibile aumento dello stress che si verifica per lavori di deformazione ε_d , calcolabili con la relazione (8).

$$\varepsilon_d = 1 - \frac{\left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)}{\left(\frac{\rho_{crit}}{\rho_s}\right)} \quad (8)$$

..dove ρ_{crit}/ρ_s risulta essere la densità relativa alla quale si verifica la “chiusura” della struttura cellulare (“lock-up process”); un valore indicativo per tale rapporto può essere stimato attorno a 0,6.

E' utile osservare anche come siano state sviluppate delle equazioni matematiche che descrivono le relazioni tra modulo di Young (E), rigidità (G) e coefficiente di Poisson (ν), in funzione della densità relativa:

$$E \approx \alpha_2 E_s \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^n \quad G \approx \frac{3}{8} \alpha_2 G_s \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^n \quad \nu \approx 0.3 \quad (9)$$

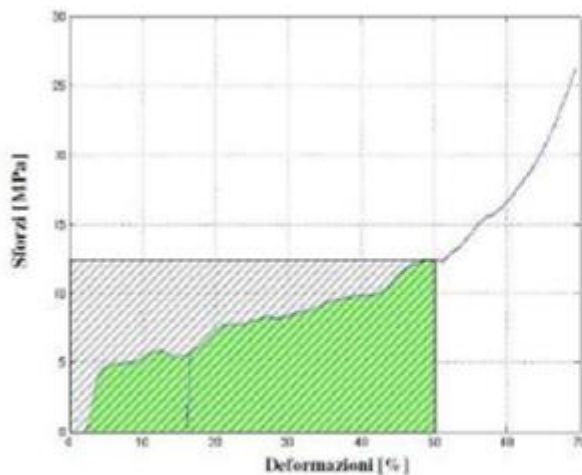
..dove l'assenza di pedice indica una grandezza che si riferisce alla schiuma metallica, il pedice “s” invece indica una grandezza che si riferisce al metallo massivo, mentre i coefficienti n e α_2 sono valori empirici che dipendono dalla struttura della schiuma (n assume valori compresi tra 1.8 e 2.2, invece α_2 assume valori compresi tra 0.1 e 4). Per scopi di progettazione, è utile sapere che l'anisotropia delle celle può portare ad una differenza significativa (anche del 30%) tra i moduli nelle diverse direzioni.

Le strutture cellulari, in particolare le schiume metalliche, vengono sovente utilizzate in applicazioni di protezione ad impatto, sfruttando le caratteristiche peculiari della loro curva sforzo-deformazione. La capacità d'assorbimento di energia meccanica delle schiume metalliche è infatti cinque o dieci volte superiore rispetto a quella del materiale di base [45] (lo si vede chiaramente anche esaminando i rispettivi grafici stress-strain a compressione). L'energia assorbita è definita come l'integrale, calcolato con il metodo dei trapezi, dello sforzo di compressione in funzione della deformazione:

$$\int_0^{\varepsilon_d} \sigma(\varepsilon) * d\varepsilon \quad (10)$$

Più semplicemente, l'energia assorbita è identificata dall'area sottesa alla curva sforzo-deformazione a compressione fino al 50% di deformazione, pertanto l'energia che una schiuma metallica può assorbire per unità di volume (U), è data approssimativamente dalla seguente relazione: $U \approx \sigma_{pl} * \varepsilon_d$ (11).

Una volta definita l'energia assorbita, si può anche definire l'efficienza di assorbimento (η), intesa come il rapporto tra la quantità d'energia effettivamente assorbita dalla schiuma metallica (area verde – più scura in figura 2.7) e l'energia assorbita da un materiale ideale perfettamente plastico a pari livello di deformazione (area chiara tratteggiata in figura 2.7).



$$\eta = \frac{\int_0^{\varepsilon_d} \sigma(\varepsilon) * d\varepsilon}{E_{max}(\varepsilon) * \varepsilon_d} \quad (12)$$

Figura 2.7 Assorbimento di energia meccanica da parte di una schiuma metallica e relativa formula per il calcolo dell'efficienza di assorbimento

La capacità di assorbimento di energia meccanica da parte di una schiuma metallica è fortemente influenzata dalla distribuzione interna della porosità, nonché dalla sua densità relativa. Ciò si può agevolmente comprendere confrontando le curve sforzo-deformazione a compressione relative a schiume, anche dello stesso tipo, ma con densità relative differenti; ogni schiuma perciò, in funzione della propria densità relativa, sarà adatta ad applicazioni diverse (vedi paragrafo 2.2).

Sempre da un confronto fra le diverse curve di risposta a compressione, si evince come a parità di energia assorbita, a seconda della densità relativa, variano i valori di deformazione delle varie schiume cui le curve si riferiscono. Questo è un parametro che, assieme al valore massimo dello sforzo del materiale e alla quantità totale di energia assorbita, deve essere considerato nella progettazione degli organi destinati all'assorbimento d'urti.

In conclusione il vantaggio di utilizzare una schiuma metallica come assorbitore d'urti ("energy absorber"), non è solo strettamente legato al comportamento a compressione di questo tipo di materiale, bensì anche a proprietà quali la non infiammabilità e la buona resistenza meccanica in temperatura. Risulta quindi facilmente intuibile come, nel caso di impatto, la forza sia controllata dal livello di stress al quale l'energia cinetica viene assorbita. Al fine di evitare danni a cose o persone (ad esempio nelle applicazioni di packaging o automobilistiche), la forza d'impatto non deve per nessuna ragione superare una certa soglia. Per un "energy absorber" è perciò fondamentale non solo possedere un'elevata capacità di assorbire l'urto (intesa come valore dell'area sottesa dalla curva stress-strain), ma è anche necessaria una buona efficienza di assorbimento (principalmente legata al valore di plateau stress caratteristico del materiale). In figura 2.8 viene messo in evidenza come due materiali assorbitori d'urto (di cui uno è chiaramente una schiuma metallica), caratterizzati dalla medesima "adsorbing energy", possano mostrare livelli di stress a picco notevolmente diversi; questo può portare la schiuma, in alcune situazioni, ad avere difficoltà a dissipare in modo efficiente la forza d'impatto attraverso i propri processi interni di deformazione.

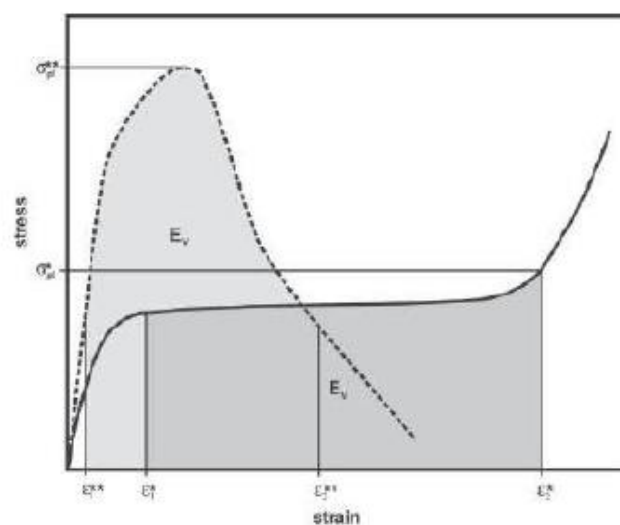


Figura 2.8 Curve stress-strain a compressione relative a due materiali assorbitori d'urto caratterizzati dalla medesima "absorbing energy" e da livelli di stress a picco diversi

In figura 2.9, per le schiume appartenenti al “gruppo di campioni misti”, sono illustrate le curve sforzo in compressione - deformazione relative ad una deformazione fino al 5% (a) e ad una deformazione fino al fenomeno di densificazione (b). I dati riportati nei diagrammi di figura 2.9 derivano da test effettuati su diversi campioni, precisamente da tre a sei per ogni tipo di schiuma.

Anche se non riportate, è utile osservare come la pendenza della curva di scarico sia maggiore rispetto a quella della curva di carico, fatta eccezione per la schiuma ERG (l'unica a celle aperte), per la quale la pendenza delle curve di carico e di scarico è la medesima. La tensione di picco è raggiunta ad una deformazione tra lo 0.5% e il 4%.

Il plateau che si riscontra nella curva sforzo-deformazione per le schiume ERG e Alporas è pressoché costante con l'aumento della deformazione, almeno fino all'avvenire del fenomeno di densificazione. Il plateau di tensione per le schiume Alcan, invece, risulta esser dentellato, come è tipico delle schiume fragili: la dentellatura corrisponde alla rottura delle pareti delle celle.

Le schiume Alulight e Fraunhofer non presentano una curva sforzo in compressione - deformazione con un vero e proprio plateau, bensì la tensione continua ad aumentare gradualmente all'incrementare della deformazione.

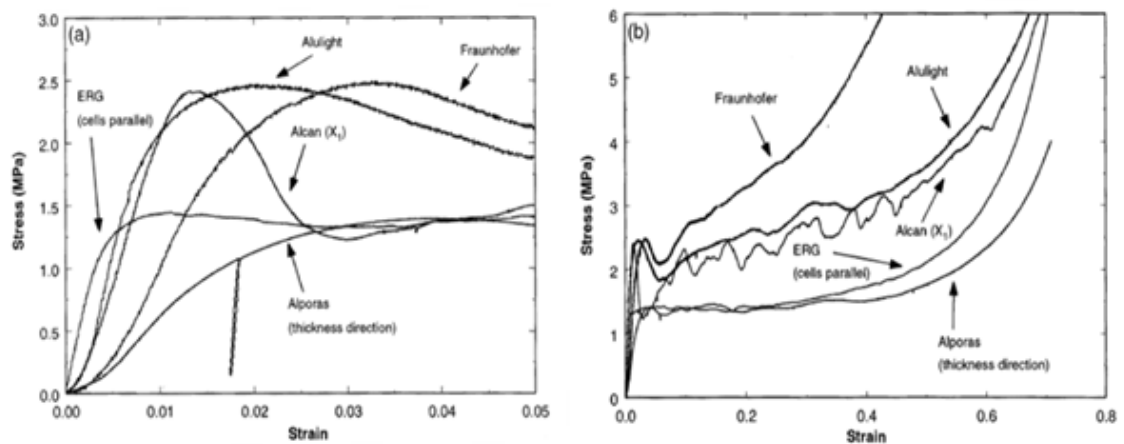


Figura 2.9 Curve sforzo in compressione - deformazione relative (a) ad una deformazione fino al 5% e (b) ad una deformazione fino al fenomeno di densificazione

Per ulteriori dati quantitativi e più dettagliati riguardanti le proprietà a compressione delle schiume in esame, si rimanda agli studi effettuati da Gioux e Shepherdson [30].

Infine, i valori del modulo elastico e della resistenza a compressione di tutte le schiume esaminate, normalizzati rispetto ai valori del materiale solido di cui le rispettive pareti delle celle sono composte, sono riportati in funzione della densità relativa in figura 2.10. In questi diagrammi, le linee continue rappresentano rispettivamente le equazioni (5) e (6) che permettono di calcolare modulo elastico e resistenza di schiume ideali a celle chiuse. Le linee tratteggiate rappresentano invece rispettivamente le equazioni (1) e (2) che consentono la stima di modulo elastico e resistenza di schiume ideali a celle aperte. Infine, le linee miste punto-tratto, rappresentano la riduzione dei valori rispettivamente di modulo elastico e resistenza delle schiume reali, in confronto ai valori delle stesse schiume a celle chiuse, ma con una struttura ideale. Tale fenomeno è dovuto, come già studiato, alla curvatura delle pareti cellulari.

La riduzione del modulo elastico e della resistenza si basa sulla media dei fattori di riduzione di modulo elastico e resistenza esplicitati in tabella 2.2.

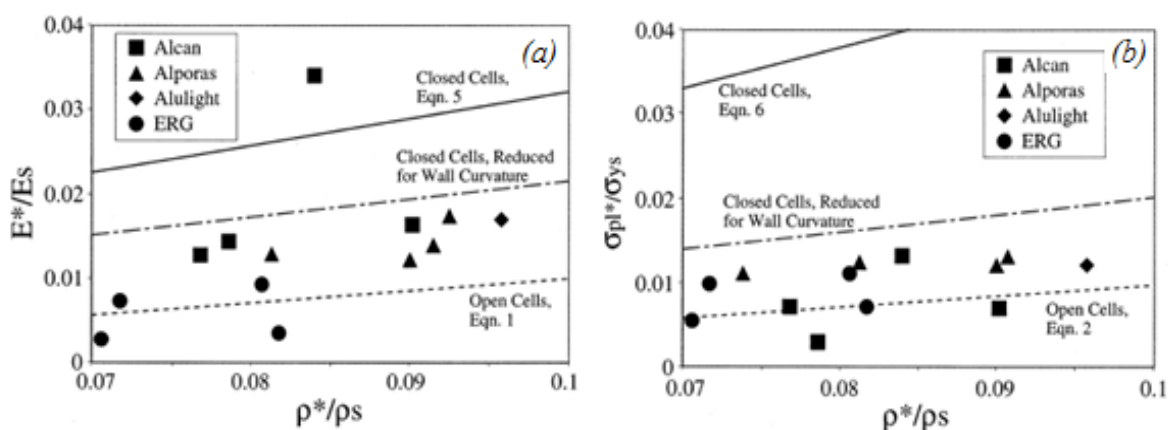


Figura 2.10 Modulo elastico relativo (a) e resistenza a compressione relativa (b) diagrammati rispetto alla densità relativa per le schiume di alluminio principali.

2.1.1.2 Mappe caratteristiche per proprietà a compressione

Nel presente sottoparagrafo saranno palesati e discussi alcuni grafici molto utilizzati nella pratica operativa per il confronto delle proprietà meccaniche, in funzione della densità relativa, delle principali schiume metalliche a base alluminio reperibili oggi in commercio [3].

Questi diagrammi prendono il nome di “diagrammi a bolle” o “mappe di Ashby” e fungono da supporto per la scelta del materiale idoneo all’applicazione prevista.

Le analisi che scaturiscono da questo tipo di diagrammi sono infatti utili in particolar modo per comprendere quali possano essere i ranges di valori delle proprietà

meccaniche che caratterizzano le schiume metalliche in matrice alluminio. Come sarà chiaro dopo aver visionato i diagrammi riportati nelle figure 2.11, 2.12 e 2.13, le proprietà meccaniche delle schiume a base alluminio coprono un ampio spettro di valori. Ciò si può principalmente correlare alla specifica ingegnerizzazione del materiale: generalmente la particolare formulazione della composizione del metallo/lega di base e la scelta del processo produttivo/di schiumatura, influenzano drasticamente le proprietà finali delle schiume, permettendo quindi l'ottimizzazione del comportamento del materiale in funzione della particolare applicazione prevista.

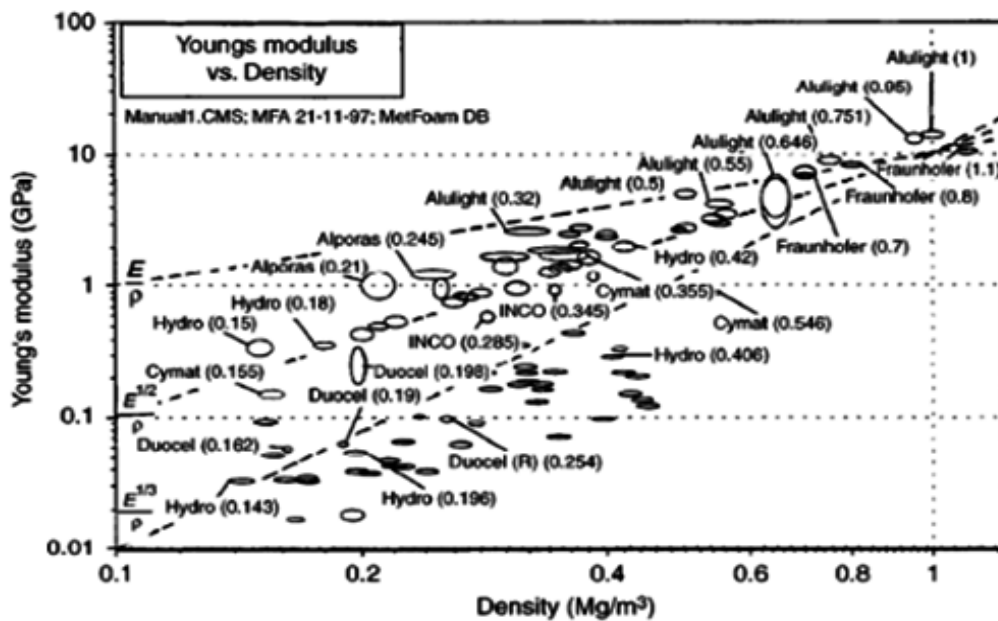


Figura 2.11 Diagramma a bolle del modulo di Young e densità delle schiume di alluminio e poliuretaniche più conosciute

I numeri tra parentesi in figura 2.11, indicano la densità delle varie schiume rappresentate, che sono espresse in Mg/m^3 . Le linee tratteggiate mostrano invece gli indici E/ρ , $E^{1/2}/\rho$ ed $E^{1/3}/\rho$, generalmente utilizzati in fase di progettazione industriale al fine della corretta scelta del materiale: E/ρ viene utilizzato nel caso si debbano realizzare dei rivestimenti ed in applicazioni in cui viene richiesta una bassa densità unita ad una elevata resistenza alla compressione; $E^{1/2}/\rho$ viene invece utilizzato per elementi strutturali (ad esempio nella progettazione di ali per aeroplani); infine $E^{1/3}/\rho$ viene impiegato per applicazioni in cui è necessario un assorbimento acustico (ad esempio pannelli per le portiere delle automobili).

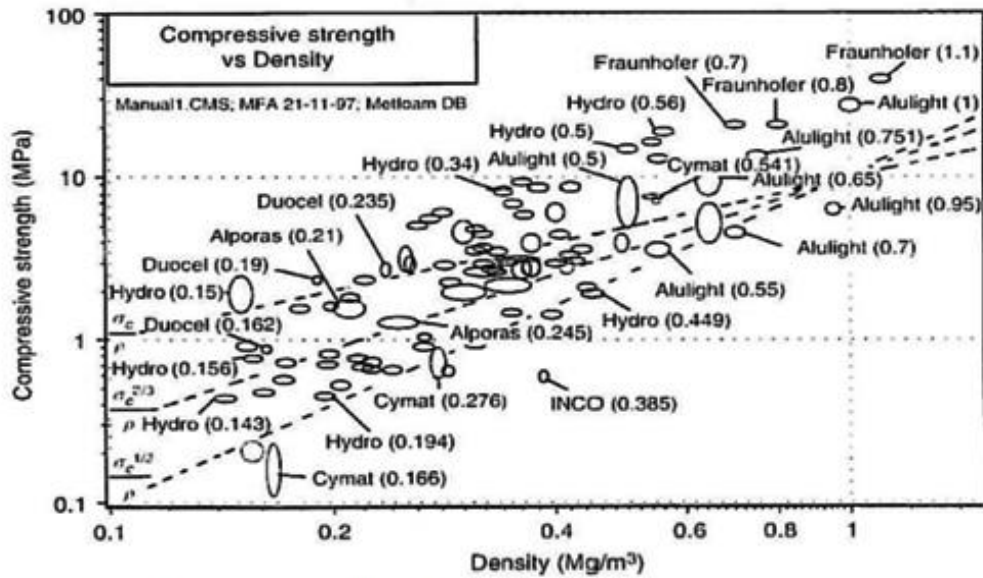


Figura 2.12 Diagramma a bolle della resistenza a compressione e della densità per le più note schiume di alluminio e poliuretatiche

In figura 2.12, ancora una volta i numeri tra parentesi indicano la densità delle schiume, espressa in Mg/m^3 . Le linee tratteggiate individuano invece gli indici σ/ρ , $\sigma^{1/2}/\rho$ e $\sigma^{2/3}/\rho$ equivalenti rispettivamente agli indici caratteristici illustrati per il modulo E. Tali indici vengono usati come discriminante del materiale per le stesse applicazioni studiate nel caso di modulo elastico.

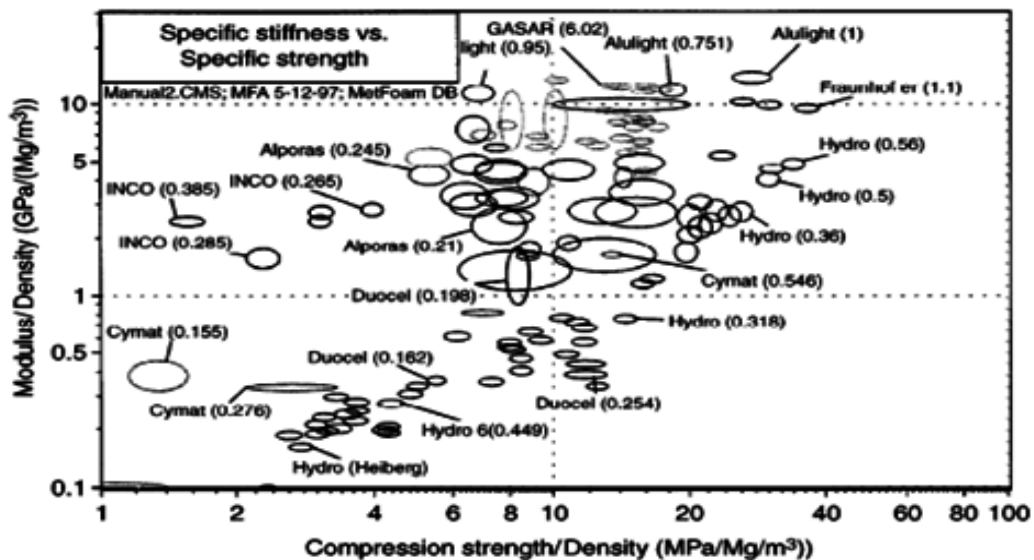


Figura 2.13 Diagramma a bolle della rigidità specifica e della resistenza a compressione specifica per le principali schiume di alluminio e poliuretatiche in commercio

Nell'esaminare la figura 2.13 è fruttuoso prendere come riferimento il valore di E/ρ e di σ_c/ρ dell'acciaio strutturale, rispettivamente pari a $25\text{GPa}/(\text{mg}/\text{m}^3)$ e a $24\text{MPa}/(\text{mg}/\text{m}^3)$.

2.1.1.3 Proprietà a trazione

Ad oggi sono stati effettuati numerosi test per quanto riguarda le proprietà a compressione delle schiume di alluminio, ma non vi sono ancora molti studi sistematici, metodici e rigorosi sulle proprietà a trazione delle stesse schiume.

Pertanto andremo ora a studiare ed approfondire proprio tali aspetti, vale a dire i comportamenti a trazione e a frattura delle schiume di alluminio a celle chiuse. Andremo inoltre a studiare l'influenza della densità relativa sulla resistenza a trazione e modulo elastico.

Prima di addentrarsi nei dettagli dello studio delle proprietà a trazione delle schiume, è proficuo riportare alcuni dati quantitativi riguardanti le schiume del "gruppo misto di campioni" a proposito della loro resistenza a trazione (figura 2.11).

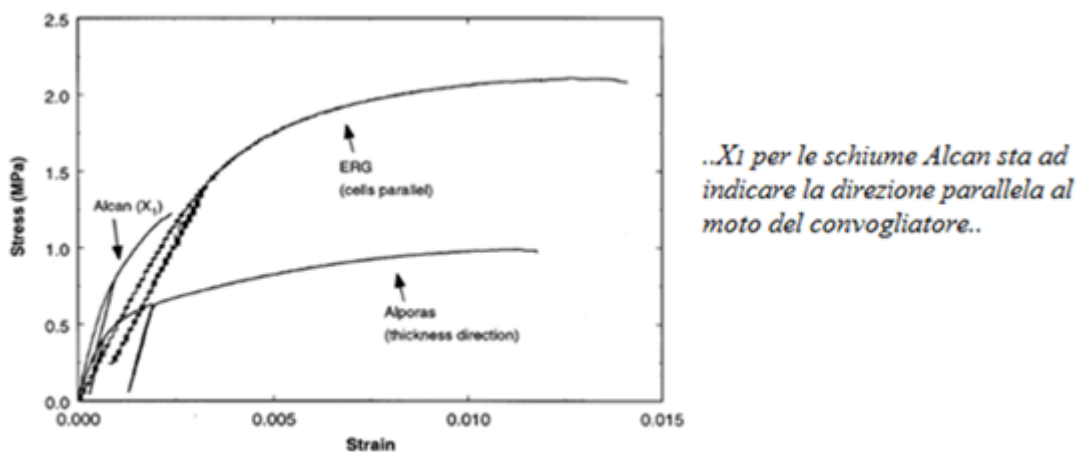


Figura 2.14 Curve di sforzo a trazione - deformazione per le schiume di alluminio più diffuse

In quest'ultimo diagramma non sono state riportate le curve "tensile stress – strain" relative alle schiume Alulight e Fraunhofer, in quanto le schiume di questo tipo disponibili al momento del test avevano dimensioni insufficienti per produrre campioni ad "osso di cane" propedeutici per prove di trazione [30].

Tutti i dati che andremo ad analizzare da qui fino alla fine della sezione 2.1.1.3, a meno che non sia esplicitamente indicato, si riferiscono a prove effettuate da YU Hai-jun, YAO Guang-chun e LIU Yi-han su campioni di schiuma a base Al-Si a celle chiuse, ottenuti a partire da un processo di schiumatura transitorio di un "corpo fuso", così come ideato dalla Northeastern University of China.

Se interessati a tutti i minimi dettagli sulla produzione dei campioni utilizzati per l'analisi che andremo a discutere appena sotto (metodo di produzione, composizione chimica, caratterizzazione delle polveri, morfologia etc.) e sulle modalità di svolgimento dei test (macchinari utilizzati, parametri di processo etc.) si rimanda a [34].

Ciò che è fondamentale ai fini della comprensione dei risultati che a breve saranno messi in luce, oltre a quanto già esplicitato, è che per ogni densità sono stati utilizzati due campioni ed il risultato corrispondente di tensione non è altro che la media aritmetica tra i due risultati derivanti dai due campioni.

Tipici valori di resistenza a trazione e di carichi di rottura possono essere estrapolati dalle curve di deformazione delle schiume Al-Si a celle chiuse di diverse densità relative, come quelle riportate in figura 2.15

Ogni curva delle quattro schiume in esame, mostra un comportamento lineare elastico per piccole deformazioni, e la resistenza alla trazione raggiunge il valore massimo quando termina il comportamento elastico lineare (seguito poi da un drastico ed improvviso calo della resistenza stessa).

Dalla figura 2.15 si evince anche come, all'aumentare della densità relativa della schiuma, aumentino anche modulo elastico (angolo di inclinazione del tratto rettilineo della curva sforzo-deformazione) e resistenza a trazione. Occorre però precisare che le curve in questione sono ingegneristiche e non reali, pertanto non tengono conto della diminuzione della sezione del provino dopo lo snervamento, ed è esattamente per questa ragione che il punto che identifica il carico di rottura della schiuma sembra avere una tensione più bassa del punto di snervamento.

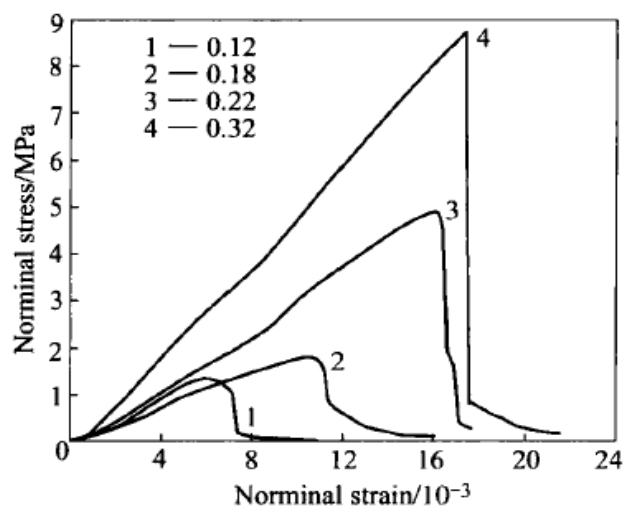


Figura 2.15 Curve di sforzo a trazione monoassiale - deformazione per schiume di alluminio a celle chiuse con differenti densità relative.

Per comprendere appieno il comportamento a trazione delle schiume di alluminio, è efficace e proficuo analizzare anche il loro comportamento a rottura: tipiche superfici di frattura di schiume di alluminio a celle chiuse per sforzo a compressione sono mostrate in figura 2.16 appena sotto.

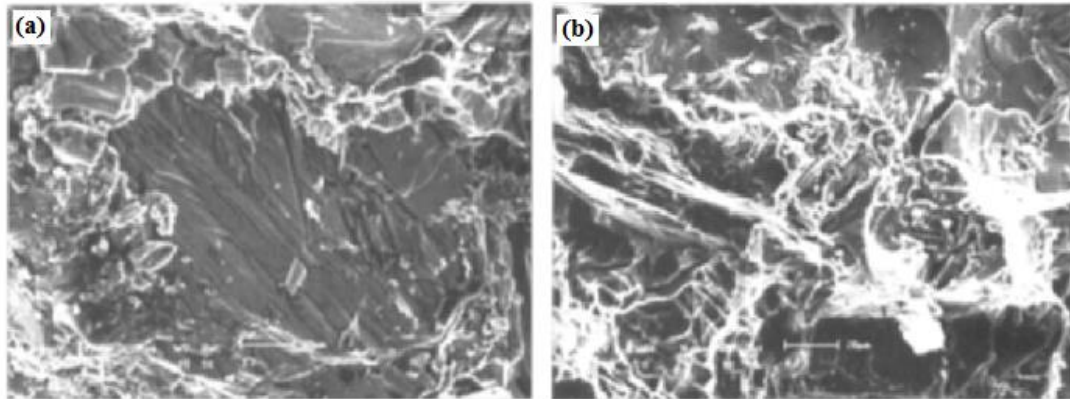


Figura 2.16 Tipica frattura a trazione di campioni di schiume Al-Si a celle chiuse: (a) superfici di sfaldamento; (b) lacerazioni e buchi di transizione da sfaldamento a frattura completa

Dalla figura 2.16(a) si evince come esistono molte superfici di distacco nella superficie di frattura e molti gradini, a diverse altezze, tra le superfici di distacco stesse. Queste non sono altro che microfratture di base della frattura “finale” del provino. La figura 2.16(b) mostra i buchi e gli strappi che portano da un iniziale sfaldamento alla completa rottura. Ciò indica che il comportamento a rottura delle schiume a celle chiuse con base Al-Si non è di pura frattura fragile, bensì interviene anche una componente di guadagno plastico.

La ragione principale di una frattura mista per una schiuma metallica Al-Si a celle chiuse è riconducibile all'influenza della seconda fase e delle particelle estranee. Infatti, l'esistenza di una seconda fase fragile di silicio CaAl_2Si_2 e $\text{Al}_{3.21}\text{Si}_{0.47}$ (figure 2.17 e 2.19) e particelle di ossido Al_2O_3 (figure 2.18 e 2.19) all'interno della schiuma Al-Si a celle chiuse, può introdurre una non uniformità nella struttura microscopica.

Secondo la teoria di Smith, sotto sollecitazione, la durezza della seconda fase e delle particelle estranee nel materiale è maggiore di quella della matrice metallica. Ecco che allora le loro proprietà di deformazione elastica e plastica sono differenti da quelle della matrice metallica.

Questo comporta quanto segue: quando la matrice metallica è sottoposta a sollecitazione, il guadagno plastico si verifica mentre la seconda fase e le particelle estranee sono ancora in uno stato di deformazione elastica [43, 44]. Quando la deformazione scoordinata viene eseguita fino ad un certo punto, la seconda fase si

separa dalla matrice metallica e diventa una superficie di sfaldamento/separazione. Ecco che i buchi e le “fossette” (in figura 2.16(b)) possono essere attribuiti in parte alla separazione delle particelle estranee dalla matrice metallica che porta alla formazione di spazi cavi microscopici.

In ogni caso, vi sono probabilmente altri meccanismi che necessiteranno di un'ulteriore analisi, più approfondita, nel prossimo futuro; ad esempio osservando le schiume Al-Si a celle chiuse con il microscopio a scansione elettronica, si scoprono esistere difetti quali cricche e microporosità all'interno delle stesse schiume (figura 2.20), le quali possono causare la frattura o comunque contribuire ad essa.

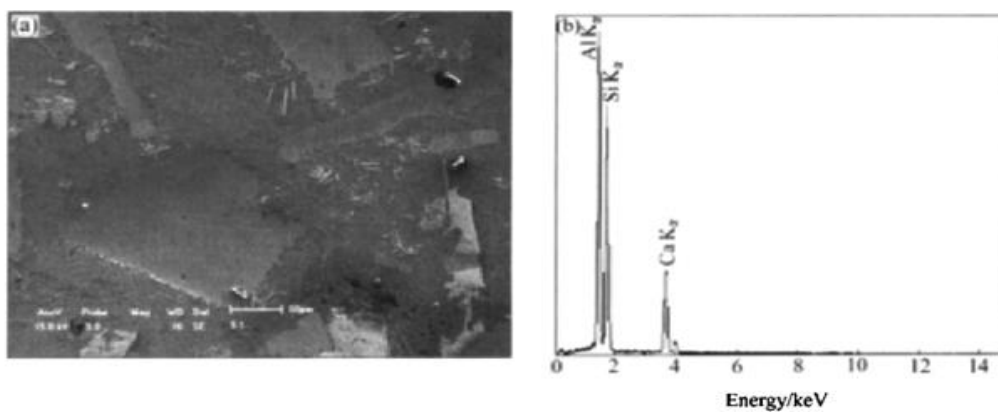


Figura 2.17 Analisi della composizione della seconda fase presente nelle schiume Al-Si a celle chiuse realizzata tramite (a) SEM e (b) EDX

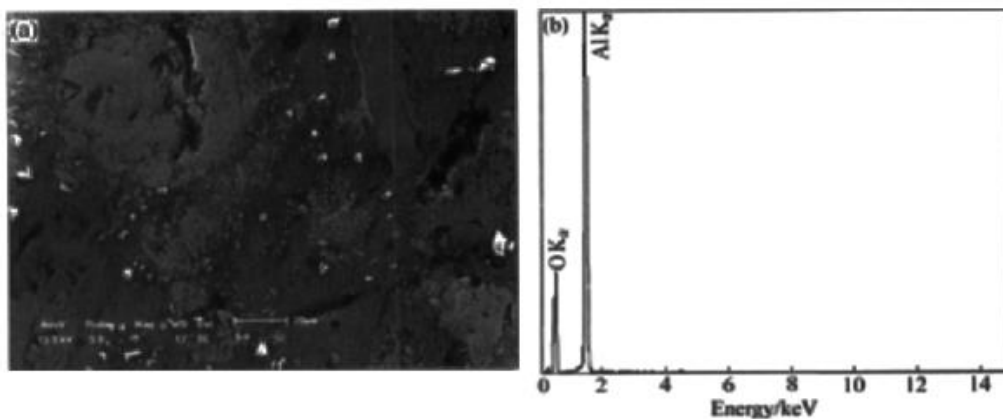


Figura 2.18 Analisi della composizione delle particelle estranee presenti nelle schiume Al-Si a celle chiuse realizzate tramite (a) SEM e (b) EDX

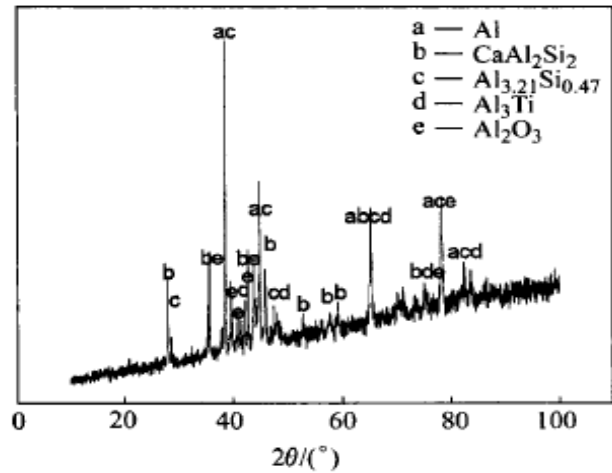


Figura 2.19 Analisi XRD delle schiume Al-Si a celle chiuse

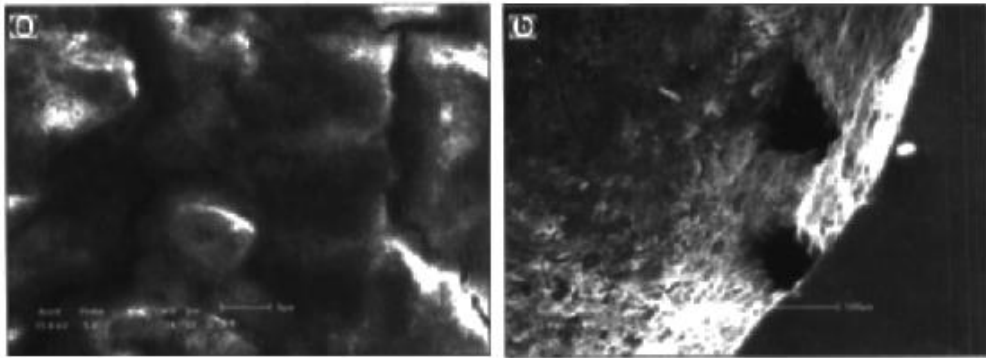


Figura 2.20 Difetti delle pareti cellulari di schiume Al-Si a celle chiuse: (a) crepe e (b) microporosità

E' interessante a questo punto ricordare la teoria di Griffith e la teoria del bilancio energetico [44] che spiegano come l'esistenza di cricche può diminuire l'energia elastica del sistema. Basandosi proprio sulla teoria del bilancio energetico, Griffith capì che confrontando il valore di sollecitazione della cricca con la resistenza teorica alla frattura, si poteva ottenere la seguente equazione:

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_c} = \left(\frac{a}{a_0} \right)^{1/2} \quad (13)$$

..dove σ_m è la resistenza teorica alla frattura, σ_c è la tensione critica quando si presenta la cricca, a_0 è lo spazio tra due superfici di sfaldamento quando avviene la riduzione delle proprietà a trazione per il cristallo teorico ed infine a è la metà della lunghezza della cricca (chiamata cricca di Griffith)..

L'equazione indica che quando una cricca con lunghezza di 2×10^{-4} cm (ordine dei micron) è presente nelle schiume Al-Si a celle chiuse, la resistenza reale di tali schiume verrà ridotta di 1/100 rispetto alla resistenza teorica. La concentrazione di tensione nelle cuspidi delle cricche o nelle zone di microporosità raggiunge valori molto

elevati: una volta che il materiale cede, le cricche o le microporosità si espandono e si propagano molto rapidamente, portando alla frattura fragile.

Come per le proprietà a compressione, la densità relativa ha una notevole influenza anche sulle proprietà a trazione delle schiume metalliche. In particolare, sotto sforzo di trazione monoassiale, la resistenza a rottura per trazione (σ_{pl}^*) e il modulo elastico (E^*) di schiume metalliche, dipenderanno dalla densità relativa della particolare schiuma in questione, secondo le due relazioni seguenti:

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_y} = C_1 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) \quad (14)$$

$$\frac{E^*}{E_s} = C_2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^n \quad (15)$$

..dove ρ^* , E^* e σ_{pl}^* indicano rispettivamente la densità, il modulo elastico e la resistenza della schiuma. ρ_s , E_s e σ_y indicano invece rispettivamente la densità, il modulo elastico e la resistenza della matrice metallica, ossia del materiale di "bulk"- di base da cui viene originata la schiuma. C_1 e C_2 sono costanti dipendenti dalla geometria delle celle..

Le due equazioni appena enunciate sono la versione semplificata delle relazioni tra proprietà, studiate e rigorosamente descritte dal modello di Gibson e Ashby. Il meccanismo di deformazione durante la trazione monoassiale può essere descritto con un semplice adattamento delle equazioni (14) e (15) [3].

Ricordando quanto affermato a proposito della figura 2.15, vale a dire che resistenza a trazione e modulo elastico di una schiuma metallica aumentano all'aumentare della densità relativa della schiuma stessa, riportiamo ora due diagrammi a riguardo (figura 2.21); questi ultimi riportano i valori di resistenza a trazione e modulo elastico per schiume Al-Si a celle chiuse con differenti densità relative. Le linee in entrambi i diagrammi sono ricavate a partire dalle equazioni (14) e (15).

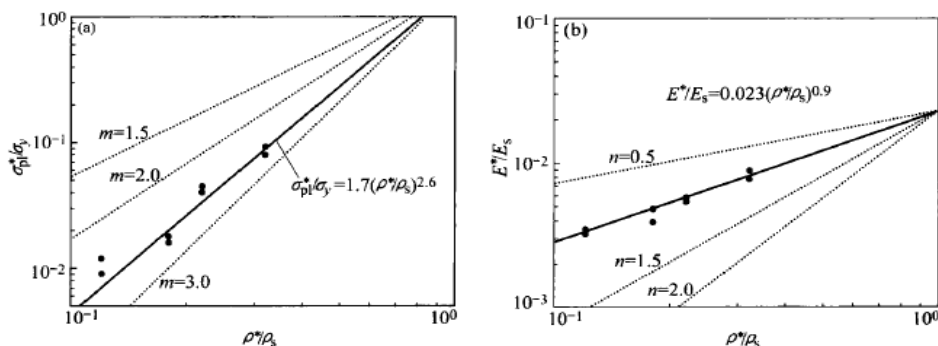


Figura 2.21 a) relazione tra resistenza a trazione relativa e densità relativa; (b) relazione tra modulo elastico relativo e densità relativa. Le linee punteggiate rappresentano le previsioni effettuate tramite le equazioni (14) e (15), mentre la linea continua indica la miglior approssimazione rispetto ai risultati sperimentali.

Si conclude quindi che, all'aumentare della densità relativa, aumenta sia la resistenza a trazione sia la deformazione alla quale è misurato il picco massimo di resistenza. Occorre a questo punto ricordare il motivo per cui vi è una differenza tra i valori sperimentali e le linee in diagramma: il modello di Gibson e Ashby è basato su una cella ideale a forma cubica ed essendo le celle delle schiume di alluminio non regolari, si assume implicitamente una certa approssimazione.

Ecco che allora la densità relativa di una schiuma Al-Si a celle chiuse risulta essere il principale fattore che impatta sulla resistenza a trazione e sul modulo elastico della schiuma stessa. La densità relativa di una schiuma metallica, come studiato nel primo capitolo, è controllata tramite lo spessore della parete cellulare e le dimensioni delle celle (entrambe determinate fondamentalmente dal metodo di produzione della schiuma e dalle dinamiche con cui quest'ultimo viene eseguito): la riduzione della dimensione media della cella o l'aumento dello spessore delle pareti può infatti portare ad un aumento della densità relativa. Le schiume Al-Si a celle chiuse ad alta densità relativa, devono perciò possedere celle di piccole dimensioni e/o pareti spesse.

In generale si può affermare che il comportamento a trazione delle schiume metalliche (in particolar modo quelle di alluminio) è marcatamente diverso rispetto al comportamento delle stesse a compressione. Le curve "tensile stress – strain" presentano infatti un andamento totalmente differente dalle corrispondenti curve "compressive stress – strain", come visto ad inizio sezione 2.1.1.3.; si ha una prima fase elastica non lineare in cui lo sforzo cresce rapidamente con la deformazione ed avvengono micro-plasticizzazioni (anche per valori di deformazione molto contenuti). Questa fase ha termine quando viene raggiunto lo sforzo di snervamento della schiuma. Ivi, al crescere del carico, inizia una fase di incrudimento sempre maggiore della schiuma, che ha termine solo quando lo sforzo raggiunge il valore minimo di rottura [46].

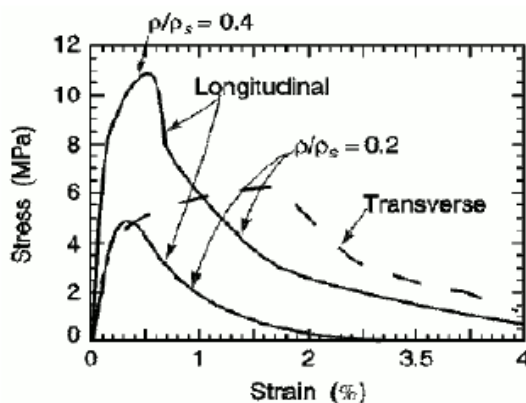


Figura 2.22 Curve tensile stress - strain per schiume Alulight di diverse densità relative.

In figura 2.22, riportata a fianco, sono mostrate le curve "tensile stress – strain" di schiume Alulight con differenti densità relative. Queste curve sono facilmente confrontabili con quelle di compressione esposte nella sezione 2.1.1.2.

2.1.1.4 Proprietà a fatica

Anche le proprietà a fatica di una materiale cellulare risultano essere particolarmente importanti, basti pensare alle continue sollecitazioni meccaniche e vibrazionali che le schiume possono esser chiamate a sopportare. Generalmente, le prove a fatica per le schiume metalliche consistono nel sottoporre queste ultime ad un gran numero di cicli di carico (comunemente da 10^6 a 10^7 , ma talvolta anche 10^8 e più, in relazione allo specifico campo di impiego). Molti risultati di prove di durata per diverse schiume metalliche a base alluminio sono disponibili in letteratura [3].

In figura 2.23 è possibile osservare il comportamento di una schiuma metallica di alluminio a celle chiuse disponibile in commercio. I campioni utilizzati nei test per ricavare i dati in diagramma, sono stati sottoposti a dei cicli di compressione con $\sigma_{min}=1\text{MPa}$ e $\sigma_{max}=10\text{MPa}$. Si definisce inoltre $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$. Dall'esame di diagrammi del tipo appena introdotto, è possibile calcolare un limite di fatica $\Delta\sigma_e$ che rappresenta il campo o intervallo di sforzo entro il quale il materiale resiste a 10^7 cicli.

Detto altrimenti, affinché non si verifichino rotture prima di 10^7 cicli, il valore di σ_{max} a fatica deve essere compresa tra 0,6 e 0,75 volte la σ_{pl} .

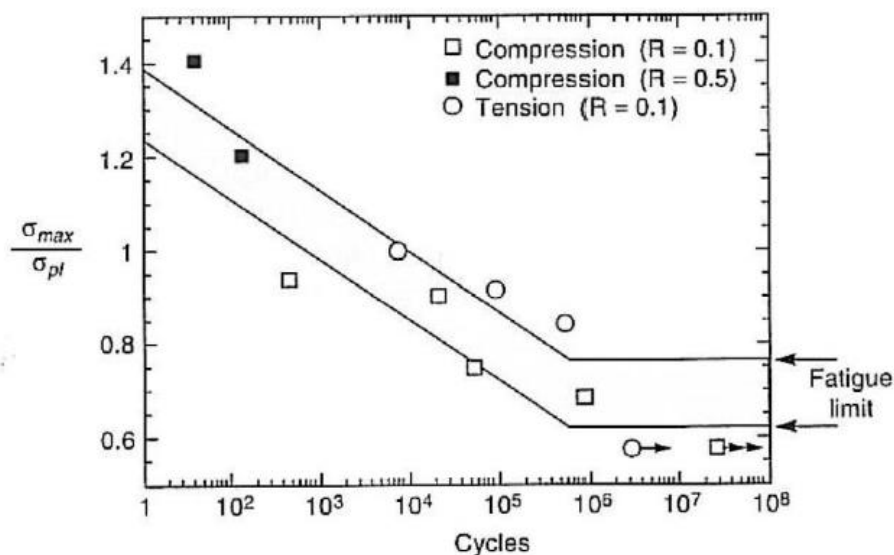


Figura 2.23 Dati a fatica per le schiume Alporas

2.1.2 Proprietà termiche

Per quanto riguarda la conduttività termica delle schiume metalliche occorre considerare che questi materiali generalmente preservano alcune proprietà fisiche strettamente correlate alla composizione della materia prima di partenza che costituisce la fase solida (es. punto di fusione, calore specifico, coefficiente di espansione e la stessa conducibilità termica). Contemporaneamente però, la fase gassosa presente all'interno delle celle si comporta come isolante e limita, o addirittura impedisce totalmente, moti convettivi all'interno del materiale. Nella relazione per il calcolo della conduttività termica di una schiuma metallica si trovano quindi due termini, uno che considera la conduttività della matrice metallica (λ_s) e che ingloba in esso anche l'irraggiamento attraverso le pareti cellulari, e l'altro che considera la conduttività della fase gassosa (λ_g):

$$\lambda = \frac{1}{3} \left[\left(\frac{\rho}{\rho_s} \right) + 2 \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^{3/2} \right] \lambda_s + \left[1 - \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right) \right] \lambda_g \quad (16)$$

La conduttività termica di una schiuma può essere calcolata più semplicemente e rapidamente, accettando una certa approssimazione, con la seguente relazione:

$$\lambda \approx \lambda_s \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^q \quad (17) \quad \text{..in cui } q = 1.65 \div 1.8 \text{ e } \lambda_s \text{ rappresenta la conduttività del metallo di base..}$$

Può essere infine anche calcolata la diffusività termica totale come segue:

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot C_p} \quad (18) \quad \text{..in cui } C_p \text{ e } \rho \text{ indicano rispettivamente il calore specifico e la densità della schiuma..}$$

A fronte delle relazioni appena esposte, si può concludere come la densità relativa di una schiuma rivesta un ruolo fondamentale anche nel determinare le proprietà termiche della schiuma stessa.

2.1.2.1 Mappe caratteristiche per proprietà termiche

Come già studiato nel caso di proprietà a compressione, anche le proprietà termiche delle schiume vengono sovente organizzate utilizzando i diagrammi a bolle. Questi, ancora una volta, forniscono una grande quantità di informazioni, ma solo alcuni dati, i più importanti, sono riportati per chiarezza nel diagramma stesso. In diagrammi di questo tipo, il numero tra parentesi continua ad indicare, così come già esaminato, la densità della schiuma in termini di Mg/m^3 . La figura 2.24 identifica, per gran parte delle schiume a base alluminio presenti sul mercato, i range di conduttività termica e di calore specifico per unità di volume. Il rapporto tra le due variabili poste sugli assi cartesiani, per quanto sopra spiegato, fornisce la diffusività termica di una schiuma. La conduttività termica determina la risposta al calore in fase solida, mentre la diffusività termica determina la risposta nelle fasi di transizione (da solido a liquido). Le schiume metalliche possono trovare particolare applicazione nel caso in cui il valore di conducibilità termica risulti essere particolarmente basso (vedi paragrafo 2.3).

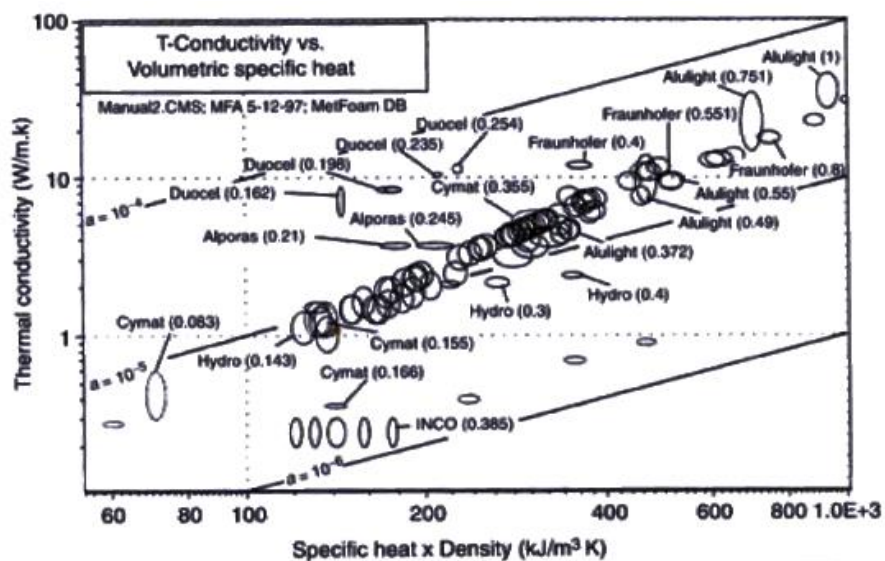


Figura 2.24 Conduttività termica (λ) e prodotto di calore specifico e densità per le più note schiume metalliche disponibili in commercio.

2.1.3 Proprietà elettriche

Un'altro aspetto interessante dei materiali cellulari, che li rende utili in molte applicazioni, risulta essere la loro costante dielettrica relativamente bassa.

Questa può esser calcolata con la seguente relazione:

$$\varepsilon = 1 + (\varepsilon_s - 1) \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad (19) \quad \text{..in cui } \varepsilon_s \text{ è la costante dielettrica del metallo di cui la schiuma è composta..}$$

Detto ciò, è facile capire che la diffusività elettrica può essere calcolata con una relazione simile a quella illustrata per la diffusività termica, nella quale però può essere trascurato il fenomeno di conduttività nel gas.

Un'altra proprietà elettrica piuttosto importante dei metalli cellulari è, senza ombra di dubbio, la resistività (R), che si calcola come segue:

$$R \approx R_s \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^{-r} \quad (20) \quad \text{..in cui } R_s \text{ è la resistività del metallo di cui la schiuma è composta..}$$

..ed $r = 1,6 \div 1,85$..

E' interessante notare come anche le due caratteristiche elettriche principali e più rilevanti delle schiume metalliche sono funzione della densità relativa della schiuma per cui vengono calcolate. Si può altresì notare come, procedendo con la descrizione delle proprietà delle schiume in ogni campo, emerga sempre più l'estrema importanza della densità relativa di una schiuma.

2.1.4 Proprietà acustiche

A supporto di quanto sarà esposto nella sezione 2.3.1.4, ivi verranno portate alla luce alcune importanti relazioni per quanto riguarda le proprietà di assorbimento acustico delle schiume metalliche.

In particolare, quando un'onda sonora prodotta all'interno di un ambiente incontra una parete, la sua intensità sonora (I_i) viene in parte riflessa (I_r), in parte assorbita dalla parete stessa (I_a), ed in parte è trasmessa nell'ambiente adiacente (I_t) (figura 2.25).

Tale fenomeno può esser riassunto con la relazione matematica seguente:

$$I_r + I_a + I_t = I_i \quad (21)$$

..che può essere scritta in modo da evidenziare i coefficienti di riflessione, assorbimento e trasmissione (rispettivamente indicati con "r", "a" e "t"), semplicemente dividendo ambo i membri per I_i ottenendo:

$$r + a + t = 1 \quad (22)$$

Infine, due parametri sono fondamentali per definire le proprietà di assorbimento ed isolamento acustico di una schiuma, e sono i seguenti:

- α = coefficiente di assorbimento apparente = $a + t = 1 - r$ (23);
- R = potere isolante = $-\log t$ [dB] (24).

I materiali porosi sono materiali fonoassorbenti; sono infatti caratterizzati da elevati valori di α (tendenti a 1) e basso valore di R . La spiegazione fisica di quanto appena affermato è che le onde sonore incidenti un materiale cellulare (schiuma metallica per quanto interessa in questo lavoro di tesi) mettono in vibrazione le particelle di aria all'interno del materiale. Gli attriti interni tra molecole d'aria e tra queste e le pareti cellulari, dissipano l'energia sonora proveniente dall'esterno e determinano così l'assorbimento. Naturalmente le strutture a celle aperte sono più efficaci nell'assorbimento, perché permettono un maggior movimento dell'aria, necessario per la dissipazione al loro interno [5].

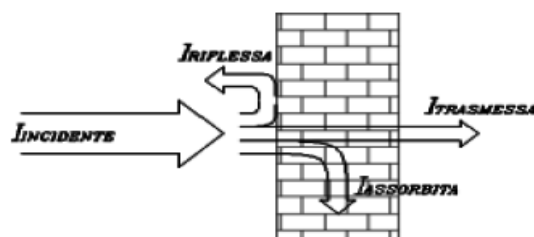


Figura 2.25 Scomposizione di un'onda sonora

2.1.5 Relazioni di scala

I rapporti di scala sono particolarmente utili nelle prime fasi della progettazione, quando è necessaria un'analisi approssimativa di componenti e strutture per decidere se una schiuma metallica è un potenziale candidato per l'utilizzo nello sviluppo del progetto [2]. In tabella 2.5 vengono rappresentate le relazioni di scala per le più importanti proprietà delle schiume.

All'interno di questa tabella è stata adottata la seguente notazione: il pedice "s" sta ad indicare una grandezza che si riferisce al metallo/lega di cui la schiuma è costituita, mentre l'apice "*" indica una grandezza riferita alla schiuma vera e propria.

Mechanical properties		Open-cell foam	Closed-cell foam	Thermal properties		Open-cell foam	Closed-cell foam
Young's modulus (GPa), E	$E = (0.1-4)E_s \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^2$	$E = (0.1-1.0)E_s \times \left[0.5 \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^2 + 0.3 \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)\right]$		Melting point (K), T_m	As solid		As solid
Shear modulus (GPa), G	$G \approx \frac{1}{2}E$	$G \approx \frac{1}{2}E$		Max. service temp. (K), T_{max}	As solid		As solid
Bulk modulus (GPa), K	$K \approx 1.1E$	$K \approx 1.1E$		Min. service temp. (K), T_{min}	As solid		As solid
Flexural modulus (GPa), E_f	$E_f \approx E$	$E_f \approx E$		Specific heat (J/kg.K), C_p	As solid		As solid
Poisson's ratio ν	0.32-0.34	0.32-0.34		Thermal cond. (W/m.K), λ	$\left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{1.8} < \frac{\lambda}{\lambda_s} < \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{1.65}$		$\left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{1.8} < \frac{\lambda}{\lambda_s} < \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{1.65}$
Compressive strength (MPa), σ_c	$\sigma_c = (0.1-1.0)\sigma_{cs} \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{2.0}$	$\sigma_c = (0.1-1.0)\sigma_{cs} \times \left[0.5 \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{2.0} + 0.3 \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)\right]$		Thermal exp. ($10^{-6}/K$), α	As solid		As solid
Tensile strength (MPa), σ_t	$\sigma_t \approx (1.1-1.4)\sigma_c$	$\sigma_t \approx (1.1-1.4)\sigma_c$		Latent heat (kJ/kg), L	As solid		As solid
Endurance limit (MPa), σ_e	$\sigma_e \approx (0.5-0.75)\sigma_c$	$\sigma_e \approx (0.5-0.75)\sigma_c$		(c) Scaling laws for electrical properties			
Densification strain, ϵ_D	$\epsilon_D = (0.9-1.0) \times \left[1 - 1.4 \frac{\rho}{\rho_s} + 0.4 \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^2\right]$	$\epsilon_D = (0.9-1.0) \times \left[1 - 1.4 \frac{\rho}{\rho_s} + 0.4 \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^2\right]$		Electrical properties	Open-cell foam		Closed-cell foam
Loss coefficient, η	$\eta \approx (0.95-1.05) \times \frac{\eta_s}{(\rho/\rho_s)}$	$\eta \approx (0.95-1.05) \times \frac{\eta_s}{(\rho/\rho_s)}$		Resistivity (10^{-4} ohm.m), R	$\left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{-1.6} < \frac{R}{R_s} < \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{-1.85}$		$\left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{-1.6} < \frac{R}{R_s} < \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^{-1.85}$
Hardness (MPa), H	$H = \sigma_c \left(1 + 2 \frac{\rho}{\rho_s}\right)$	$H = \sigma_c \left(1 + 2 \frac{\rho}{\rho_s}\right)$					
Initiation toughness, (J/m^2) J_{IC}	$J_{IC}^* \approx \beta \sigma_{cs} t \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^p$	$J_{IC}^* \approx \beta \sigma_{cs} t \left(\frac{\rho}{\rho_s}\right)^p$					

Tabella 2.5 Leggi di scala per le principali proprietà meccaniche, termiche ed elettriche delle schiume

Tutte le relazioni riportate in tabella 2.5 assumono la seguente forma generica:

$$\frac{P^*}{P_s} = \alpha \left\{ \frac{\rho^*}{\rho_s} \right\}^n \quad (25)$$

..in cui P indica una generica proprietà, α è una costante ed n un esponente fisso..

2.2 Conseguenze dell'aggiunta di elementi chimici all'alluminio puro o alle leghe Al-Si da cui verranno poi prodotte le schiume.

Tutti i dati e i diagrammi che andremo a presentare in questo paragrafo si riferiscono a studi di letteratura cui, nel corso del paragrafo stesso, si farà esplicito riferimento.

Ciò nonostante non verranno riportati i dettagli di caratterizzazione dei materiali di partenza e nemmeno quelli riguardanti i metodi di produzione dei campioni (utilizzati per i diversi studi) oltre che i dettagli circa le tecniche di misurazione e rilevazione dei vari dati. E' stata presa questa decisione per poter focalizzare pienamente l'attenzione sul fine ultimo del paragrafo in essere, vale a dire capire e quantificare le differenze di morfologia e proprietà fra semplici schiume di alluminio (o schiume a base Al-Si) e le stesse a cui però vengono aggiunti uno o più elementi chimici (come Mg, Cu, Mn, Zn etc.). In caso si desideri conoscere tutti i minimi particolari relativi ai dati che verranno esposti si rimanda a [47, 48, 49, 50, 51, 52, 53].

Le schiume metalliche sono spesso realizzate a partire da leghe Al-Si; queste ultime, infatti, ben si prestano alla produzione di schiume metalliche con ottime proprietà.

In passato, sono state frequentemente usate leghe AlSi7 [54, 55], anche se si sono osservati talvolta contenuti di Si superiore al 12% [56].

In ogni caso, le leghe binarie Al-Si non portano a strutture porose del tutto soddisfacenti, e questo è il motivo per cui nel tempo sono state proposte ulteriori aggiunte nella lega.

Tuttavia, prima di discutere ed esaminare le implicazioni di qualsiasi tipo di aggiunta, è doveroso spiegare la ragione principale che porta le più classiche schiume di alluminio o di Al-Si ad avere una struttura cellulare mediocre: quando le schiume metalliche sono fabbricate espandendo miscele compattate di polveri metalliche ed agente schiumante ("PM process"), vengono spesso osservati al loro interno pochi pori molto grandi [57]. Tali pori fungono da punti deboli della struttura e danno origine ad un decadimento delle proprietà meccaniche della schiuma. Si pensa che ciò sia dovuto essenzialmente al rilascio prematuro di gas a causa della diversità tra la temperatura di decomposizione dell'agente schiumante (per la maggior parte delle schiume metalliche a base di Al è il TiH_2) e la temperatura di fusione della lega di base [57, 58, 64, 65].

La soluzione più adottata per risolvere il suddetto problema è quella di aggiungere uno o più elementi che abbassano il punto di fusione della lega. Esistono numerosi elementi utili in tal senso, ed ora andremo a descrivere quelli maggiormente utilizzati nel settore della produzione delle schiume metalliche.

2.2.1 Aggiunta di magnesio e rame nelle leghe Al-Si

Due importanti elementi che conviene studiare simultaneamente, sia per ragioni storiche sia per un motivo funzionale, sono senza ombra di dubbio alcuno il Cu ed il Mg. Le leghe Al-Si-Cu sono state utilizzate nel campo delle schiume metalliche per più di dieci anni [59], principalmente come “core” per i pannelli AFS (Aluminium Foam Sandwich) [60,63]. Oggigiorno, come andremo a descrivere e motivare a breve, esiste la possibilità di sostituire le leghe Al-Si-Cu con leghe Al-Mg-Si [61,62], ottenendo in questo modo un’importante riduzione di peso della schiuma oltre che dei problemi di corrosione e del rischio di infragilimento.

Anche lo Zn può esser utilizzato come aggiunta alla lega di Al-Si ma, a causa della sua alta solubilità nell’alluminio, sono richieste elevate quantità per un efficace spostamento del punto di fusione.

Ad oggi sono stati rilevati moltissimi dati empirici (riassunti in diagrammi) che dimostrano come, per molte leghe (in particolare Al-Mg-Si), il tasso di espansione dipende dalla velocità di riscaldamento, ossia tanto più elevata è la velocità di riscaldamento e tanto maggiore è il tasso di espansione [49].

Nel caso di lega Al-Si-Cu, invece, l’espansione massima risulta essere indipendente dalla velocità di riscaldamento.

Mediante una semplice elaborazione degli stessi dati empirici cui appena sopra si fa riferimento, si può documentare agevolmente come il volume di una schiuma aumenta in maniera monotona con la frazione di fuso; questo risultato è provato esser valido per tutte le leghe e pertanto assume una notevole importanza.

Inoltre, diversamente dalle leghe Al-Si-Cu, le leghe Al-Mg-Si mostrano un trend crescente di massima espansione all’aumentare della quantità di fuso eutettico prodotto isotermicamente durante la schiumatura [49].

Per quanto riguarda la struttura porosa, nella zona in cui la porosità 2D va dal 10%-25%, le leghe contenenti Mg mostrano un numero significativamente maggiore di pori rispetto alle leghe non contenenti Mg (figura 2.26). Il grafico sotto riportato permette anche un’altra importante osservazione: il picco di numero di pori, nel caso di schiume contenenti Mg, indica che dopo il raggiungimento di un certo livello di porosità (circa 25%), il tasso di coalescenza supera la velocità alla quale vengono generati i pori (significativamente grandi). Questo spiega perché il numero totale di pori diminuisce.

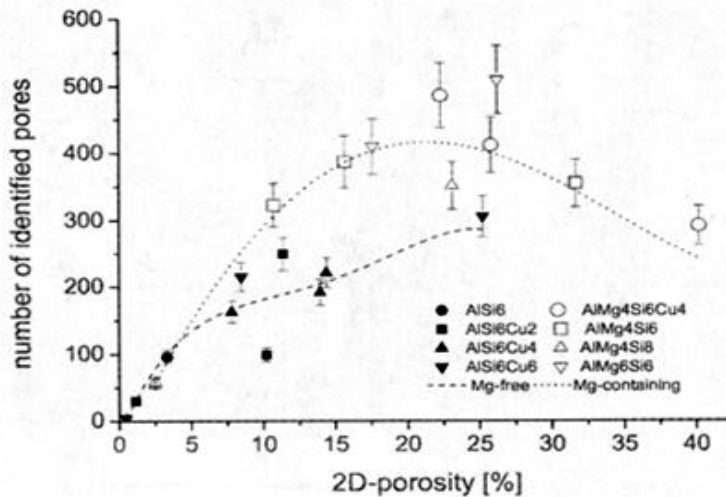


Figura 2.26 Numero di pori (area > 450 μm²) per volume del precursore in funzione della porosità per diverse leghe. Sono poi fornite le linee di trend rispettivamente per le leghe senza magnesio e per quelle contenenti magnesio.

Da analisi approfondite è scaturito come il tipo di espansione che si verifica durante la fase di schiumatura sia fondamentale nel determinare la fragilità dei pori costituenti la schiuma finale: tanto più l'espansione è isotropa e tanto meno i pori della schiuma sono soggetti a cricche. Ecco che, dai molteplici dati a riguardo, i pori della lega AlMg4Si6 sembrano essere meno soggetti a cricche rispetto a quelli delle leghe AlSi6Cu4 o AlSi6.

Vale la pena ora commentare brevemente alcuni dati riferiti alle medie statistiche delle sezioni trasversali dei pori macroscopici (pori con area superiore a 1mm²) che si trovano nelle schiume completamente espansive di cui ci stiamo occupando in questo sottoparagrafo 2.2.1. Questi sono palesati in figura 2.27.

I valori P_n, evidenziati nel diagramma di cui sotto, indicano che il percentile (l'n%) dei pori osservati in un certo tipo di schiuma ha un'area della sezione trasversale che non supera un certo valore, riportato in ordinata. Si capisce pertanto che P₅₀ risulta essere il valore della mediana. L'intervallo tra P₉₅ e i valori massimi delle diverse distribuzioni (relative ai vari tipi di schiume), può essere assunto come una misura dell'omogeneità della struttura porosa, poiché riflette la presenza o meno di pori di dimensioni molto maggiori rispetto agli altri presenti nella schiuma cui l'intervallo fa riferimento.

Alla luce di quest'ultimo istogramma, si può concludere che la maggior diversità tra strutture (dimensioni dei pori interni ad una stessa schiuma, grado di grossolanità etc.) si trova tra il gruppo delle schiume prive di Mg (le quattro più a sinistra in figura 2.27) e quelle contenenti un'aggiunta di Mg (le quattro più a destra in figura 2.27).

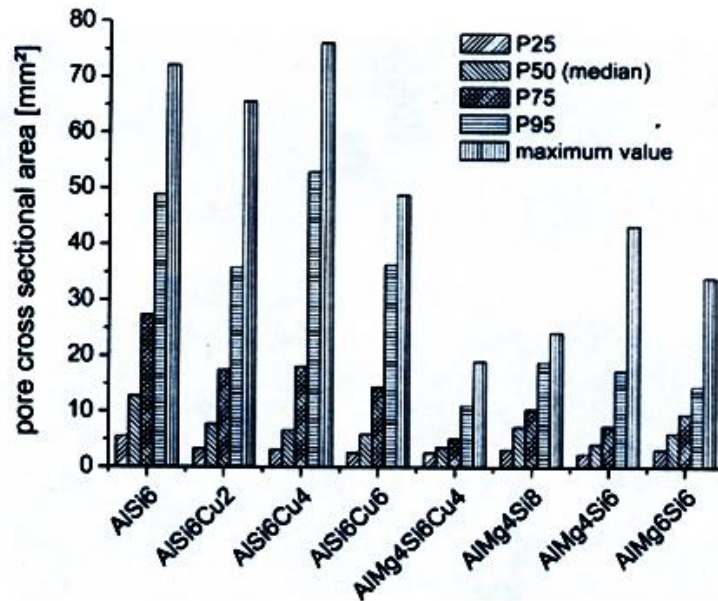


Figura 2.27 Distribuzioni dell'area dei pori di schiume altamente espansive realizzate a partire da differenti tipi di leghe. Tanto minore è il valore di P_n , tanto più fine e migliore sarà la schiuma. Il tasso di riscaldamento cui i dati si riferiscono è di 2.6K/s.

Dalla figura 2.27 si evince che utilizzando Mg come elemento in lega possono essere fabbricate e realizzate schiume con base Al-Si molto più omogenee e meno "grossolane" rispetto alle altre schiume in esame nel presente sottoparagrafo. Occorre comunque sottolineare che il magnesio può anche avere un effetto negativo sull'espansione della schiuma, nel caso venga utilizzato in proporzioni errate (in particolare alti contenuti) rispetto agli altri elementi presenti; a tal proposito si faccia riferimento ai dati in figura 2.28.

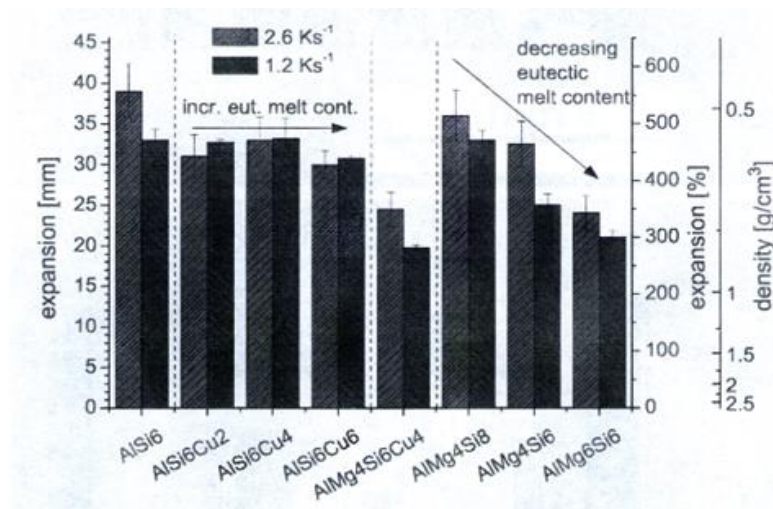


Figura 2.28 Valori dell'espansione massima di schiumatura raggiunti dalle diverse schiume in esame in due casi di velocità di riscaldamento

E' a questo punto chiaro che deve sempre esser realizzato un trade-off tra benefici ed effetti negativi conseguenti all'utilizzo di Mg in aggiunta alla lega Al-Si.

La lega AlMg4Si8 risulta essere un buon compromesso in tal senso: presenta infatti una buona espansione e una struttura porosa fine ed omogenea (figura 2.27, figura 2.28 e figura 2.29). Questa è la ragione per cui tale lega è stata ulteriormente ed approfonditamente studiata [61, 62].

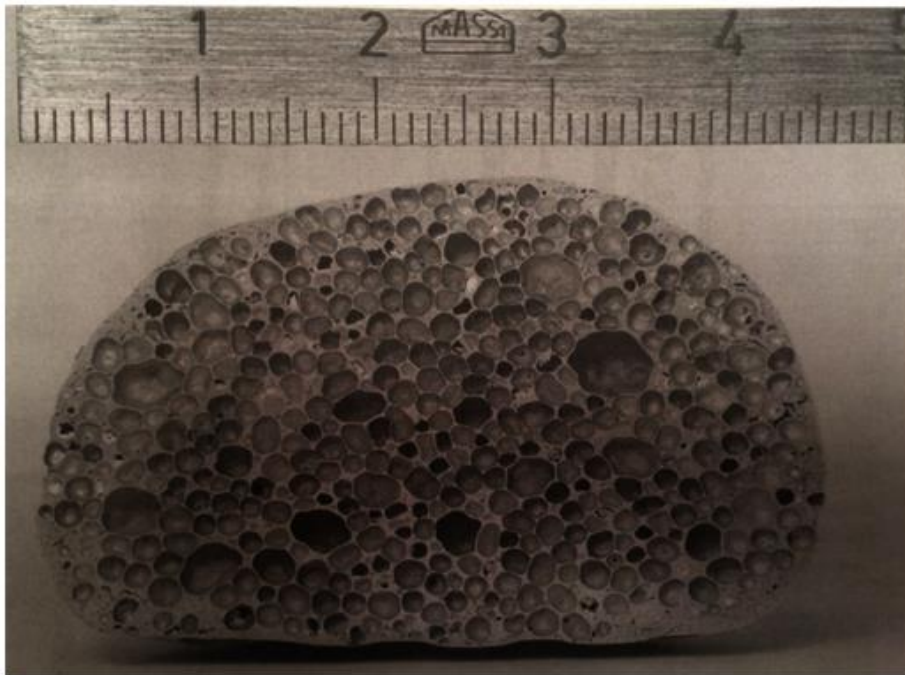


Figura 2.29 Fotografia di una schiuma realizzata a partire dalla lega AlMg4Si8 che mostra una struttura porosa uniforme e fine.

Un ulteriore vantaggio che comporta l'aggiunta di Mg, riguarda la sua capacità di rompere le pellicole di ossido durante il processo di pressatura delle polveri; in questo modo si ottengono dei compatti di polvere che si fondono molto più omogeneamente rispetto a compatti non contenenti polveri di Mg [69, 71].

Bisogna infine sottolineare il fatto che, oltre agli effetti sulla temperatura di fusione, gli elementi in lega, ed in particolar modo il magnesio, modificano le proprietà del fuso come la viscosità, la tensione superficiale e l'affinità all'ossidazione. La tensione superficiale è una potenziale forza "pilota" per la rottura delle pareti cellulari. Tutte le aggiunte di elementi di lega che vengono utilizzate nella realtà industriale hanno tale effetto, vale a dire ridurre la tensione superficiale dell'alluminio [66], ma il Mg ha un'influenza molto maggiore in tal senso rispetto a tutti gli altri elementi utilizzati come aggiunta nelle schiume a base Al-Si.

Finora non è però mai stato preso in considerazione l'agente schiumante e la sua influenza sul processo e sulle caratteristiche della schiuma finale. Questo è un argomento piuttosto vasto, che richiederebbe molte considerazioni. In questa sezione ci si limita tuttavia a constatare che la velocità di decomposizione dell'agente schiumogeno dipende fortemente dalla temperatura; per uno studio esauriente e rigoroso sull'argomento si rimanda a [53, 67, 68, 70]. Già da quanto appena esposto, si riesce comunque a comprendere il motivo dell'esistenza della stretta correlazione, seppur non perfetta, tra frazione di fuso e tasso di espansione della schiuma, che è tutto ciò che occorre sapere per la trattazione in corso d'opera.

Si possono a questo punto riassumere gli aspetti fondamentali per quanto riguarda l'aggiunta di rame e/o magnesio alla lega Al-Si:

- L'aggiunta di Mg e/o Cu alle leghe Al-Si migliora sia la struttura porosa della schiuma sia la sua massima espansione [49].
- Come terzo elemento in lega, il Mg mostra chiari vantaggi rispetto al Cu [71]: il principale vantaggio è la capacità del Mg di fornire un'elevata frazione di fuso alla temperatura di solidus ed eventualmente diminuire sia la tensione superficiale sia la viscosità; inoltre migliora significativamente il processo di compattazione che avviene durante la pressatura delle polveri.
- La lega AlMg₄Si₈ rappresenta un buon trade-off tra gli effetti benefici e i fattori negativi conseguenti all'utilizzo del magnesio come terzo elemento in lega.
- La propensione del magnesio all'ossidazione può aiutare molto a stabilizzare le schiume, ma può anche ostacolarne l'espansione allo stesso tempo.
- L'espansione della schiuma in stato semisolido è direttamente correlata alla frazione di fuso presente.
- La coalescenza dei pori inizia molto presto nel processo di schiumatura.

2.2.2 Aggiunta di zinco all'alluminio puro

Per le stesse ragioni esposte nel sottoparagrafo precedente, in questa sezione vengono presentati dati e diagrammi che si riferiscono a studi approfonditi, ma non viene discusso alcun dettaglio circa i campioni utilizzati, le modalità di esecuzione dei vari test, misurazioni etc. Nel caso si necessiti di tali informazioni si rimanda a [48].

Dallo studio formalizzato in [48] si evince come l'uso di una fase liquida transitoria a base di Zn renda la nucleazione dei pori più omogenea ed eviti la formazione di cricche nella produzione di schiume di alluminio. Si desume inoltre che l'evaporazione di Zn attraverso la superficie della parete cellulare contribuisce alla stabilità complessiva, fornendo pressione positiva di vapore durante il processo di schiumatura.

La schiumatura di un sistema Al-Zn non può tuttavia esser realizzata nella zona semi-solida, bensì richiede un basso livello di surriscaldamento (nel range di $20^{\circ}\text{C} \div 40^{\circ}\text{C}$).

I dati veramente significativi riguardo l'aggiunta di Zn alla polvere di Al per la successiva produzione di schiume concernono:

- I. La dinamica di espansione.

Vengono sotto riportati quattro diagrammi (che volendo si possono confrontare con quelli presentati nel sottoparagrafo 2.2.1).

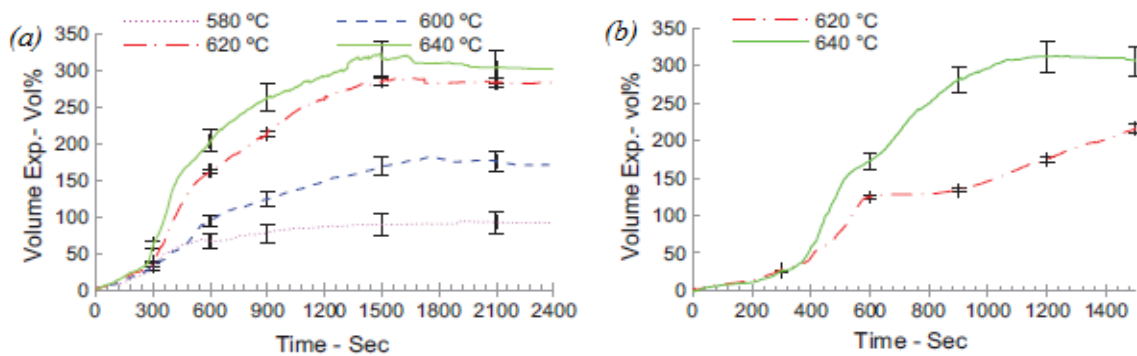


Figura 2.30 Curve di schiumatura per Al-33wt%Zn che mostrano l'espansione in percentuale di volume in funzione del tempo per: (a) campioni con diametro 20 mm (b) campioni con diametro 30 mm

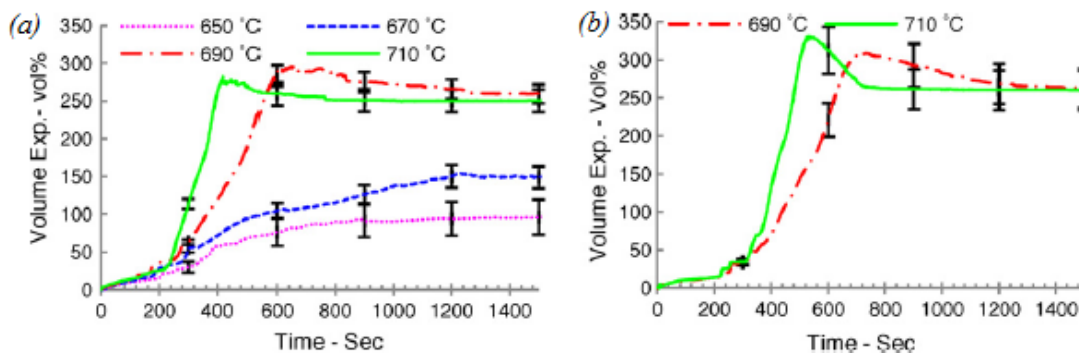
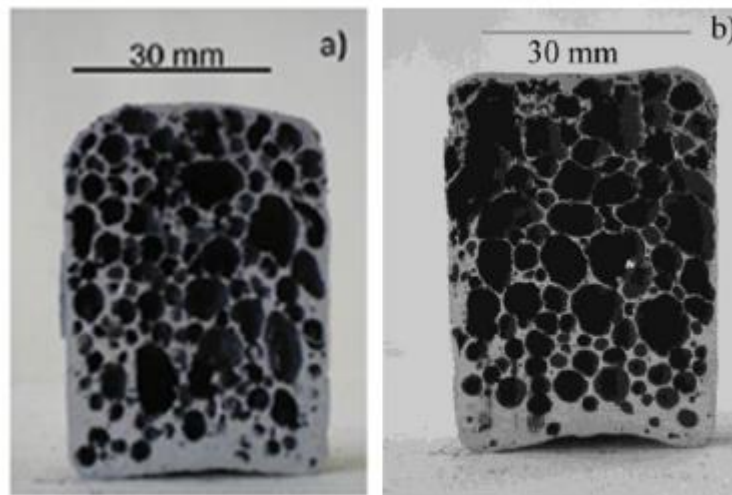


Figura 2.31 Curve di schiumatura per Al-10wt%Zn che mostrano l'espansione in percentuale di volume in funzione del tempo per: (a) campioni con diametro 20mm (b) campioni con diametro 30mm

II. La morfologia della schiuma finita.

Dai dati raccolti e dalle micrografie realizzate (di cui sotto son riportati alcuni esempi) si può affermare che le schiume prodotte a partire dalle leghe Al-10wt%Zn e Al-33wt%Zn presentano una struttura abbastanza omogenea alla massima espansione. Si è anche visto che l'aggiunta di una maggiore quantità di polveri di Zn si traduce in schiume aventi inferiori caratteristiche strutturali.

In ogni caso la struttura porosa nel caso di aggiunta di Zn risulta meno omogenea rispetto a quella derivante da un'aggiunta di Mg (vedi figura 2.29).



*Figura 2.32 (a) Schiuma Al-10wt%Zn prodotta a 690°C-720s
(b) Schiuma Al-33wt%Zn prodotta a 640°C-1500s*

III. Le proprietà meccaniche della schiuma finita.

I dati a disposizione da [48] sono quelli che danno origine al diagramma in figura 2.33. Questo può ancora una volta esser agevolmente confrontato con tutti i diagrammi riguardanti le proprietà a compressione presenti nel paragrafo 2.2. Dalla figura 2.33 si può subito constatare che il comportamento delle schiume in esame rispecchia quanto riportato in letteratura, in particolare in [2]: le curve riferite alla schiuma Al-33wt%Zn sono tipiche di un materiale fragile, mentre le curve riferite alla schiuma Al-10wt%Zn sono tipiche di un materiale duttile.

Nel complesso, comunque, la schiuma Al-10wt%Zn mostra proprietà meccaniche migliori rispetto alla schiuma Al-33wt%Zn. La caratterizzazione meccanica della schiuma Al-50wt%Zn non è stata eseguita a causa della scarsa schiumabilità [48].

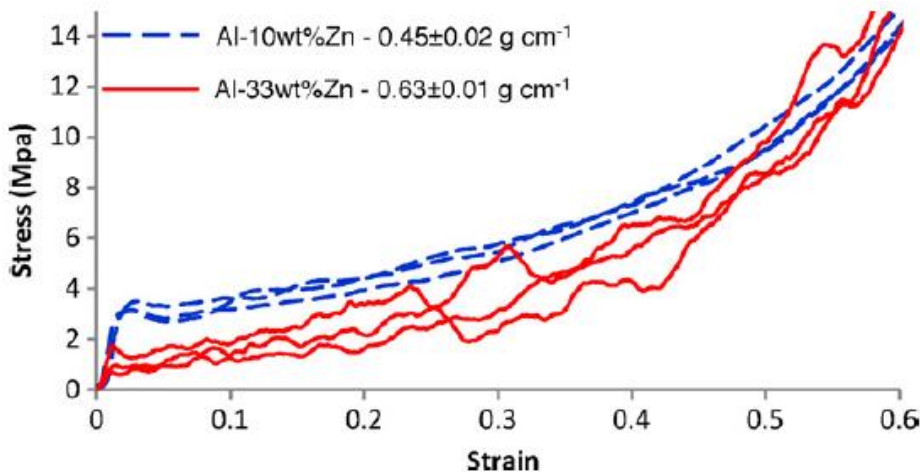


Figura 2.33 Curve tensione a compressione - deformazione per schiume Al-10wt%Zn prodotte a 710°C - 510s e schiume Al-33wt%Zn prodotte a 640°C - 1500s, in cui si è utilizzato un tasso di deformazione a compressione costante e pari a $10^{-3}s^{-1}$.

2.2.3 Aggiunta di manganese all'alluminio puro

Ancora una volta in questa sezione verranno illustrati solo i risultati dello studio completo che si può esaminare dalla lettura di [47].

Le schiume di alluminio a celle chiuse con differenti contenuti di Mn sono state prodotte a partire dal fuso, utilizzando Ca come agente addensante e TiH_2 come agente schiumante.

Gli effetti delle aggiunte di Mn sulle proprietà delle schiume di Al possono essere riassunti nei seguenti tre punti focali:

1. La distribuzione di Mn nelle pareti cellulari risulta piuttosto uniforme ed esso è principalmente distribuito nella matrice cellulare sotto forma di MnO_2 , Al_6Mn , soluzione solida Al-Mn e particelle di Mn non dissolte.
2. L'aggiunta di Mn migliora sensibilmente la micro-durezza, la zona di plateau derivante dallo sforzo a compressione e la tensione di snervamento della schiuma. Per garantire una deformazione duttile e una buona tensione di snervamento il contenuto di Mn deve essere limitato (figure 2.34, 2.35).
3. I punti di snervamento e collasso, nonché l'attrito tra le pareti cellulari è potenziato grazie alla formazione di Al_6Mn , al rafforzamento della soluzione solida e all'effetto barriera del Mn. Ne consegue che le schiume di Al contenenti Mn possiedono una capacità di assorbimento di energia più alta rispetto a quella delle schiume di Al puro disponibili in commercio (figura 2.36).

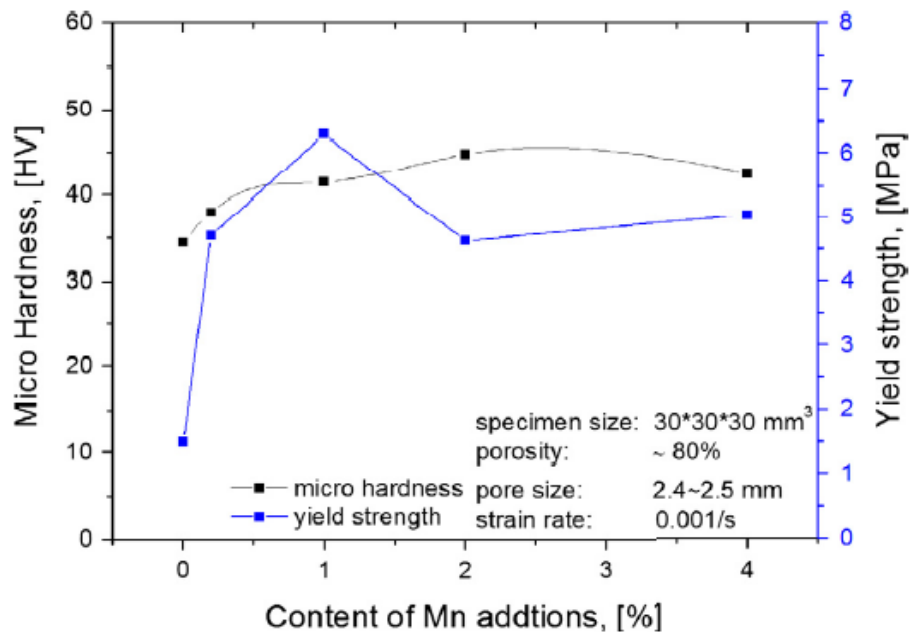


Figura 2.34 Variazione della micro durezza delle pareti cellulari della matrice e del punto di snervamento per schiume con differenti contenuti di Mn. (Nota: le linee disegnate fungono solo da guida).

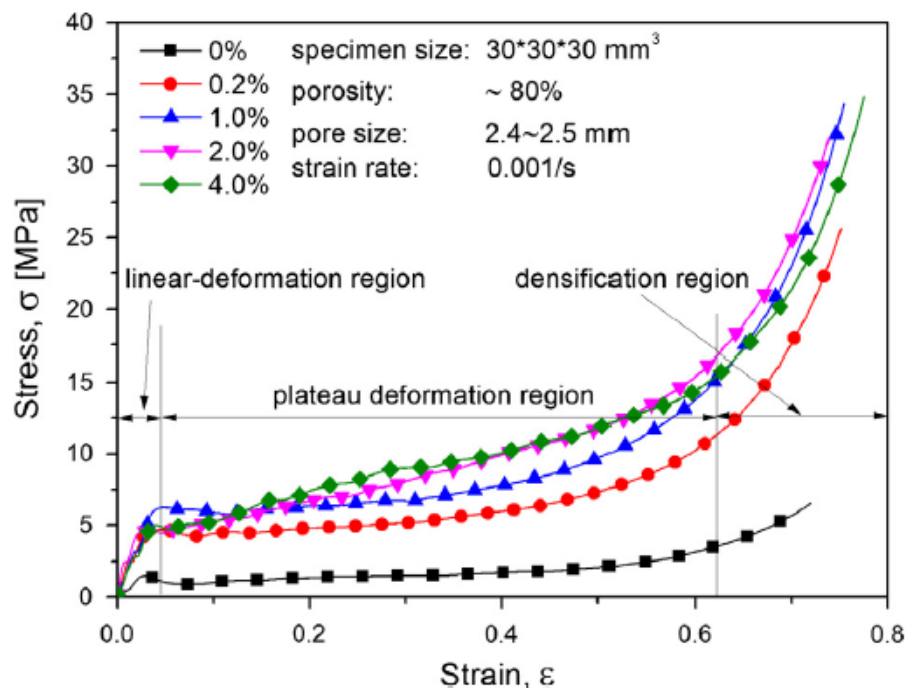


Figura 2.35 Tipiche curve ingegneristiche stress a compressione - deformazione di schiume con diversi contenuti di Mn.

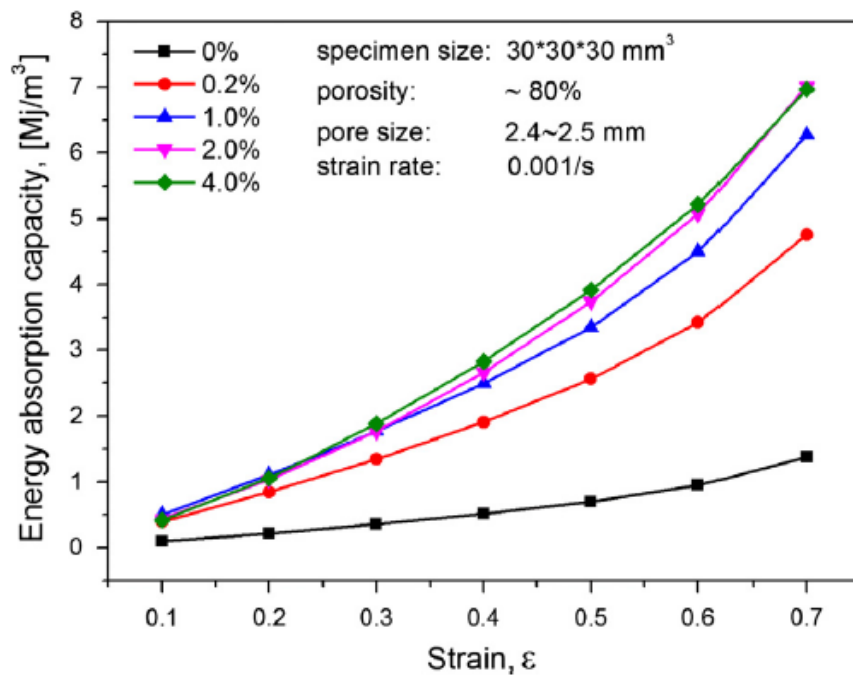


Figura 2.36 Variazione delle capacità di assorbimento di energia di schiume con differenti contenuti di Mn.

2.3 Applicazioni delle schiume metalliche

Con il passare del tempo, le interessanti e peculiari proprietà dei materiali metallici con struttura cellulare (che andremo a discutere in dettaglio nel successivo paragrafo) hanno favorito e tuttora favoriscono la crescente imposizione degli stessi, in un sempre maggior numero di settori e campi d'applicazione. Per rendersi conto di quanto realmente sia esteso l'utilizzo delle schiume metalliche (quello dei materiali cellulari è ovviamente ancora maggiore ma non di particolare interesse nella presente tesi), è opportuno prendere in considerazione i dati riportati in figura 2.37 [23]. Questi dati si riferiscono ad una situazione non più così recente (2007), ma sono i più significativi ad oggi raccolti: bisogna pertanto tener conto che le percentuali potrebbero esser variate.

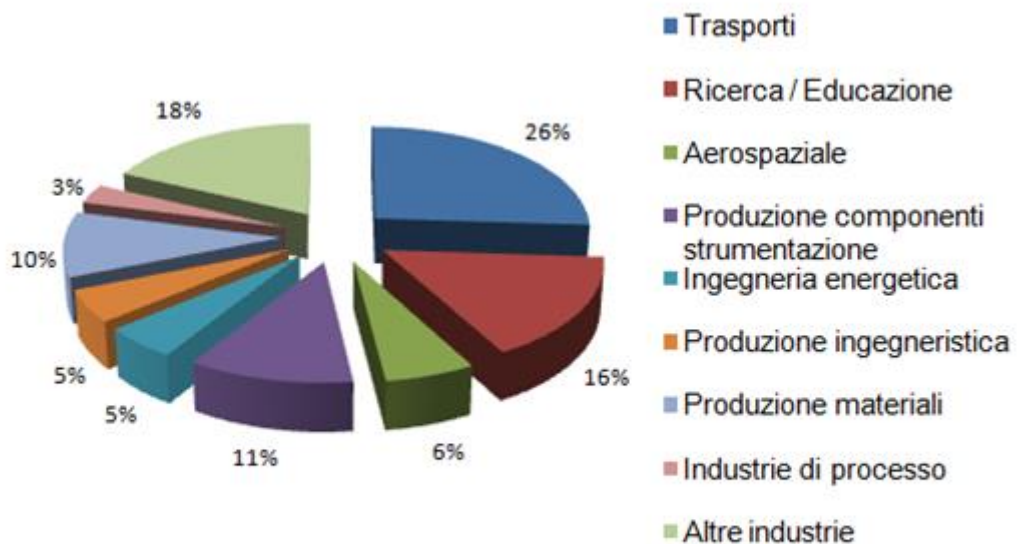


Fig. 2.37 Principali applicazioni delle schiume metalliche

Un insieme di fattori, come già delineato nel precedente capitolo, concorrono a determinare il campo di applicazione di una certa schiuma, in particolare:

- La sua morfologia (più in particolare porosità);
- La sua metallurgia (metallo, lega o stato micro-strutturale richiesto);
- Il processo con cui è stata prodotta (vedi paragrafo 1.3);
- Economicità (costo della schiuma e sostenibilità per alti volumi di produzione).

E' subito bene sottolineare come la voce di costo (in particolare la scelta del metallo di base e del processo produttivo da utilizzare) influisca pesantemente sulle decisioni circa la produzione di una certa schiuma: è chiaro infatti che qualsiasi processo per la produzione di schiume non ha senso di esistere nel caso in cui il proprio output non ha un costo che permette di imporre allo stesso un prezzo di mercato ragionevole rispetto ai prodotti concorrenti (ottenuti con differenti processi) presenti nel mercato. E' altresì vero che se le prospettive di sviluppo di una determinata tecnologia produttiva non portano a pensare ad una economicità futura, allora essa sarà sicuramente destinata al fallimento e all'abbandono.

Tuttavia, la morfologia di un materiale cellulare e pertanto anche di una schiuma metallica, costituisce l'aspetto più importante e cruciale per una qualsiasi valutazione dello stesso. Molte applicazioni, infatti, richiedono che una certa quantità di liquido o gas riesca a passare attraverso il materiale cellulare utilizzato nell'applicazione stessa. Ecco allora che, a seconda del tipo di impiego richiesto, sorgerà la necessità di un diverso grado di "apertura delle celle": si passa da quelle fortemente aperte fino ad arrivare a quelle completamente chiuse. Per ogni applicazione andrà pertanto selezionato un materiale che soddisfi le condizioni sopra citate.

Sebbene la classificazione presentata in figura 2.38 è ad oggi ancora discutibile e abbastanza qualitativa, si può certamente affermare che le applicazioni per cui possono essere impiegate le schiume metalliche si dividono, in funzione della porosità, in "strutturali" e "funzionali" [14]. Come a breve andremo ad analizzare in dettaglio, nella realtà applicativa, le schiume a celle aperte trovano impieghi strettamente funzionali (filtri, scambiatori di calore etc.), mentre le schiume a celle chiuse sono utilizzate in ambito strutturale.

Infine merita attenzione anche la questione riguardo quali materiali o leghe conviene scegliere per ottenere una determinata struttura (funzione dell'applicazione per cui è richiesta la schiuma da produrre): gli elementi strutturali, ad esempio, devono essere molto leggeri, altrimenti potrebbero essere tranquillamente sostituiti da materiali convenzionali. Per questa ragione, per applicazioni di tipo strutturale, vengono generalmente preferite schiume di alluminio, magnesio o titanio (in particolare nel campo delle protesi si preferisce il titanio per la sua elevata compatibilità con i tessuti mentre, nel caso di ambienti corrosivi o soggetti ad alte temperature, è richiesto l'utilizzo di acciai o schiume di titanio).

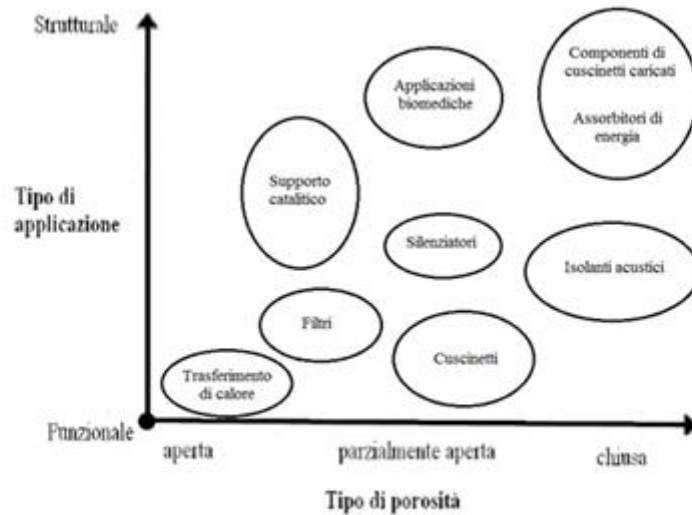


Fig. 2.38 Possibili applicazioni delle schiume metalliche in funzione del grado di apertura delle celle

A questo punto si possono analizzare in dettaglio le principali applicazioni delle schiume metalliche, che possiamo concettualmente suddividere in due grandi famiglie: applicazioni strutturali ed applicazioni funzionali.

2.3.1 Applicazioni strutturali

Grazie alla loro morfologia, le schiume metalliche a celle chiuse sono caratterizzate da un'elevata rigidità specifica ed un'elevata capacità d'assorbimento di energia (oltre che da altre proprietà molto importanti che si andranno ad esporre nel corso del presente sottoparagrafo); per tali ragioni, esse sono da subito risultate idonee per le applicazioni strutturali.

I settori maggiormente coinvolti ed attratti dalle applicazioni strutturali di questo tipo di schiume, sono i seguenti:

- Settore automobilistico;
- Settore aerospaziale;
- Industria navale;
- Settore ferroviario;
- Settore edile e civile;
- Settore biomedico;
- Tutti gli altri settori che richiedono strutture a basso peso ma aventi anche congiuntamente altre proprietà.

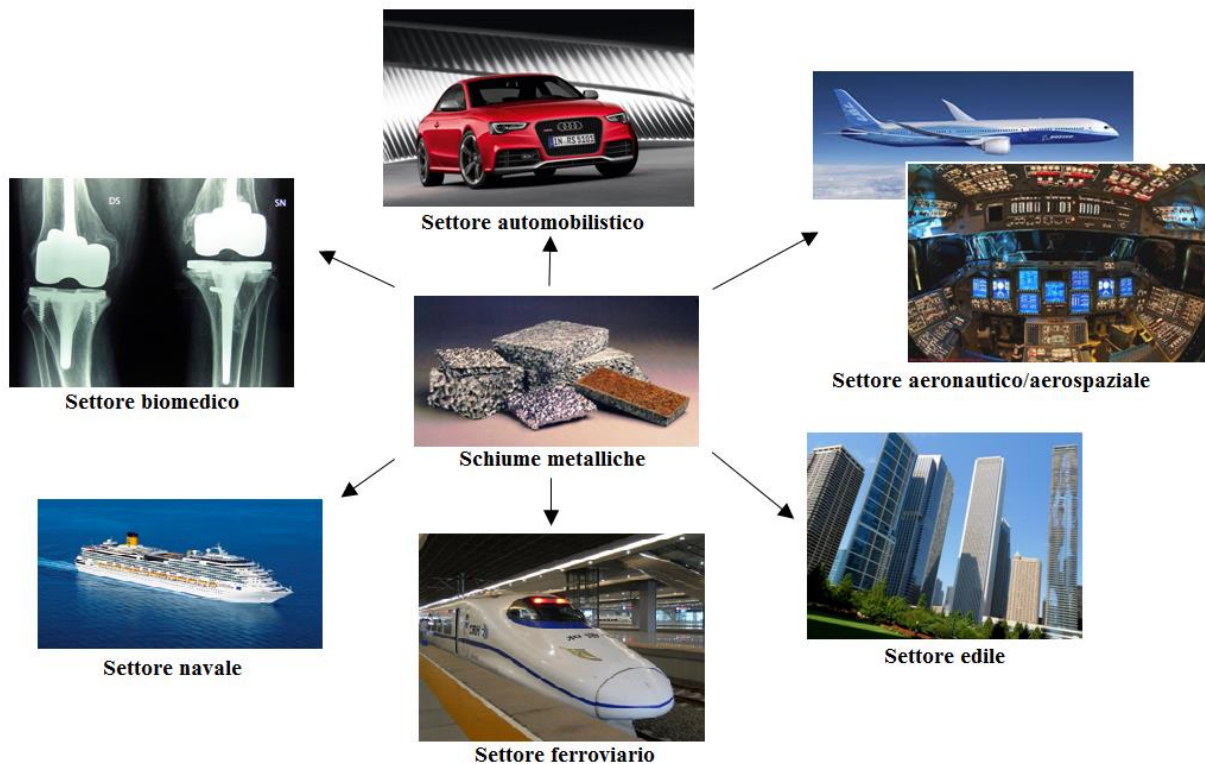


Fig.2.39 Applicazioni strutturali delle schiume metalliche

Andiamo ora a commentare brevemente l'utilizzo delle schiume metalliche in ognuno dei campi applicativi sopra elencati. Per una trattazione esaustiva e dettagliata si rimanda alla letteratura tradizionale, in particolare al riferimento [1].

2.3.1.1 Industria automobilistica

Fino a pochi anni fa, a causa della crescente richiesta e focalizzazione sulla sicurezza in campo automobilistico sia da parte dei clienti, sia da parte di enti pubblici (attraverso una legiferazione che imponeva standard di omologazione, in termini proprio di sicurezza delle vetture, sempre più rigidi, evoluti e di alto livello qualitativo), si è verificato un aumento del peso dei veicoli dovuto all'inserimento, negli stessi, di componenti più "robusti" e/o di tecnologie che in precedenza non esistevano.

Contemporaneamente, in relazione all'esponenziale aumento della sensibilizzazione delle persone riguardo al tema dell'ecologia ed alle sempre maggiori restrizioni in campo normativo per la salvaguardia dell'ambiente, si è verificata una domanda di drastica diminuzione dei consumi di carburante dei mezzi di trasporto. E' chiaro come tutto ciò si scontri con l'aumento del peso dei veicoli.

A complicare questa situazione già di per sé molto complessa, sono le richieste, specialmente in Europa e Giappone, di automobili dalle dimensioni sempre più compatte. Ciò ha portato a nuove problematiche legate all'ingegnerizzazione degli spazi dell'abitacolo, soprattutto in relazione alle esigenze di confort interno sempre più cariche di aspettative, vincolanti e particolari.

In risposta a tutte queste leggi e nuove tendenze, alcuni produttori hanno cercato di introdurre nuovi motori più ecologici (senza intaccarne le prestazioni) e, nella maggior parte dei casi, anche più compatti. Inoltre, gli stessi produttori, hanno tentato di ridurre peso e dimensioni di varie strutture, pur non a scapito del confort dei passeggeri (che, al contrario, stava diventando un fattore sempre più importante).

A questo punto però, sono sorti tutta una serie di altri problemi:

- Problemi di dissipazione di calore nel comparto motore, a causa della diminuzione delle sue dimensioni e degli spazi in cui poteva esser alloggiato;
- Problemi riguardanti la sicurezza dell'abitacolo durante gli incidenti, a causa della riduzione degli spazi di sicurezza (atti all'attenuazione della propagazione dell'urto all'interno della vettura etc.).

Infine, il confort era inteso anche in termini di isolamento acustico (soprattutto della zona motore), in modo da ridurre il più possibile la rumorosità verso l'interno dell'abitacolo e verso l'ambiente esterno. Questo ha portato all'esigenza di materiali fonoassorbenti diversi da quelli utilizzati fino a quel momento. Le schiume metalliche, in particolare quelle di alluminio, hanno fornito una possibile soluzione ai problemi appena citati. La figura 2.40 riassume i principali campi di applicazione delle schiume metalliche (validi in particolar modo nell'industria automobilistica).

Da questo schema, si evince facilmente come l'uso di schiume metalliche possono portare notevoli vantaggi in termini di:

- Assorbimento d'urti in direzione frontale e laterale alla struttura delle stesse;
- Minimizzazione di deformazioni elastiche e di smorzamento di vibrazioni;
- Isolamento acustico;
- Alleggerimento, attraverso una bassa densità, di pannelli e strutture 3D.

Si capisce quindi come le schiume metalliche siano materiali ideali (si potrebbe azzardare ad affermare "gli unici") per applicazioni multifunzionali, ossia per rispondere a situazioni in cui devono essere soddisfatti contemporaneamente requisiti di basso peso, di elevato assorbimento di energia di deformazione e di grandi capacità di smorzamento ed isolamento acustico. Al contrario, le schiume metalliche, non sono

materiali competitivi (soprattutto se confrontate con materiali standard molto più economici), quando si prende in considerazione un singolo requisito di quelli appena elencati.

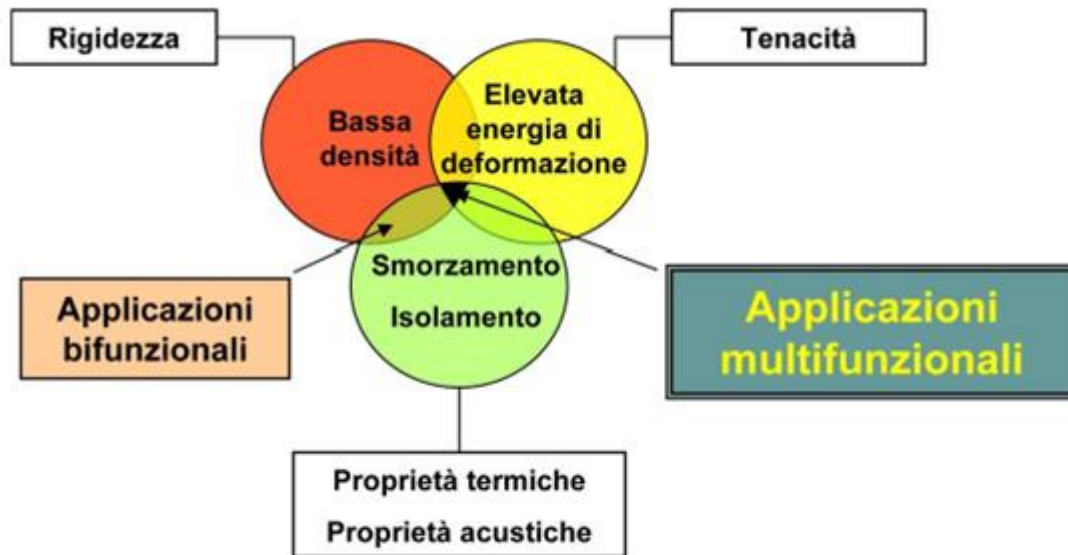


Fig. 2.40 Principali campi d'applicazione strutturale delle schiume metalliche

Come spiegato in dettaglio nelle pagine successive, strutture basate su schiume metalliche (specialmente con forma di “sandwich”) che combinano leggerezza ed elevata resistenza, possono aiutare moltissimo nella riduzione del peso delle automobili; esempi eclatanti sono i cofani piuttosto che i tettucci apribili che, per evitare importanti deformazioni torsionali o per prevenire vibrazioni degli stessi, richiedono comunque un’elevata rigidità associata a pesi il più possibile contenuti.

Interessante, per concludere, menzionare uno studio effettuato da Daimler Chrysler, in cui è stato messo a confronto un pannello in schiuma di alluminio (densità pari a 0.6 g/cm^3) con un foglio di magnesio prodotto per stampaggio ad alta pressione. Il risultato scaturito è stato considerevole: con pesi all’incirca equivalenti, le due strutture mostravano una resistenza a torsione molto simile [26].

2.3.1.2 Strutture a basso peso

L'applicazione di schiume metalliche in strutture e costruzioni a basso peso, dipende da due proprietà delle schiume stesse: la loro buona reversibilità (ossia la loro capacità di deformarsi in modo quasi elastico) e il loro rapporto tra resistenza meccanica e massa particolarmente elevato.

E' proprio grazie a quest'ultima proprietà che le schiume metalliche vengono utilizzate per la realizzazione di moltissimi tipi di strutture, ad esempio telai scorrevoli, braccetti di sterzo, vani motore etc.

Per comprendere meglio l'importanza dell'elevato rapporto tra rigidezza e massa, è utile tener presente che, nella stragrande maggioranza delle applicazioni reali, le schiume metalliche si trovano sottoforma di pannelli (strati piani, più o meno spessi, di schiuma metallica). A questo punto è utile analizzare come la rigidezza di un pannello risulti proporzionale al prodotto " Eh^3 ", dove con " E " si indica il modulo di Young della schiuma di cui il pannello è costituito, invece con " h " si indica lo spessore dello stesso pannello; il modulo elastico risulta direttamente proporzionale al quadrato della densità della schiuma (ρ), mentre lo spessore risulta inversamente proporzionale a ρ . Si deduce pertanto agevolmente come la rigidezza di un pannello avente una determinata massa è inversamente proporzionale a ρ : ciò significa che un pannello di schiuma con una densità pari ad un quarto di quella del metallo/lega di base, ha una rigidezza cinque volte maggiore di quella di un pannello "convenzionale" di ugual massa. In altri termini, minore è la densità della schiuma, maggiore è la rigidezza del pannello.

L'ipotesi della dipendenza quadratica del modulo di Young rispetto alla densità, riflette la maggior parte delle osservazioni empiriche effettuate su schiume metalliche con struttura casuale. Per quanto riguarda invece le schiume metalliche con struttura regolare a celle chiuse, si può osservare una dipendenza lineare di " E " dalla densità ρ . E' opportuno infine osservare che se si riuscissero a produrre schiume con meno imperfezioni, ci si potrebbe aspettare delle proporzioni migliori.

Nel caso di pannelli composti, i vantaggi attesi son ancora maggiori rispetto a quelli presentati dai pannelli semplici.

Si ricordi che i pannelli composti sono costituiti da uno strato di schiuma metallica contenuta tra due "pelli", facce o strati di metallo/lega (figura 2.41); nei casi presi in considerazione nella presente tesi, sono di alluminio o di una sua lega.

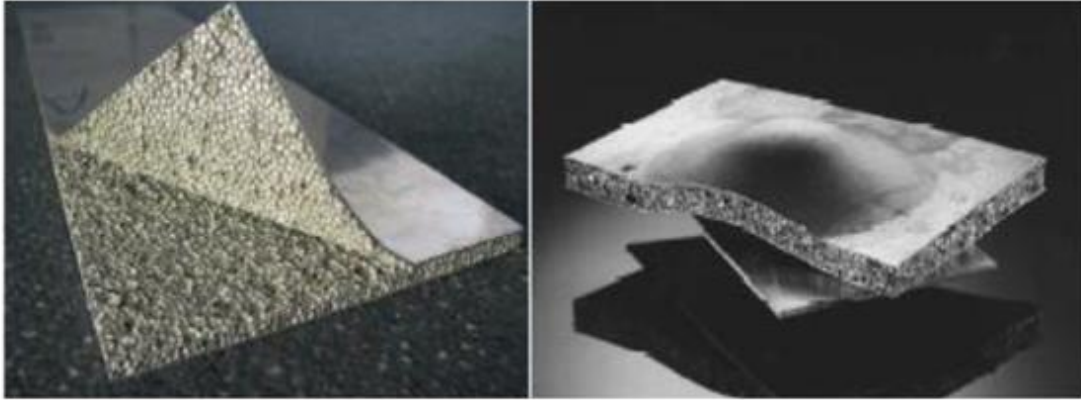


Figura 2.41 Pannelli composti o "sandwich"

Tuttavia, per determinare lo spessore ideale delle facce e l'adeguata densità della schiuma, è richiesta un'ottimizzazione del design. Inoltre, l'analisi e l'individuazione di una struttura con il peso minore e le migliori proprietà meccaniche/strutturali, è più complicata di quel che sembra: le strutture basate sulle schiume metalliche, infatti, non sono in competizione unicamente con i tradizionali materiali densi, bensì anche con strutture più convenzionali che presentano una distribuzione di massa ottimizzata (ad esempio le schiume di alluminio si devono confrontare con gli estrusi di alluminio, o ancora, i pannelli composti di alluminio con i pannelli, sempre di alluminio, ma a nido d'ape etc.).

A tal proposito, alcuni studi hanno mostrato come le prestazioni di queste strutture "alternative" siano simili, ed in alcuni casi addirittura migliori, rispetto alle prestazioni delle schiume metalliche e dei sandwich di schiume metalliche [2, 22, 24].

Nonostante quanto appena esposto, le strutture basate sulle schiume metalliche hanno altri vantaggi, che in alcuni casi le rendono assolutamente superiori rispetto a strutture "alternative" e più tradizionali:

- Permettono di produrre geometrie complesse più facilmente e conseguentemente con costi minori;
- Possono risultare più robuste, pertanto reagire in modo migliore ad urti o sollecitazioni che possono provocare danni significativi in altri tipi di strutture;
- Presentano proprietà addizionali (es. resistenza al calore, isolamento acustico etc.) che risultano spesso molto utili nella pratica applicativa.

E' doveroso prender atto come, a causa dei costi ancora elevati dei pannelli costituiti da schiume metalliche (in particolare di alluminio), un loro utilizzo non può esser motivabile solo con una riduzione di peso della struttura.

2.3.1.3 Isolamento dagli urti

L'utilizzo di schiume metalliche in applicazioni che richiedono capacità di assorbimento di energia meccanica (argomento particolarmente significativo per l'industria automobilistica), è facilmente spiegabile dall'elevata deformabilità plastica che presentano schiume stesse. Infatti, molti materiali metallici con struttura cellulare, risultano essere degli eccellenti "assorbitori di energia": essi mantengono una deformazione pressoché costante per un ampio intervallo di allungamento [3]. In particolare, nelle situazioni di urto dinamico o "crash", spiccano le schiume di alluminio, in quanto rispondono con un basso contraccolpo [31].

Nel settore automobilistico questa caratteristica è molto apprezzata in quanto le normative per la sicurezza passiva dei veicoli impongono che l'energia di collisione venga dissipata in aree predeterminate, così da proteggere al meglio la cellula passeggeri a prescindere dalla direzione secondo la quale si verifica l'impatto.

Sempre facendo riferimento al campo automobilistico, si possono distinguere vari intervalli delle velocità d'impatto:

- Nel caso di bassa velocità (compresa cioè fra i 3 km/h e i 10 km/h), l'energia d'impatto viene assorbita in modo completamente reversibile dai materiali elastici o idraulici;
- A velocità intermedie (anche sopra i 20 km/h, ma comunque non eccessivamente alte), si riscontra una deformazione controllata di alcuni elementi "anticollisione", inclusi nel veicolo ed appositamente progettati a tal fine, denominati "crash boxes". Questi ultimi, costituiti in genere da semplici tubi circolari di alluminio, si riescono a sostituire alquanto agevolmente dopo eventuali incidenti o scontri;
- A fronte di un impatto a velocità elevate invece, lo chassis si deforma in maniera irreversibile compromettendo la funzionalità del veicolo.

Occorre aggiungere a questo punto una riflessione circa il possibile verificarsi di plurime situazioni di impatto (vedi figura 2.42 sotto riportata). Per ognuna di queste, deve esser previsto un adeguato elemento (che si comporta cioè diversamente a seconda del tipo di impatto che deve assorbire) [6].

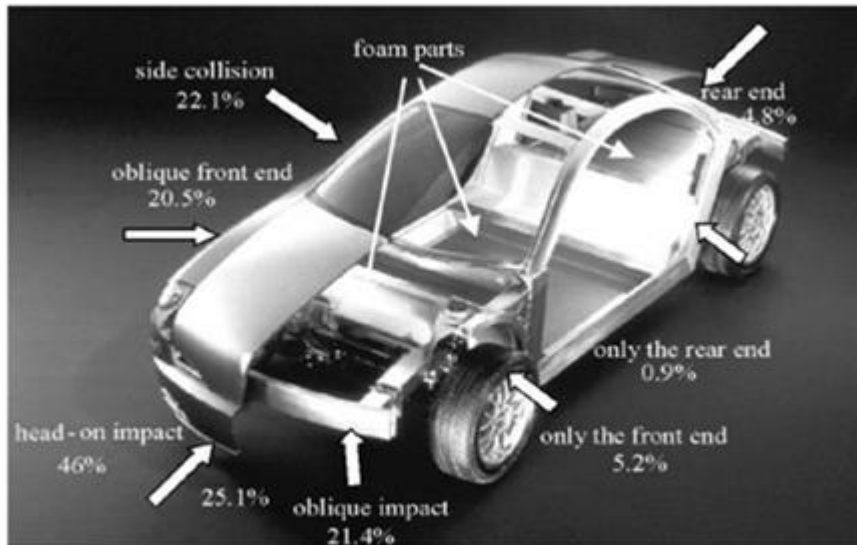


Fig. 2.42 Tipi di collisioni possibili e conseguenti danni visualizzati su di un'automobile Karmann contenente alcuni componenti in schiuma di alluminio IFAM

Tornando ad analizzare ora in generale le applicazioni di assorbimento degli urti, si può affermare che per la progettazione e la scelta di un idoneo elemento “assorbitore”, si può far riferimento ad alcuni criteri generali:

- Deve possedere caratteristiche di assorbimento di energia quanto più ideali, vale a dire che deve mostrare una curva σ - ϵ il più possibile rettangolare. Ciò significa che l'elemento presenta una deformazione proporzionale alle tensioni a cui è soggetto e cede solo dopo un determinato valore critico noto;
- Deve mostrare un'elevata capacità di assorbimento di energia per unità di volume, lunghezza o massa;
- Deve presentare una buona isotropia, in altri termini buone caratteristiche di assorbimento di energia per impatti che avvengono in direzioni diverse.

E' a questo punto oggettivo come, in generale, le schiume di alluminio (e più in generale i metalli cellulari omogenei) mostrino proprietà di assorbimento abbastanza buone. Esaminando le loro curve di snervamento, si nota sempre un “plateau” piuttosto ampio, ma anche una indesiderata pendenza residua (che in gergo viene chiamata “slope”) [6]. Inoltre, manifestano sempre un assorbimento di energia alquanto isotropico [24], tranne in alcuni casi in cui, il particolare processo produttivo adottato (si faccia riferimento al paragrafo 1.3) crea, per sua natura, anisotropie.

Ciò nonostante, è necessario evidenziare come gli studi si concentrino oramai prettamente su materiali cellulari contenuti tra lamine o fogli di materiale “denso”. Ciò è facilmente spiegabile: oltre ad una miglior protezione (fornita al nucleo cellulare) contro

la corrosione, le strutture composite palesano migliori caratteristiche di assorbimento di energia rispetto alle schiume “nude”. Quanto appena asserito risulta chiarissimo alla luce del diagramma riportato in figura 2.43, nel quale si confrontano le risposte a compressione, da un lato di una schiuma di alluminio con rivestimento esterno parallelo alla forza applicata (comportamento paragonabile a quello della schiuma stessa priva delle lamine “dense”), dall’altro lato invece di una schiuma di alluminio con rivestimento esterno perpendicolare alla forza applicata. E’ subito lampante come quest’ultima situazione porti ad un miglior comportamento a stress, oltre che a valori di resistenza alle tensioni più elevati (anche in presenza di maggiori valori di densità).

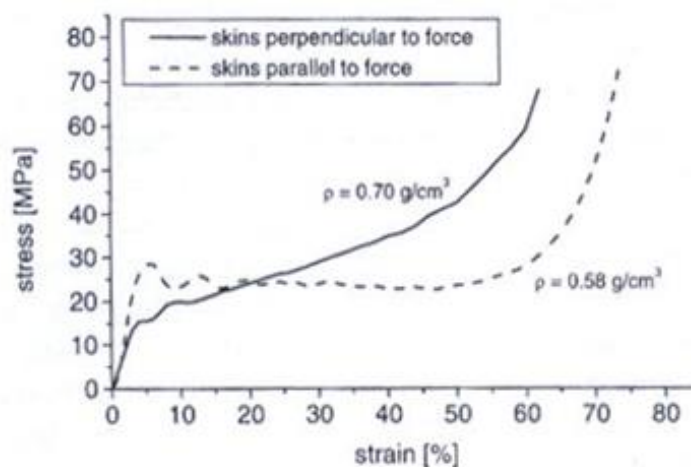


Fig 2.43 Diagramma sforzo-deformazione di due schiume di alluminio con rivestimento esterno rispettivamente perpendicolare e parallelo alla forza applicata

E’ subito lampante come quest’ultima situazione porti ad un miglior comportamento a stress, oltre che a valori di resistenza alle tensioni più elevati (anche in presenza di maggiori valori di densità).

L’effetto appena indagato, risulta ancora più evidente nel caso si confrontino una sezione riempita con schiuma ed una sezione vuota [24, 28]. Il riempimento cambia infatti significativamente il comportamento a deformazione e porta ad effetti addizionali di assorbimento, nonché ad un miglioramento delle prestazioni, prima fra tutte una importante riduzione di peso. Bisogna però anche considerare che le sezioni introducono anisotropie, pertanto, in questi casi, occorre distinguere tra comportamenti/urti assiali e torsionali [24, 28, 32].

2.3.1.4 Smorzamento meccanico, controllo delle vibrazioni ed isolamento acustico

I materiali cellulari, specialmente le schiume polimeriche, vengono frequentemente utilizzate per controllare le vibrazioni. Anche le schiume metalliche, in particolare quelle di alluminio, trovano talvolta applicazione per questo scopo. E' importante sin da subito tener a mente come queste ultime possono esser sfruttate in diversi modi per ridurre i disturbi derivanti dalle vibrazioni, ed è altrettanto importante non confondere i vari meccanismi fra loro.

Anzitutto le schiume di alluminio vengono impiegate per limitare il più possibile il problema delle vibrazioni indesiderate nei veicoli (non solo automobili, ma veicoli in generale), che si possono tradurre in potenziali danni strutturali (a fatica) e/o nella propagazione di rumori spiacevoli e fastidiosi nell'ambiente.

Infatti in un veicolo son presenti numerose fonti di rumore (e di calore); tipicamente le principali possono esser identificate, in ordine decrescente di importanza, in:

- Motori e basamento degli stessi, teste dei cilindri e coppa dell'olio;
- Impianti di scarico e sistemi di aspirazione;
- Sistema di trasmissione;
- Sistema di raffreddamento (ventole etc.);
- Tutti i pannelli costituenti la scocca/carrozzeria.

Per comprendere e spiegare il motivo per cui i metalli cellulari vengono adoperati anche a tale scopo, basta tener presente che la capacità di smorzamento di una schiuma metallica è circa dieci volte maggiore rispetto ai corrispondenti metallo o lega monolitici: grazie a questa particolare caratteristica, le vibrazioni possono essere eliminate in modo efficiente, ad esempio convertendole in calore [22]. Bisogna comunque ricordare che, in questo campo specifico, molti tipi di schiume polimeriche offrono migliori performance rispetto a quelle metalliche.

In molti casi l'obiettivo è pertanto attenuare un suono/rumore istantaneo: un classico esempio riguarda i passeggeri di un automobile che devono essere protetti da qualsiasi rumore proveniente da fonti esterne e, contemporaneamente, si deve anche garantire la massima limitazione circa la libera propagazione di rumori provenienti da specifici elementi (sopra elencati) all'interno dell'abitacolo.

Come schematizzato chiaramente nella figura 2.44, quando un'onda sonora impatta contro un materiale poroso viene parzialmente riflessa e la parte restante penetra all'interno della struttura cellulare. Questa, a sua volta, impatta contro la parte rigida del

meccanismo fonoassorbente realizzato col materiale poroso e viene così in parte assorbita ed in parte, invece, trasmessa dalla struttura stessa.

Tuttavia bisogna tener presente la possibilità di innesco di fenomeni di risonanza.

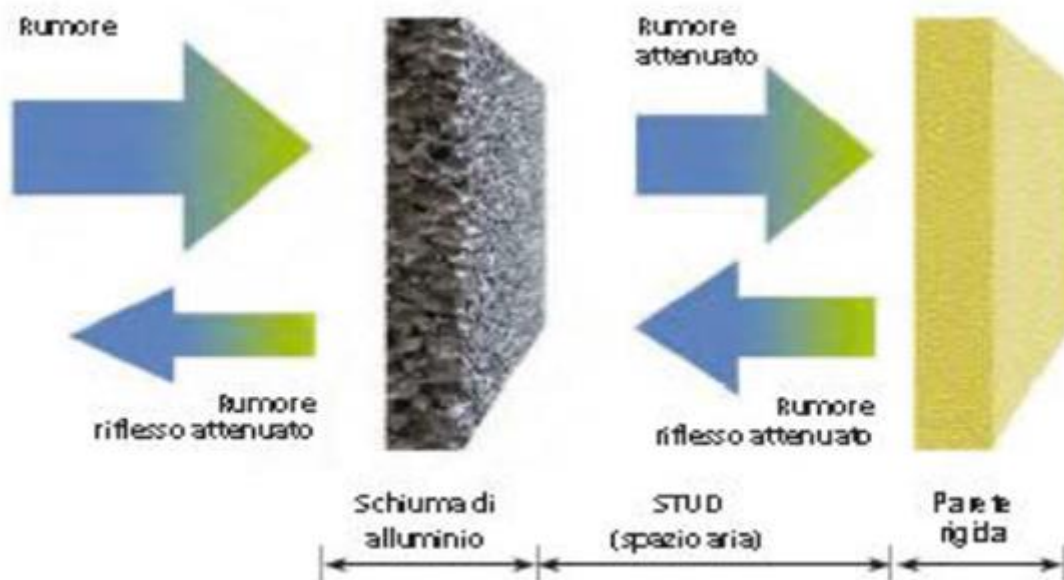


Fig. 2.44 Meccanismo fonoassorbente realizzato con schiuma di alluminio

La componente riflessa è attenuata da interferenze distruttive, in quanto la superficie della schiuma non è completamente chiusa; se la profondità media delle celle è dell'ordine di grandezza del millimetro allora tale meccanismo risulta efficace solo per frequenze elevate (>300 kHz). Le onde che al contrario penetrano nella struttura sono attenuate all'interno della schiuma, in misura maggiore se i pori sono interconnessi tramite piccoli canali. Le onde sonore infatti, numerose volte al secondo, pressano l'aria in questi ultimi: il flusso d'aria interagisce con le pareti delle celle stesse e il conseguente flusso turbolento provoca una dissipazione di energia (effetto di smorzamento).

Tutti i fenomeni descritti, verificandosi contemporaneamente, fanno in modo che le schiume metalliche abbiano elevati livelli di assorbimento, arrivando addirittura fino al 99% per alcune frequenze (range da 1 ÷ 5 kHz).

L'assorbimento dei rumori è un tema "caro" a diversi settori. Spesso però sono richieste congiuntamente buone caratteristiche di resistenza al calore e di auto-portanza. Ecco allora che le schiume di alluminio, essendo dotate di queste ultime due, potrebbero divenire un materiale assorbente ideale nel momento in cui si riuscisse a migliorare le

loro proprietà di assorbimento delle onde (non sufficientemente elevate a causa di una struttura principalmente a celle chiuse).

Un ultimo significativo approfondimento per quanto riguarda l'uso delle schiume metalliche nel campo ivi in esame, riguarda l'utilizzo che esse trovano in qualità di silenzianti. Specifiche schiume metalliche possono essere impiegate per realizzare componenti per attutire onde sonore, pulsazioni di pressione e ancora vibrazioni meccaniche. Schiume con determinata porosità smorzano, per loro natura, determinate frequenze e ne lasciano passare altre; anche repentini e considerevoli sbalzi di pressione nei compressori o, più in generale, nei meccanismi pneumatici, possono esser smorzati mediante schiume appropriate.

2.3.1.5 Trasporto pubblico, commerciale ed aeronautico/aerospaziale

Nel settore del trasporto ferroviario, l'applicazione delle schiume metalliche è molto simile a quella studiata per il settore automobilistico: principalmente, infatti, vengono utilizzate ai fini di garantire un adeguato assorbimento di un'eventuale energia d'urto. Un esempio interessante riguarda i treni giapponesi, figura 2.45, che fanno un massiccio uso di schiuma "Alporas" al loro interno, proprio per migliorare la capacità di assorbimento di energia d'urto e contemporaneamente coadiuvare l'isolamento acustico delle carrozze (realizzato anche con altri sistemi più tradizionali).

In campo ferroviario inoltre, le schiume metalliche rivestono un ruolo fondamentale per la riduzione del peso totale delle carrozze e delle motrici, quindi per il conseguente risparmio energetico [29]. L'attenzione all'ambiente è un tema molto attuale, la cui importanza è in continua crescita, tanto che all'interno delle grosse aziende esiste proprio una funzione CSR (Corporate Social Responsibility), che fino a qualche anno addietro non era neanche concepita, ma al giorno d'oggi risulta fondamentale per il successo strategico aziendale.



Fig. 2.45 Applicazioni delle schiume metalliche nel settore ferroviario e metropolitano

Tornando alla principale motivazione di utilizzo di schiume metalliche nel settore ferroviario, così come in campo automobilistico, le schiume metalliche vanno a formare due tipologie di strutture:

- Strutture frontali ad alto assorbimento (per urti a media e bassa velocità);
- Strutture frontali sacrificali con funzioni anticlimber (in caso d'urto, gli anticlimber hanno la funzione di evitare che una carrozza si muova verso l'alto, andando ad impattare contro la struttura sovrastante meno resistente).

Nel settore navale è posta particolare enfasi sul basso peso delle strutture. Le moderne imbarcazioni, non solo di piccole e medie dimensioni, bensì anche grandi navi mercantili, da crociera e petroliere, possono esser costruite interamente in alluminio (o sue leghe), con parti caratterizzate da struttura “a nido d’ape”. Essendo l’ambiente operativo contraddistinto da elevata umidità e salsedine (quest’ultima ha un effetto corrosivo sui materiali), il cuore di schiuma è unito alle lamiere mediante adesivi in poliuretano appositamente studiati e progettati.

Le proprietà delle schiume di alluminio, oramai ampiamente studiate, consentono ancora una volta la costruzione di strutture ad assorbimento di energia programmata, che fanno incrementare il livello di sicurezza passiva (o “crash worthiness”) delle imbarcazioni, come mostrato in figura 2.46.

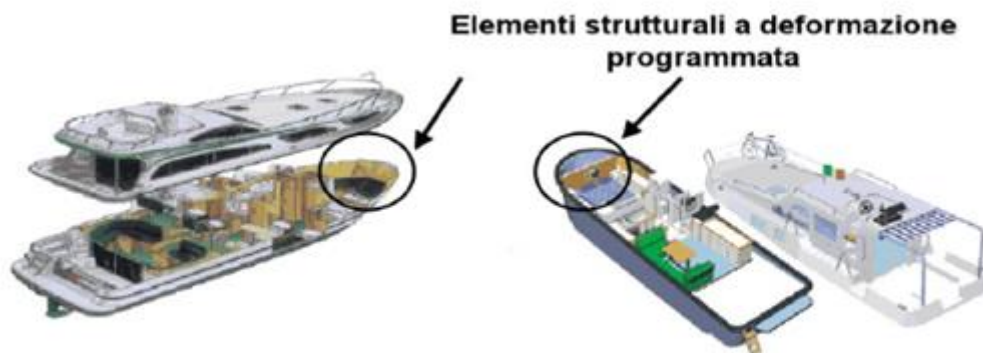


Fig 2.46 Applicazioni delle schiume metalliche nell'industria navale

Nel settore navale, perciò, le schiume metalliche sono principalmente impiegate per strutture atte all’assorbimento di energia, ma anche per la realizzazione di qualsiasi altro tipo di rinforzo strutturale, o ancora per la costruzione di ponti, paratie, scafi, pannellaria varia, piattaforme di elevazione, porte tagliafuoco (anche per altre loro proprietà che a breve analizzeremo).

In campo aerospaziale l’obiettivo primario è da sempre la riduzione del peso delle strutture. Sicuramente, negli ultimi due decenni, le schiume metalliche hanno portato grosse innovazioni in merito. Nella pratica operativa vengono oramai utilizzati pannelli e strutture in schiuma metallica, spesso di alluminio, in sostituzione alle costose strutture “honeycomb” essenzialmente per i seguenti motivi:

- Le schiume metalliche sono facilmente lavorabili anche per ottenere geometrie complesse;
- Le schiume metalliche (e i pannelli da esse costituiti) risultano esser più robusti;

- Le schiume metalliche presentano alcune interessanti proprietà che le strutture “honeycomb” invece non possiedono. Comportano inoltre ulteriori vantaggi, tra i quali i principali sono la loro isotropia in termini di proprietà meccaniche, una maggior resistenza alla deformazione ed infine permettono di creare strutture composite senza l’uso di collanti;
- Le schiume metalliche sono caratterizzate da costi molto inferiori ed in molti casi mostrano performance di più alto livello rispetto a materiali “honeycomb”.

Nel settore aerospaziale ed aeronautico le schiume metalliche vengono sfruttate, come in tutti gli altri loro campi d’impiego, anche per la realizzazione di componenti e strutture idonei all’assorbimento di energia ed onde d’urto, nonché come rinforzi strutturali localizzati (nel caso specifico, ad esempio, per rinforzare la cabina di pilotaggio o ancora le strutture portanti dei satelliti, etc.), ma anche al fine di proteggere equipaggiamenti elettronici sensibili e per sopportare proibitive condizioni ambientali (vuoto spinto, temperature estreme e rapidissimi sbalzi tra esse etc.).

2.3.1.6 Settore edilizio e civile

Nel settore edile e civile invece, le schiume metalliche sono apprezzate soprattutto per le loro proprietà di isolamento termico e per la loro acquisite resistenza al fuoco, oltre che per le loro sempre ben accette caratteristiche di bassa densità ed elevate proprietà meccaniche.

In sintesi, in campo costruttivo, le schiume metalliche vengono utilizzate primariamente per produrre pannellaria, strutture leggere rinforzate (come strutture portanti per pannelli solari), porte tagliafuoco, ma anche per incrementare rigidità, carichi utili e precisione di movimentazione rispettivamente di pannelli, strutture portanti e macchine utensili. Non meno importante è la loro applicazione per gli isolamenti elettromagnetici ed acustici.

Un interessante esempio che può essere menzionato a riguardo, concerne la costruzione degli ascensori. Questi, per assecondare i movimenti che sono chiamati a fare (continui accelerazioni e rallentamenti), dovranno essere il più leggeri possibili. Tale caratteristica permette anche di mantenere un relativamente basso consumo di energia per il funzionamento degli ascensori stessi. Il tutto deve però essere raggiunto senza rinunciare a questioni di sicurezza ed affidabilità; si comprende facilmente perché i materiali più indicati risultano essere, anche in questo caso, le schiume metalliche che, fra le altre cose, mostrano una sorprendente stabilità all’esposizione a fiamma libera (come si esporrà dettagliatamente nel sottoparagrafo 2.2.2, nonostante il loro punto di fusione che si aggira intorno ai 660°C, pertanto abbastanza basso).

2.3.1.7 Applicazioni mediche

Nel settore biomedico (in particolare inserti biocompatibili come impianti dentali o protesi ossee) le leghe di titanio o di cobalto-cromo, grazie alla loro estrema biocompatibilità, assumono notevole rilevanza. E' importante soffermarsi sul fatto che, al fine di stimolare ed assicurare la miglior crescita possibile dei tessuti, queste leghe vengono utilizzate molto frequentemente (praticamente sempre) sottoforma di strutture porose, prodotte tramite metodi particolari, come il "thermal spray" o affini. Per di più, impiegando schiume di questo tipo (specie quelle di titanio) si può far in modo di adattare le loro caratteristiche (soprattutto in termini di elasticità e durezza) e la loro densità ai requisiti delle specifiche applicazioni.

Ancor oggi, tuttavia, non si è arrivati ad un'unanimità in merito a come impianti di questo tipo devono essere strutturati nel dettaglio per assicurare la massima funzionalità e durata nel tempo. Vale la pena infine far notare come le più autorevoli ed accreditate teorie sostengono che, tanto più la struttura degli inserti biomedici è simile a quella ossea che vanno a sostituire, e tanto più l'impianto sarà migliore.

Si comprende pertanto come, conoscendo la relazione che sussiste tra la struttura e la densità di una schiuma, si possono facilmente produrre impianti con le caratteristiche più appropriate, garantendo al contempo biocompatibilità e massima stimolazione della crescita del tessuto osseo all'interno delle porosità della schiuma utilizzata allo scopo [38].

2.3.2 Applicazioni funzionali

Alcuni tipi di schiume possiedono particolari ed interessanti caratteristiche, assenti nei più classici metalli porosi, che le rendono particolarmente utili in alcuni contesti operativi che ora andremo brevemente a descrivere. Ancora una volta, per ulteriori dettagli si rinvia alla lettura del riferimento [1].

2.3.2.1 Filtri - separatori

Queste applicazioni richiedono alla struttura costituente il sistema un'ottima capacità di filtraggio oltre che buona ritenzione delle particelle, facilità di pulitura, proprietà meccaniche specifiche (sufficientemente elevate rispetto a valori dati da normativa), ottima resistenza alla corrosione e costi contenuti e sostenibili. Le schiume metalliche a celle aperte, proprio in virtù della loro struttura, rispondono esattamente a questi requisiti; ecco spiegato il motivo per cui molto spesso i sistemi di filtraggio sono composti da questo tipo di materiali.

A tal proposito è bene ricordare come, in realtà, esistono due tipi di filtri: filtri che trattengono solidi o particelle liquide disperse in un gas (es. filtraggio dei fumi derivanti dalla combustione di gasolio o benzina o ancora per la rimozione dell'acqua all'interno degli impianti di condizionamento etc.), e filtri che trattengono e separano particelle solide o fibre disperse in un liquido, pertanto in sospensione (es. filtraggio di combustibili liquidi, pulitura di polimeri liquidi riciclati o ancora rimozione delle fibre residue dalla fermentazione della birra etc.).

Sempre inerente al filtraggio, un'importante applicazione delle schiume metalliche riguarda la purificazione dell'acqua. Esse consentono infatti un'ingente diminuzione della concentrazione di ioni (indesiderati e nocivi) dissolti nell'acqua. Ciò è possibile perché, nel momento in cui l'acqua "contaminata" fluisce attraverso un'opportuna matrice metallica altamente porosa, gli ioni reagiscono con quest'ultima dando luogo ad una reazione riducente.

2.3.2.2 Scambiatori di calore e macchine di raffreddamento

In questo contesto sono richieste schiume metalliche altamente conduttive. Generalmente vengono utilizzate schiume metalliche a base di alluminio (o sue leghe) o rame (o sue leghe). Anche in questo caso risulta necessaria una struttura a celle aperte che comporta oltretutto un vantaggio ben accetto, vale a dire permette di minimizzare le perdite di carico.

In sistemi di questo tipo il calore può essere fornito/assorbito a/da un liquido o un gas, più in generale fluido, lasciandolo attraversare la schiuma.

Esistono numerosi esempi di applicazioni reali di questo genere; basti pensare ai dissipatori di calore compatti ad alto rendimento utilizzati per raffreddare dispositivi microelettronici (es. microchip di computer) che hanno notoriamente, per cause

dimensionali e strutturali, necessità di dissipare un'elevata energia per unità di volume. Oggigiorno i sistemi passivi di asportazione calore sono, nella maggior parte dei casi, formati da superfici alettate. Ciò nonostante, le schiume metalliche possono superare le prestazioni dei sistemi alettati: basta riuscire a selezionare i giusti elementi in modo che la schiuma derivante mantenga, simultaneamente, un elevato livello di conduttività ed una resistenza minima al passaggio del fluido. Ovviamente, essendo queste due caratteristiche "inversamente proporzionali", sarà indispensabile trovare il giusto trade-off. Per una trattazione completa riguardo questa specifica tematica, si rimanda ai riferimenti [24, 32].

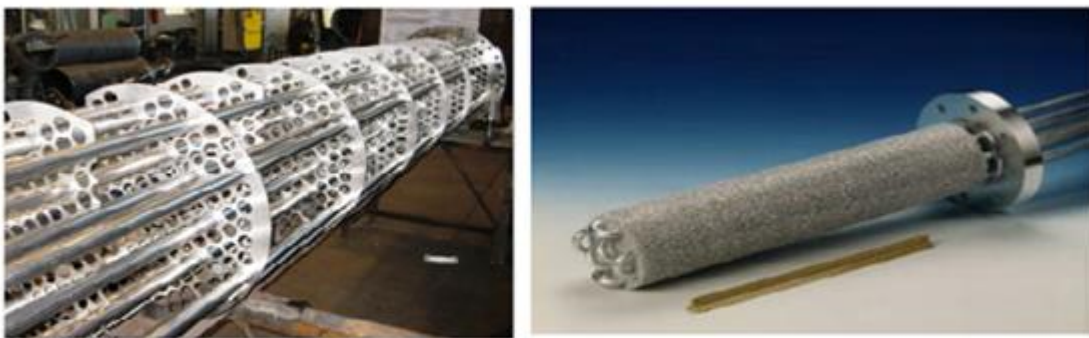


Fig 2.47 Utilizzo di schiume metalliche in uno scambiatore di calore a fascio tubiero (a dx) e scambiatore di calore dello stesso tipo tradizionale (a sx)

2.3.2.3 Supporti per catalizzatori

La fisica tecnica insegna che l'efficacia di un catalizzatore dipende criticamente dalla zona di interfaccia tra il catalizzatore stesso ed il fluido (liquido o gas) che si desidera far reagire. Proprio al fine di massimizzare l'area di reazione, la catalizzazione richiede una struttura altamente porosa: ecco che le schiume metalliche si adattano a tali situazioni, ma non sempre possono essere utilizzate per i più disparati motivi. In questi casi si può far uso di materiali ceramici, che presentano per loro stessa natura, una struttura fortemente porosa.

E' doveroso enfatizzare come i metalli cellulari, pur non presentando una superficie di interfaccia così estesa come i materiali ceramici, possano comunque sostituirli in molte applicazioni pratiche (talvolta si rivelano addirittura migliori), in quanto sono dotati di proprietà molto utili e vantaggiose, quali elevate conducibilità termica e duttilità.

Un esempio pratico di come si possano ottenere dei supporti per catalizzatori è quello presentato di seguito. Il processo di fabbricazione inizia con la preparazione di un

foglio di schiuma metallica, atta a fornire una buona resistenza alla corrosione al foglio stesso. Mediante laminazione ed indurimento ad elevate temperature, avviene poi il riempimento della schiuma con un impasto contenente la sostanza catalitica. Il sistema catalizzatore risultante possiederà in questo modo una buona resistenza meccanica. Catalizzatori di questo tipo vengono utilizzati per la rimozione di ossidi di azoto (NO_x), uno dei più pericolosi inquinanti ad oggi conosciuti.

2.3.2.4 Controllo del flusso del fluido

Una breve riflessione riguardante il controllo del flusso di un liquido o di un gas, è sicuramente confacente: i calibratori di flusso realizzati mediante metallurgia delle polveri risultano più accurati rispetto alle tradizionali valvole di microdosaggio. Questo, come ovvio supporre, è dovuto ai tanti gradi di libertà consentiti dai materiali cellulari.

2.3.2.5 Controllo termico: blocco delle fiamme

I metalli cellulari, essendo costituiti da pareti cellulari caratterizzate da un'elevata conducibilità termica, possono essere anche adottati allo scopo di fermare la propagazione delle fiamme nei gas combustibili; funzionano pertanto da ottimi isolatori di fiamma. Da svariati studi sperimentali, si evince come le schiume metalliche "open-cell" mostrano una capacità di arrestare/smorzare, senza alcuna difficoltà, fiamme che viaggiano fino ad una velocità di 550 m/s. La ripercussione pratica è sensazionale: lunghe condutture che trasportano gas combustibile sono largamente ed efficacemente protette dalla propagazione di eventuali fiamme e, nel malaugurato caso si inneschi una combustione, il fronte di fiamma non potrebbe comunque viaggiare a velocità sostenute [33] (risulta quindi molto più facile scongiurare spiacevoli e pericolosi incidenti).

CAPITOLO 3: Selezione e caratterizzazione delle polveri, descrizione del processo di realizzazione dei verdi e del processo di schiumatura.

3.1 Premessa all'attività sperimentale

L'attività sperimentale svolta presso l'associazione CIVEN - Veneto Nanotech (sede di Marghera, Venezia) che viene da questo punto in poi descritta, ha riguardato sia l'ottimizzazione del particolare ed innovativo processo utilizzato per la realizzazione/compattazione dei verdi (HVC) quindi l'ottimizzazione dei relativi parametri di processo, sia l'identificazione della composizione ottimale di un precursore per la schiumatura di alluminio da metallurgia delle polveri. Tuttavia, l'ottimizzazione della tecnica di "High Velocity Compaction" era già stata conseguita in passato per le schiume AlSi12; ciò ha fornito importanti indicazioni per lo svolgimento del lavoro effettuato nei laboratori del CIVEN (che verrà descritto in questo capitolo), permettendo di concentrare la produzione dei precursori in un intervallo limitato di parametri di processo comprendente certamente l'ottimo.

Si è potuto così dedicare maggior attenzione allo studio e al confronto di schiume di composizione differente (ma sempre a base AlSi12). In altre parole, si è voluto anche indagare sulla composizione che permette di ottenere la miglior qualità di una schiuma di alluminio (schiuma realizzata a partire da un "bottone" fabbricato mediante processo HVC ottimizzato) in termini di morfologia (distribuzione, forma e dimensioni dei pori interni alla schiuma stessa). Come evidenziato nei precedenti capitoli e nei riferimenti in essi riportati, è proprio la morfologia di una schiuma che determina tutte le proprietà (meccaniche, termiche, acustiche etc.) della schiuma stessa.

E' doveroso informare fin da subito come la selezione, la caratterizzazione, la miscelazione e la compattazione delle polveri siano state realizzate presso le strutture ed i laboratori dell'associazione CIVEN - Veneto Nanotech a Marghera, mentre la successiva fase di schiumatura è stata svolta presso le strutture MUSP di Piacenza, dalle quali gli schiumati sono stati nuovamente rispediti all'associazione CIVEN - Veneto Nanotech (sede di Marghera), dove sono stati ulteriormente analizzati. Una piccola parte dell'analisi finale è stata svolta al microscopio ottico presente nel laboratorio di metallurgia del DTG (Dipartimento di Tecnica e Gestione) dell'Università di Padova, sede di Vicenza.

Le schiume prodotte ed analizzate nel presente lavoro di tesi hanno tutte base AlSi12 (non è stato utilizzato l'alluminio puro perchè il silicio funge da stabilizzante). A tali polveri è stato aggiunto l'idruro di titanio (TiH_2), sempre in forma di polveri, non trattato termicamente, un particolare agente schiumante scelto per le sue importanti proprietà

durante il processo di deidrogenazione: la modalità e la cinetica di deidrogenazione di tali polveri rivestono infatti un ruolo fondamentale nel processo di schiumatura, pertanto influiscono in maniera molto significativa sulla struttura finale (in particolare son direttamente collegate alla porosità e alla densità finale della schiuma ottenuta), quindi influiscono pesantemente sulle proprietà della schiuma che viene realizzata.

Sono stati inoltre prodotti alcuni precursori compattando la stessa miscela di polveri appena descritta (AlSi12 + TiH₂), alla quale però è stata aggiunta una certa percentuale di polveri di Mg o di Sn, per motivi che verranno spiegati in seguito.

La definizione delle percentuali e della tipologia (morfologia, granulometria etc.) delle polveri di agente schiumante ed eventuali alliganti, sono state concordate tra DTG, Microsert e CIVEN – Veneto Nanotech.

Lo scopo più generale del lavoro che andremo di seguito a descrivere è quello di riuscire a realizzare, tramite la tecnica di High Velocity Compaction, delle schiume di alluminio aventi proprietà che rispettano gli standard di mercato, così da poter esser utilizzate nelle più svariate applicazioni (sia funzionali, sia strutturali).

A tal fine è stata studiata in dettaglio ogni singola fase fondamentale per la realizzazione, mediante tecnica HVC, di schiume di alluminio:

1. Scelta dei materiali;
2. Miscelazione delle polveri;
3. Compattazione – realizzazione del verde;
4. Schiumatura.

3.2 Selezione e caratterizzazione delle polveri

E' necessario tener da subito presente che, nel determinare la qualità di una schiuma, assume notevole importanza:

- 1) La distribuzione dell'agente schiumante e della matrice metallica. Quanto più tale distribuzione risulta essere uniforme, tanto più la qualità della schiuma tenderà ad esser elevata;
- 2) Garantire il coordinamento delle caratteristiche di decomposizione termica dell'agente schiumante e controllare la temperatura di fusione del metallo o lega metallica, onde evitare la formazione di cricche.

Si capisce già a questo punto come, ai fini del processo di schiumatura, la selezione delle polveri risulti essere uno step fondamentale.

La selezione delle polveri deve esser il più possibile accurata e coerente con il risultato finale che si desidera ottenere; generalmente viene effettuata in merito a purezza, dimensione e distribuzione dimensionale dei grani, elementi in lega ed altre proprietà fisiche. Questo è anche il criterio utilizzato per selezionare le polveri impiegate per la produzione dei campioni cui la parte sperimentale della presente tesi fa riferimento.

Una curiosità che può tornar utile in questo campo è che le polveri di alluminio atomizzate in aria evidenziano qualità sufficienti a garantire un risultato finale, in termini di schiuma, soddisfacente (anche rispetto a schiume derivanti da polveri più "raffinate" ottenute con tecniche più costose).

Per quanto riguarda la produzione di schiume di alluminio o di sue leghe (es. AlSi12), gli agenti schiumogeni tipicamente utilizzati sono idruri metallici (molto frequentemente viene impiegato l'idruro di titanio, TiH_2).

Nella miscela iniziale di polveri (che compattate andranno a costituire il verde), la quantità di idruri metallici solitamente usata è inferiore all'1% in peso della miscela iniziale stessa.

Sin dal principio del processo di produzione di schiume metalliche, quindi fin dal primo step di selezione delle polveri, è fondamentale considerare che la differenza tra la temperatura di decomposizione dell'agente espandente e la temperatura di fusione del metallo/lega metallica può causare la formazione di cricche, nonché la presenza di pori irregolari durante la fase di espansione che possono poi portare ad irregolarità nella schiuma finale [14].

Nella pratica operativa si cerca perciò di ridurre al minimo tale differenza, così da ottenere un'elevata qualità della schiuma. Questo risultato si può ottenere operando in uno dei due modi di cui appena sotto:

1. Si sceglie/fissa l'agente schiumante e, in funzione di questo, si sceglie opportunamente il metallo o la lega metallica che andrà a costituire la matrice solida della schiuma (si tiene cioè in considerazione l'intervallo di decomposizione dell'agente schiumante);
2. Si sceglie/fissa il metallo o la lega metallica e, in funzione di questo/a, si sceglie l'agente schiumante opportuno, che minimizza cioè la differenza tra le temperature in esame. In alternativa, si può anche effettuare un pre-trattamento termico dell'agente schiumante, così da ottenere per quest'ultimo l'intervallo di temperature di decomposizione desiderato e più consono all'applicazione.

Nel valutare la differenza tra la temperatura di decomposizione di un determinato agente schiumante e la temperatura di fusione del metallo/lega metallica (che andrà a costituire la matrice solida della schiuma finale), risultano piuttosto utili diagrammi del tipo appena sotto riportato (figura 3.1).

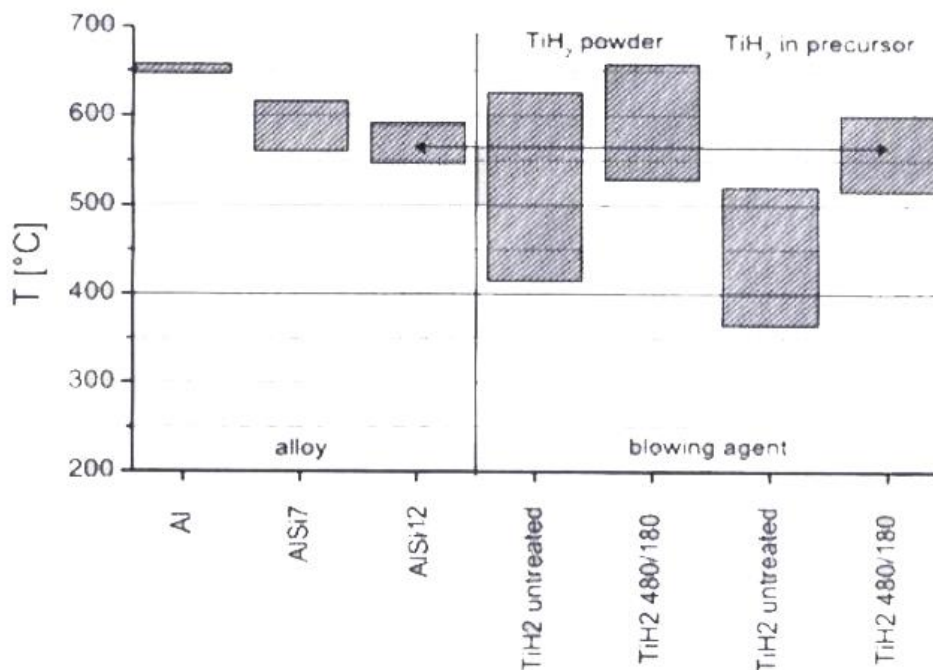


Figura 3.1 Intervalli delle temperature di fusione di alcune leghe di alluminio e delle temperature di decomposizione di diversi tipi di polveri di idruro di titanio.

Bisogna inoltre tener presente che le polveri di un certo metallo o lega metallica realizzate da diversi produttori non sono identiche, anzi, possono essere anche molto diverse fra loro; si capisce allora come si possano di conseguenza osservare considerevoli differenze nel comportamento di schiumatura delle stesse.

E' necessario prendere sempre in considerazione quanto appena asserito perché cruciale per la determinazione della qualità del prodotto finale. Tali valutazioni devono esser sempre ponderate ed unite ad osservazioni riguardanti i principali fattori economici per conseguire il trade-off ottimale tra qualità e costo.

La scelta delle polveri utilizzate per produrre tutte le schiume analizzate nel presente lavoro di tesi è stata effettuata nel pieno rispetto di tale criterio.

Un ruolo sicuramente importante e non trascurabile nel determinare la qualità del prodotto finale è rivestito dalla composizione delle miscele di polveri di partenza: nel nostro campo di interesse, ad esempio, il contenuto di idruro di titanio e silicio al di fuori di un certo range (determinato sulla base di dati empirici già a disposizione) dà luogo a livelli di schiumatura insufficienti o a schiume finali con difetti macroscopici inaccettabili.

3.2.1 Polveri metalliche a base di Alluminio

Le polveri metalliche a base alluminio scelte per la produzione delle schiume, studiate ed analizzate in questo capitolo, sono le seguenti:

Polveri	Produttore	Granulometria	Composizione	ΔT fusione
Al12Si	ECKA Granules	< 75 μ m	Al bal., Si 12% wt.	575°C ÷ 600°C

Queste polveri son risultate esser le migliori per lo scopo del nostro progetto grazie al loro relativamente basso punto di fusione e alle loro buone, se non ottime, proprietà di schiumatura.

In commercio esistono tuttavia altre tipologie di polveri a base alluminio (anche frequentemente utilizzate in varie applicazioni) che però, per lo studio che si è voluto effettuare, son risultate essere meno adatte. A titolo di esempio, le polveri di alluminio puro, denominate "54NS", potrebbero evidenziare dei problemi di processabilità non eliminabili durante la fase di compattazione ed inoltre presentano delle temperature di fusione piuttosto elevate (646°C ÷ 664°C).

3.2.1.1 Analisi LOM polveri Al₂Si ECKA Granules

Le analisi metallografiche condotte in microscopia ottica costituiscono un elemento indispensabile per una buona caratterizzazione delle polveri che andranno a costituire la matrice solida della schiuma. Per quanto riguarda invece gli altri tipi di polveri utilizzati nella produzione delle schiume inerenti al progetto in esame (TiH₂, Mg, Sn), si è passati immediatamente ad una analisi SEM per questioni di significatività delle relative immagini risultanti.

In figura 3.2 è riportata un'immagine del microscopio ottico "Leica DM6000 M", ovvero lo strumento utilizzato per le analisi LOM inerenti al nostro progetto. Esso è munito di sei lenti, in particolare: 12.5X, 50X, 100X, 200X, 500X, 1000X. È presente sia nei laboratori dell'associazione CIVEN a Marghera (Ve), sia nel laboratorio di metallurgia del DTG a Vicenza (con l'unica differenza che quest'ultimo è anche dotato della funzione di "auto-stitching" che, come sarà esposto in dettaglio nel paragrafo 3.4, si è verificata esser fondamentale per un'analisi più rapida e precisa delle schiume di nostro interesse).



Figura 3.2 Microscopio ottico Leica DM6000 M

L'obiettivo panoramico 12.5x è stato concepito appositamente per le scienze dei materiali e, assieme all'asse ad illuminazione incidente, permette di ottenere immagini panoramiche con eccezionale profondità di campo ed illuminazione ottimale. Per tali ragioni, questa lente si è rivelata essere la più adatta per estrapolare le immagini delle numerose sezioni delle varie schiume che sono state studiate, dalle quali sono scaturiti tutti i dati che costituiscono il fulcro del lavoro esposto in questa tesi.

I comandi di tale microscopio e della sua fotocamera sono perfettamente integrati al software Leica Application Suite (LAS), così da poter eseguire comodamente i lavori di documentazione [11]. E' inoltre possibile memorizzare velocemente tutti i parametri del microscopio e della fotocamera (esposizione, guadagno, lampada etc.), così da poterli riutilizzare all'occorrenza (si possono cioè ricreare facilmente le stesse condizioni di osservazione memorizzate in precedenza); anche le immagini osservate possono essere catturate e salvate sulla memoria del computer in modo semplice e rapido.

Il software (LAS), fornito con il microscopio, permette anche di analizzare le immagini ricavate con il microscopio stesso ed eventualmente realizzare alcune elaborazioni: fornisce ad esempio il conteggio del numero di particelle presenti in una determinata area (previa opportuna operazione di threshold manuale), ne rileva la dimensione, ne misura il diametro, ne calcola il diametro medio etc.

Tuttavia, per l'analisi delle immagini delle varie sezioni di interesse nel progetto che stiamo discutendo, si è scelto di utilizzare "imageJ", un software specifico (open source). E' uno dei software più utilizzati in questo campo: permette infatti di operare ed elaborare le immagini in modo anche piuttosto complesso (per approfondire l'argomento si rimanda al paragrafo 3.4 o alla lettura del manuale d'uso scaricabile gratuitamente da internet).

Nelle figure 3.3 e 3.4 vengono riportate le micrografie LOM delle polveri ECKA Granules (Al₁₂Si) realizzate con il microscopio ottico "Leica DM6000 M". In queste immagini si possono distintamente osservare delle zone più scure all'interno delle particelle che sono dovute alla presenza più o meno elevata di silicio.

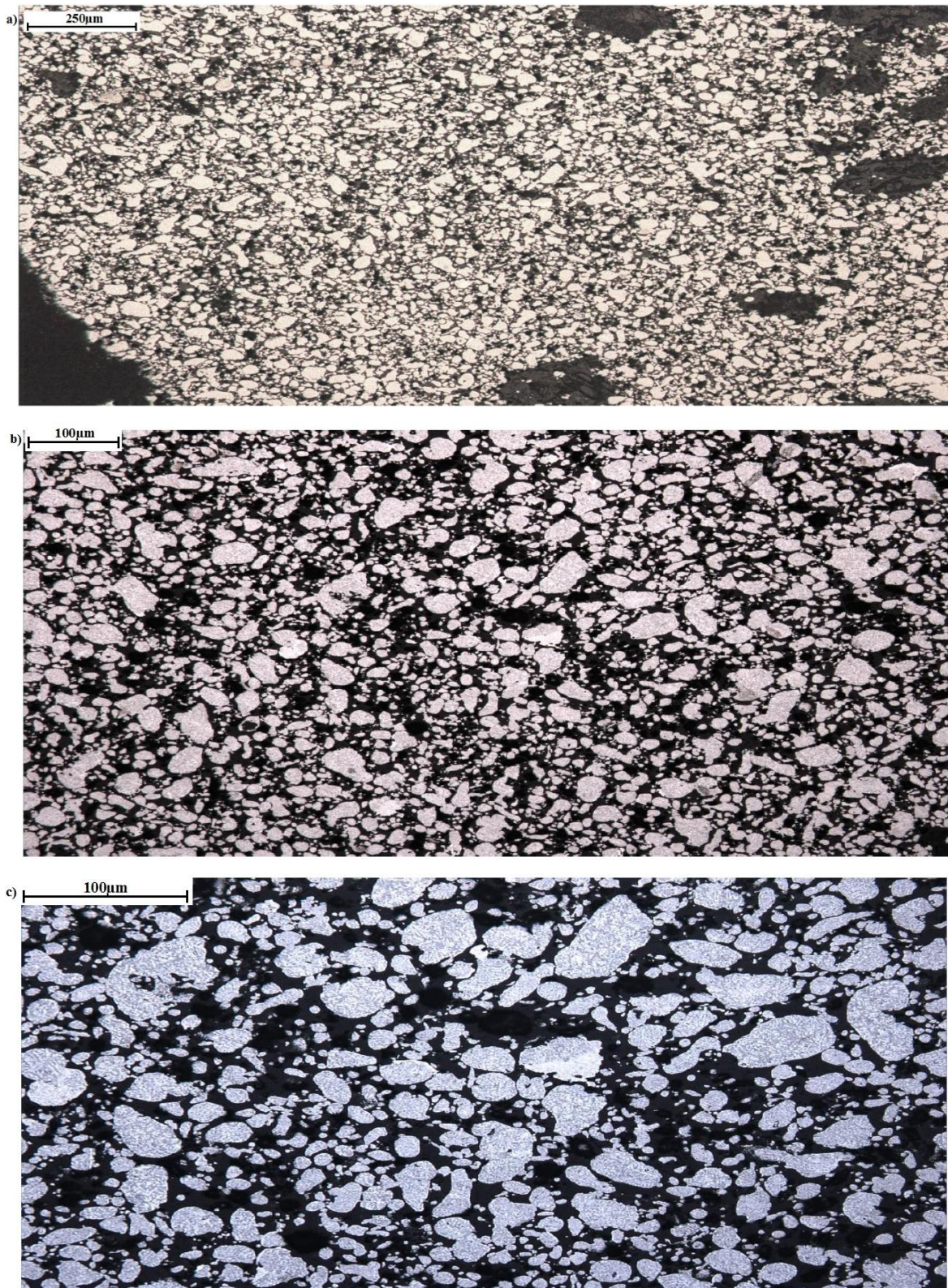


Figura 3.3 Micrografie LOM Al₁₂Si ad ingrandimenti a)50X b)100X c)200X

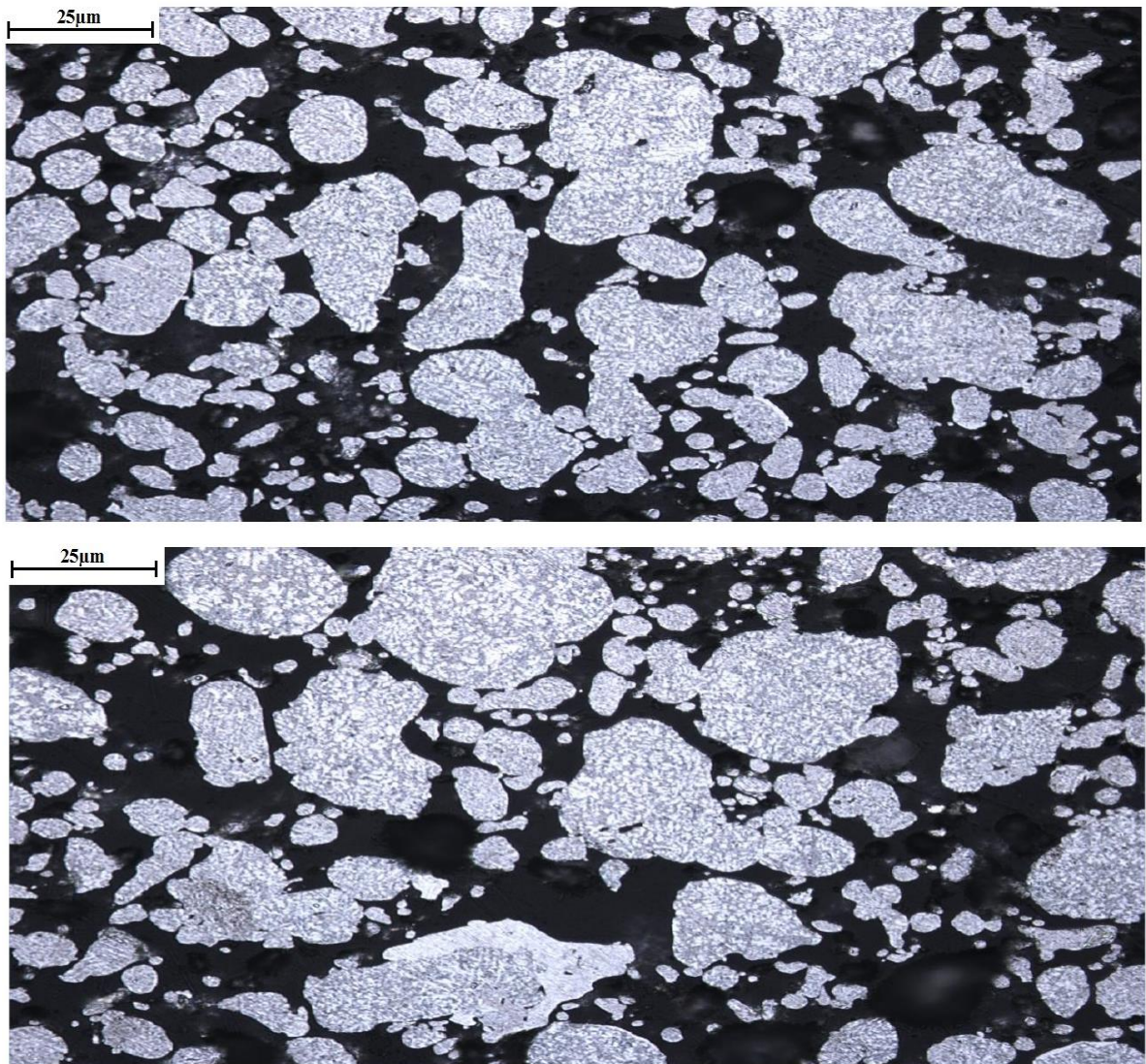


Figura 3.4 Micrografie LOM Al12Si ad ingrandimento 500X

3.2.1.2 Analisi SEM polveri Al12Si ECKA Granules

Lo strumento adoperato per l'analisi SEM di tutte le polveri utilizzate per produrre le schiume esaminate nel presente lavoro di tesi (ovviamente Al12Si comprese), è il microscopio elettronico a scansione Tescan-Vega2 Lmu.

Ecco che, arrivati a questo punto, appare opportuno aprire una breve parentesi circa le caratteristiche ed il funzionamento di tale microscopio (per i dettagli si faccia riferimento a tutta la letteratura ed i manuali presenti e facilmente reperibili in rete [72]). Anzitutto occorre sottolineare come l'osservazione al SEM permette un'analisi delle polveri molto più accurata rispetto a quella eseguita con il microscopio ottico. Per questa ragione, solitamente, si inizia utilizzando il microscopio ottico e

successivamente si passa al SEM. Quest'ultimo difatti può raggiungere ingrandimenti nettamente superiori rispetto a quelli ottenibili con un microscopio ottico (ordini di grandezza diversi) ed evidenzia tra l'altro un contrasto migliore.

In figura 3.5 si può vedere come si presenta esternamente un microscopio elettronico a scansione e una tipica postazione di lavoro al SEM. In figura 3.6 invece, considerata l'elevata complessità dello strumento, vengono riportati due schemi di funzionamento complementari, così da evidenziare tutti i componenti fondamentali di un SEM.



Figura 3.5 Microscopio elettronico a scansione Tescan-Vega2 LMU

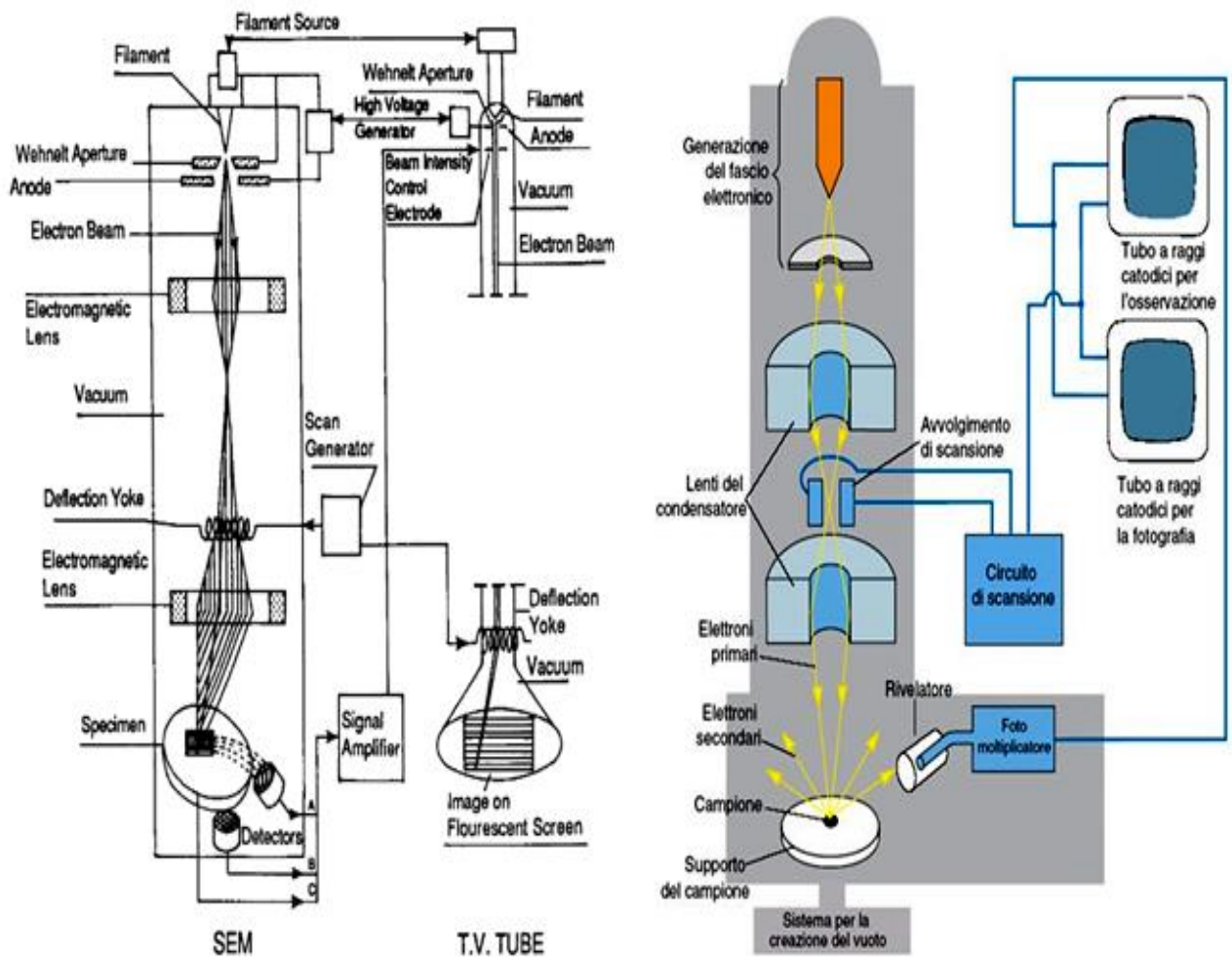


Figura 3.6 Schemi di funzionamento complementari microscopio elettronico a scansione

Il funzionamento di un microscopio elettronico a scansione (SEM) può essere brevemente descritto come segue. Un cannone elettronico emette un fascio di elettroni per effetto termoionico, a partire da un filamento (generalmente di tungsteno); tale fascio viene accelerato dal campo elettrico esistente tra catodo (costituito dal filamento stesso mantenuto ad elevato potenziale negativo) ed anodo (collegato a massa). All'uscita del cannone elettronico, il fascio ha un diametro di circa $50\ \mu\text{m}$ e, come si vede dagli schemi riportati in figura 3.6, subisce poco dopo una prima riduzione ad opera dei condensatori. Un obiettivo effettua poi la riduzione finale del fascio (a circa $50\div 100\ \text{\AA}$) e lo focalizza/indirizza sul campione che si desidera osservare. Le due coppie di bobine di deflessione presenti nell'obiettivo costringono il fascio secondo linee parallele successive, facendogli così esplorare una determinata zona del campione. Proprio per il motivo appena esposto, il fascio viene definito spesso, a questo punto, "pennello elettronico".

I segnali emessi dal campione vengono quindi captati da un rivelatore, amplificati e rappresentati sullo schermo di un tubo a raggi catodici che mostrerà l'intensità dell'emissione in funzione della posizione del pennello sul campione [13], quindi una porzione di campione notevolmente ingrandita sullo schermo del computer connesso al sistema SEM.

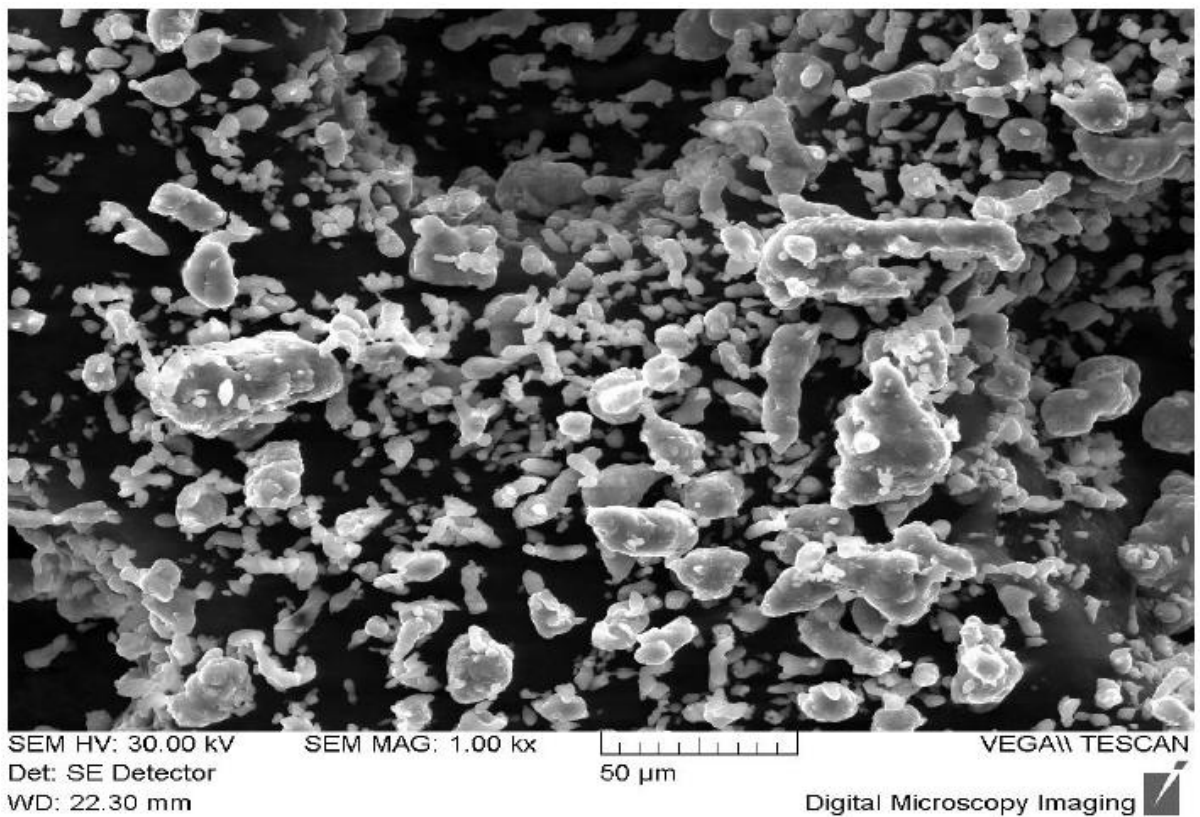
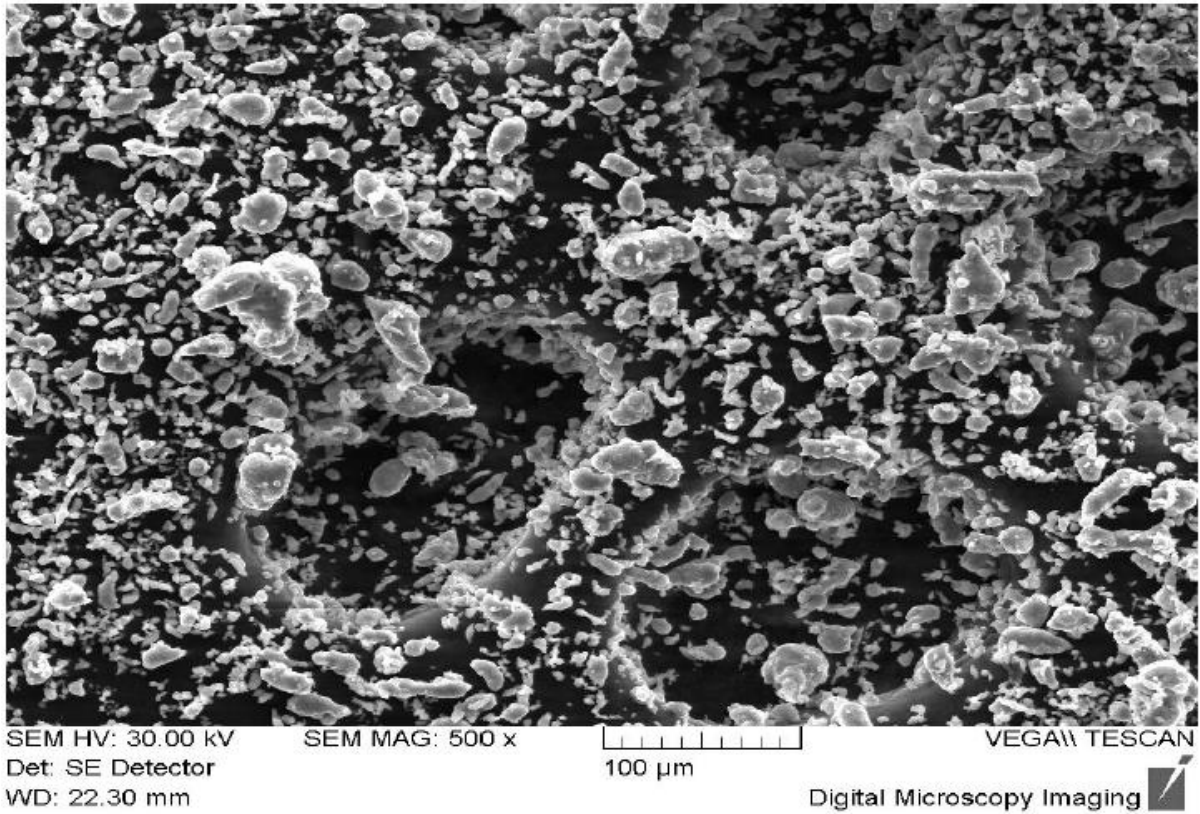
Nelle pagine successive (figura 3.7) sono illustrate le micrografie delle polveri a base alluminio (Al₁₂Si ECKA Granules) usate per produrre tutte le schiume esaminate in questa tesi; tali immagini sono state ricavate attraverso il microscopio elettronico a scansione (Tescan-Vega2 Lmu) presente nei laboratori dell'associazione CIVEN sede di Marghera (Venezia).

Si nota immediatamente come le particelle abbiano una forma sferoidale. Questo si spiega col fatto che le polveri in esame sono state prodotte mediante atomizzazione. Rispetto però a qualsiasi altra polvere di alluminio (ad esempio le polveri Al₄289), le polveri Al₁₂Si presentano una forma più allungata, in quanto sono state atomizzate in acqua e non in gas.

La loro granulometria risulta essere inferiore ai 75µm, andando a confermare così quanto dichiarato dal produttore ECKA Granules. Si osserva anche una presenza significativa di particelle la cui dimensione risulta essere inferiore ai 10µm.

Per quanto riguarda invece la porosità di tali particelle, essa risulta essere quasi nulla: ciò andrà ad influenzare la densità finale dei verdi, riducendola e porterà ad una maggiore omogeneità micro strutturale, quindi ad una miglior qualità degli stessi.

Infine si può affermare che la flussabilità e la densità apparente delle polveri AlSi₁₂ prodotte da ECKA Granules appaiono sufficienti per garantire una buona processabilità cioè per evitare problemi di agglomerazione.



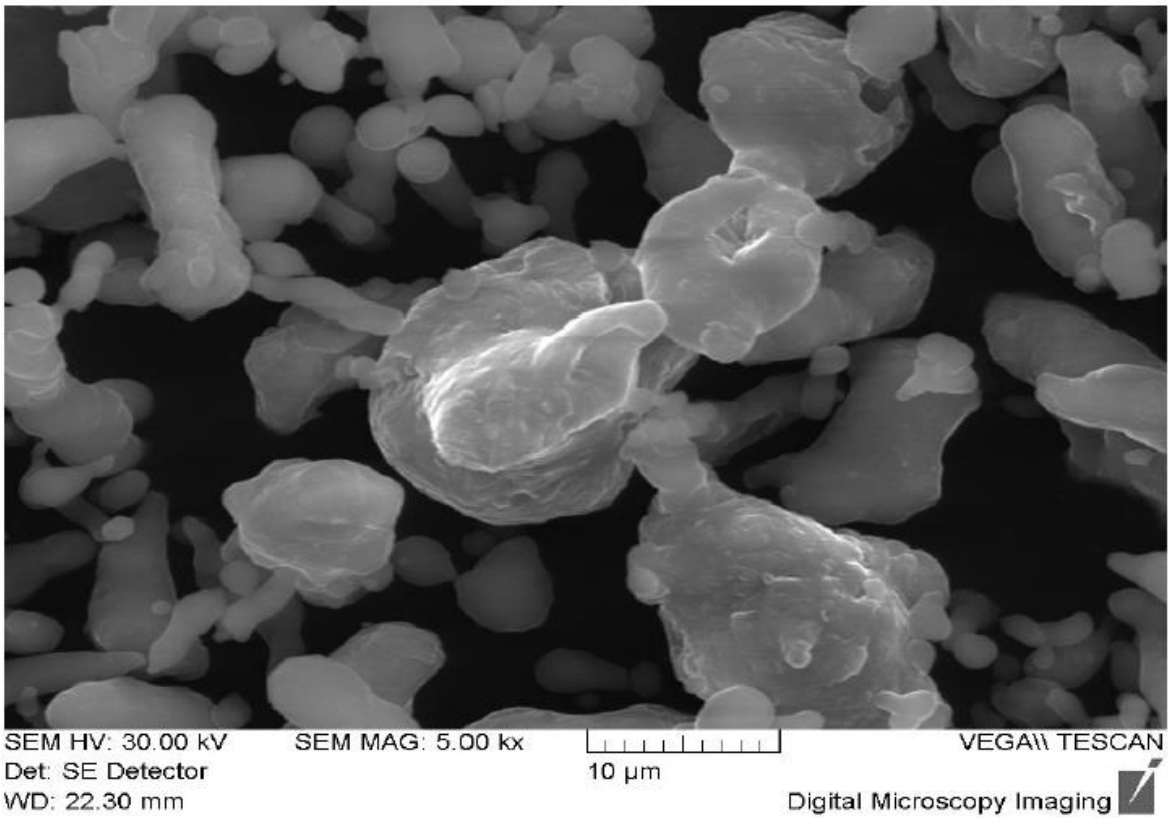
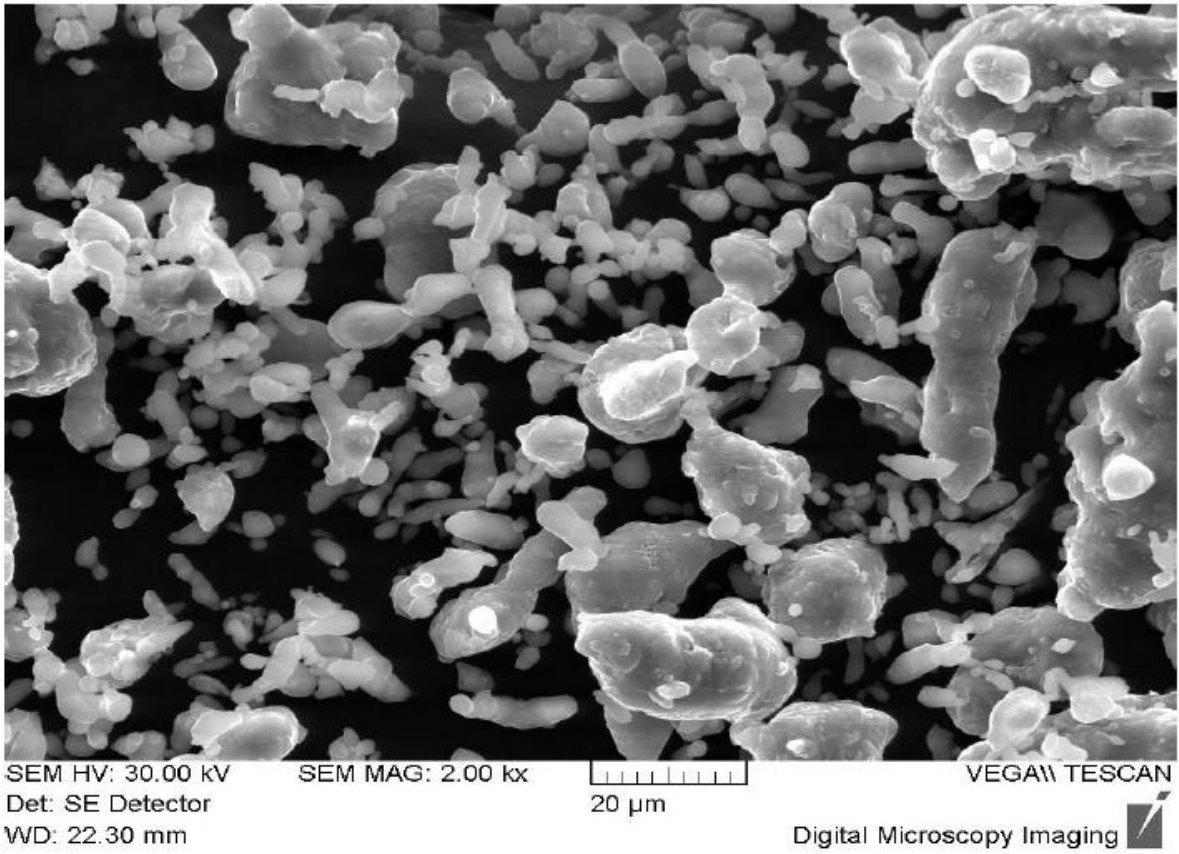


Figura 3.7 Micrografie SEM delle polveri ALSi12 ad ingrandimento rispettivamente 500X, 1000X, 2000X e 5000X

3.2.1.3 Analisi DTA/TG polveri Al₁₂Si ECKA Granules

Nel caso si sia interessati ad ottenere informazioni sia chimiche che fisiche di polveri metalliche, si può ricorrere a tre metodi molto simili tra loro:

- La termo-gravimetria (TG);
- L'analisi termica differenziale (DTA);
- La calorimetria differenziale a scansione (DSC).

Prima di presentare i risultati ottenuti con analisi di questo tipo per le polveri AlSi₁₂ utilizzate nel nostro progetto, andiamo a richiamare brevemente le tre metodologie appena elencate (richiamo utile anche per le analisi che seguiranno riguardanti il TiH₂).

In un'analisi termo gravimetrica (TG) si effettua la registrazione continua della massa di un campione in atmosfera controllata in funzione della temperatura o del tempo quando la temperatura del campione viene aumentata (generalmente in maniera lineare nel tempo).

Un diagramma della massa o della percentuale della massa in funzione del tempo è chiamato termogramma o curva di decomposizione termica [29].

L'analisi termica differenziale (DTA) è molto simile all'analisi termo-gravimetrica, nella quale però viene misurata la differenza di temperatura tra una sostanza e un materiale di riferimento, in funzione della temperatura, durante un programma controllato di variazione della temperatura.

Generalmente tale programma consiste in un riscaldamento del campione e del materiale di riferimento condotto in modo tale che la temperatura del campione aumenti linearmente nel tempo.

Infine, la calorimetria differenziale a scansione (DSC) è un metodo molto diffuso nel quale viene misurata, in funzione della temperatura del campione, la differenza tra i flussi termici scambiati nella sostanza ed in un riferimento, mentre entrambi sono sottoposti ad un programma controllato di variazione della temperatura.

Si deduce quindi che la differenza sostanziale tra la calorimetria differenziale a scansione e l'analisi termica differenziale è che la prima è un metodo calorimetrico nel quale vengono misurate differenze di energia, mentre nell'analisi termica differenziale si registrano differenze di temperatura.

Si ritiene ora opportuno riportare il termogramma realizzato mediante analisi DTA/TG con un riscaldamento di 10°C/min e con atmosfera inerte di argon.

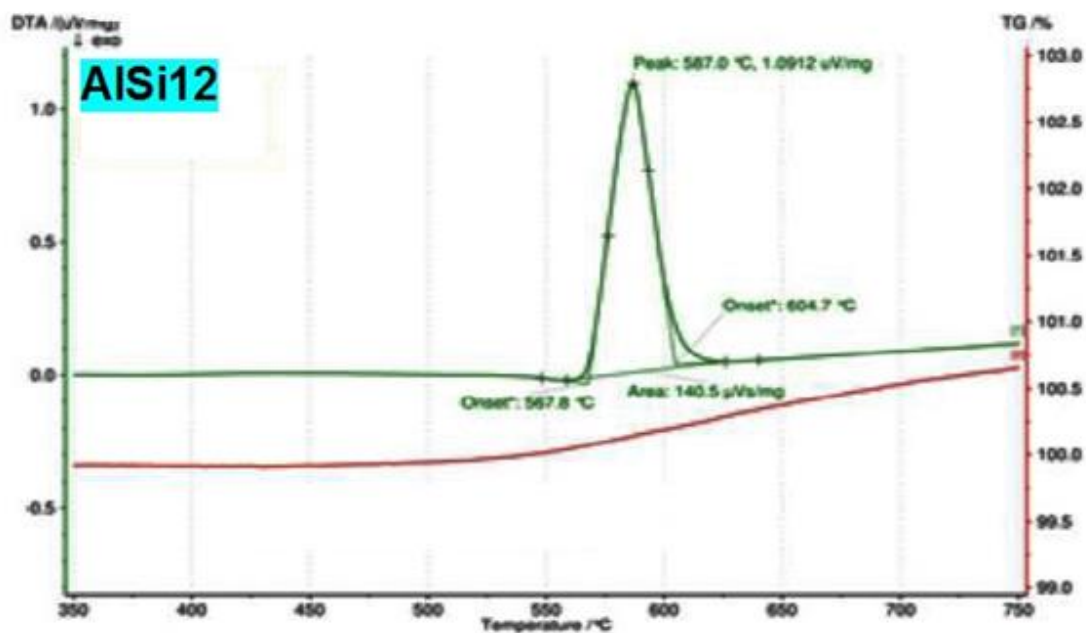


Figura 3.8 Termogramma DTA/TG per le polveri Al12Si prodotte da ECKA Granules

Lo strumento utilizzato per ricavare il termogramma di cui sopra è il “Netzsch DSC 404 F3 Pegasus” (illustrato assieme ad un suo schema di funzionamento di massima in figura 3.9), che si trova nei laboratori dell’associazione CIVEN.

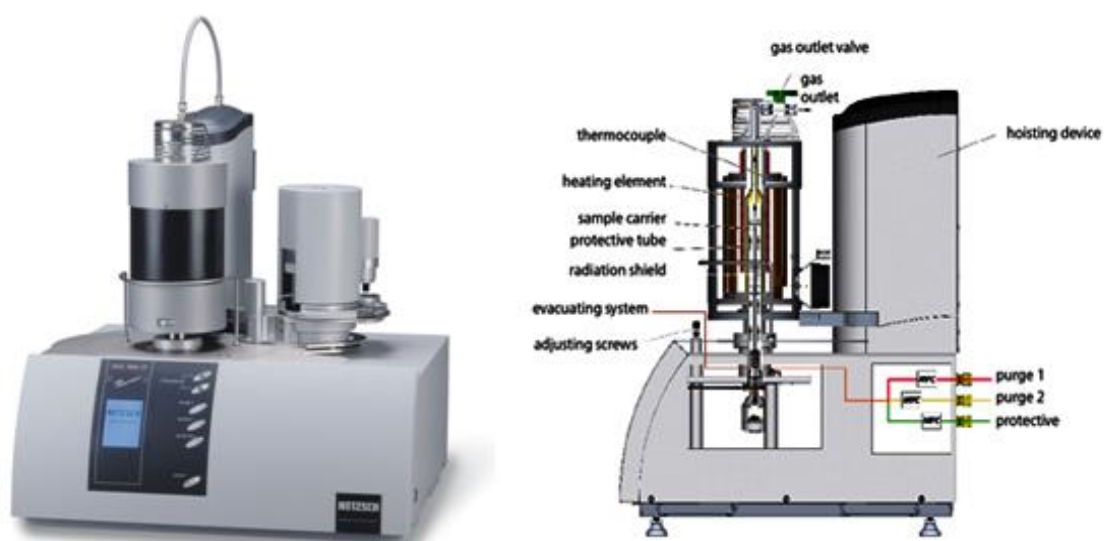


Figura 3.9 Netzsch DSC 404 F3 Pegasus

Nel termogramma riportato in figura 3.8, la linea rossa rappresenta il segnale TG in funzione della temperatura indicata sull'ascissa. Tale linea evidenzia un visibile incremento della massa attorno ai 550°C, dovuto a fenomeni di ossidazione avvenuti durante lo svolgimento dell'analisi (da imputare in particolar modo alla presenza di un residuo di ossigeno all'interno della camera strutturale).

La linea verde indica invece il segnale DTA in funzione della temperatura riportata in ascissa. Tale analisi mostra dei picchi rispetto ad una linea, detta linea di base, che dovrebbe corrispondere a $\Delta T=0$. Nel caso in esame si nota un picco endotermico relativo al fenomeno di fusione che interessa le diverse polveri di alluminio.

Le due temperature, "Onset Temperature" e "Peak Temperature", permettono di determinare un intervallo di fusione (per le polveri analizzate) di 568°C÷587°C, simile cioè a quello riportato nella tabella ad inizio sottoparagrafo 3.2.1.

Assume una notevole rilevanza la comparazione del diagramma di stato AlSi (figura 3.10) con i dati ricavati dall'analisi appena presentata: l'intervallo di fusione trovato risulta infatti essere conforme a quello atteso (deducibile dal diagramma di stato) ammettendo, come logico immaginare, un certo grado di incertezza nella misura e la presenza di impurezze, seppur minima, nelle polveri esaminate.

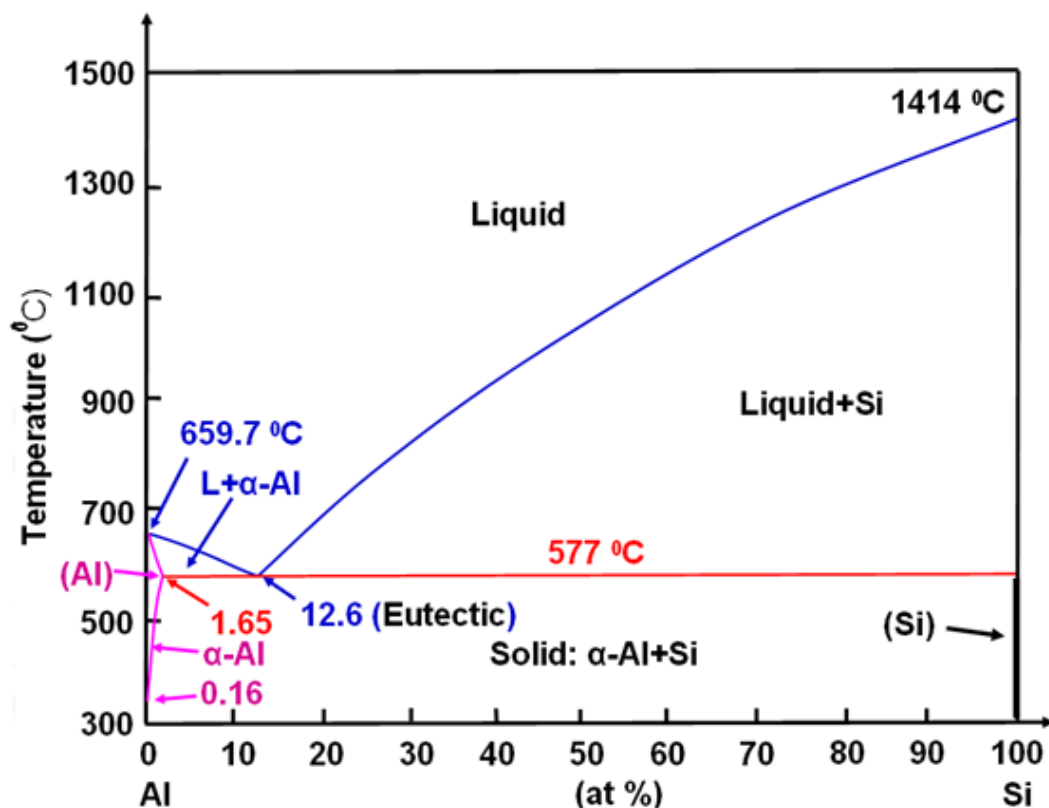


Figura 3.10 Diagramma di stato della lega Al-Si

3.2.2 Polveri di idruro di titanio

Come anticipato, l'agente schiumante scelto per realizzare le schiume inerenti il nostro progetto è l'idruro di titanio, le cui polveri sono state prodotte e fornite dalla ditta Metalpolveri Srl (Brescia - Italia). Le caratteristiche di tali polveri dichiarate dal produttore (direttamente visibili sul sito www.metalpolveri.it) sono le seguenti:

Sigla	※	TITANIO IDRURO
Codice articolo	※	TI IDR
Descrizione	※	Titanio idruro 1 micron
PROPRIETÀ FISICHE		
Granulometria		
% < 63 micron		100
Dimensione Media Particella (micron)		4-6
ANALISI CHIMICA		
		%
TiH ₂		min 94-99
Ti		95
H		max 3,8-4,0
N		max 0,1
Fe		max 0,09
Ci		max 0,06
Ni		max 0,05
Si		max 0,05
Mg		max 0,04
C		max 0,03

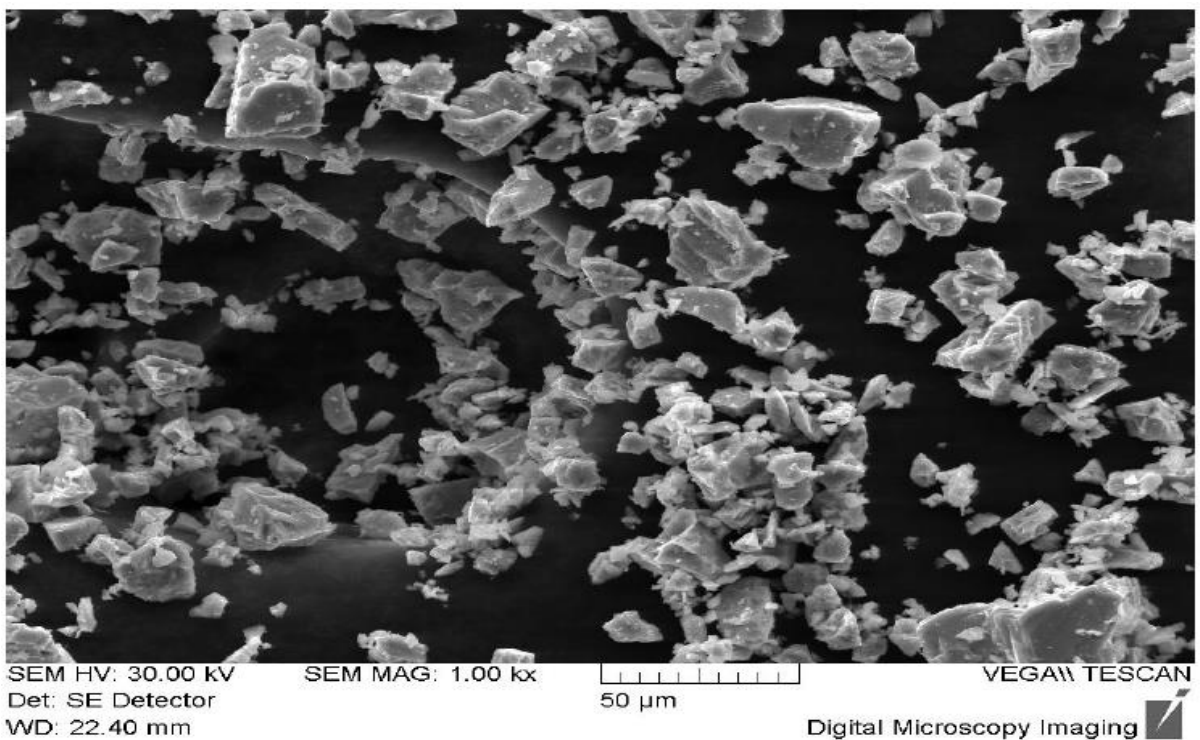
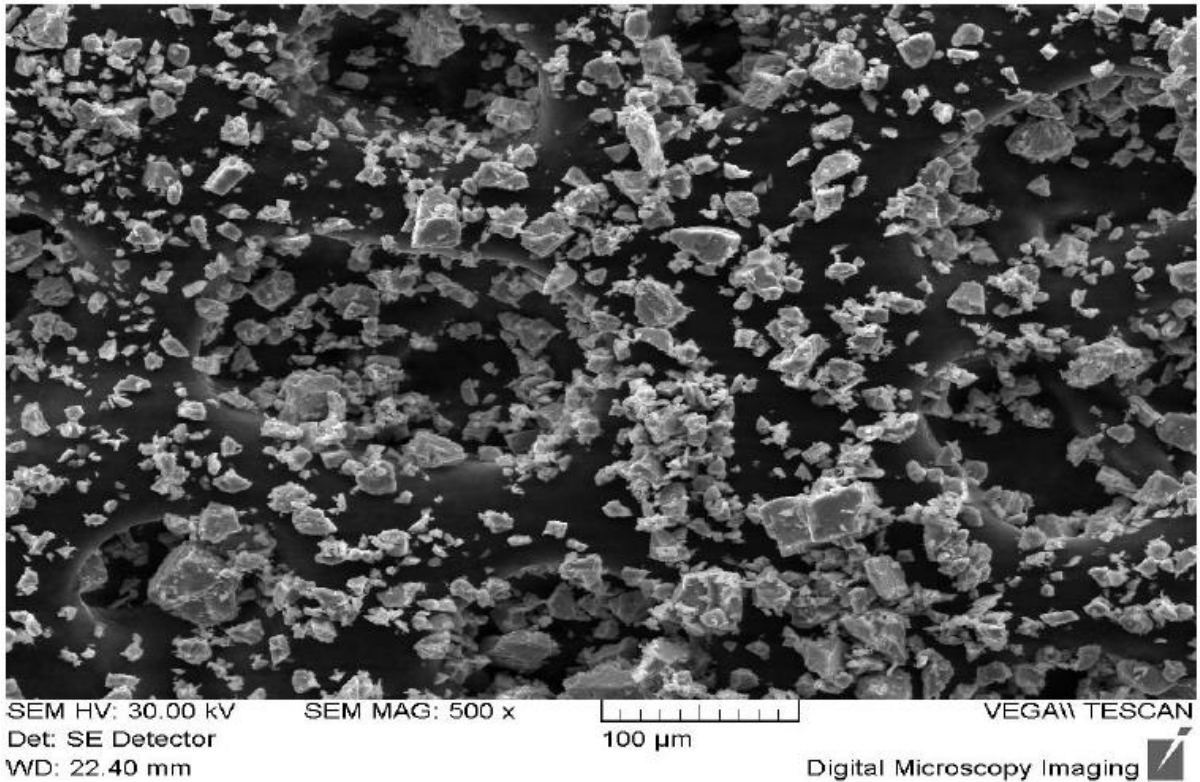
Figura 3.11 Caratteristiche delle polveri di idruro di titanio prodotte da Metalpolveri Srl

... dove tutte le percentuali sono da intendersi come percentuali in peso (% wt.). Bisogna inoltre considerare come le polveri in questione abbiano una morfologia irregolare (crushed), chiaramente visibile dalle immagini sotto riportate.

Anche le polveri di idruro di Titanio, così come le polveri d'alluminio, sono state infatti sottoposte a microscopia ottica (LOM), a microscopia elettronica a scansione (SEM) ed infine ad analisi DTA/TG in modo da ricavare le loro caratteristiche morfologiche e chimiche. Non vengono tuttavia riportate in questa tesi le immagini relative all'analisi LOM (comunque presenti nel database dell'associazione CIVEN – Veneto Nanotech) in quanto considerate poco significative rispetto agli obiettivi preposti.

3.2.2.1 Analisi SEM polveri TiH_2 Metalpolveri Srl

Dalle immagini risultanti al microscopio elettronico a scansione (figura 3.12), si può notare una morfologia piuttosto irregolare e spigolosa. Ciò non sorprende affatto in quanto le polveri in esame son prodotte tramite macinazione meccanica.



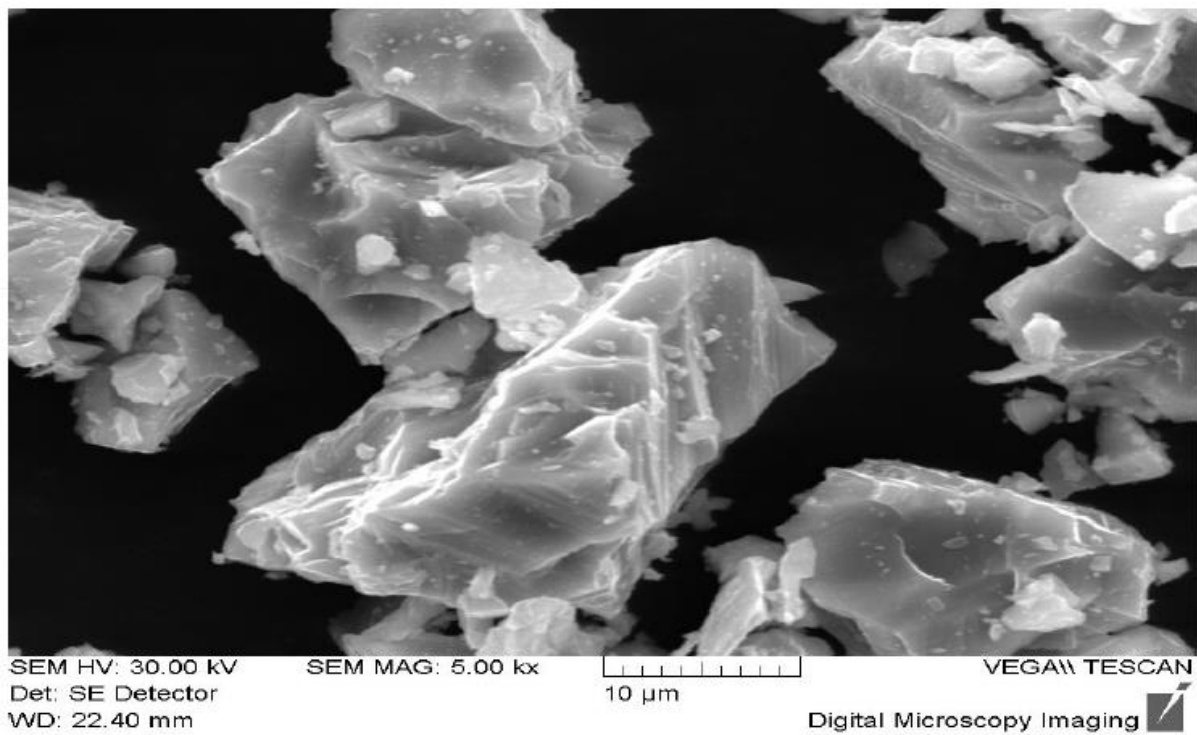
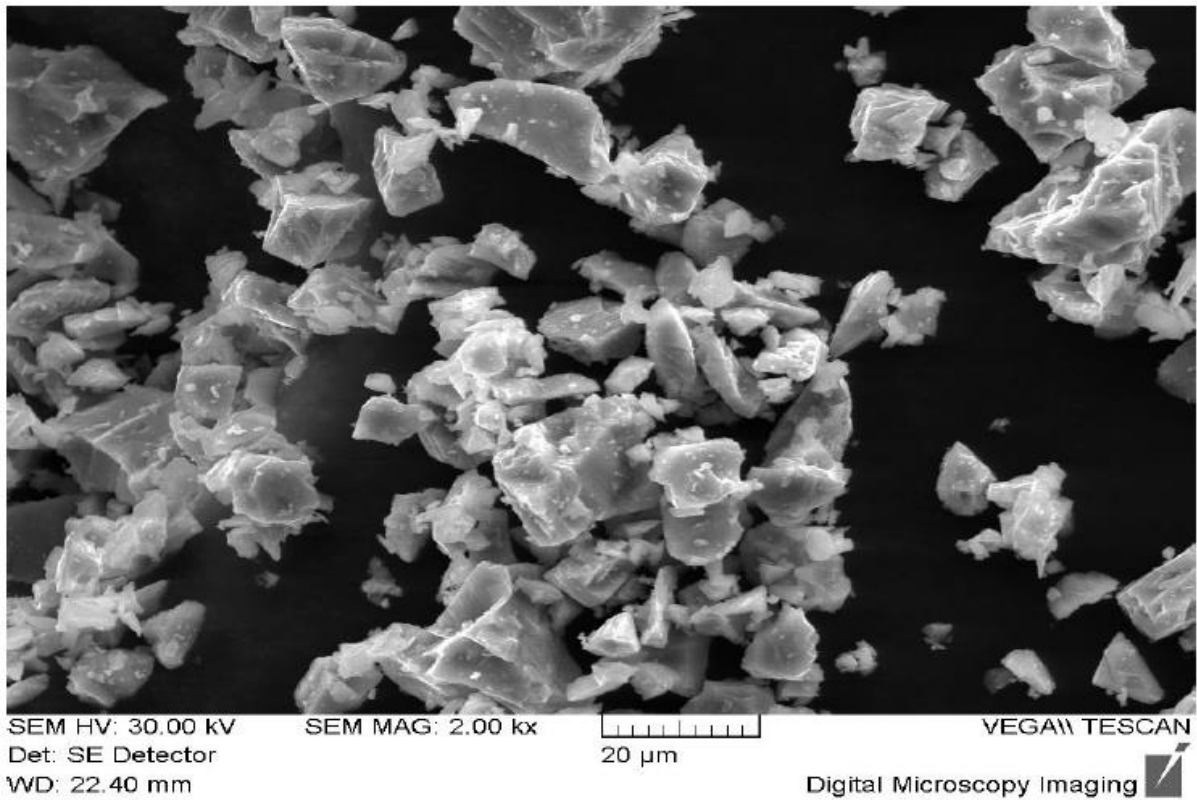


Figura 3.12 Micrografie SEM delle polveri TiH₂ ad ingrandimento rispettivamente 500X, 1000X, 2000X e 5000X

3.2.2.2 Analisi DTA/TG polveri TiH_2 Metalpolveri Srl

E' stata effettuata anche per le polveri di idruro di titanio un'analisi DTA/TG, con lo stesso macchinario (riportato in figura 3.9) ed in modo del tutto analogo all'analisi DTA/TG svolta per le polveri di $Al_{12}Si$ ECKA Granules.

Il termogramma risultante è riportato in figura 3.13 appena sotto. Ai fini del lavoro svolto, questo termogramma ha assunto una valenza particolarmente significativa.

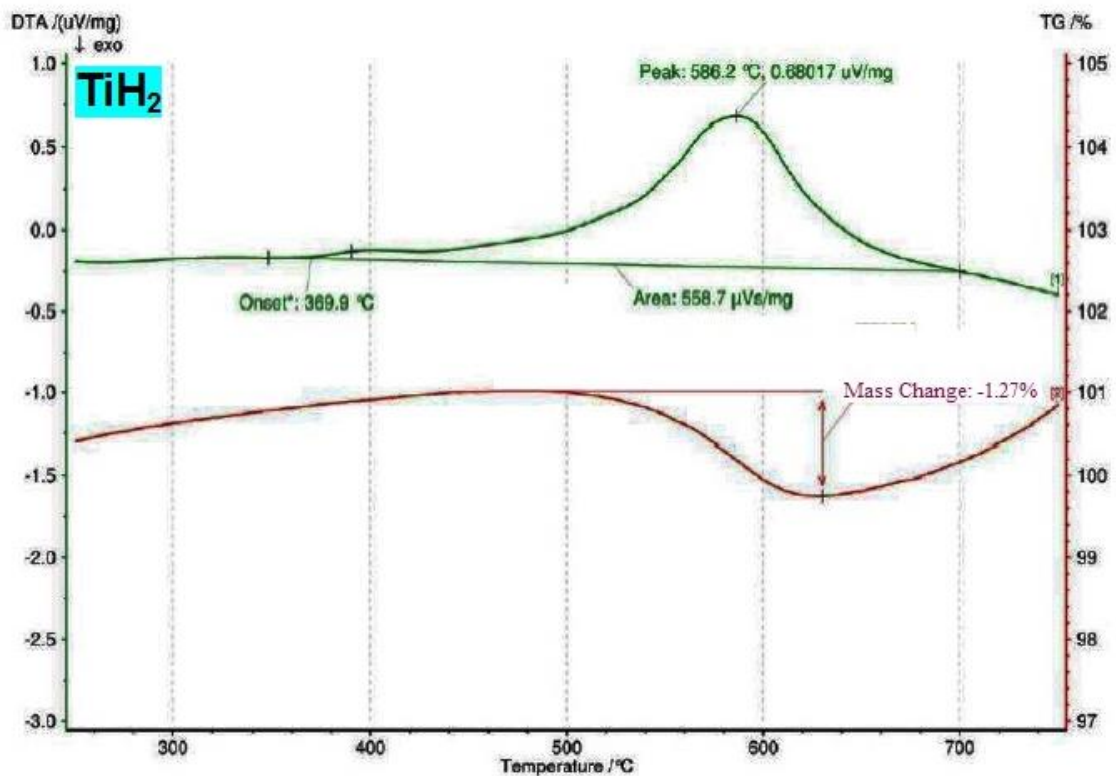


Figura 3.13 Termogramma DTA/TG relativo alle polveri di TiH_2 prodotte da Metalpolveri Srl

La linea rossa, rappresentante il segnale TG, evidenzia una riduzione della massa del TiH_2 a partire da circa 500 $^{\circ}C$, che porta ad una perdita massima di circa l'1,27%. Occorre subito notare però come tale rilevazione risulti essere sottostimata: infatti per temperature elevate, maggiori di 400 $^{\circ}C$, il processo di deidrogenazione dell'idruro di titanio che comporterebbe una perdita di massa (quindi peso) dello stesso, avviene in concomitanza a processi di ossidazione che, con la formazione di ossidi di titanio, portano ad un incremento della massa e del peso del materiale in questione (TiH_2). A questa massa e a questo peso si dovrà aggiungere anche una quantità non trascurabile di ossigeno, comunque presente all'interno della camera di misura.

Osservazioni molto simili si possono effettuare a proposito dell'analisi DTA (rappresentata sul termogramma dalla linea verde), in cui si evidenzia un picco endotermico dovuto proprio al processo di deidrogenazione.

Nella pratica applicativa, le polveri di idruro di titanio possono venir trattate termicamente o meno. Nel nostro caso, le polveri di TiH_2 presenti in tutti i campioni esaminati non sono state trattate. Questo è stato deciso a priori sulla base di studi antecedenti a riguardo: il rapporto costi-benefici del trattamento non risulta infatti tale da giustificare il trattamento stesso nella specifica situazione in esame.

Riassumendo, da tali studi si evince come, a seguito di un trattamento termico eseguito su polveri di idruro di titanio:

- Si ottenga una variazione superficiale delle polveri dovuta esclusivamente a processi ossidativi;
- Si ottenga una variazione di colore delle polveri dovuta alla composizione stechiometrica ed allo spessore dell'ossido formatosi;
- Non si ottenga alcuna variazione morfologica e geometrica delle particelle (a livello microscopico).
- Si ottenga una modifica (riduzione) dell'intervallo di decomposizione delle polveri, rilevabile tramite un'analisi DTA/TG, che nel caso applicativo di nostro interesse non aumenta però in maniera significativa la compatibilità con gli intervalli di fusione delle polveri di alluminio utilizzate.

Un valore aggiunto a quanto finora esposto riguardo le polveri di idruro di titanio prodotte da Metalpolveri Srl è il diagramma relativo alla loro analisi DSC, che conferma quanto finora affermato (figura 3.14):

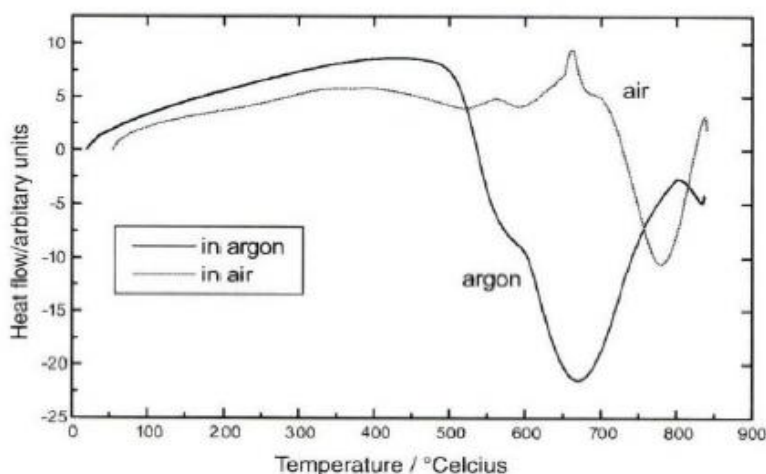


Figura 3.14 Analisi DSC per le polveri TiH_2 prodotte da Metalpolveri Srl

3.2.3 Polveri di magnesio

Da precedenti studi svolti presso l'associazione CIVEN – Veneto Nanotech si è visto come le schiume prodotte a partire da verdi ottenuti mediante pressatura (con tecnica High Velocity Compaction) di polveri AlSi12 ECKA Granules e TiH₂ Metalpolveri Srl, presentassero dei problemi di ossidazione responsabili di un calo della qualità della schiuma finale (in modo particolare in termini di proprietà meccaniche).

Ecco che, per quanto esposto nel paragrafo 2.2, si è ritenuto opportuno aggiungere alla miscela di polveri iniziali anche polveri di magnesio: in dettaglio si è convenuto di aggiungere una quantità del 2% in peso.

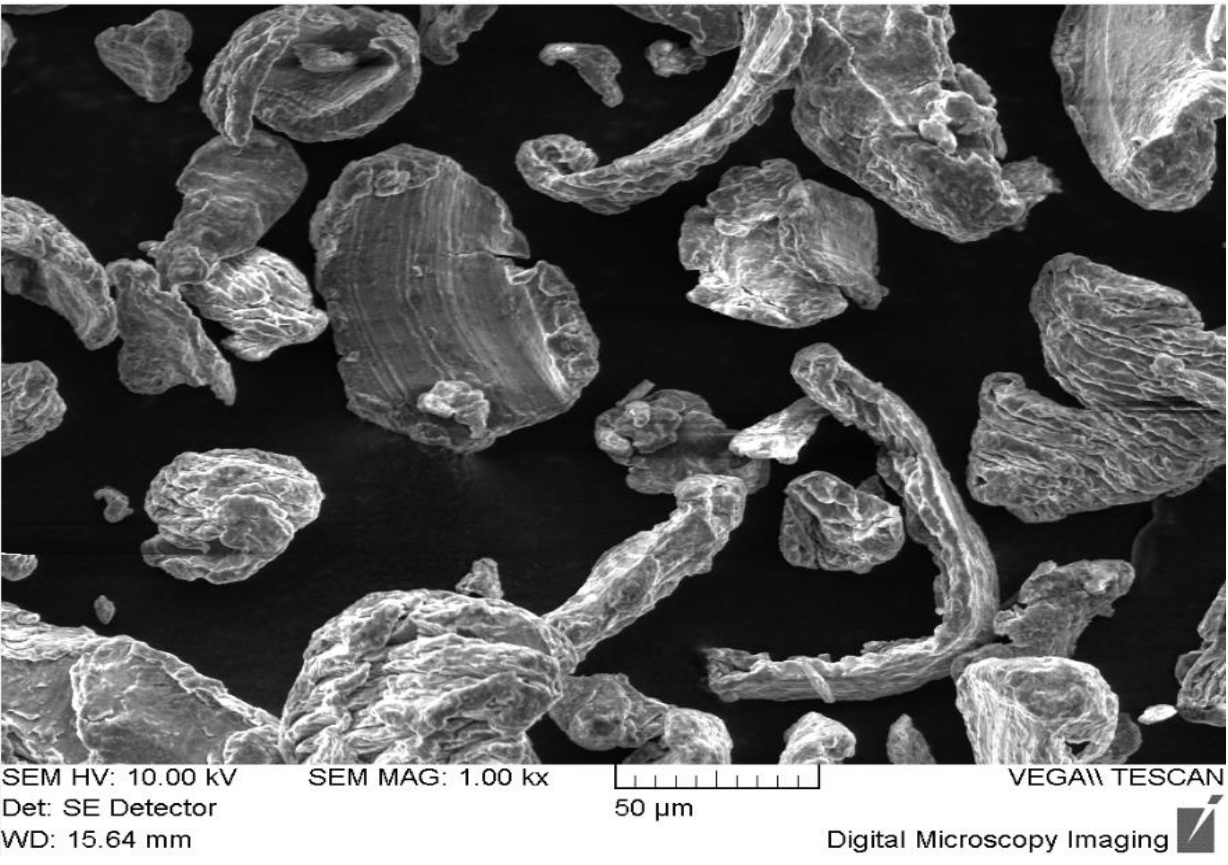
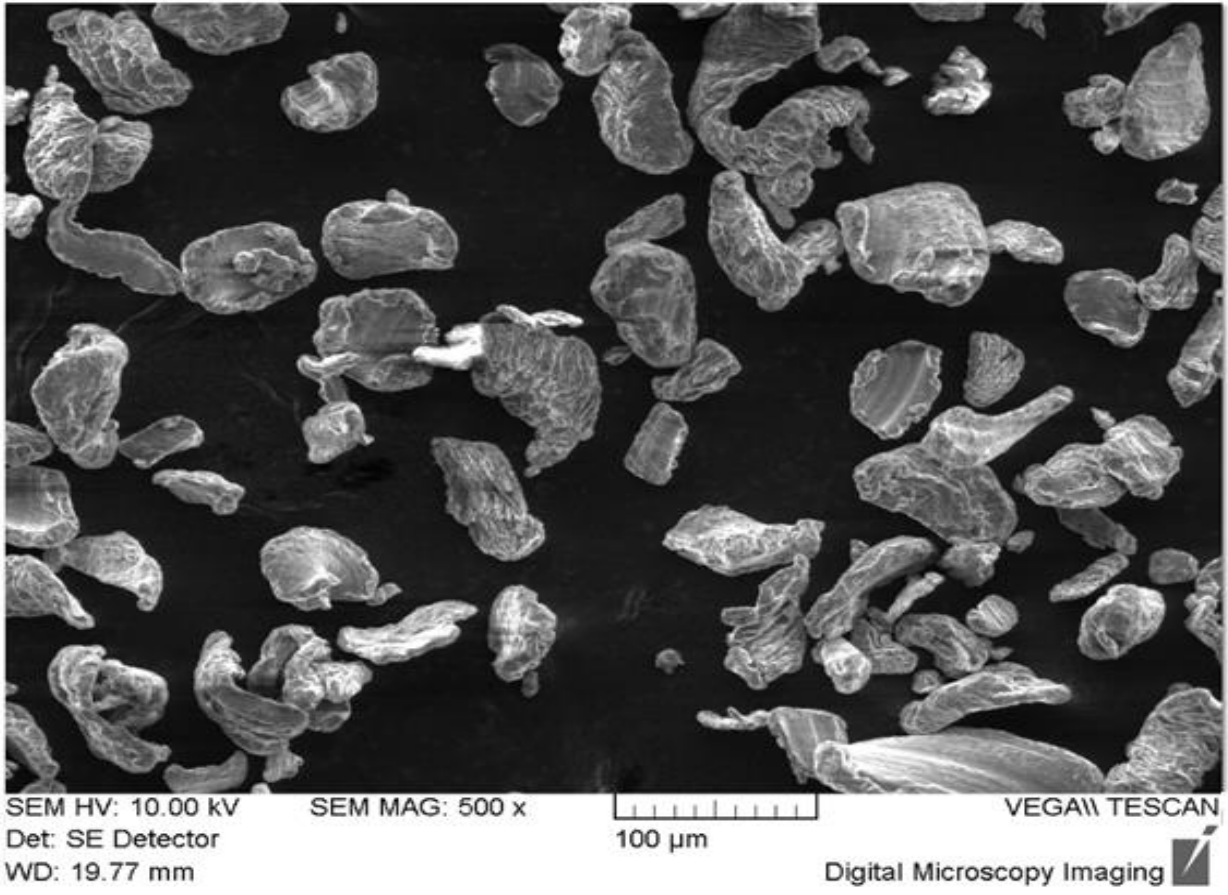
I verdi prodotti e successivamente schiumati, che vengono analizzati in questo capitolo, contengono polveri di magnesio con le seguenti caratteristiche:

Polveri	Produttore	Dimensione Media	Temperatura di fusione
Mg	Cometox Srl	30µm	649,85°C

Per quanto riguarda tali polveri, ai fini del presente lavoro di tesi, risulta significativa la sola analisi SEM. Ancora una volta, i risultati di altri tipi di analisi possono essere reperite facilmente presso la struttura dell'associazione CIVEN sede di Marghera (Ve).

3.2.3.1 Analisi SEM polveri Mg Cometox Srl

Dalle immagini risultanti al microscopio elettronico a scansione (figura 3.15), si ritrova quanto dichiarato dal produttore (si veda la tabella appena sopra), vale a dire una polvere alquanto grossolana (dimensione media grani 30µm). Per questa ragione non sono state realizzate delle micrografie ad ingrandimento 5kX; queste avrebbero infatti mostrato solamente dei particolari di una particella, risultando poco interessanti per la comprensione circa la polvere in esame e per eventuali confronti con le altre polveri utilizzate nella miscela e descritte nelle pagine precedenti.



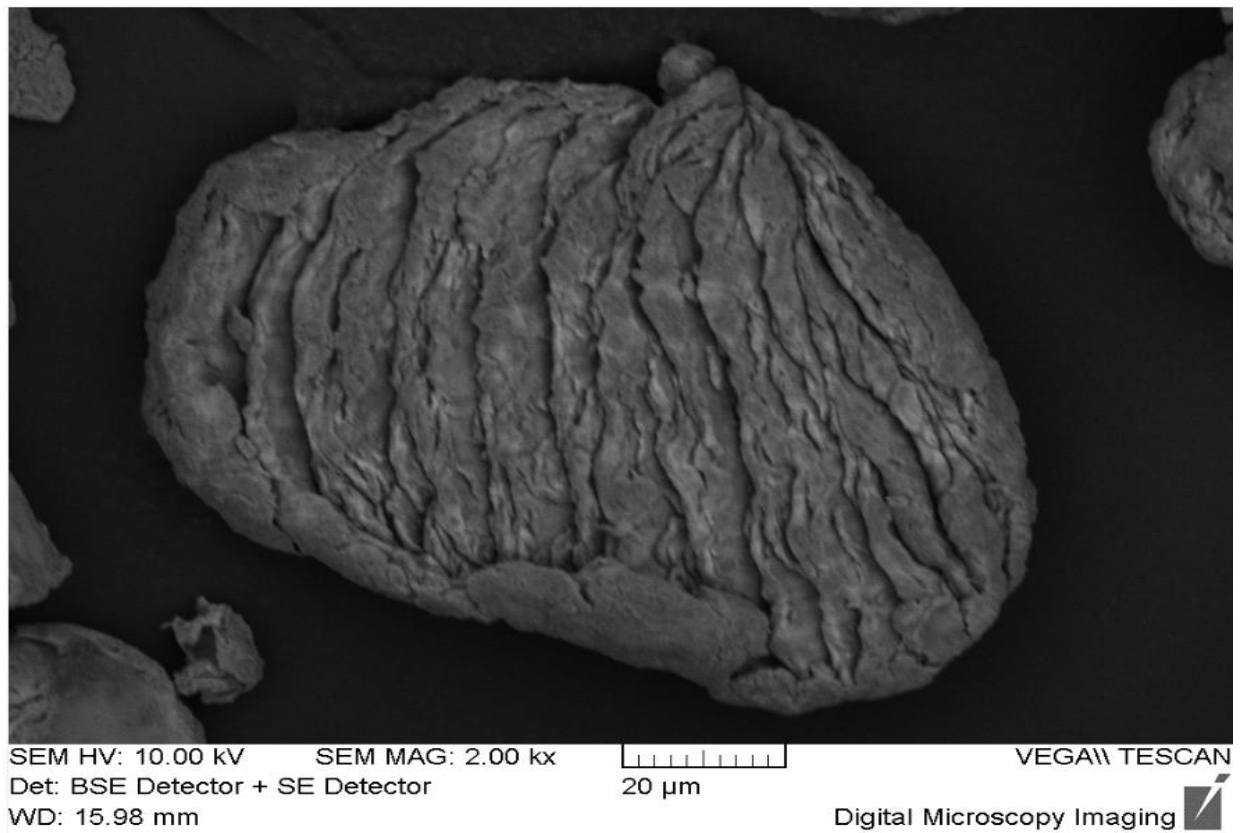
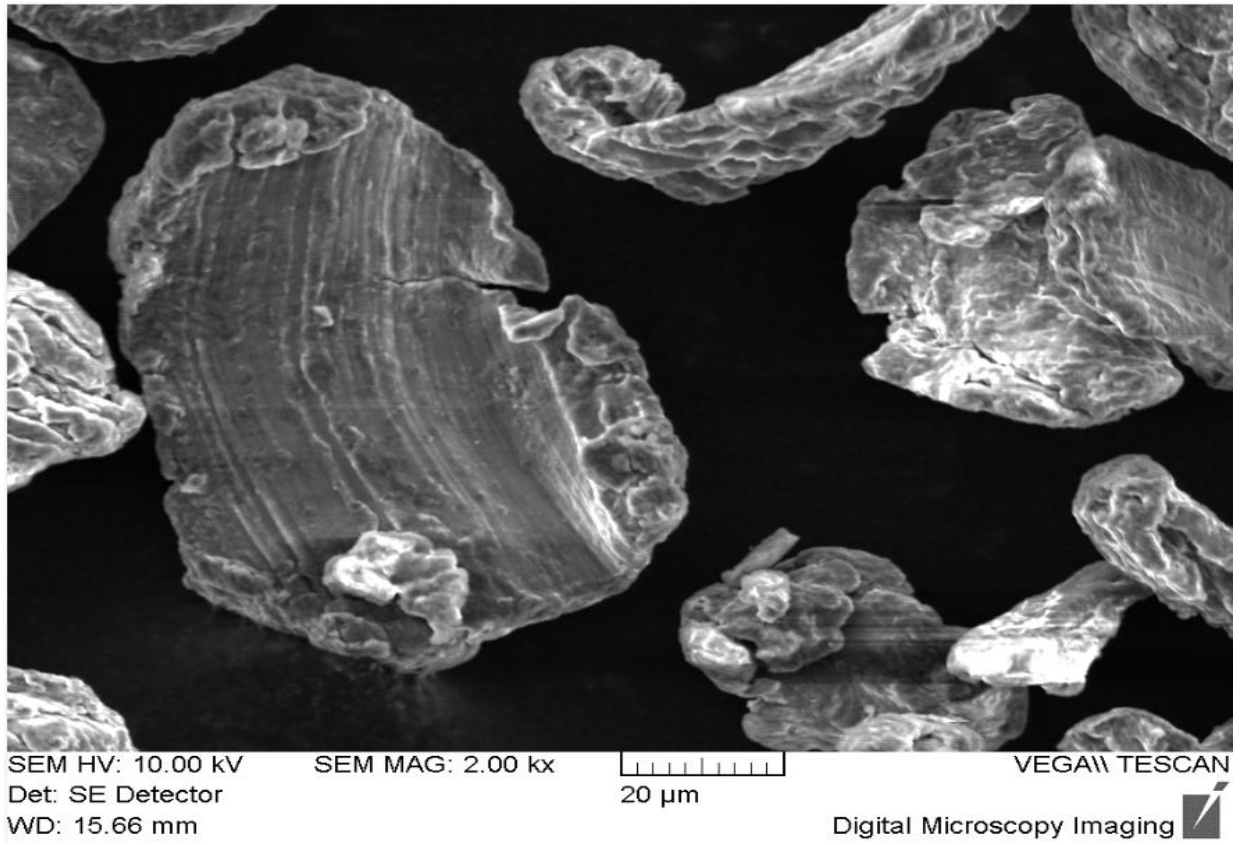


Figura 3.15 Micrografie SEM delle polveri Mg ad ingrandimento rispettivamente 500X, 1000X e 2000X

3.3 Descrizione del processo di realizzazione dei precursori ed analisi di questi ultimi

Per produrre i verdi, una volta selezionate ed analizzate le polveri che li andranno a formare (e che costituiranno poi ovviamente anche le schiume finali), sono fondamentali due operazioni che andremo ora a descrivere in dettaglio:

- 1) Miscelazione delle polveri;
- 2) Compattazione delle polveri.

3.3.1 Miscelazione delle polveri

L'operazione di miscelazione delle polveri è di fondamentale importanza perché permette una distribuzione omogenea degli elementi di lega e delle particelle dell'agente schiumante in modo tale da garantire la qualità delle schiume, prodotte con le polveri stesse, attraverso una distribuzione uniforme delle porosità.

In particolare, nella situazione in esame, in seguito alla fase di miscelazione è necessario che la polvere di idruro di titanio sia il più possibile dispersa omogeneamente nella polvere AISi12 ed è altresì necessario evitare agglomerazioni, separazioni per effetto di diverse flussabilità, etc. In tutto questo è da tener presente quanto osservato nel paragrafo 3.2, vale a dire che le dimensioni e la forma dei grani delle polveri utilizzate son variabili (a volte in modo anche molto significativo).

Il fine ultimo del processo di miscelazione è quindi quello di ottenere una miscela di polvere "pulita" ed omogenea. Le polveri caratterizzate da sporcizia piuttosto che acqua o altre particelle/impurità intrappolate in esse, hanno infatti un effetto dannoso sulla schiuma finale (prodotta a partire dalla miscela in cui tali polveri son presenti) e, proprio grazie al processo di miscelazione, si riescono ad evitare queste problematiche. Le impurità fungono generalmente da nuclei vuoti non controllabili durante la decomposizione termica dell'agente schiumante: come conseguenza si ha la formazione di pori di maggiori dimensioni nelle più recenti fasi di schiumatura [74].

Le miscele di polveri utilizzate per la produzione dei verdi inerenti al progetto in discussione, sono state realizzate per mezzo del miscelatore meccanico (o Shaker-Mixer) professionale prodotto da Glen Mills, modello "Turbula T2F Shaker-Mixer" (Figura 3.15). Esso ha come caratteristiche peculiari quelle di poter miscelare con successo sia polveri molto leggere con polveri pesanti, sia particelle con differente diametro medio.

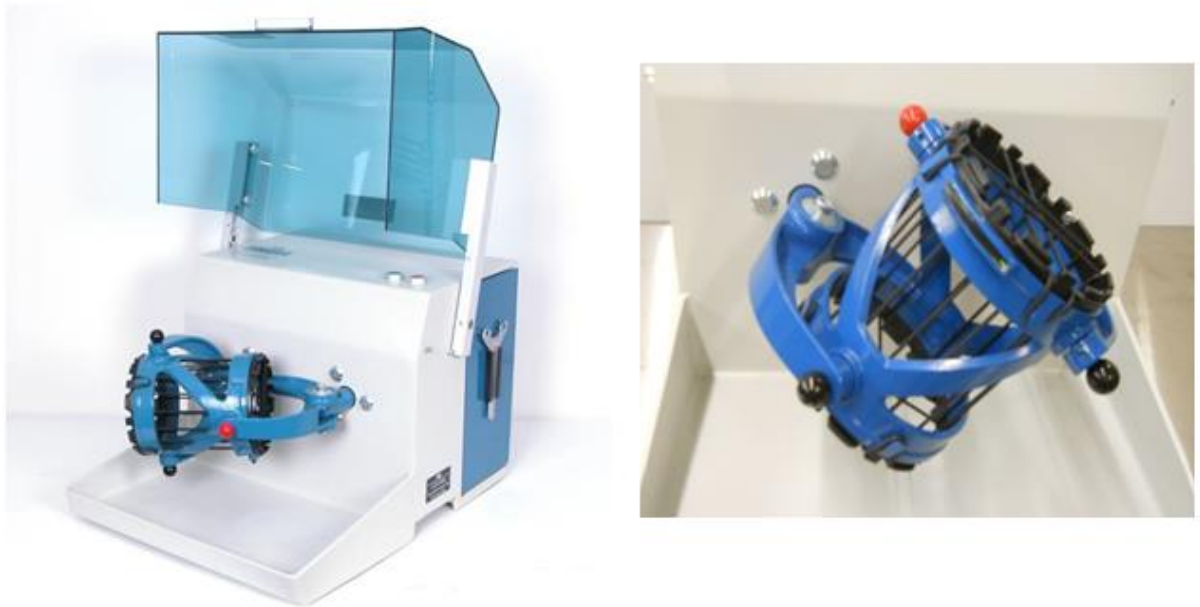


Figura 3.15 Miscelatore meccanico Glen Mills Turbola T2F

Le miscele di polveri sono state prodotte “per lotti” da 1kg attraverso il miscelatore meccanico appena presentato, mescolando le polveri di AlSi12, TiH₂ e Mg (descritte nel paragrafo precedente) per circa 30 minuti ad una velocità di 70RPM.

Si è così ottenuta una miscela (denominata altresì “blend”) di polveri con la seguente composizione (percentuale in peso):

Polvere	Produttore	Percentuale
Al12Si	ECKA Granules	97,25% wt.
TiH ₂	Metalpolveri Srl	0,75% wt.
Mg	Cometox Srl	2% wt.

Possiamo ora andare a studiare il successivo step di preparazione dei verdi, vale a dire il processo di compattazione delle polveri.

3.3.2 Compattazione delle polveri

Esistono varie tecniche per la compattazione delle polveri; in questo progetto, come già anticipato, è stato deciso di produrre tutti i verdi mediante un processo innovativo, il processo “High Velocity Compaction (HVC)”.

Il processo di compattazione ad alta velocità (HVC) è un metodo di compattazione delle polveri che presenta molte somiglianze con il metodo di compattazione convenzionale. Le differenze più evidenti rispetto a quest’ultimo sono le seguenti due:

- La fase di compattazione può essere da 500÷1000 volte più veloce;
- La velocità d’impatto del pistone (hammer) può essere nel range 2m/s ÷ 30m/s.

3.3.2.1 Principi e schemi di funzionamento generale del processo HVC

La densificazione con processo HVC si ottiene mediante intensi impulsi meccanici, indicati anche col nome di “shock waves”, che sono generati da un pistone gestito da un sistema idraulico. Questo pistone trasferisce l’energia di compattazione attraverso un punzone (punch) alle polveri inserite nel cosiddetto “compaction tool”.

La massa del martello (o punzone) e la sua velocità al momento dell’impatto determinano l’energia di compattazione ed il grado di densificazione delle polveri.

Il meccanismo che sta alla base dell’apparecchiatura necessaria per la compattazione ad alta velocità è schematizzato nelle figure 3.16 e 3.17.

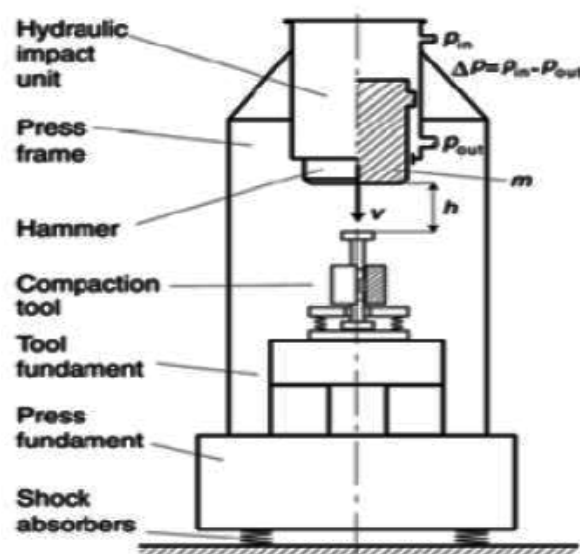


Figura 3.16 Schema generale di una pressa HVC

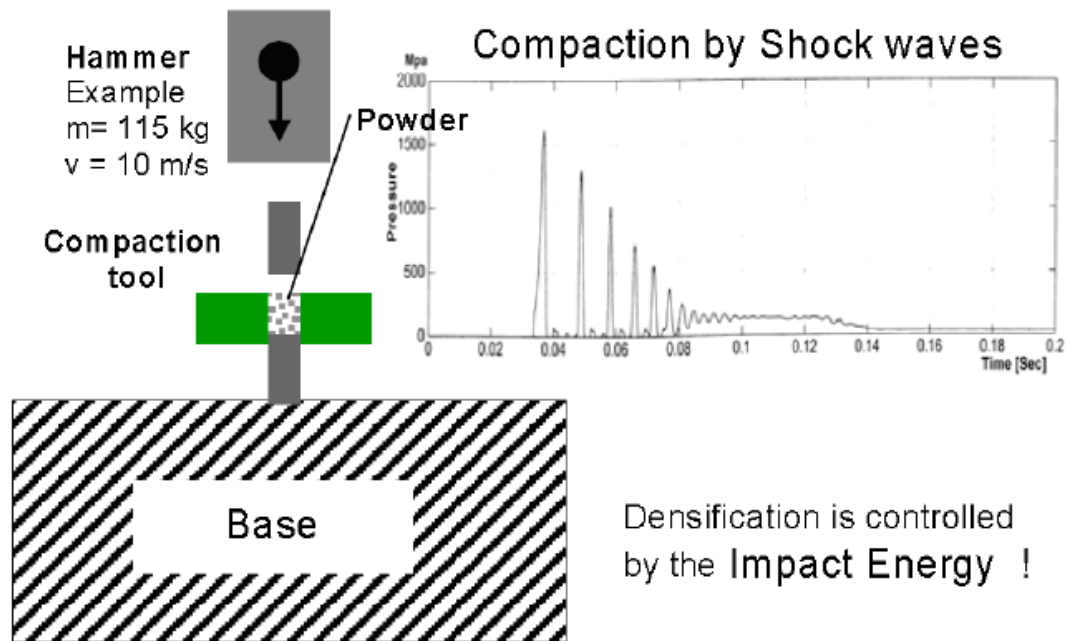


Figura 3.17 Meccanismo di base dell'apparecchiatura per la compattazione ad alta velocità (HVC)

Per quanto riguarda gli impianti di HVC (si consideri che il processo HVC è protetto da brevetto), la principale azienda produttrice è la Hydropulsor AB (Svezia). Tale azienda si occupa anche dello studio di installazione dell'impianto nell'ambiente richiesto e fornisce il servizio di assemblaggio dello stesso.

L'impianto utilizzato per produrre tutti i verdi analizzati nel presente lavoro di tesi è stato fabbricato e fornito proprio dalla Hydropulsor; nello specifico il modello è Hydropulsor HYP35-7 (figura 3.18) e si trova nei laboratori dell'associazione CIVEN sede di Marghera (Ve). Tale impianto non è limitato all'uso per le sole attività di laboratorio e/o sperimentali, bensì consente anche eventuali piccole produzioni su scala industriale.

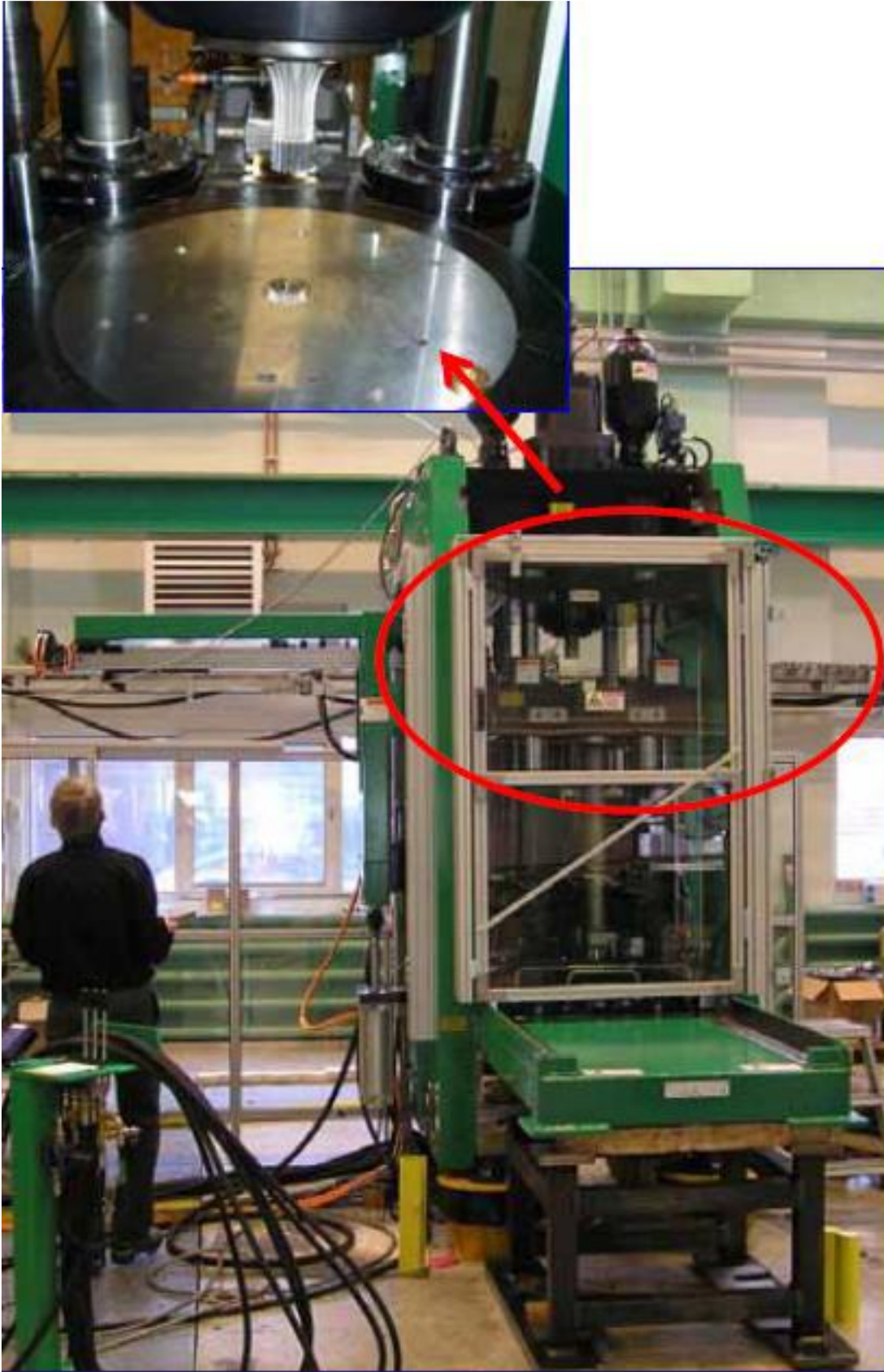


Figura 3.18 Prensa HVC Hydropulsor HYP35-7

L'impianto Hydropulsor HYP35-7 è piuttosto complesso ed ingombrante. Per tale ragione, in figura 3.19, viene riportato uno schema completo dell'impianto stesso, così da poter comprender meglio come avviene il processo di compattazione ad alta velocità delle polveri e quelli che sono i suoi componenti.

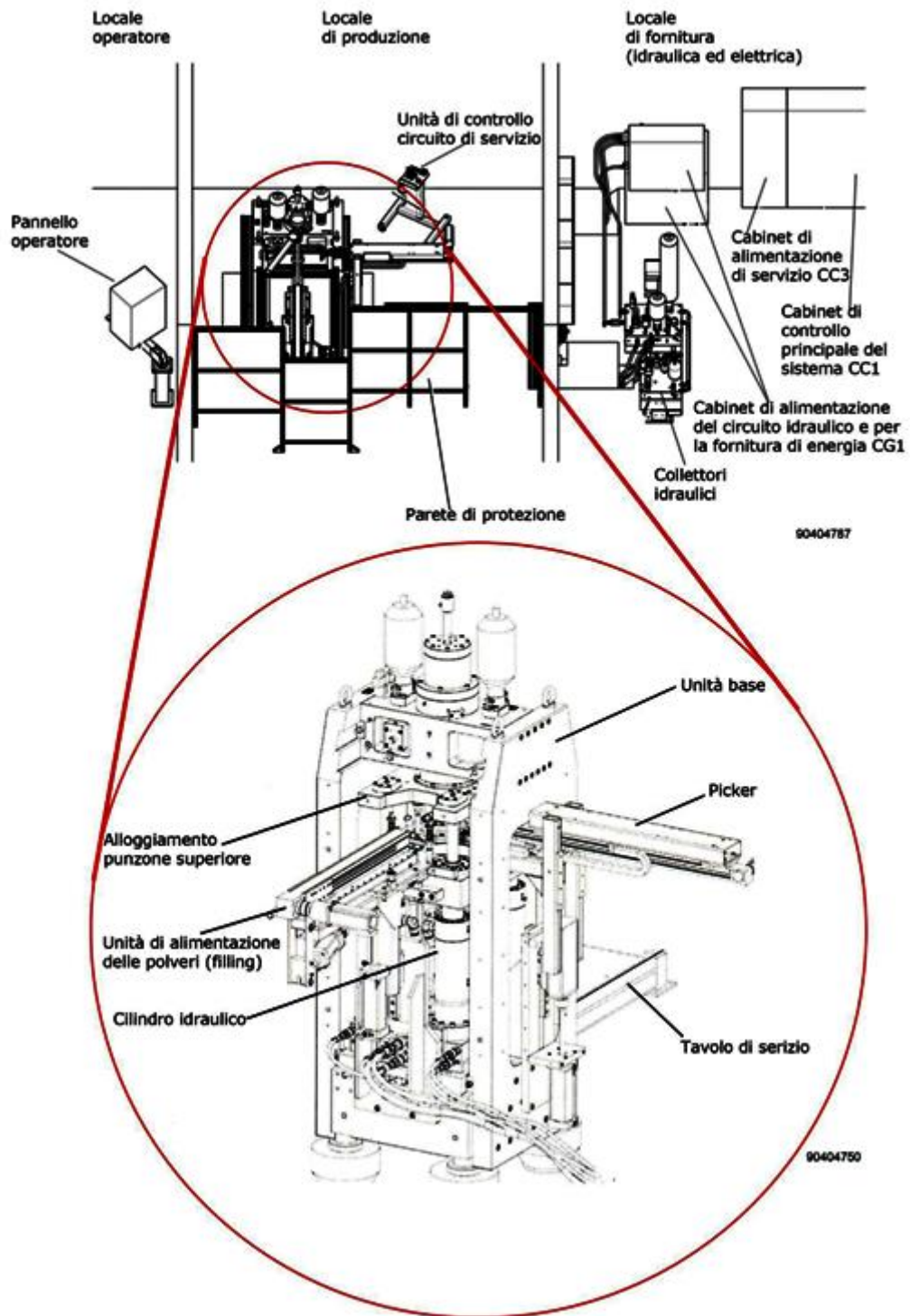


Figura 3.19 Schema dell'impianto completo HVC Hydropulsor HYP35-7

Anzitutto, viste le notevoli dimensioni, un'importante problematica è certamente legata alla location in cui l'impianto deve essere posizionato. Si deve considerare che le diverse unità di un sistema HVC (figura 3.19) devono essere posizionate in locali separati (condizione che si verifica anche nei laboratori dell'associazione CIVEN).

Tali unità sono quelle esplicitate in figura 3.19, vale a dire:

- Locale per l'operatore;
- Locale di produzione;
- Locale di fornitura (dove sono presenti tutti gli impianti idraulici ed elettrici che permettono alla macchina di funzionare).

L'area di controllo del processo, vale a dire il locale operatore, è separata da quella di produzione per motivi legati principalmente alla sicurezza. Infatti, poiché nel processo HVC si utilizzano polveri metalliche, il locale di produzione dovrà necessariamente essere isolato dagli altri due e fornito di una cappa aspirante che consenta l'aspirazione delle polveri in sospensione sia durante sia al termine del processo stesso. Inoltre, va considerato un rivestimento acustico del locale di produzione a causa del raggiungimento di valori anche di 130dB (ben superiori alla "soglia del dolore") nella fase di produzione.

È possibile in ogni caso supervisionare la produzione attraverso una finestra che si affaccia sul locale di produzione stesso. All'interno di quest'ultimo è altresì presente una parete di protezione che impedisce l'ingresso nella zona chiamata "risk area" agli operatori, almeno fino a che la pompa principale non viene spenta attraverso il pannello operatore.

Il cuore del locale di produzione, come evidenziato in figura 3.19, è però l'unità di base, costituita principalmente da:

- Una struttura esterna;
- Uno stampo;
- Un punzone superiore;
- Un punzone inferiore;
- Pistoncini idraulici necessari per la movimentazione dei componenti precedenti;
- Un'unità di alimentazione delle polveri;
- Un "picker" per il prelievo del pezzo finito prodotto.

Tale unità di base è alimentata da olio in pressione, energia elettrica ed aria compressa, tutti forniti dagli impianti posti nel locale di fornitura (figura 3.19).

Più precisamente, i collettori idraulici alimentano il circuito idraulico, trasmettendo così l'energia fornita dal modulo CG1. Ciò consente di controllare il movimento dello stampo e del punzone superiore.

Per concludere, l'intero sistema HVC può esser controllato attraverso il "pannello operatore". Esso è costituito da un computer al quale son collegati e rispondono:

- I sensori di sicurezza;
- I sensori di posizione degli elementi dell'unità di base;
- Gli attuatori che regolano, tramite il circuito idraulico, il movimento dei vari componenti (stampo e punzone in particolare) e che alimentano l'unità di re-filling ed il picker.

E' facile capire come, in questo modo, si ottiene un sistema controllato in feedback (in modo retroattivo) e perfettamente sicuro.

Per ulteriori approfondimenti si faccia riferimento a [27], [75] e [76], oltre alle innumerevoli pubblicazioni ed informazioni in merito, facilmente reperibili in rete.

3.3.2.2 Alcune osservazioni a riguardo del processo "High Velocity Compaction"

Un'interessante caratteristica del processo HVC risulta essere la possibilità di programmare una sequenza di impatti a diversi livelli di energia, ossia di eseguire impatti multipli; in una compattazione con tecnica convenzionale invece, la densità non aumenta significativamente se la sequenza di compattazione viene ripetuta più volte.

Il vantaggio di una maggiore densificazione realizzata eseguendo impatti multipli, risulta essere la possibilità di compattare grandi parti con apparecchiature di dimensioni limitate.

Con la tecnica di HVC è possibile programmare una sequenza d'impatti a diversi livelli d'energia, fino ad un massimo di 7KJ, equivalente ad una forza di compattazione di circa 350 tonnellate. Sempre grazie alla tecnologia HVC, gli impatti multipli (fino a quattro) possono essere eseguiti in rapida successione con intervalli di tempo, tra un impulso e l'altro, di circa 300ms; ciò è possibile perché l'energia di compattazione è controllata dal computer attraverso la lunghezza della corsa del pistone [27].

In figura 3.20 si può osservare l'andamento della densità del verde in funzione dell'energia d'impatto e del numero d'impatti eseguiti.

La vita utile di un impianto HVC è piuttosto elevata: si è verificato ed è riconosciuto infatti un limite di durata che supera i 100.000 cicli.

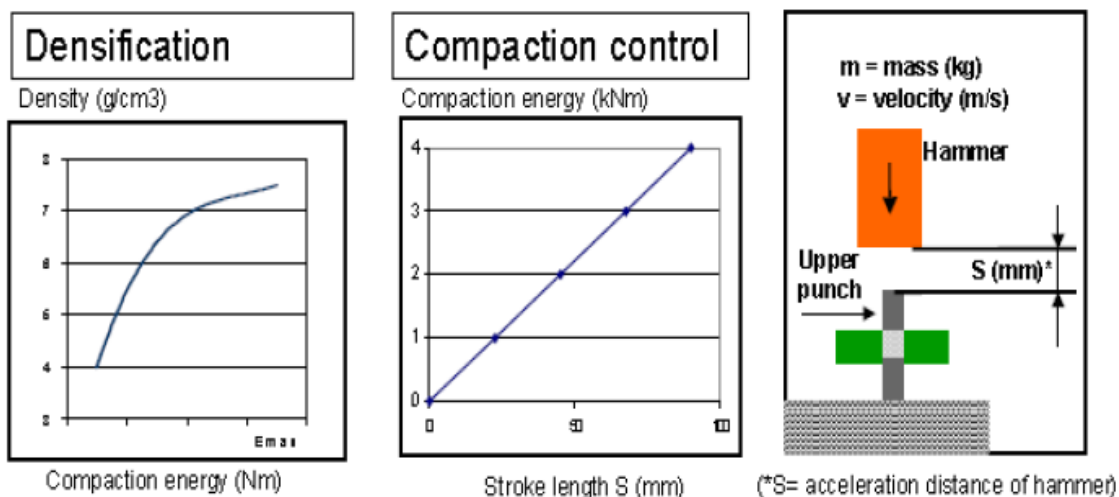


Figura 3.20 Controllo della densità del verde in funzione dell'energia di impatto e del numero d'impatti

Con le informazioni fin qui fornite circa il processo HVC, si può effettuare un'importante considerazione relativa ad un confronto economico tra le più importanti tecniche di compattazione [27]. Dalla figura 3.21 si evince come il processo HVC porti ad una densità finale del materiale compattato (verde) piuttosto elevata, pur rimanendo relativamente conveniente, sempre in termini economici, rispetto agli altri processi simili o concorrenti.

Nel confrontare i diversi processi di compattazione, bisogna considerare però anche i seguenti aspetti:

- Il processo HVC consiste in una compattazione a freddo, pertanto non va a modificare le caratteristiche delle polveri che vengono compattate (non alterare le caratteristiche dell'agente schiumante è essenziale per massimizzare la qualità della successiva schiumatura);
- Il processo HVC consente un migliore controllo sulla distribuzione delle polveri e quindi garantisce una maggiore uniformità di composizione nei precursori (maggiore è l'uniformità di composizione dei precursori e maggiore è la qualità del precursore stesso [1], [2], [27]);
- Per ottenere una "buona" schiumatura sono necessari valori di densità relativa del precursore quanto più possibile prossimi al 100%. Ciò porta ad escludere alcuni processi di compattazione tradizionali che non riescono in alcun modo a garantire il raggiungimento di tali valori.

Process:
P1S1
 Conventional compaction
WC
 Warm Compaction @150°C
P2S2
 Double Press Double Sintered
PF
 Powder Forging
HVC
 High Velocity Compaction (P1S1)
HVC 2
 High Velocity Compaction (P2 S2)

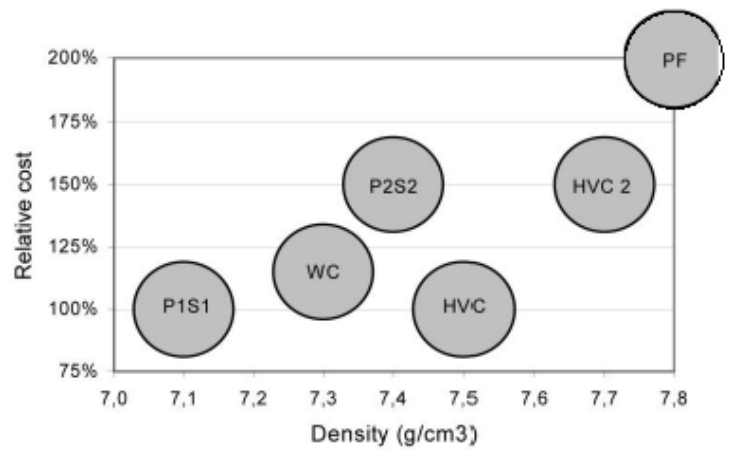


Figura 3.21 Comparazione da un punto di vista economico di alcuni processi di compattazione

3.3.2.3 Fasi del processo HVC

Andiamo ora a descrivere le macrofasi che compongono il processo HVC; sono quattro e possono essere schematizzate come in figura 3.22 [76].

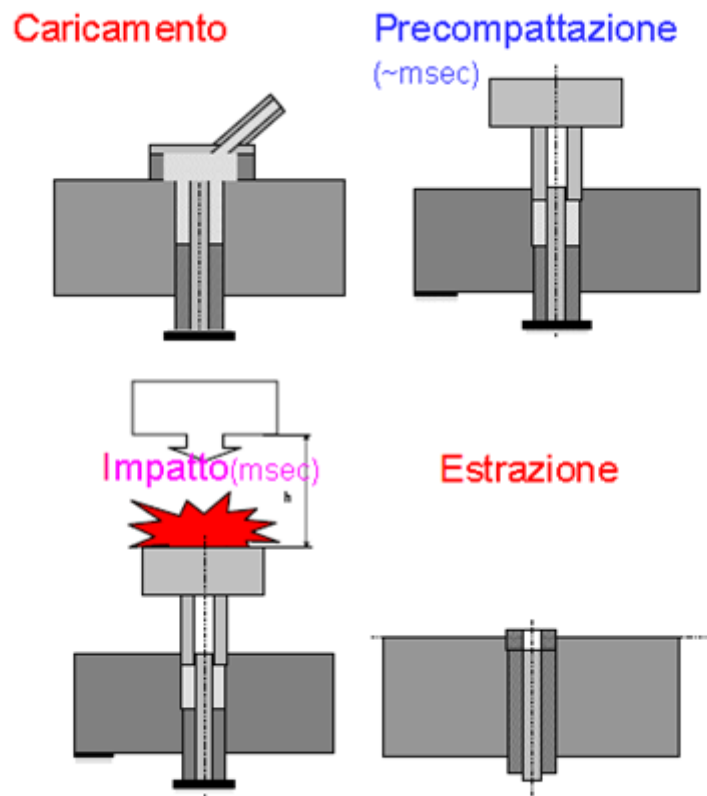


Figura 3.22 Fasi che compongono il processo di compattazione HVC

E' importante soffermarsi sullo studio di queste quattro fasi perché, assieme alla definizione degli specifici parametri di processo (che variano di caso in caso), forniscono alcune fondamentali informazioni per qualsivoglia analisi dei costi di processo. Tali informazioni riguardano:

- il volume di polveri utilizzato per la realizzazione di un singolo verde/componente;
- i tempi necessari per lo svolgimento di ogni singola fase, grazie ai quali è possibile stimare il tempo di ciclo (t_c).

Fatta tale premessa, si cercano ora di riassumere i punti salienti per ciascuna fase che caratterizza il processo HVC:

- A. Fase di Caricamento: inizialmente in questa fase lo stampo (figura 3.23) viene sollevato di 10mm rispetto al punzone inferiore (figura 3.24). Successivamente, la vaschetta di alimentazione "filling unit" (figura 3.25) si porta al di sopra dello stampo e le polveri da compattare, in essa contenute, vengono travasate nello stampo stesso. Prima di essere depositate nello stampo, la cui cavità è di forma cilindrica, viene però effettuata un'agitazione meccanica della vaschetta, in modo da ottenere una distribuzione quanto più possibile uniforme delle polveri. Il principale parametro da controllare in questa prima fase è sicuramente la massa di polvere versata nella cavità dello stampo, e ciò viene solitamente eseguito tramite un controllo volumetrico.

E' interessante a questo punto una considerazione quantitativa. Sapendo che:

- ✓ la cavità dello stampo è di forma cilindrica;
- ✓ il diametro interno dello stampo, d , misura 30mm;
- ✓ lo stampo, per effettuare il caricamento, viene alzato di $h = 10\text{mm}$ rispetto al punzone inferiore;

.. allora è possibile calcolare, con la seguente formula, il volume di polvere utilizzato per realizzare ogni pezzo:

$$V_{MP} [\text{m}^3/\text{pezzo}] = \pi(d/2)^2 \cdot h = 7,0686 \cdot 10^{-6} [\text{m}^3/\text{pezzo}]$$

Per quanto riguarda il calcolo del tempo di ciclo dell'intero processo HVC invece, bisogna considerare che il tempo stimato per la fase di caricamento è di 1,8s. Va inoltre considerato che la vaschetta è alimentata in modo completamente automatico e non è quindi necessario bloccare la produzione per ricaricare la polvere.

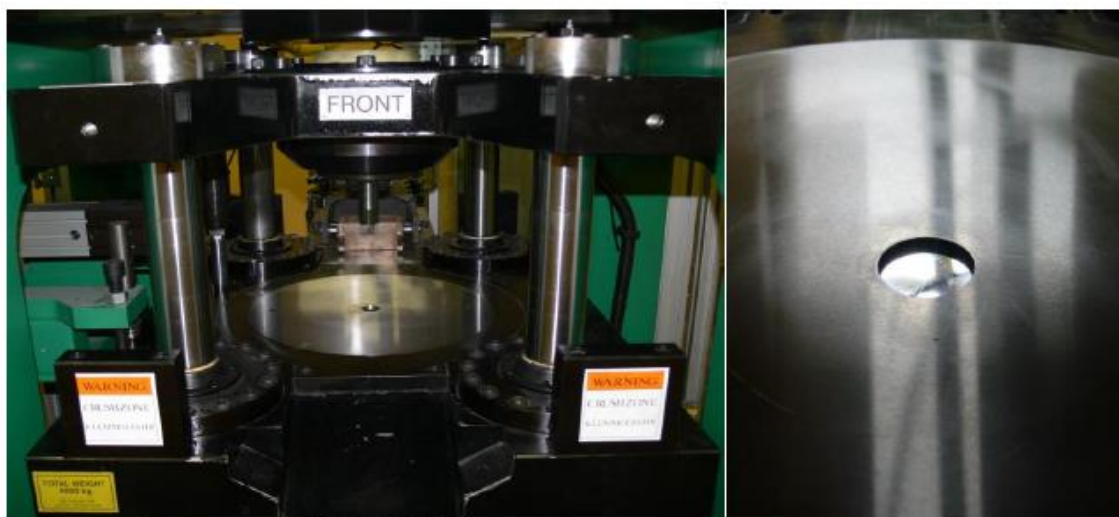


Figura 3.23 Visione d'insieme del piano di lavoro della pressa HVC (a sx) dove si nota lo stampo e (a dx) ingrandimento della cavità dello stampo all'interno della quale è già posizionato il punzone inferiore



Figura 3.24 Punzone inferiore della pressa HVC prima di esser montato



Figura 3.25 Vaschetta di alimentazione della pressa HVC vista da due prospettive diverse

B. Fase di Precompattazione: il punzone superiore (figura 3.26) si abbassa fino ad andare a comprimere, per pochi secondi, la miscela di polveri presente all'interno dello stampo. In questa fase viene applicata una forza molto bassa, di circa 50N (praticamente il punzone superiore viene solamente appoggiato sulla miscela), con l'unico fine di garantire una distribuzione omogenea delle polveri ed evitare problemi di non planarità ed accumuli che potrebbero portare a disomogeneità durante la successiva fase di compattazione oltre che al danneggiamento dello stampo stesso.

In questa fase è molto importante osservare l'altezza delle polveri precompattate per capire se giace all'interno di un predeterminato range. Una volta verificato ciò, è possibile passare alla fase successiva di compattazione.

Per quanto riguarda il calcolo del tempo ciclo dell'intero processo HVC bisogna considerare che il tempo stimato per tale fase è di 2,0s.



Figura 3.26 Punzone superiore della pressa HVC prima di esser montato (a sx) e dopo il montaggio (a dx)

C. Fase di Impatto: in questa fase avviene la vera e propria compattazione della miscela fino al formarsi del cosiddetto "verde", per il quale si possono raggiungere valori di densità relativa anche maggiori del 95%. In altri termini, in questa fase ha luogo la pressatura ad alta velocità mediante impulsi intensivi successivi creati da un martello a comando idraulico; quest'ultimo trasferisce alla miscela l'energia cinetica attraverso il punzone superiore (strumento di compattazione delle polveri).

E' utile osservare che, durante la fase di impatto, l'energia cinetica è scaricata in modo approssimativamente istantaneo attraverso il punzone superiore.



Figura 3.27 Parte superiore della pressa HVC in cui si distingue anche l'impianto idraulico che la alimenta

Durante la compattazione, come già accennato, l'apparecchiatura HVC viene controllata tramite un computer; la velocità d'impatto, inoltre, viene determinata in funzione dell'altezza di impatto che, insieme al numero di colpi ed all'altezza delle polveri precompattate, costituisce un parametro di fondamentale importanza per il processo di compattazione stesso.

La velocità di impatto può essere calcolata mediante la seguente equazione:

$$v = \sqrt{\frac{2Fh}{m}}$$

..in cui "v" sta ad indicare la velocità d'impatto misurata in [m/s], "F" sta ad indicare la pressione dell'olio applicata sul martello idraulico misurata in [kN], "h" esprime l'altezza dell'impatto misurata in [mm] ed infine "m" denota la massa del pistone (martello) misurata in kg.

La massa del pistone, relativo alla pressa utilizzata per fabbricare i verdi analizzati in questo studio, è di circa 135 kg. Si noti come, nella pratica applicativa, la forza “F” tenda a diminuire con l’aumentare del numero di prove: ciò può essere spiegato dalla crescente presenza di sporcizia che si viene ad accumulare all’interno dello stampo. Ciò nonostante, grazie al computer del pannello operatore, si possono monitorare tutti i parametri ed i risultati, riuscendo così a capire quando è il momento di fermare il processo per riportare il sistema alla sua funzionalità ottimale.

Per evitare la formazione di sporcizia nello stampo, è importante l’utilizzo di un lubrificante tipo “Acrawax” ogni qualvolta sia necessario. Tale lubrificante deve esser applicato sia al punzone superiore, sia allo stampo.

Questa terza macrofase del processo HVC ha la durata di pochi millisecondi e, come già asserito, è sempre opportuno tener presente che l’energia trasmessa dipende principalmente dalla massa e dalla velocità finale del maglio.

- D. Fase di estrazione e prelevamento: è la fase finale nella quale si ottiene il verde avente le caratteristiche desiderate. Lo stampo si abbassa rispetto al punzone inferiore e si porta allo stesso livello di quest’ultimo così da assicurare l’espulsione del verde prodotto.

A proposito del calcolo del tempo di ciclo dell’intero processo HVC, la quarta macrofase richiede un tempo (per la specifica macchina utilizzata) di 0,8s.

Nel caso di produzione “sperimentale o di laboratorio”, il verde viene prelevato direttamente dall’operatore umano e, a questo punto, è pronto per le eventuali analisi e la successiva schiumatura.

Nel caso invece l’obiettivo sia quello di produrre una relativamente grande quantità di verdi nel minor tempo possibile, allora l’operatore umano verrà sostituito da un picker (figura 3.28) che preleva il verde e lo deposita automaticamente, a seconda della situazione, in un apposito contenitore o su di un nastro trasportatore.

Nel caso si utilizzi il picker per realizzare il prelevamento, il tempo richiesto per tale task (sempre relativo alla particolare macchina utilizzata nel progetto in esame), è di 1,7s. Bisogna considerare inoltre che il sistema di prelevamento con picker funziona in maniera completamente automatizzata e pertanto non è

richiesto un blocco della produzione per il prelievo, cosa che invece avviene se tale task è svolto da un operatore umano (si allunga di conseguenza anche il tempo di ciclo dell'intero processo).

In quest'ultima fase le forze di attrito giocano un ruolo fondamentale e vanno a determinare due parametri critici che a loro volta determinano l'usura dello stampo e pertanto la vita utile dello stesso. Tali parametri sono:

- La forza statica di distacco;
- Lo strisciamento dinamico.



Figura 3.28 Picker visto da due prospettive differenti

A conclusione del presente sottoparagrafo vengono riportate alcune importanti considerazioni.

Tramite due semplici relazioni, è possibile quantificare in modo preciso l'energia totale trasmessa dal maglio e la resistenza a flessione del verde.

Per quanto riguarda il calcolo dell'energia totale trasmessa dal punzone superiore, è necessario tener conto dell'energia potenziale della massa del maglio e dell'energia fornita dal pistone idraulico. In questo modo si può scrivere l'equazione 3.1:

$$E = mgh + A \int_0^h \Delta p(h) dh = \frac{1}{2} mv^2 \quad (\text{eq. 3.1})$$

Dove:

- E = energia totale trasmessa dal maglio;
- m = massa del maglio;
- h = altezza di caduta del maglio;

- A = sezione del maglio;
- p = pressione idraulica esercitata dal pistone;
- v = velocità di impatto del maglio.

E' interessante a questo punto osservare come la densità del verde varia rispetto alla velocità di impatto del maglio. Dalla figura 3.29 si vede che inizialmente la curva sale molto rapidamente per poi tendere ad appiattirsi sempre di più. Questo accade perché l'energia cinetica viene dissipata nello spostamento e nel riordinamento delle particelle di cui la miscela di polveri è composta. In una seconda fase, invece, l'energia cinetica agisce sulla miscela, ruotando, deformando e rompendo le singole particelle che la compongono; di conseguenza si avrà un forte aumento della densità relativa.

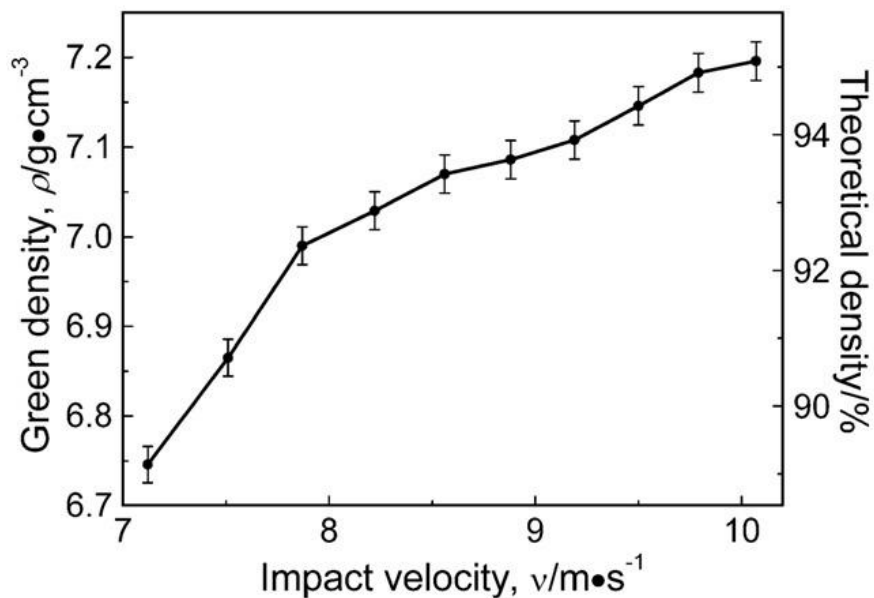


Figura 3.29 Curva della densità del verde in funzione della velocità di impatto del maglio

Dalla figura 3.30 si evince un'ulteriore importante considerazione: è possibile raggiungere una densità del verde ancora più elevata effettuando una serie di due o più "colpi" invece che un unico impatto ad alta energia.

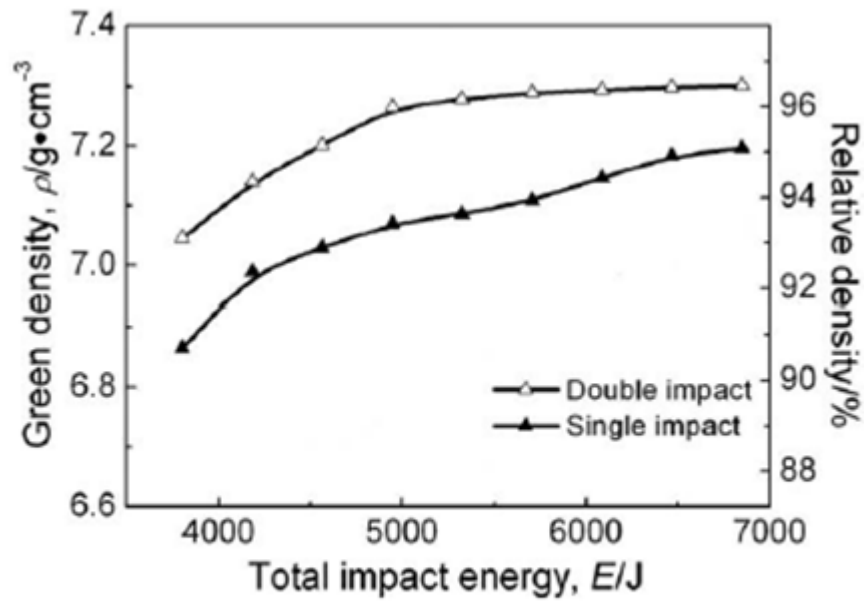


Figura 3.30 Curva della densità del verde in funzione dell'energia di impatto, nel caso di singolo impatto e nel caso di doppio impatto

Per quanto riguarda invece il calcolo della resistenza a flessione del verde, si può calcolare con la seguente relazione (equazione 3.2):

$$S = \frac{3Pl}{2t^2W} \quad (\text{eq 3.2})$$

Dove:

- S = resistenza a flessione del verde misurata in MPa;
- P = forza di rottura del verde misurata in N;
- l = lunghezza di impatto misurata in mm;
- t = altezza del verde misurata in mm;
- W = larghezza del verde misurata in mm.

3.3.2.4 Prove di compattazione

Una volta studiata e compresa a fondo la tecnica di “High Velocity Compaction”, possiamo presentare i dati relativi ai verdi prodotti al fine di realizzare le schiume necessarie allo studio fulcro del presente lavoro di tesi.

La produzione dei verdi mediante tecnica HVC era già stata studiata ed ottimizzata in precedenza dall’associazione CIVEN-Veneto Nanotech nel caso di miscela di partenza costituita da polveri di AlSi12 e di TiH₂ (del tipo esplicitato nei paragrafi 3.2.2 e 3.2.3).

I risultati di questi studi sono stati utilizzati per riuscire a concentrarsi sulle prove di compattazione più significative, in quanto l’aggiunta di Mg o Sn alla miscela iniziale non costituisce una variabile che possa incidere significativamente sui risultati di compattazione stessi. Sono stati così fabbricati numerosi verdi per sole tre altezze di caduta del maglio: 20mm, 25mm e 30mm. Inoltre, sempre alla luce di studi precedentemente effettuati dall’associazione CIVEN, si è optato per una strategia di compattazione a singolo “colpo”.

I dati relativi ai verdi da noi realizzati (primo step pratico per lo studio cui questa tesi è rivolta), sono presentati nelle tabelle 3.1, 3.2 e 3.3; in ognuna di queste è evidenziato un verde dal quale è stata fabbricata una schiuma che ha contribuito a costituire il campione di schiume successivamente esaminate nel dettaglio, il quale ha rappresentato la base fondamentale per tutte le elaborazioni, le analisi e le discussioni affrontate nel seguito del presente capitolo.

ALTEZZA COLPO 20mm												
ID	H colpo (mm)	C. force (KN)	spes.1	spes.2	spes.3	spes.4	spes.5	Spess. M	Peso (g)		Lubrificante	Criccati
18	20	882	6.58	6.56	6.59	6.58	6.57	6.576	11.9		si	no
19	20	803	6.75	6.77	6.76	6.77	6.75	6.76	12.22		no	no
20	20	755	6.73	6.74	6.76	6.75	6.74	6.753	12.31		no	no
21	20	882	6.75	6.77	6.73	6.76	6.75	6.749	12.24		si	no
22	20	834	6.75	6.76	6.77	6.74	6.75	6.748	11.93		no	si
33	20	896	6.6	6.59	6.58	6.6	6.58	6.581	11.93		si	no
34	20	851	6.5	6.49	6.51	6.48	6.49	6.485	11.75		no	no
35	20	847	6.38	6.37	6.4	6.39	6.38	6.39	11.55		no	no
36	20	915	5.55	5.56	5.54	5.57	5.55	5.557	10.11		si	no
37	20	901	5.8	5.79	5.77	5.82	5.79	5.797	10.44		no	no

Tabella 3.1 Verdi ottenuti tramite tecnica HVC con altezza di impatto pari a 20mm

ALTEZZA COLPO 25mm												
ID	H colpo (mm)	C. forze (KN)	spes.1	spes.2	spes.3	spes.4	spes.5	Spess. M	Peso (g)		Lubrificante	Criccati
1	25	1039	6.83	6.84	6.85	6.84	6.84	6.846	12.4		si	no
2	25	1039	6.6	6.58	6.59	6.56	6.57	6.556	11.99		no	no
3	25	1082	6.29	6.31	6.27	6.29	6.27	6.268	11.42		si	no
4	25	1047	6.22	6.24	6.23	6.23	6.24	6.241	11.33		no	no
5	25	1083	6.15	6.17	6.13	6.14	6.15	6.139	11.16		si	si
6	25	1068	6.25	6.27	6.24	6.27	6.25	6.256	11.4		no	no
7	25	1050	6.44	6.46	6.45	6.47	6.48	6.487	11.67		si	no
8	25	370	6.7	6.67	6.69	6.65	6.64	6.628	12.12		no	no
9	25	1068	6.2	6.23	6.19	6.2	6.21	6.203	11.28		si	no
10	25	1003	6.53	6.54	6.51	6.52	6.53	6.52	11.87		no	no
11	25	1054	6.3	6.31	6.29	6.32	6.31	6.315	11.5		si	no
23	25	1081	6.49	6.51	6.49	6.49	6.5	6.496	11.82		no	no
24	25	1081	6.14	6.16	6.14	6.13	6.16	6.149	11.14		si	no
25	25	1020	6.43	6.44	6.43	6.44	6.43	6.434	11.67		no	si
26	25	1082	5.95	5.93	5.93	5.91	5.94	5.92	10.8		si	no
27	25	1067	6.32	6.34	6.33	6.36	6.34	6.356	11.53		no	no

Tabella 3.2 Verdi ottenuti tramite tecnica HVC con altezza di impatto pari a 25mm

ALTEZZA COLPO 30mm												
ID	H colpo (mm)	C. forze (KN)	spes.1	spes.2	spes.3	spes.4	spes.5	Spess. M	Peso (g)		Lubrificante	Criccati
12	30	1167	6.63	6.66	6.58	6.66	6.63	6.632	12.09		no	no
13	30	1165	6.38	6.37	6.39	6.37	6.38	6.378	11.66		si	no
14	30	1176	6.18	6.19	6.2	6.21	6.18	6.198	11.29		no	no
15	30	1257	5.08	5.09	5.06	5.09	5.08	5.08	9.28		no	si
16	30	1179	6.61	6.6	6.64	6.58	6.59	6.586	12.78		si	no
17	30	1172	6.19	6.21	6.18	6.17	6.18	6.168	11.34		no	no
28	30	1214	5.8	5.79	5.79	5.82	5.79	5.801	10.79		no	no
29	30	1253	6.15	6.14	6.17	6.14	6.13	6.134	11.23		si	no
30	30	1194	6.22	6.23	6.25	6.21	6.22	6.22	11.4		no	no
31	30	1207	6.03	6.04	6.06	6.05	6.04	6.053	11.04		si	no
32	30	1207	6.15	6.13	6.14	6.14	6.15	6.145	11.24		no	no

Tabella 3.3 Verdi ottenuti tramite tecnica HVC con altezza di caduta pari a 30mm

Per rilevare la massa dei singoli verdi inseriti nelle varie tabelle appena sopra riportate, è stata utilizzata una bilancia di precisione (tolleranza 10^{-4} g) del tipo illustrato in figura 3.31, mentre per quanto riguarda lo spessore medio degli stessi verdi, esso è il risultato della media di cinque misurazioni realizzate su ognuno di questi con un micrometro del tipo illustrato in figura 3.32.



Figura 3.31 Bilancia di precisione utilizzata per rilevare il peso dei verdi



Figura 3.32 Micrometro utilizzato per rilevare lo spessore dei verdi

Effettuate tutte le misurazioni necessarie per completare le tabelle sopra riportate, non sono stati realizzati ulteriori esami e misurazioni per quanto riguarda i verdi.

Questa scelta è stata fatta in funzione dell'obiettivo principale dello studio cui tale tesi è dedicata, vale a dire l'analisi della distribuzione e della forma dei pori nelle schiume finali per cercare di collegare tutto ciò con i parametri di produzione. Infatti, per eseguire un'analisi metallografica (LOM o SEM) piuttosto che delle valutazioni sulla microdurezza, sarebbe stato necessario sezionare i verdi prodotti, rendendoli così non più schiumabili. Siccome i verdi prodotti risultavano molto utili per ottimizzare il processo di schiumatura (quindi per trovare i parametri per la schiumatura di massima efficienza), allora si è deciso di non "rovinare" alcun verde. Tra l'altro, analisi metallografiche e di microdurezza erano già state eseguite dall'associazione CIVEN

per verdi prodotti a partire dalle stesse polveri (eccetto per la modesta presenza di Mg o Sn) e con gli stessi parametri di produzione; ecco che allora l'aggiunta di una modesta quantità di Mg piuttosto che di Sn, che si può assumere omogeneamente e finemente distribuita nella miscela iniziale di polveri, non va a modificare sensibilmente le caratteristiche in esame, pertanto queste ultime si possono assumere equivalenti, con grado di approssimazione accettabile, a quelle che si evincono dagli studi precedenti.

A conclusione del paragrafo 3.3, per chiarezza al lettore, sembra giusto riportare un'immagine di alcuni verdi prodotti con la tecnica HVC (figura 3.33).



Figura 3.33 Verdi prodotti con tecnica HVC a partire da una miscela di polveri di Al_12Si , TiH_2 , Mg

3.4 Processo di schiumatura, analisi degli schiumati ottenuti e considerazioni finali

3.4.1 Il processo di schiumatura

Una volta realizzati tutti i verdi, così come descritto nel paragrafo 3.3, si è passati alla schiumatura degli stessi al fine di ottenere le schiume di interesse per il presente lavoro di tesi.

In particolare, ci si è concentrati sull'analisi e sulle considerazioni riguardo l'influenza dell'altezza di impatto e delle condizioni di schiumatura su:

- Densità della schiuma finale;
- Geometria/forma dei pori della schiuma finale;
- Dimensione dei pori della schiuma finale;
- Omogeneità della distribuzione dei pori nella schiuma finale;
- Foaming Efficiency dei verdi;
- Isotropia di espansione dei verdi.

Come descritto nel Capitolo 1, il processo di schiumatura comporta la formazione di una schiuma in conseguenza all'espansione di un verde. Utilizzando il processo di "High Velocity Compaction" per la fabbricazione del verde, il processo di schiumatura (separato dal processo di compattazione HVC) è reso possibile da opportuni forni, progettati ad hoc, in cui viene inserito il verde da schiumare.

Tali forni hanno la funzione di innescare il processo di deidrogenazione dell'agente schiumante presente all'interno del verde, così che esso sprigiona del gas che rimarrà poi intrappolato all'interno dei pori formati a causa del processo di deidrogenazione stesso (cfr sottoparagrafo 3.4.1.1).

L'obiettivo di ottenere delle schiume di buona/ottima qualità a partire da verdi ottenuti mediante processo HVC, non può però prescindere dall'ottimizzazione del processo di schiumatura in forno. Ciò comporta l'acquisizione di capacità di impostazione e controllo di alcuni parametri fondamentali del processo di schiumatura stesso, quali:

- Temperatura iniziale del forno;
- Tempo di permanenza del verde nel forno;
- Variazione di temperatura durante il processo.

Il processo di schiumatura dei verdi, realizzati nei laboratori dell'associazione CIVEN – Veneto Nanotech, è l'unica fase dell'intero progetto in esame che è stata affidata ad un'azienda esterna, nello specifico al centro MUSP di Piacenza (consorzio a cui partecipano attivamente il Politecnico di Milano, l'Università Cattolica di Milano, alcune istituzioni quali la Provincia di Piacenza ed altre associazioni ed imprese tra le quali anche Confindustria Piacenza) [77].

Proprio in virtù delle specifiche competenze del centro MUSP in materia di schiume di alluminio, acquisite in anni di ricerca, ed in virtù della particolare dotazione di laboratorio presente nel centro stesso, è stata da diverso tempo costituita una importante collaborazione tra quest'ultimo e l'associazione CIVEN.

E' importante a questo punto render noto che il processo di schiumatura dei verdi analizzati nel presente lavoro di tesi è stato effettuato in forni piuttosto piccoli (camera di dimensioni all'incirca di 50 dm³), adatti alla schiumatura di campioni, quali sono proprio i verdi in esame (vedi dimensioni riportate nelle tabelle 3.1, 3.2 e 3.3). Il processo di schiumatura di questi ultimi è stato monitorato utilizzando una telecamera ed acquisendo un fotogramma ogni secondo. E' stata inoltre inserita una termocoppia all'interno di ciascun verde per seguirne l'evoluzione termica e ricavare dati utili alle analisi che presenteremo nel corso dei successivi sottoparagrafi.

Presso i laboratori MUSP è presente però anche un forno a carro Nabertherm modello W7500/85° ad elevata precisione di regolazione della temperatura (figura 3.34), che viene utilizzato per una "prima" industrializzazione ("di prova") del processo in esame. Tale forno ha lo stesso principio di funzionamento e le stesse caratteristiche dei forni utilizzati per schiumare i verdi analizzati nel seguito del capitolo (fatta eccezione per le dimensioni e la potenza) e, come essi, permette di espandere i verdi in modo controllato e riproducibile. Si tratta di un forno a convezione forzata con:

- dimensioni interne 1.4[m] x 3.8[m] x 1.4[m];
- volume utile di 7500 litri;
- potenza installata pari a 240kW;
- massima temperatura operativa 850°C;
- regolazione della temperatura ottenuta tramite un controllore Siemens PLC S7-315 (in questo modo è possibile ottenere una uniformità termica pari a ±3K in tutta la zona di lavoro);
- cinque termocoppie di misura della temperatura indipendenti dal circuito di controllo principale;

- carro mobile su rotaie con portata pari a 4500kg che consente di effettuare agevolmente il carico e lo scarico del forno;
- ulteriori dettagli ed informazioni possono esser reperiti in [78].



Figura 3.34 Forno Nabertherm W7500/85°C a carro presente nel centro MUSP di Piacenza

3.4.1.1 Il processo di deidrogenazione

L'idruro di titanio (TiH_2), come già più volte osservato, risulta essere un composto chimico fondamentale per il processo di schiumatura dell'alluminio o di leghe di alluminio. I pori della schiuma finale vengono infatti formati attraverso il gas sprigionato dalla deidrogenazione dell'idruro di titanio. Ecco perché è opportuno soffermarsi brevemente sulla descrizione di quest'ultimo processo (per ulteriori dettagli ed approfondimenti si rimanda a [68]).

La deidrogenazione del TiH_2 , avviene in due fasi distinte [68]:

1. $TiH_2 \rightarrow TiH_x$ (dove $0.7 < x < 1.1$ e dipende dalla granulometria dell'idruro);
2. $TiH_x \rightarrow \alpha-Ti$.

Queste due fasi sono caratterizzate da diverse temperature: solitamente la prima fase di decomposizione inizia ad una temperatura di circa 450°C e procede in modo lineare fino a 520°C dove inizia la seconda fase di decomposizione che termina a ca. 580°C.

Bisogna porre particolare attenzione al fatto che il processo di deidrogenazione dell'idruro di titanio avviene in concomitanza a processi di ossidazione: il TiH_2 , infatti, subisce essenzialmente due tipologie di processi ossidativi che si differenziano tra loro per la cinetica di reazione.

Il primo processo di ossidazione, che viene attivato quando la temperatura supera i 400°C, è caratterizzato da una cinetica lenta poiché essa è strettamente correlata alla cinetica di rilascio dell'idrogeno (anch'essa piuttosto lenta).

Il secondo processo di ossidazione, la cui attivazione avviene a temperature di ca. 550°C ÷ 650°C, è invece caratterizzato da una cinetica molto rapida (che porta anche a rischi di esplosione) ed è strettamente correlato alla granulometria/morfologia delle polveri utilizzate.

L'eventuale ossigeno presente porta, in definitiva, alla graduale trasformazione di TiH_2 a TiO_x e TiO_2 , con conseguente aumento di peso della schiuma e sviluppo di calore. E' importante notare inoltre come la formazione di ossidi di titanio vadano a modificare, in maniera assolutamente negativa, tutte le proprietà della schiuma finale. Per queste ragioni, al fine di evitare o limitare i fenomeni di ossidazione delle polveri di TiH_2 , si ricorre ad un insufflaggio continuo di argon durante il processo di schiumatura.

Tuttavia, da studi eseguiti dall'associazione CIVEN in precedenza all'analisi riportata in tale tesi, emerge che le schiume di alluminio prodotte a partire unicamente da polveri di $AlSi12$ e TiH_2 (tramite tecnologia HVC) presentano comunque delle ossidazioni non trascurabili che vanno a minare la loro qualità e la bontà delle loro proprietà.

E' proprio questo uno dei motivi che ha spinto l'organizzazione CIVEN - Veneto Nanotech ad intraprendere lo studio esposto nel presente lavoro di tesi. Come in seguito descritto ed analizzato minuziosamente, alla semplice base di polveri di $AlSi12$ e TiH_2 , sono state aggiunte delle polveri di Mg o di Sn (che sono caratterizzate da una maggiore affinità verso l'ossigeno rispetto al titanio) al fine di far ossidare queste ultime al posto dei metalli di nostro interesse (che vanno a determinare in maniera preponderante le proprietà della schiuma finale).

3.4.2 Considerazioni preliminari all'analisi di schiume prodotte con metodologia HVC

Per quanto esposto nel sottoparagrafo 3.4.1.1 e nel paragrafo 2.2, al fine di migliorare la qualità e le proprietà delle schiume finali si è scelto, all'inizio del progetto, di produrre dei verdi (sempre tramite metodologia HVC) con la stessa miscela di polveri (Al₁₂Si + TiH₂) utilizzata per i verdi cui gli studi precedenti (svolti dall'associazione CIVEN) si riferiscono, alla quale sono state però aggiunte delle polveri di Mg oppure di Sn.

Dalla schiumatura di tutti questi differenti tipi di verdi, il centro MUSP ha potuto raccogliere svariati dati che son stati successivamente elaborati e riassunti nelle tabelle e nei diagrammi sotto riportati.

		Altezza di caduta "hammer"					
		5 mm	10mm	15mm	20mm	25mm	30mm
Composizione della miscela iniziale di polveri	AlSi12 (vecchi campioni MetFoam) + TiH ₂	ID11	ID09	ID13	ID14		
	AlSi12 (vecchi campioni MetFoam)+ TiH ₂		ID15	ID16	ID17	ID18	
	AlSi12 (nuovi campioni 2014)+ TiH ₂			ID21	ID22	ID23	ID24
	AlSi12 + TiH ₂ + Sn				ID28	ID29	ID30
	AlSi12 + TiH ₂ + Mg				ID31	ID32	ID33

Tabella 3.4 Composizione ed altezza di caduta del punzone per diversi verdi, le cui schiume verranno prese in considerazione nel presente capitolo

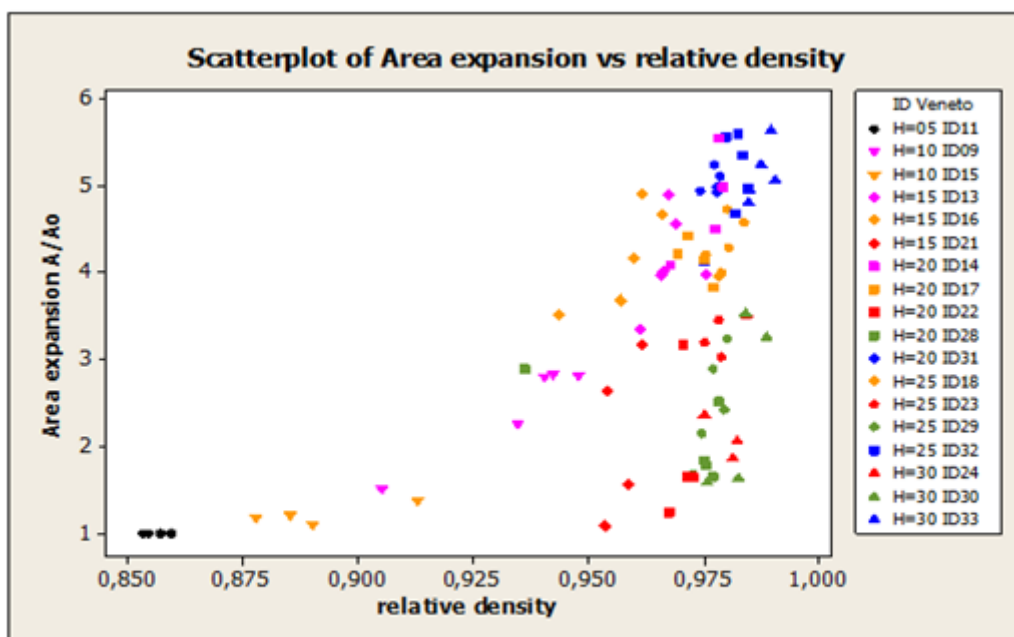


Figura 3.35 Diagramma a dispersione riguardante l'espansione in termini di area in funzione della densità relativa del verde corrispondente

Già questi primi dati riassuntivi hanno permesso di concentrare il nostro studio su di un insieme limitato di verdi e delle corrispondenti schiume: è infatti molto evidente come il rapporto espansione in termini di area e densità relativa sia molto maggiore per alcuni tipi di schiume piuttosto che per altri. Attraverso il successivo approfondimento di queste relazioni si sono ottenuti i seguenti grafici:

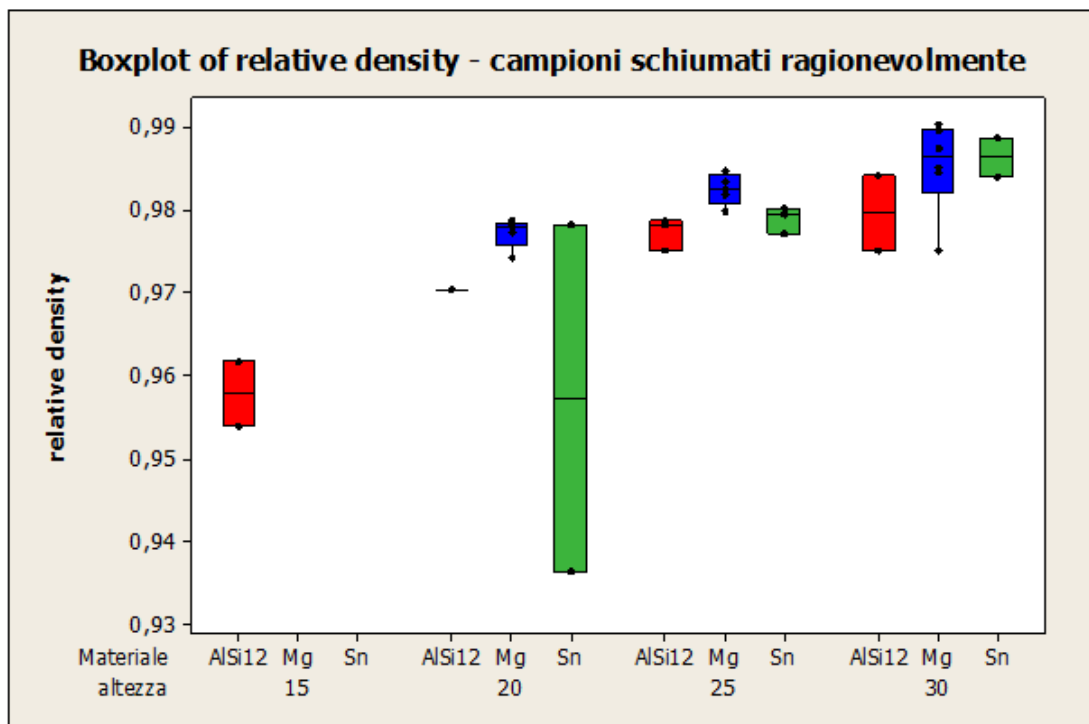


Figura 3.36 Diagramma della densità relativa (ed eventuale varianza) per diversi campioni schiumati ragionevolmente (dati forniti dal centro MUSP)

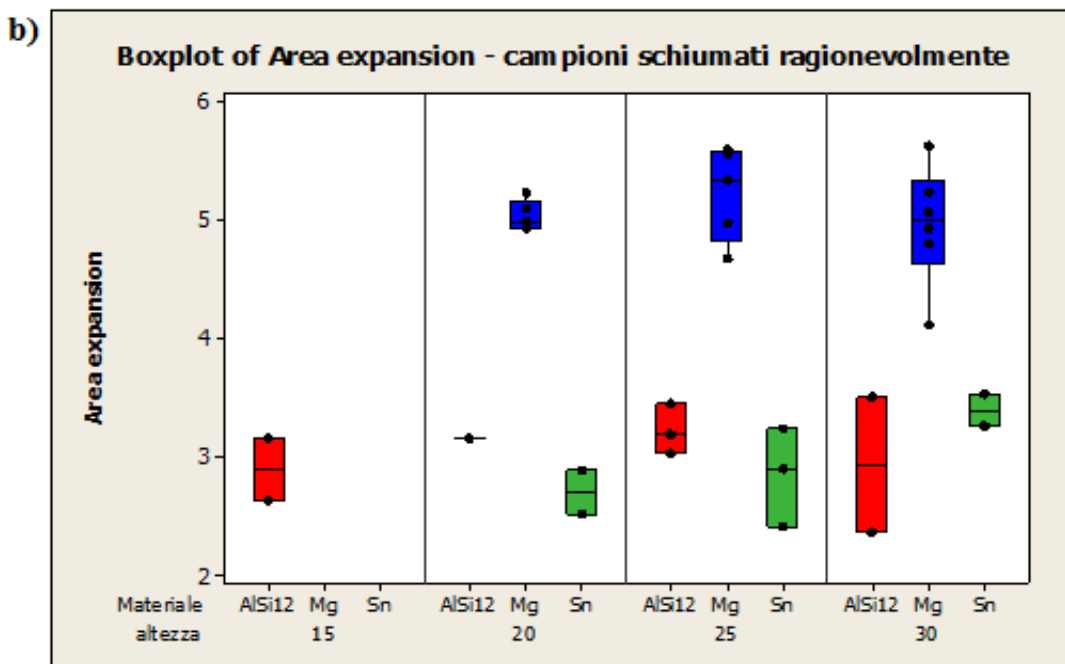
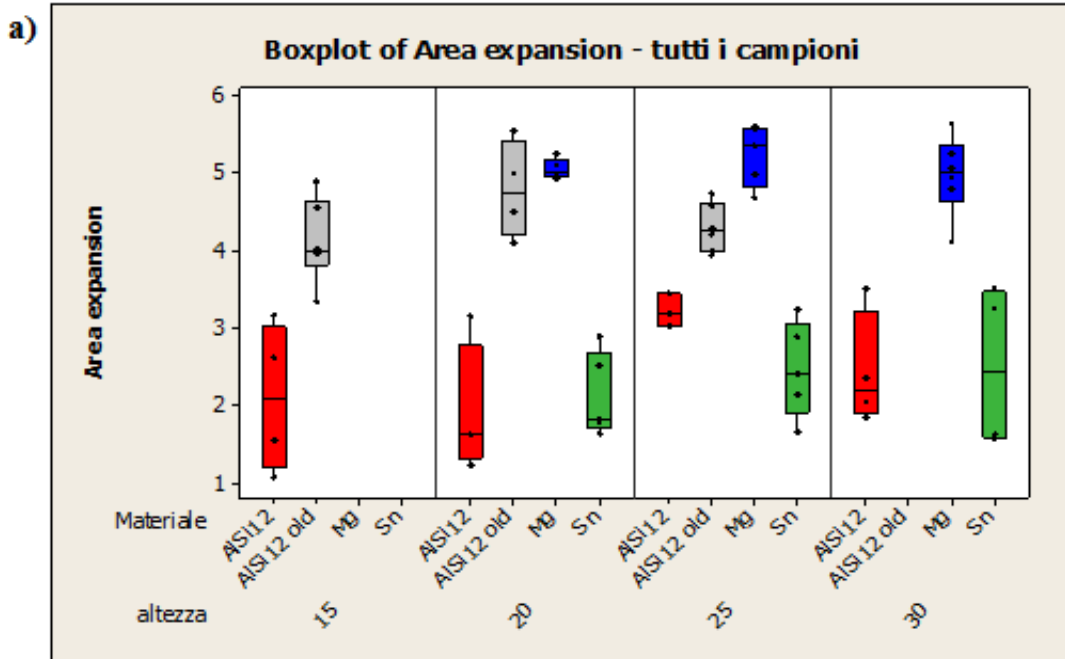


Figura 3.37 Diagrammi dell'espansione in termini di area (ed eventuale varianza) per (a) tutti i campioni oggetti dei vari studi svolti dall'associazione CIVEN e per (b) solo alcuni campioni più recenti e significativi.

Alla luce dei dati appena riportati è risultato subito chiaro come le schiume su cui doveva concentrarsi il presente progetto di tesi erano, senza ombra di dubbio alcuno, quelle prodotte a partire da una miscela di polveri contenente il 97.25% wt. di AlSi12, lo 0.75% wt di TiH₂ e il 2% wt. di Mg.

Queste schiume, infatti, rispondevano egregiamente alla necessità, emersa dai precedenti studi effettuati dall'associazione CIVEN, di una diminuzione del fenomeno di ossidazione che si verificava durante il processo di schiumatura dei verdi prodotti a partire da una miscela di polveri composta dal 99.25% di AlSi12 wt. e dallo 0.75% wt. di TiH₂. Alla stessa necessità rispondevano però altrettanto bene anche le schiume prodotte a partire da una miscela di polveri di AlSi12 e TiH₂, alla quale veniva aggiunta una percentuale del 2% wt. di Sn. Come si può desumere dai diagrammi sopra riportati, queste ultime non hanno tuttavia la stessa schiumabilità (in particolare espansione in termini di area) delle schiume contenenti il 2% wt. di Mg, che presentano un'espansione significativamente maggiore a parità di altre condizioni.

Da un punto di vista strettamente legato all'espansione in termini di area, sono le sole schiume prodotte a partire dalla miscela di AlSi12 + TiH₂ che possono competere con le schiume prodotte a partire da una miscela AlSi12 + TiH₂ + Mg; esse presentano però, come già discusso in 3.4.1.1, delle ossidazioni non trascurabili che incidono in maniera negativa sulla qualità e sulle proprietà della schiuma finale.

Un ulteriore ragionamento che ha portato alla scelta dei verdi contenenti Mg come oggetto del progetto che stiamo qui discutendo, riguarda la densità relativa dei verdi schiumati. In tutti i casi, vale a dire al variare della composizione della miscela di partenza, risulta evidente come all'aumentare dell'altezza di impatto dell'hammer aumenta anche la densità relativa del campione prodotto. Ancora una volta, a parità di altre condizioni (in questo caso dell'altezza di caduta), spiccano le schiume prodotte a partire da una miscela AlSi12 + TiH₂ + Mg, seguite dalle schiume prodotte a partire da una miscela AlSi12 + TiH₂ + Sn, seguite a loro volta da quelle prodotte a partire da una miscela AlSi12 + TiH₂. Da un punto di vista teorico infatti, come esposto nel capitolo 1, maggiore è la compattazione del verde e maggiore è la qualità dello stesso e della schiuma che ne deriverà.

Mettendo in relazione i due parametri introdotti appena sopra, si ottiene per tutte le schiume prodotte ed analizzate nei vari anni da MUSP e CIVEN il diagramma riportato in figura 3.35 che, alla luce delle osservazioni appena esplicitate, conferma come la scelta circa le schiume da analizzare nel presente lavoro di tesi debba ricadere su quelle contenenti magnesio.

Sicuri di quanto appena esplicitato, sono stati selezionati tre campioni per le analisi dettagliate, fulcro dello studio oggetto della tesi in essere:

ID Campione	Composizione	h impatto	Altre note
31-33	AlSi12 97.25% wt. + TiH ₂ 0.75% wt. + Mg 2% wt.	20 mm	Campione estratto dal forno alla massima efficienza di schiumatura
32-11	AlSi12 97.25% wt. + TiH ₂ 0.75% wt. + Mg 2% wt.	25 mm	Campione estratto dal forno alla massima efficienza di schiumatura
33-13	AlSi12 97.25% wt. + TiH ₂ 0.75% wt. + Mg 2% wt.	30 mm	Campione estratto dal forno alla massima efficienza di schiumatura

Tabella 3.5 Caratteristiche salienti dei campioni oggetto di studio approfondito nel presente lavoro di tesi

In tabella 3.5 sono stati riportati i principali dati di interesse per tutte le considerazioni che seguiranno. Moltissimi altri dati riguardanti questi tre campioni, ma anche tutti gli altri campioni fabbricati che non son stati però analizzati nel dettaglio, sono disponibili nel database dell'associazione CIVEN – Veneto Nanotech sede di Marghera (Ve). Questi ultimi non sono stati esplicitati in precedenza e non verranno esposti in seguito in quanto non assumono un'importanza fondamentale per quanto andremo a discutere.

E' importante ora sottolineare come i tre campioni non siano stati scelti in maniera "random" o qualitativa fra quelli disponibili, bensì secondo un criterio ben preciso: oltre ad esser composti da AlSi12 + TiH₂ + Mg (per i motivi spiegati sopra), sono stati selezionati perché schiumati alla massima efficienza, quindi estratti alla miglior condizione di schiumatura (che teoricamente dovrebbe garantire schiume della miglior qualità possibile e con le migliori proprietà).

E' proprio a questo punto che è iniziata la fase cruciale del lavoro e dello studio che ha originato e motivato il presente lavoro di tesi. Ci siamo subito domandati, tenendo sempre a mente l'obiettivo prefissato, con quali modalità operative procedere per la raccolta dei dati e per la loro successiva elaborazione: "era il caso di seguire le procedure già sperimentate ed impiegate dall'associazione CIVEN negli studi svolti precedentemente, oppure cercare qualche alternativa?". D'accordo anche con il DTG di Vicenza, abbiamo deciso di modificare la "classica" procedura utilizzata dall'associazione stessa fino a quel momento per lo studio e l'analisi delle schiume metalliche, che portava sì a dei dati molto accurati ma, per contro, ne produceva un numero piuttosto limitato in un tempo abbastanza lungo.

La procedura "classica" consiste nella produzione di svariati verdi (quanti se ne ritenevano più opportuni), nella loro analisi (attraverso micrografie al microscopio ottico, prove di microdurezza etc.), nella loro schiumatura ed infine nell'analisi delle più

interessanti schiume ottenute a partire dai verdi stessi (in funzione della situazione e dell'obiettivo postosi in precedenza).

La procedura adottata in questa tesi varia rispetto a quella "classica" per quanto riguarda la fase di analisi dei verdi e la fase di analisi delle schiume. In particolare:

- Fase di analisi dei verdi.
 - Procedura "classica": vengono selezionati alcuni verdi rappresentativi dell'intero insieme di verdi fabbricati, vengono esaminati a microscopio ottico e su di essi vengono eseguite delle prove di microdurezza. Per far ciò occorre sezionare i verdi da esaminare, rendendoli quindi non più utili alla formazione di schiume. In questo è implicita l'assunzione che le caratteristiche e le proprietà di tutti gli altri verdi dell'insieme prodotto siano all'incirca identiche a quelle dei verdi esaminati;
 - Procedura "modificata": nessun verde viene sezionato od intaccato, ma tutti sono utilizzati per ottimizzare il processo di schiumatura. La motivazione di questa scelta è stata esposta ad inizio capitolo.
- Fase di analisi delle schiume.
 - Procedura "classica": ogni campione di schiuma che si intende esaminare viene tagliato nella parte centrale. La sezione risultante viene inglobata in resina epossidica e lucidata finemente tramite una lappatrice. Tutti i test vengono svolti su questa unica sezione e si estendono tutti i risultati derivanti, accettando un'approssimazione, all'intero campione/provino di schiuma in esame;
 - Procedura "modificata": ogni campione di schiuma che si intende esaminare viene parzialmente inglobato in resina epossidica (figura 3.38) al fine di creare una solida base cilindrica, ortogonale alla dimensione maggiore del campione di schiuma, che possa permettere di fissarlo nella morsa di una troncatrice a disco. Una volta che la resina è solidificata, il campione viene posizionato tra i morsetti della troncatrice (come quella in figura 3.39), che vengono stretti in modo tale che il campione non possa più muoversi. Si inizia così a tagliare il campione in quante più "slice" possibili (fino ad arrivare a filo della base di resina), numerandole in ordine progressivo ed indicando chiaramente il fronte e il retro. Per l'operazione di taglio è stato utilizzato un disco di spessore 0.25mm. Logicamente, essendo queste "slice" piuttosto sottili (nel caso specifico 0.355 mm), risulta operativamente impossibile inglobarle in resina e successivamente lucidarle.

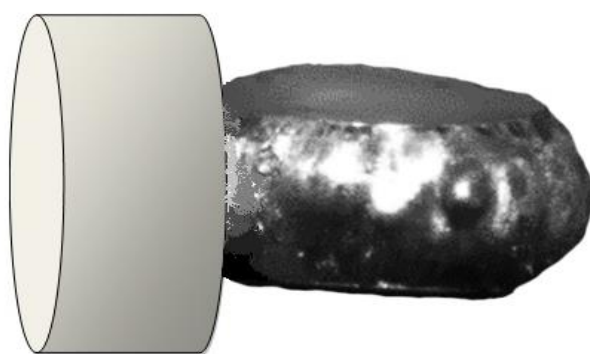


Figura 3.38 Immagine schematica di un campione di schiuma inglobato in una base di resina epossidica per la successiva fase di taglio

Struers **Discotom-100/-10**

Expand Your Cutting Universe –
Get more of what you expect in **one** cut-off machine

• Largest cutting table in its class provides exceptional flexibility
• Unmatched user interface for time-saving operation
• Newest cutting technologies deliver fast, accurate cuts

The image shows a man in a grey work shirt operating a large industrial water-cooled disc cutting machine. The machine is white and grey with a large cutting table. The background is a laboratory or industrial setting.

Figura 3.39 Troncatrice a dischi raffreddata ad acqua

E' doveroso però far seguire alla descrizione della procedura "modificata" (da noi utilizzata per ottenere le sezioni di schiuma su cui vengono poi effettuate le varie analisi) alcuni commenti di carattere sia pratico che teorico.

3.4.2.1 Descrizione dettagliata della procedura di ottenimento delle micrografie

Anzitutto è ormai chiaro come la grande differenza tra le due procedure che si possono utilizzare per l'analisi di schiume metalliche, riguarda il numero di sezioni che vengono esaminate per ciascun campione di schiuma.

Con il metodo classico può essere ricavata e quindi esaminata, per ogni provino di schiuma, una sola sezione (o al più un paio): non è possibile effettuare infatti un numero di tagli elevato se si vogliono successivamente lucidare le sezioni ottenute.

In alternativa, si può convenire sul procedere realizzando per ciascun campione di schiuma un numero piuttosto alto di slice (nel caso particolare circa 13 per campione come in seguito si vedrà in dettaglio); ciò comporta l'impossibilità di lucidare le varie sezioni (le slice così ottenute risultano molto sottili e un'operazione di lappatura, per quanto svolta delicatamente, le porterebbe certamente a rottura).

Si evidenzia come ogni slice, non avendo uno spessore infinitesimale, presenta due sezioni che andremo ad indicare col numero della corrispondente slice seguita dal simbolo "f" (che indica il fronte slice) oppure il simbolo "r" (che indica il retro slice). Ovviamente il verso che identifica il fronte, e quindi anche il retro, viene determinato in modo arbitrario, ma una volta stabilito, deve rimanere coerente per tutte le slice di ogni campione di schiuma.

In seguito a quanto esposto appena sopra, è fondamentale soffermarsi sulle modalità con cui son state trattate tutte le sezioni; con la procedura utilizzata nel progetto che si sta discutendo (d'altronde anche come nel caso di procedura "classica"), viene realizzata una micrografia per ogni sezione di ciascuna slice. Il fatto che ogni sezione non possa esser lucidata, implica la presenza di graffi (dovuti alla lama della troncatrice) e di "disuniformità di varia natura" in ciascuna micrografia corrispondente ad ogni sezione. Tutto questo comporta un problema non trascurabile (al quale si può tuttavia porre rimedio abbastanza agevolmente): l'analisi morfologica delle schiume, nonché geometrica e statistica dei pori di ciascuna sezione costituente ogni schiuma, viene eseguita tramite appositi programmi (nel nostro caso è stato utilizzato il software ImageJ), che richiedono tutti un'operazione preliminare di "thresholding a singola soglia" su ogni micrografia. Questa operazione non può esser eseguita efficacemente se l'immagine, nel caso specifico la micrografia, non risulta esser "pulita".

Per capire meglio questo fondamentale passo è bene richiamare il concetto di "thresholding a singola soglia". Esso è il metodo più semplice per effettuare una rapida segmentazione di un'immagine. Per segmentazione o thresholding di un'immagine si

intende il processo di partizionamento di un'immagine in regioni significative. La partizione è utilizzata in task di "object recognition" (è proprio il caso che si sta discutendo), o per rappresentare in maniera più compatta l'immagine. Durante un'operazione di threshold ("sogliatura"), per ogni pixel dell'immagine in questione si compara il suo valore di grigio (o la sua intensità) con un valore di soglia opportuno e determinato a priori. Il risultato varierà a seconda se il valore di grigio è maggiore o minore della soglia impostata. In generale, però, da un thresholding a singola soglia si ottiene un'immagine binaria, vale a dire con pixel di valore 0 o 1 (tradotto cromaticamente, pixel illuminati di bianco o di nero).

Formalmente quindi, data un'immagine I_{gray} e scelta una soglia s , l'immagine binaria I_{bin} è ottenuta nel seguente modo:

$$\forall \text{ pixel } p \in I_{gray} : I_{bin}(p) = \begin{cases} 0 & \text{if } I_{gray}(p) \leq s \\ 1 & \text{if } I_{gray}(p) > s \end{cases}$$

Ecco allora che la presenza di solchi e/o altre disuniformità fisiche in una sezione ostacola il corretto processo di sogliatura, ossia la corretta traduzione dell'immagine reale in immagine binaria. Questo accade perché qualsiasi disuniformità fisica (solchi dovuti al processo di taglio, effetti dovuti a riflessi di luce verificatisi durante lo scatto della micrografia, inclusioni nella matrice metallica etc.) si traduce in una codifica cromatica errata (cioè aree di pixel di colore nero le quali dovrebbero esser invece di colore bianco e viceversa). Questo problema è stato risolto tramite Adobe Photoshop, modificando pazientemente ed in modo estremamente accurato ogni micrografia realizzata, al solo fine di ottenere una micrografia equivalente a quella che risulterebbe dalla stessa sezione perfettamente lucidata.

Tutte le micrografie realizzate presentavano, anche se in misura differente, gli stessi quattro problemi che impedivano una corretta sogliatura:

- In alcune zone era evidente la presenza di un riflesso bianco di luce dovuto alla posizione del microscopio ottico all'interno del laboratorio di metallurgia del DTG e ovviamente alle particolari condizioni atmosferiche - ambientali esterne nel momento della realizzazione delle micrografie (per quanto si cerchi una posizione che isoli lo strumento dalle condizioni di luce esterne, non si troverà mai una locazione completamente indipendente da queste ultime). Nella traduzione cromatica, il bianco viene identificato come luce passante quindi, nel nostro caso, come presenza di un poro. Tutto ciò ovviamente è errato, in quanto in queste zone si ha la presenza di un pieno (matrice metallica); si è

pertanto proceduto oscurando manualmente (con elevatissimi ingrandimenti in modo da esser estremamente precisi) tutte le zone che presentavano tali inesattezze.

- Si notava spesso la presenza di zone più o meno circolari che sfumavano in modo continuo da grigio scuro (ai bordi) fino a nero intenso (in prossimità del centro). Anche queste zone rappresentavano un errore da correggere mediante Photoshop, in quanto la traduzione cromatica di grigi scuri (superiori alla soglia di threshold) e nero, si identifica con luce non passante, ovvero un pieno (nel caso specifico di sezioni di schiume si tratta quindi di pareti cellulari); in realtà tali aree rappresentavano però dei pori che si andavano a chiudere su piani immediatamente sottostanti alla sezione esaminata, pertanto siamo andati a modificare (sempre in modo estremamente minuzioso) il colore dei pixel di tutte queste zone, sostituendolo con il colore bianco.
- Si notavano inoltre, in tutte le sezioni, delle aree scure di forma piuttosto allungata con bordi irregolari e frastagliati; queste non rappresentavano altro che gli sfridi dovuti al taglio, che non si erano distaccati dalla sezione. Per tale ragione, se non fossimo andati ad eliminare queste parti dall'immagine prima dell'operazione di thresholding, avremmo commesso un grosso errore, in quanto tutte queste aree di sfridi (che non costituiscono assolutamente una parte della sezione raffigurata nell'immagine) sarebbero state codificate dal software ImageJ come pareti cellulari, cosa assolutamente non accettabile.
- Tutte le micrografie realizzate presentavano infine, sempre a causa dell'operazione di taglio, un ulteriore problema che doveva essere risolto prima dell'operazione di threshold e prima di considerare idonea all'analisi di nostro interesse l'immagine stessa. L'operazione di taglio di ogni campione di schiuma in slice molto sottili, aveva infatti rotto le pareti cellulari più sottili e quindi fragili; è stato perciò necessario ricostruirle digitalmente con estrema minuzia, rispettando cioè la loro forma naturale.

Modificate opportunamente tutte le micrografie di nostro interesse, mediante l'apposita funzione di ImageJ è stato effettuato il thresholding a singola soglia di ogni micrografia modificata. Sono state quindi salvate tutte le corrispondenti immagini binarie (riassunte nelle tabelle 3.6, 3.7 e 3.8 riportate qualche pagina in avanti) così da poterle poi utilizzare come input per le successive elaborazioni di cui si necessitava, eseguite sempre tramite ImageJ.

Al fine di permettere una miglior comprensione, vengono riportate in figura 3.40 due immagini della stessa sezione (sezione 8f del campione 32-11), una prima della modifica con Photoshop (così come catturata dal microscopio Leica DM6000 M) e una dopo le modifiche sopra descritte ed il successivo threshold.

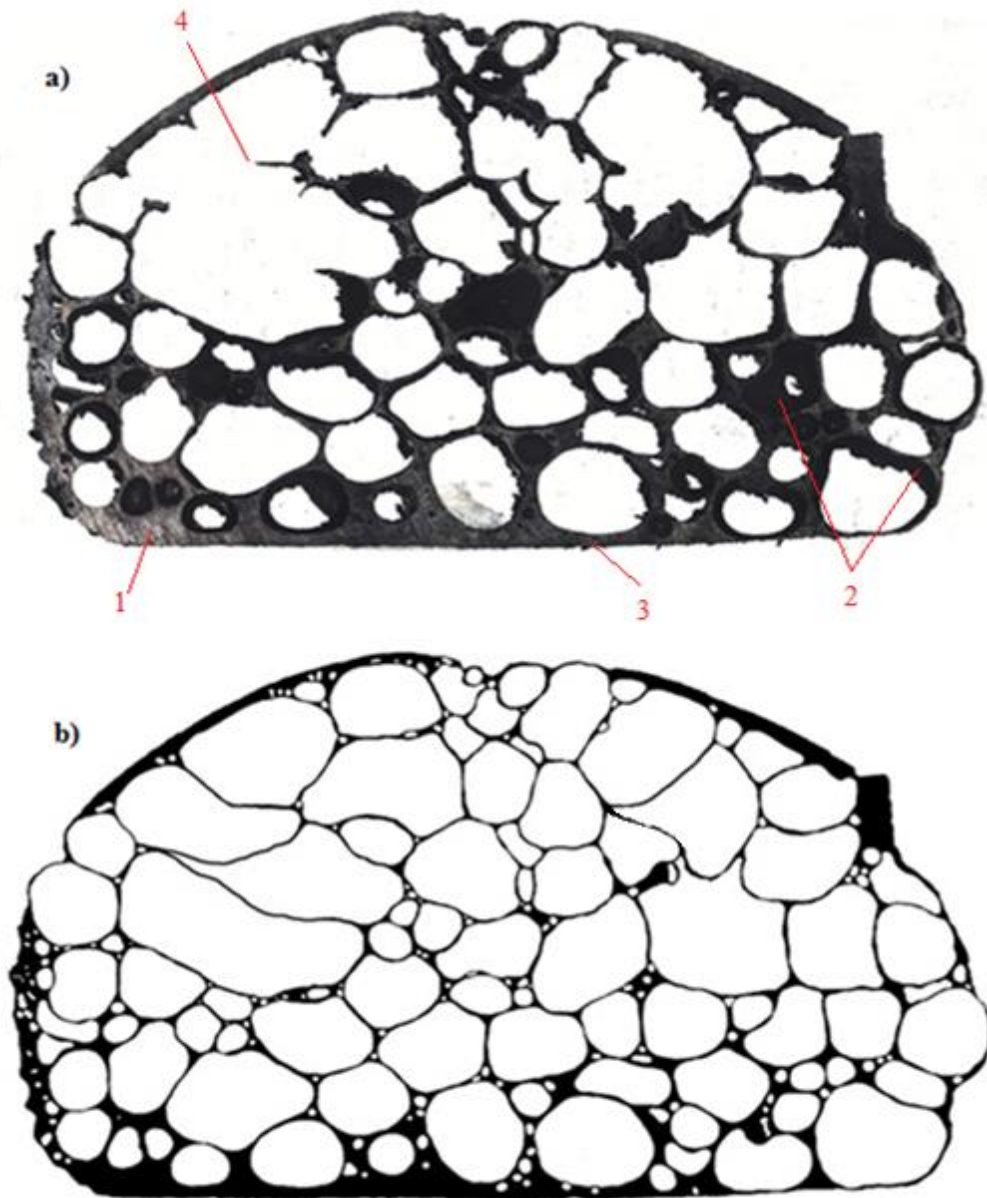


Figura 3.40 Esempio di micrografia prima (a) e dopo (b) le modifiche

Un'ultima rilevante osservazione a tal proposito, riguarda la scelta fatta per ottenere le micrografie di tutte le sezioni di interesse; si potevano infatti intraprendere varie strade, ognuna delle quali comportava l'utilizzo di un diverso strumento. Essenzialmente le alternative erano le seguenti due:

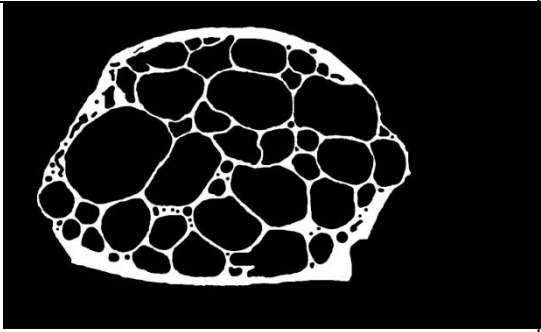
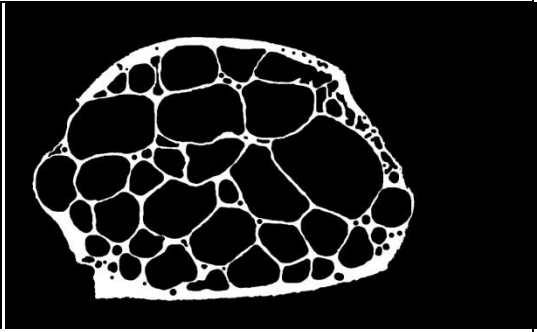
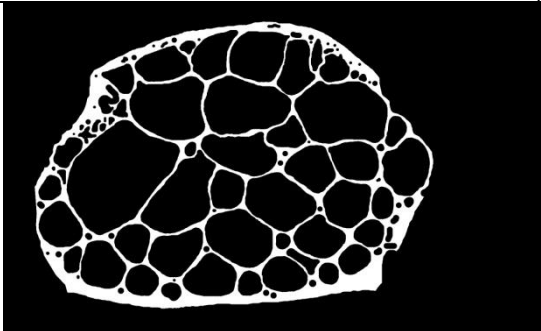
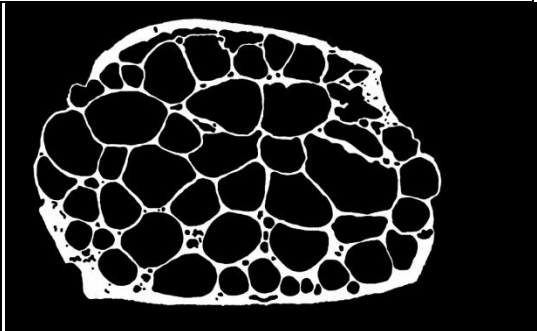
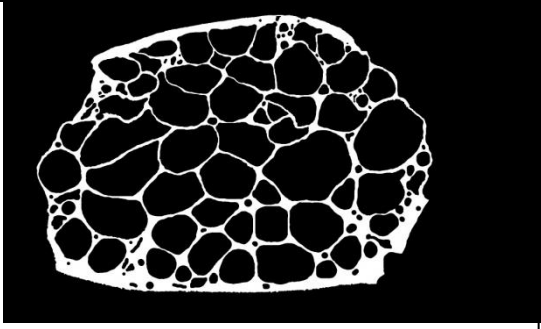
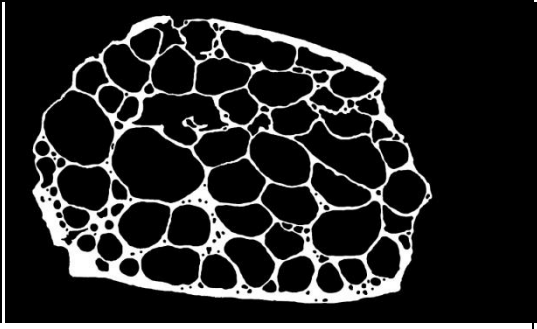
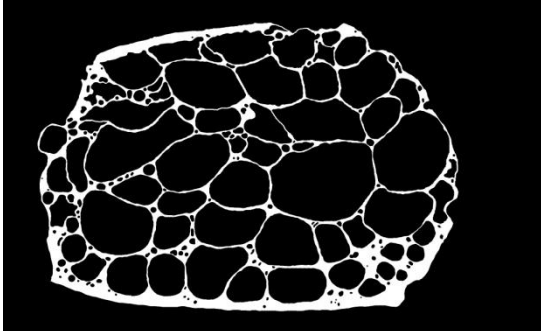
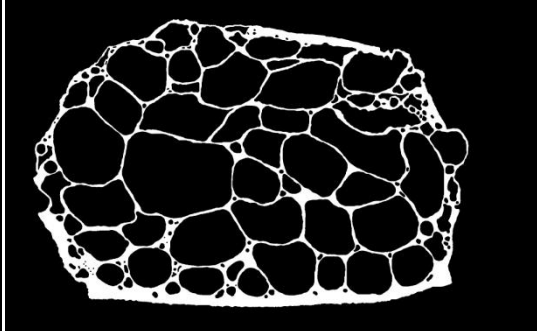
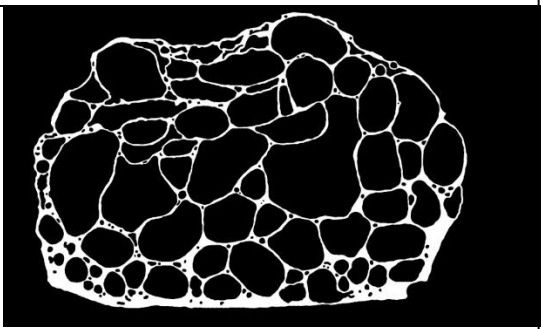
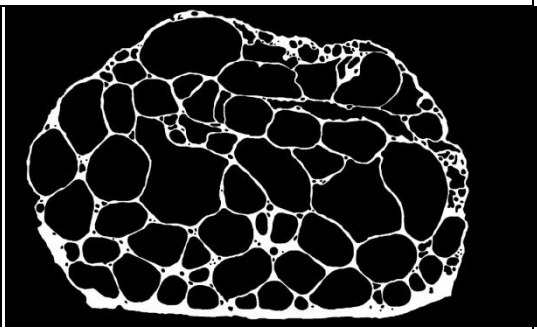
1. Utilizzare una potente macchina fotografica di tipo reflex con obiettivo macro;
2. Utilizzare un microscopio ottico.

E' stata scelta la seconda alternativa in quanto permette un maggior e più dettagliato ingrandimento della sezione, oltre che per il fatto che sia nei laboratori dell'associazione CIVEN sia nel laboratorio di metallurgia del DTG di Vicenza, è presente un microscopio ottico professionale (del tipo illustrato in figura 3.2). Ogni micrografia ottenuta mediante questo strumento (Leica DM6000 M) è in realtà il risultato di un'operazione, realizzata automaticamente dal software di gestione del microscopio stesso, di "stitching" di 16 micrografie. In altri termini, la micrografia finale che appariva sul monitor del computer, non era altro che l'unione di 16 micrografie "parziali" (l'area di ogni sezione è suddivisa dal software del microscopio in 16 parti uguali, per ognuna delle quali viene realizzata una micrografia). In questo modo la risoluzione dell'immagine è altissima e le successive modifiche possono essere effettuate con estrema precisione, limitando al massimo gli errori nell'immagine finale.

Dopo la fondamentale discussione appena terminata, appare debito un secondo approfondimento circa la procedura "modificata"; come già anticipato, ogni slice è composta da due sezioni (denominate fronte e retro). Queste ultime non devono assolutamente essere considerate identiche: per quanto le slice siano notevolmente sottili (0.355mm), non hanno comunque uno spessore infinitesimale. Pertanto, essendo ormai noto che la morfologia di una schiuma varia in modo continuo lungo tutte le direzioni, si può affermare con assoluta certezza che due sezioni appartenenti alla stessa slice sono diverse.

A questo punto sicuramente risulta chiaro il motivo per cui è stata scelta la procedura "modificata" di cui sopra: dopo un laborioso lavoro iniziale di modifica delle micrografie di tutte le sezioni appartenenti ad un campione di schiuma, si possiede un numero sufficiente di immagini per ricostruire una tomografia (mappa 3D) quasi completa del campione di schiuma stesso. Quindi, in confronto alla procedura "classica" che, partendo da un paio di sezioni lucidate, generalizza le statistiche all'intera schiuma (composta da molte più sezioni variegate), con la procedura da noi adottata si ottengono, per ogni campione di schiuma, un numero di dati molto maggiore, che porta a statistiche finali molto più significative e non di carattere generale o "medio".

Campione 31-33

	Sezione "Fronte"	Sezione "Retro"
3		
4		
5		
6		
8		

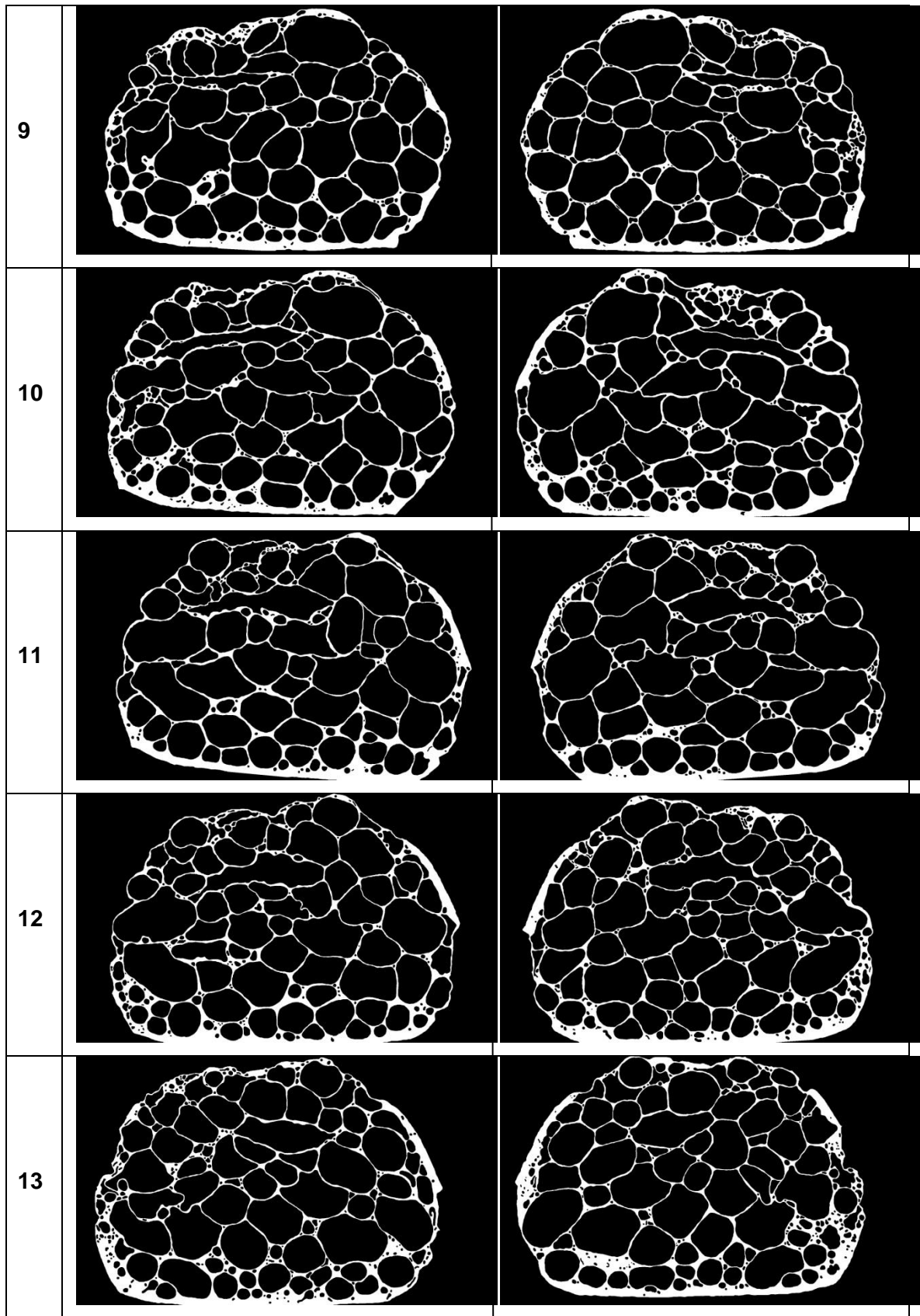
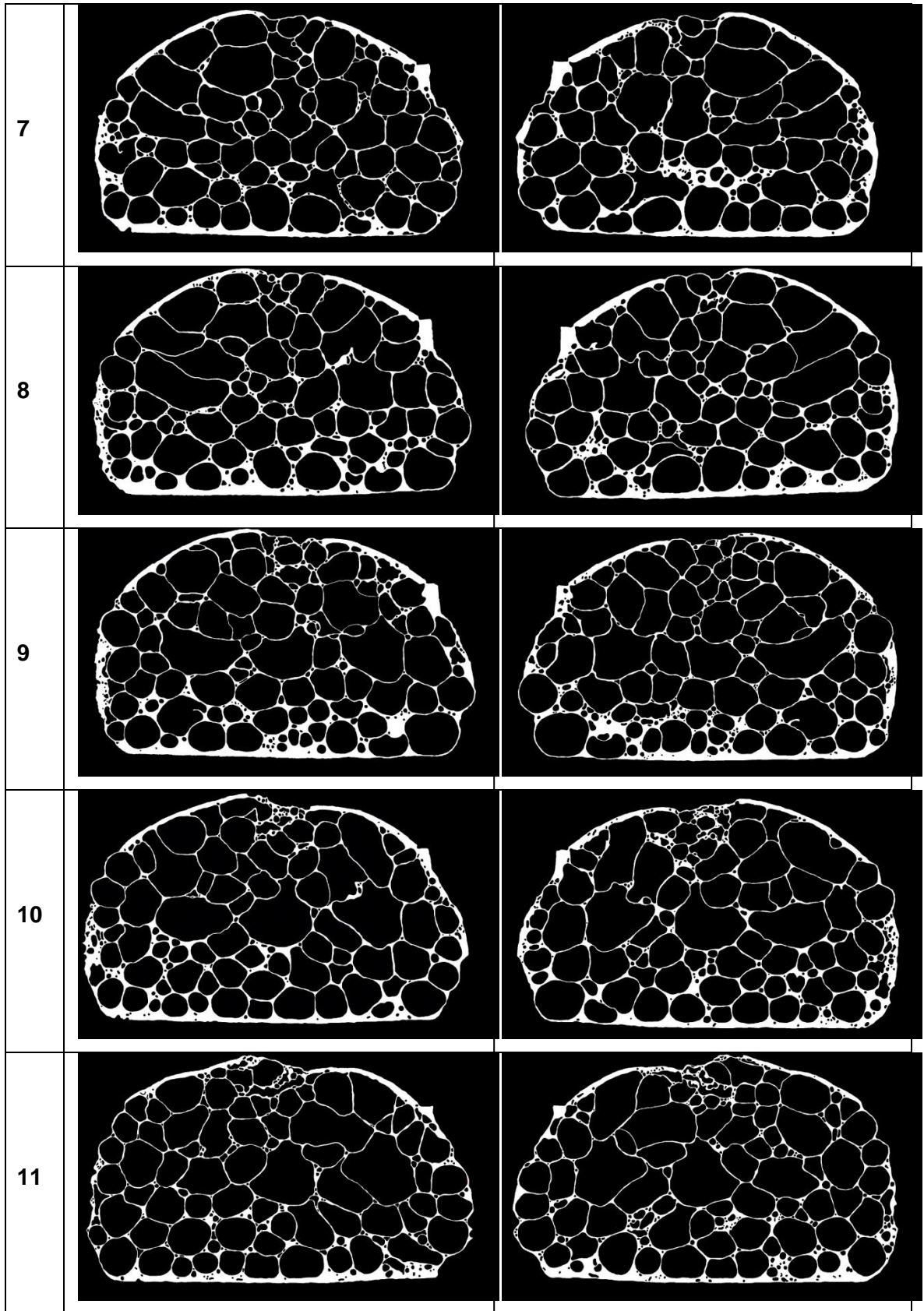


Tabella 3.6 Micrografie di diverse sezioni del campione 31-33

Campione 32-11

	Sezione "Fronte"	Sezione "Retro"
2		
3		
4		
5		
6		



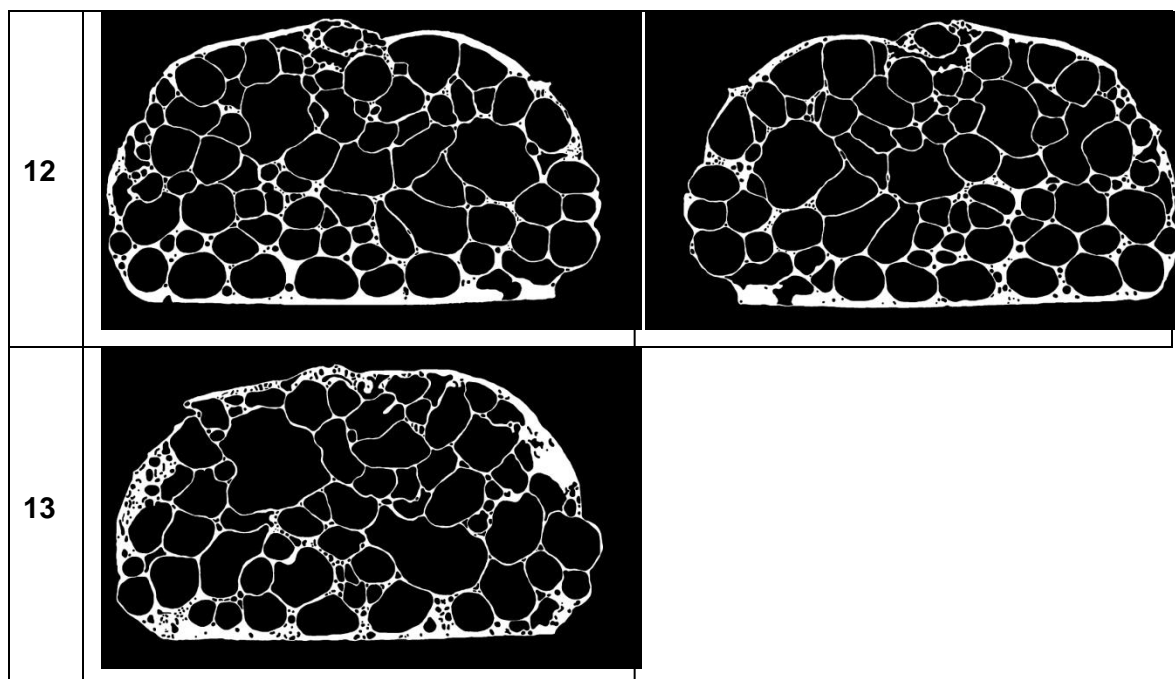
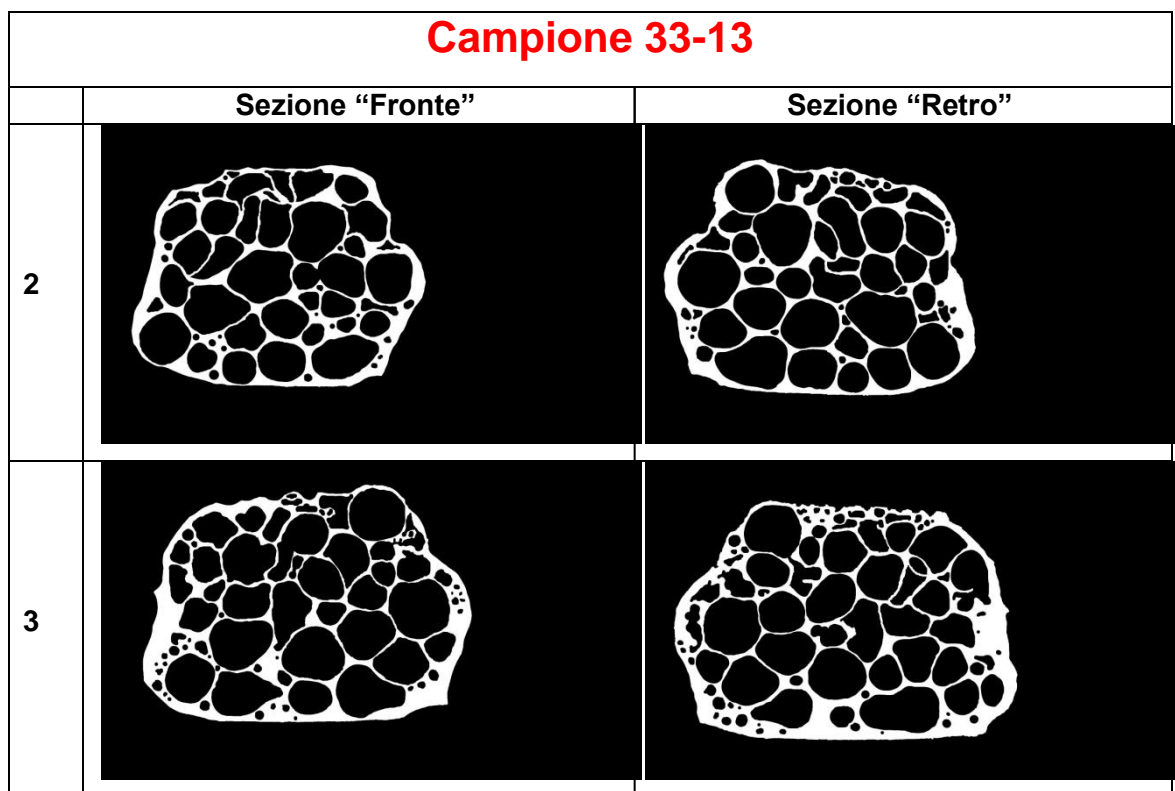
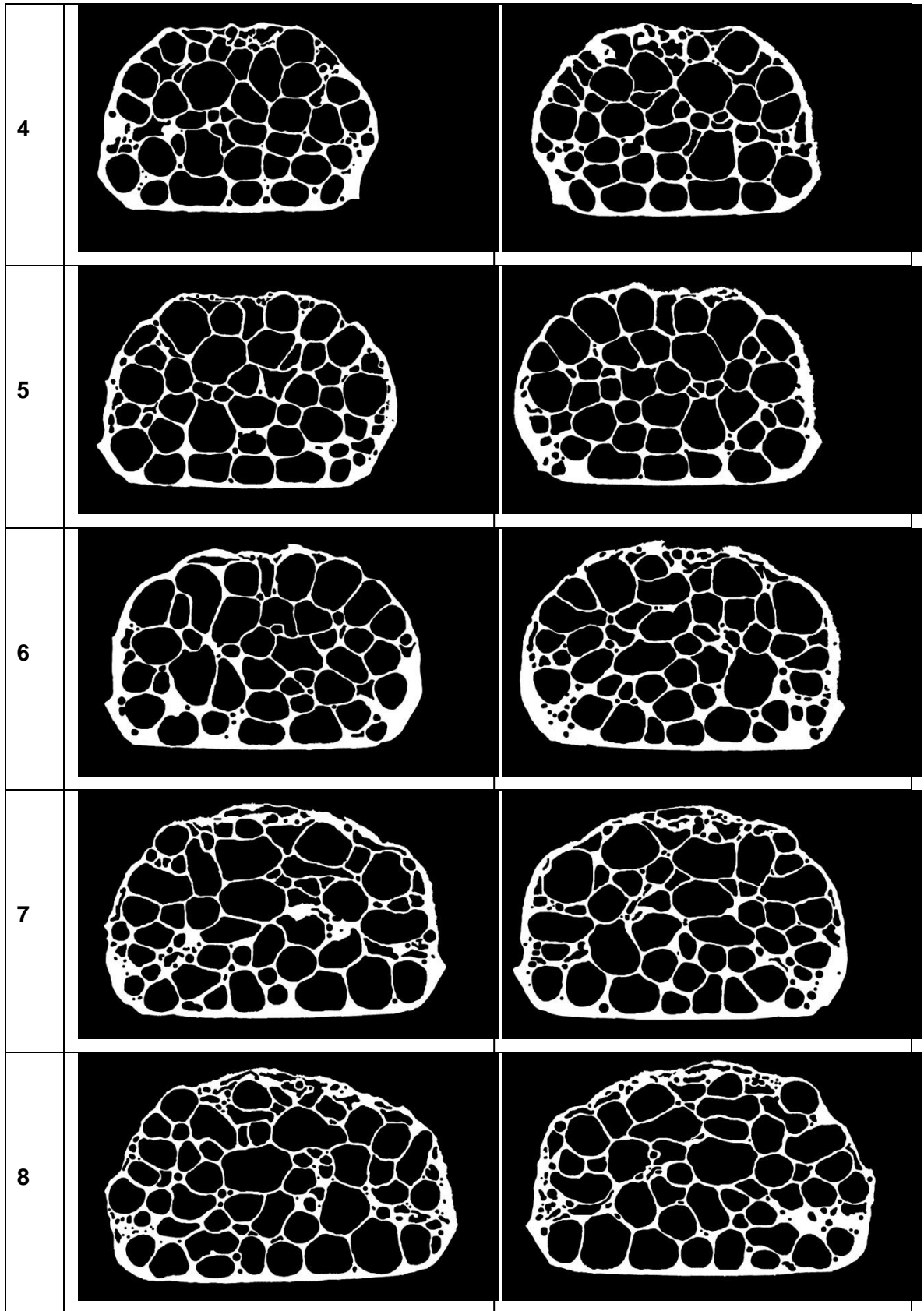


Tabella 3.7 Micrografie di diverse sezioni del campione 32-11





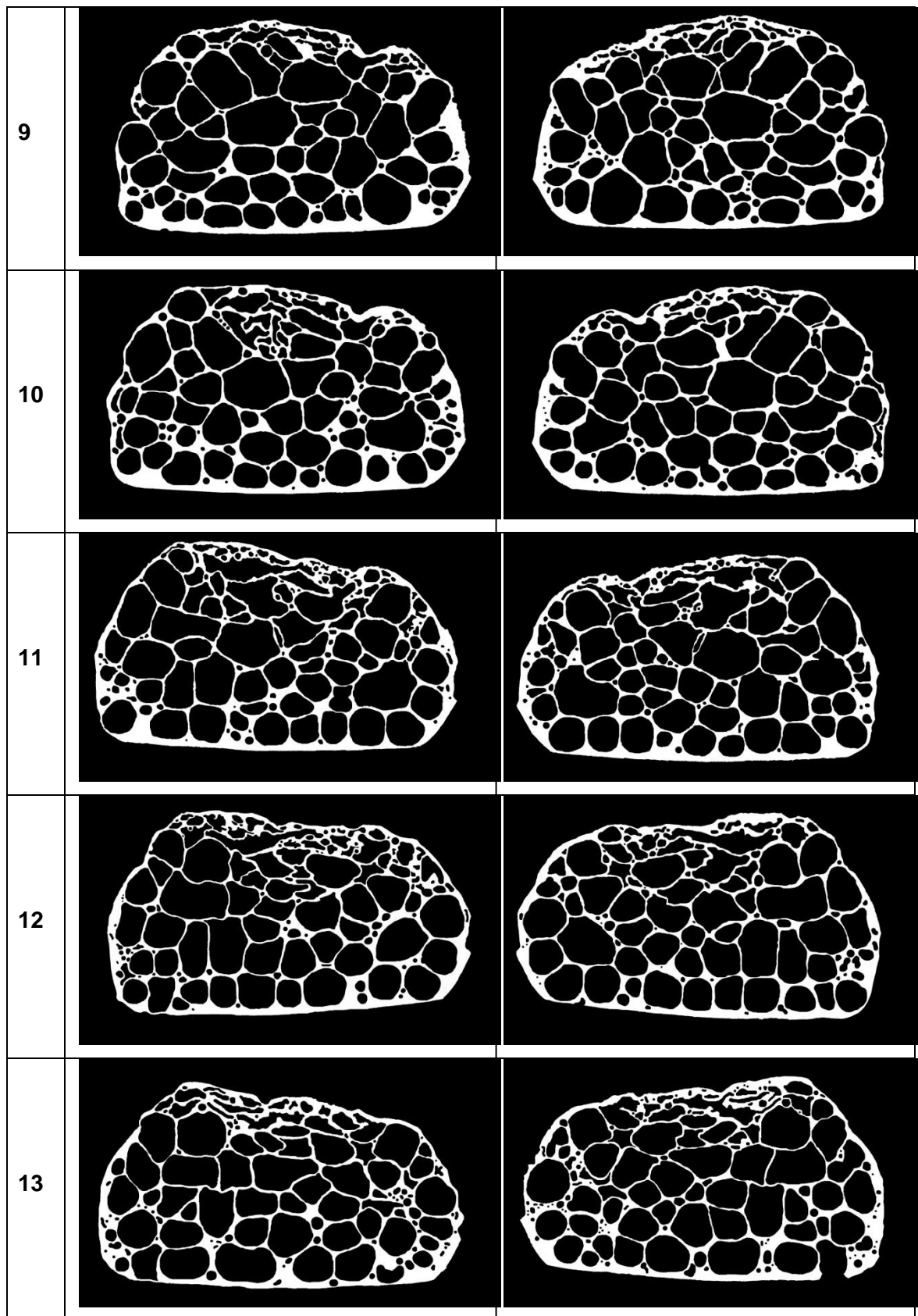


Tabella 3.8 Micrografie di diverse sezioni del campione 33-13

3.4.3 Elaborazione delle micrografie e successiva raccolta e gestione dei dati ottenuti

3.4.3.1 Primo step di analisi delle micrografie: elaborazione mediante ImageJ

Una volta modificate tutte le micrografie relative alle sezioni dei tre campioni di tabella 3.5, così come descritto nel sottoparagrafo precedente, abbiamo potuto iniziare ad esaminarle tramite il software ImageJ.

Tale software, fornita in input un'immagine (se necessario opportunamente modificata), consente anzitutto di eseguire su di essa l'operazione di threshold (non solo ad una soglia ma, volendo, anche più complessa e raffinata), propedeutica a qualsiasi successiva elaborazione che si voglia svolgere sull'immagine stessa.

ImageJ contiene nelle proprie librerie moltissime e variegata funzioni utili all'analisi di qualsivoglia immagine. Per quanto riguarda il progetto in discussione è risultata fondamentale la funzione di "Grain Analysis", indicata all'interno del menu del software con il nome di "Analyze Particles". Questa specifica funzione infatti, se applicata ad un'immagine adeguatamente "sogliata", ritorna come output all'utente tutta una serie di informazioni, di natura sia tecnica che geometrica, sull'immagine stessa. La scelta circa le informazioni che si desidera visualizzare in output può esser realizzata tramite un sotto-menu interno alla funzione stessa: i parametri e le informazioni richiedibili dall'utente son veramente numerose e di varia natura.

Inoltre, per rendere i dati in output ancora più significativi, è stata utilizzata un'altra funzione di analisi fornita dal software ImageJ, indicata col nome di "Set Scale". Tale funzione permette di convertire tutte le misure realizzate dal software, la cui unità di misura di default è il [pixel], in qualsiasi unità si ritenga più opportuno: basta semplicemente indicare, tramite un menu interno alla funzione in questione, quello che è il rapporto di conversione tra le due unità. Nel nostro caso, il rapporto di conversione è stato rilevato sperimentalmente grazie ad una micronbar creata, in fase di acquisizione delle immagini, tramite il software del microscopio ottico. Si è così individuato che, per tutte le micrografie realizzate, a 2mm corrispondevano 90 pixel.

Visto e considerato l'obiettivo del presente lavoro di tesi, per ogni micrografia di sezione abbiamo ritenuto opportuno evidenziare le seguenti informazioni.

- Numero di pori: ad ogni poro presente in una certa sezione, ImageJ assegna un numero identificativo (mostrando, se viene attivata la funzione "Outlines", a quale poro della sezione corrisponde ogni numero identificativo);

- Area Poro [mm²]: indica l'area di ogni poro rilevato nella sezione;
- Perimetro Poro [mm]: indica il perimetro di ciascun poro rilevato nella sezione;
- Circolarità: è un parametro adimensionale definito come $Circ = 4\pi \frac{[Area]}{[Perimetro]^2}$.
Si comprende facilmente come un valore unitario di questo indice identifica un cerchio perfetto mentre, tanto più il suo valore tende a zero, tanto più la forma del poro cui si riferisce sarà allungata;
- Aspect Ratio: anch'esso è un indice adimensionale ed è indicato con l'heading "AR". Viene definito mediante il rapporto $AR = \frac{[Asse\ Maggiore]}{[Asse\ Minore]}$, pertanto fornisce un'indicazione approssimativa circa la forma del poro cui si riferisce;
- Roundness: parametro adimensionale definito come $Round = 4 \frac{[Area]}{\pi [Asse\ Maggiore]^2}$ o, in alternativa, come l'inverso di AR;
- Solidity: altro parametro adimensionale definito come $Solidity = \frac{[Area]}{[Area\ Convessa]}$;
- Diametro di Feret: conosciuto anche con il nome di "maximum caliper", identifica la più lunga distanza tra due punti qualsiasi giacenti sul bordo del poro ed è indicato dal software ImageJ con l'heading "Feret". Per completezza è fornito l'angolo (con un valore che oscilla 0° ÷ 180°) a cui si trovano il diametro massimo e il diametro minimo.

ImageJ fornisce tutti questi parametri per tutti i pori di ogni micrografia che viene immessa in input. Questa vasta quantità di dati viene presentata all'utente ordinata in forma tabellare; in questo modo, oltre a facilitare la lettura dei dati, il loro trasferimento in un foglio di lavoro Excel (per successive elaborazioni) risulta particolarmente agevole e rapido.

Per tale ragione abbiamo creato una cartella di lavoro Excel per ogni campione di schiuma e ognuna di queste cartelle è stata riempita con un foglio di lavoro per ciascuna sezione del campione cui la cartella stessa si riferiva.

Viene ora sotto riportata, per completezza, una porzione della tabella fornita in output da ImageJ oltre che l'output della funzione "Outlines". Entrambe le figure sono riferite all'analisi svolta dal software ImageJ per la sezione 8f del campione 32-11:

ID PORO	Area Poro	StdDev	Perim	Circol.	dmax	Feret X	Feret Y	FeretAngle	dmin	AR	Round	Solidity
1	0.089	5.537	1.285	0.676	0.518	20.867	0.489	149.036	0.222	2.468	0.405	0.876
2	0.047	0.993	1.036	0.555	0.450	17.711	0.711	20.225	0.163	3.436	0.291	0.793
3	0.018	0.607	0.474	0.996	0.190	18.756	0.600	159.444	0.111	1.565	0.639	0.947
4	0.040	3.233	0.762	0.877	0.275	19.267	0.733	14.036	0.204	1.331	0.751	0.872
5	0.024	1.291	0.579	0.908	0.201	20.644	0.689	96.340	0.189	1.000	1.000	0.831
6	0.165	4.492	1.602	0.810	0.629	19.800	0.733	122.005	0.376	1.735	0.576	0.922
7	12.301	0.974	14.238	0.762	4.881	25.578	5.311	64.952	3.133	1.532	0.653	0.944
8	13.687	1.095	14.465	0.822	5.034	15.911	2.289	168.541	3.438	1.397	0.716	0.982
9	3.247	1.696	8.207	0.606	2.592	20.844	0.822	112.166	1.964	1.517	0.659	0.856
10	3.183	1.643	6.763	0.874	2.413	23.711	2.756	49.857	1.804	1.317	0.759	0.981
11	0.439	1.052	2.431	0.933	0.788	22.178	1.000	106.390	0.733	1.052	0.951	0.966
12	0.080	5.128	1.175	0.733	0.475	15.378	1.578	79.216	0.222	2.191	0.456	0.888
13	0.082	1.341	1.068	0.904	0.401	15.889	1.489	56.310	0.288	1.414	0.707	0.941
14	0.058	5.411	0.908	0.888	0.351	14.956	1.289	124.695	0.241	1.498	0.667	0.904
15	1.291	0.953	4.352	0.857	1.578	28.333	2.111	9.728	1.089	1.432	0.698	0.973
227	0.244	1.091	1.832	0.914	0.658	19.911	23.244	101.689	0.467	1.363	0.734	0.959
228	0.169	1.925	1.510	0.931	0.552	16.978	23.867	49.899	0.422	1.251	0.799	0.955
229	2.000	1.636	6.126	0.670	2.070	30.733	23.822	167.605	1.388	1.666	0.600	0.865
230	4.120	1.957	7.777	0.856	2.611	8.867	24.622	174.629	2.011	1.303	0.768	0.979
231	0.108	2.142	1.186	0.967	0.438	24.622	24.133	30.466	0.330	1.280	0.781	0.946
232	0.092	1.976	1.086	0.979	0.370	3.689	24.111	147.265	0.333	1.011	0.989	0.954
233	0.048	0.524	0.769	1.000	0.269	4.244	24.333	114.444	0.244	1.000	1.000	0.942
234	0.301	2.796	2.028	0.921	0.711	24.467	24.356	104.470	0.533	1.294	0.773	0.964
235	0.067	0.547	0.921	0.987	0.318	20.067	24.533	114.775	0.289	1.018	0.982	0.944
236	0.265	2.829	1.983	0.845	0.667	16.644	24.556	126.870	0.593	1.050	0.952	0.936
237	1.125	1.836	3.993	0.887	1.375	30.244	24.689	124.461	1.096	1.249	0.800	0.971
238	0.048	0.468	0.769	1.000	0.269	17.378	25.000	114.444	0.244	1.000	1.000	0.942
239	0.102	5.384	1.149	0.969	0.401	24.000	25.178	160.560	0.333	1.155	0.866	0.943
240	0.072	0.403	0.947	1.000	0.328	24.533	25.378	118.301	0.289	1.000	1.000	0.960
241	0.156	1.074	1.439	0.944	0.518	23.289	25.844	30.964	0.415	1.249	0.801	0.950
242	0.102	0.827	1.149	0.973	0.427	26.178	25.578	152.103	0.328	1.279	0.782	0.954
243	0.068	1.399	0.979	0.888	0.380	32.022	25.711	110.556	0.244	1.624	0.616	0.923
244	0.072	0.489	0.947	1.000	0.328	27.556	25.733	118.301	0.289	1.000	1.000	0.960
245	0.000	0.000	0.063	1.000	0.031	7.733	26.178	135.000	0.022	1.000	1.000	1.000

Figura 3.41 Porzione della tabella risultante come output dell'elaborazione svolta da ImageJ per la sezione 8f del campione 32-11

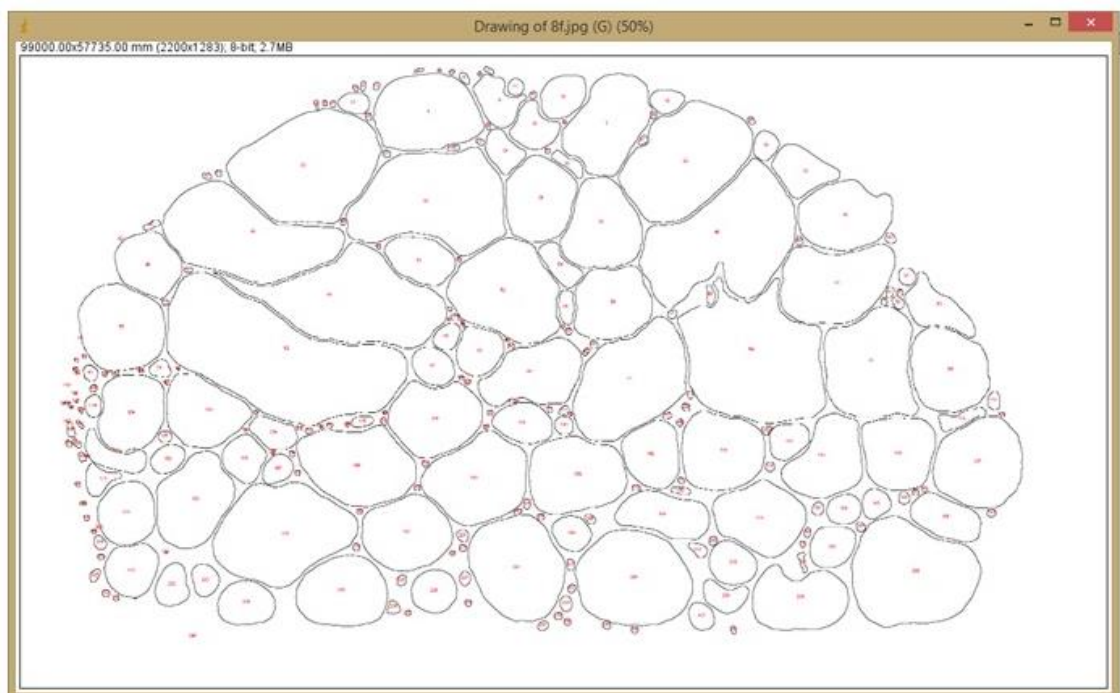


Figura 3.42 Output della funzione "Outlines" per la sezione 8f del campione 32-11

I numeri rossi non ben visibili in figura 3.42, non sono altro che gli ID dei pori presenti nella tabella riportata in figura 3.41 (la figura è così piccola per motivi di impaginazione ma nella realtà, quando viene fornita in output, è molto più grande e comprensibile).

3.4.3.2 Secondo step di analisi delle micrografie: organizzazione dei dati ottenuti in output da ImageJ e prime elaborazioni

Una volta ottenuti ed organizzati i dati relativi a ciascuna sezione di ogni campione di schiuma (palesato in tabella 3.5), ci siamo potuti concentrare sulla ricerca della miglior modalità con cui trattarli al fine di raggiungere il nostro scopo principale, vale a dire lo studio della geometria e della distribuzione dei pori interni, nonché della morfologia di una schiuma prodotta tramite HVC, in funzione dell'altezza di caduta del punzone della pressa (quindi della forza di compressione esercitata nella produzione del verde).

Pertanto, dopo aver trasferito in Excel (così come descritto in 3.4.3.1) gli output prodotti da ImageJ, siamo andati a studiare quella che poteva esser la miglior struttura di elaborazione dei dati relativi a ciascuna sezione e a ciascun campione di schiuma. Abbiamo così codificato una struttura unica per ciascuna cartella di lavoro e per ciascun foglio Excel. Si ricordi che ad ogni cartella di lavoro Excel corrisponde uno specifico campione di schiuma mentre, ad ogni foglio Excel, corrisponde una specifica sezione di schiuma (appartenente alla schiuma identificata dalla cartella di lavoro Excel al cui interno si trova il foglio stesso).

Ogni foglio Excel è stato quindi strutturato esattamente allo stesso modo. Oltre alla tabella già descritta, contenente i dati (prodotti in output da ImageJ) relativi alla sezione cui il foglio stesso si riferisce, sono state costruite altre tabelle per ottenere quante più informazioni possibili utili alla descrizione delle schiume in esame ed a raggiungere quindi l'obiettivo postoci all'inizio del nostro studio. In particolare, per ogni sezione, abbiamo ritenuto opportuno costruire ed analizzare in dettaglio le distribuzioni (di frequenza) dei diametri medi, dell'area, dell'AR e della circolarità dei pori presenti nella sezione stessa. A tale scopo, si è ritenuto opportuno procedere come esposto sotto:

- ✓ Alla tabella iniziale, derivante dall'output prodotto da ImageJ, è stata aggiunta una colonna contenente il diametro medio di ciascun poro presente nella specifica sezione: il diametro medio è stato calcolato come la media aritmetica tra il diametro massimo e il diametro minimo di ciascun poro. Tale calcolo semplificato ha ovviamente introdotto una certa approssimazione, che però è stata riscontrata esser accettabile e non deleteria a livello di dati finali ottenuti;

✓ E' stata calcolata la porosità di ogni sezione come rapporto tra l'area totale occupata dai pori in essa presenti e l'area racchiusa all'interno del bordo esterno della sezione stessa (cioè l'area della sezione priva di pori);

✓ Sono state poi costruite, per ogni sezione, tre distribuzioni dei diametri medi:

1. Distribuzione "generale". Abbiamo costruito tale distribuzione anzitutto al fine di comprendere approssimativamente come si distribuivano le frequenze dei diametri medi dei pori della sezione stessa e, in secondo luogo, al fine di riuscire a costruire altre due distribuzioni più significative dalle quali si potevano dedurre maggiori informazioni, specialmente in ottica del confronto finale tra i diversi campioni di schiuma.

Anche in questo caso, come spesso accade, per la costruzione della distribuzione è stato necessario formare delle classi. Dopo aver attentamente esaminato i diametri medi dei pori di tutte le sezioni di tutti i campioni di schiuma e dopo aver effettuato svariate prove, abbiamo deciso che la miglior suddivisione, per questa prima distribuzione, risultava esser quella sotto riportata (nel caso specifico si riferisce alla sezione 8f del campione 32-11, oramai utilizzata sempre a titolo esemplificativo).

Pori	Diametri medi		Frequenza
	Classe N°	Da [mm]	
1	0.00	0.20	33
2	0.20	0.40	90
3	0.40	0.60	25
4	0.60	0.80	11
5	0.80	1.00	4
6	1.00	1.20	3
7	1.20	1.40	7
8	1.40	1.60	4
9	1.60	1.80	5
10	1.80	2.00	3
11	2.00	2.20	6
12	2.20	2.40	5
13	2.40	2.60	2
14	2.60	2.80	2
15	2.80	3.00	4
16	3.00	11.00	41

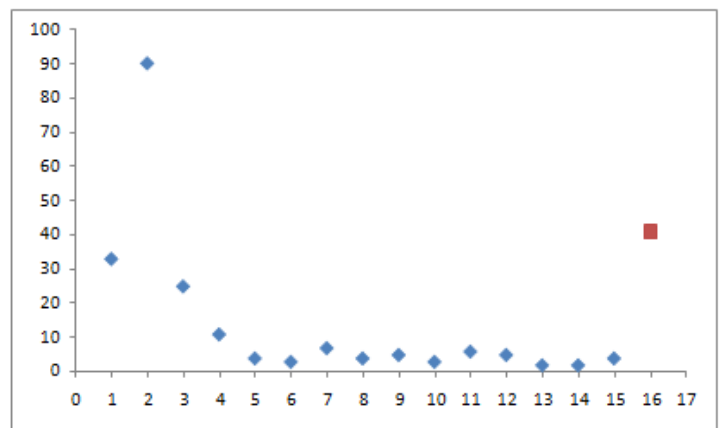


Figura 3.43 Distribuzione "generale" dei diametri medi dei pori della sezione 8f del campione 32-11

L'ultima classe della distribuzione, la classe 16, è stata evidenziata nel grafico con un colore differente in quanto ha ampiezza differente (molto più estesa) rispetto a tutte le altre classi. In essa sono infatti contenuti tutti quanti i pori di grandi dimensioni presenti nella sezione che, come studieremo in dettaglio nel paragrafo 3.4.4, possono formarsi per svariati motivi e non sono considerati pori di qualità che portano benefici alla struttura e alle proprietà della schiuma finale.

2. Distribuzione delle microporosità. E' stata costruita tale distribuzione perché abbiamo ritenuto particolarmente significativo e rilevante, in vista del confronto tra i tre campioni di schiuma, concentrare l'analisi sulla distribuzione dei diametri medi dei micropori di qualità (fino ad un millimetro di diametro medio); sono proprio questi i pori che inducono in una schiuma le proprietà decantate nei primi due capitoli della presente tesi. Per tale ragione siamo andati a diagrammare una distribuzione molto dettagliata, con classi di ampiezza di appena 0.05mm. Appena sotto, a titolo di esempio, è riportata la distribuzione dei micropori risultante per la sezione 8f del campione di schiuma 32-11.

Micropori		Diametri medi		Frequenza
Classe N°	Da [mm]	A [mm]		
1	0.00	0.05		8
2	0.05	0.10		0
3	0.10	0.15		15
4	0.15	0.20		10
5	0.20	0.25		19
6	0.25	0.30		21
7	0.30	0.35		35
8	0.35	0.40		16
9	0.40	0.45		10
10	0.45	0.50		5
11	0.50	0.55		4
12	0.55	0.60		6
13	0.60	0.65		5
14	0.65	0.70		2
15	0.70	0.75		2
16	0.75	0.80		2
17	0.80	0.85		1
18	0.85	0.90		2
19	0.90	0.95		1
20	0.95	1.00		0

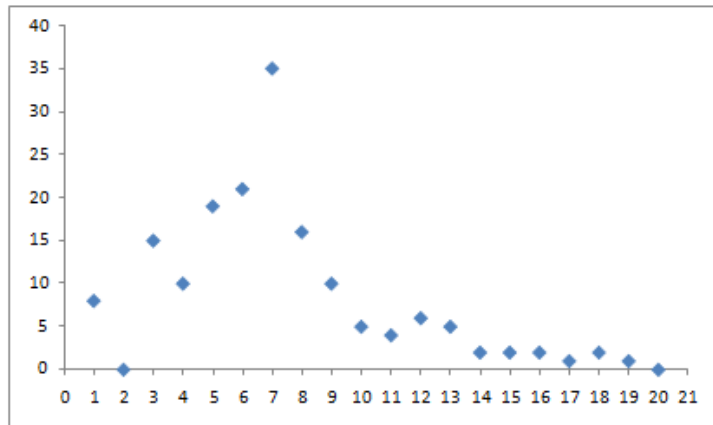


Figura 3.44 Distribuzione dei diametri medi dei micropori della sezione 8f del campione 32-11

3. Distribuzione delle macroporosità. Nonostante il nostro studio sia focalizzato principalmente sui micropori di qualità (con diametro medio inferiore o uguale ad 1mm), per una analisi dei campioni di schiuma, il più possibile completa e rigorosa, è consigliabile, se non necessario, quantificare ed esaminare anche la distribuzione dei macropori in ogni sezione. Questi infatti, come già espresso nei capitoli precedenti, possono incidere negativamente sulla struttura e quindi sulle proprietà della schiuma finale. Ecco il motivo per cui abbiamo costruito una distribuzione dei diametri medi dei macropori per ogni sezione di ogni campione di schiuma presente in tabella 3.5; in questo modo siamo riusciti ad identificare il numero di

macropori presenti in ogni sezione (e conseguentemente in ogni campione di schiuma) oltre alle loro dimensioni medie.

Come oramai di prassi, si riporta un esempio relativo alla sezione 8f del campione 32-11 per quanto riguarda la costruzione della distribuzione in esame.

Macropori	Diametri medi		0.5 mm
Classe N°	Da [mm]	A [mm]	
1	1.00	1.50	12
2	1.50	2.00	10
3	2.00	2.50	12
4	2.50	3.00	7
5	3.00	3.50	2
6	3.50	4.00	17
7	4.00	4.50	5
8	4.50	5.00	6
9	5.00	5.50	3
10	5.50	6.00	1
11	6.00	6.50	3
12	6.50	7.00	1
13	7.00	7.50	1
14	7.50	8.00	1
15	8.00	8.50	1
16	8.50	9.00	0
17	9.00	9.50	0
18	9.50	10.00	0
19	10.00	10.50	0
20	10.50	11.00	0
21	11.00	11.50	0

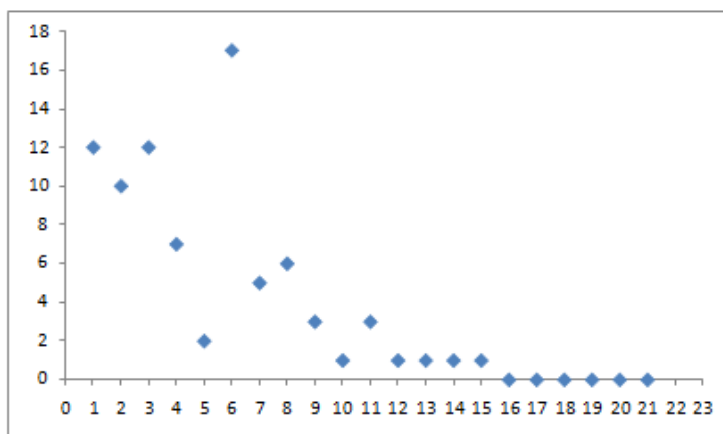


Figura 3.45 Distribuzione dei diametri medi dei macropori della sezione 8f del campione 32-11

- ✓ Al fine di ottenere quante più informazioni possibili sulle dimensioni dei pori presenti in ogni sezione di schiuma, si è ritenuto fruttuoso, per ciascuna sezione, affiancare alle distribuzioni dei diametri medi dei pori in essa presenti delle distribuzioni delle aree degli stessi pori.

Sono state perciò costruite, per ogni sezione, tre diverse distribuzioni delle aree dei pori: distribuzione “generale”, distribuzione dei micropori e distribuzione dei macropori. Le motivazioni che ci hanno spinto a realizzare, per ogni sezione, tre tipi di distribuzioni delle aree dei pori presenti in essa, sono le medesime espresse a riguardo della costruzione delle corrispondenti distribuzioni dei diametri medi: una distribuzione “generale” per comprendere approssimativamente le dimensioni dei pori all’interno della sezione, una distribuzione delle microporosità (la più significativa ed importante) per comprendere la qualità della sezione (e successivamente della schiuma cui essa appartiene) ed infine una distribuzione delle macroporosità per quantificare la presenza di pori di elevate dimensioni che potrebbero causare perdite di proprietà nella schiuma finale.

E' tuttavia importante sottolineare come l'analisi delle distribuzioni delle aree dei pori deve esser realizzata parallelamente a quella delle distribuzioni dei diametri medi; tali distribuzioni forniscono infatti informazioni complementari che, combinate assieme, permettono una miglior conoscenza della struttura delle singole sezioni (e di conseguenza, cosa più importante, dei singoli campioni di schiuma).

Al fine di garantire la massima compenetrazione dei dati relativi alle distribuzioni dei diametri medi e delle aree, abbiamo realizzato, per queste ultime, la stessa suddivisione in classi compiuta per la costruzione delle distribuzioni dei diametri medi. In altri termini, prese le tre diverse suddivisioni in classi per le distribuzioni dei diametri medi, sono stati elevati al quadrato gli estremi di ognuna di queste classi, così da ottenere degli estremi espressi sottoforma di aree e non più di lunghezze.

Per facilitare la comprensione di quanto appena asserito, vengono ora riportate, in figura 3.46, le distribuzioni statistiche delle aree dei pori presenti nella sezione 8f del campione 32-11.

Pori	Aree		Frequenza
	Da [mm ²]	A [mm ²]	
1	0.00	0.04	48
2	0.04	0.16	89
3	0.16	0.36	18
4	0.36	0.64	9
5	0.64	1.00	2
6	1.00	1.44	10
7	1.44	1.96	2
8	1.96	2.56	8
9	2.56	3.24	6
10	3.24	4.00	4
11	4.00	4.84	5
12	4.84	5.76	1
13	5.76	6.76	4
14	6.76	7.48	0
15	7.48	9.00	1
16	9.00	121.00	39

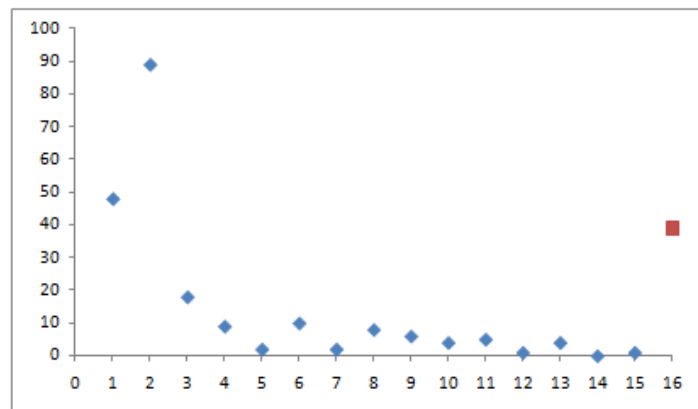


Figura 3.46 Distribuzione "generale" delle aree dei pori della sezione 8f del campione 32-11

Pori		Aree		Frequenza
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]		
1	0.0000	0.0025		8
2	0.0025	0.0100		8
3	0.0100	0.0225		19
4	0.0225	0.0400		21
5	0.0400	0.0625		27
6	0.0625	0.0900		37
7	0.0900	0.1225		16
8	0.1225	0.1600		10
9	0.1600	0.2025		7
10	0.2025	0.2500		7
11	0.2500	0.3025		5
12	0.3025	0.3600		0
13	0.3600	0.4225		4
14	0.4225	0.4900		2
15	0.4900	0.5625		0
16	0.5625	0.6400		3
17	0.6400	0.7225		0
18	0.7225	0.8100		1
19	0.8100	0.9025		1
20	0.9025	1.0000		0

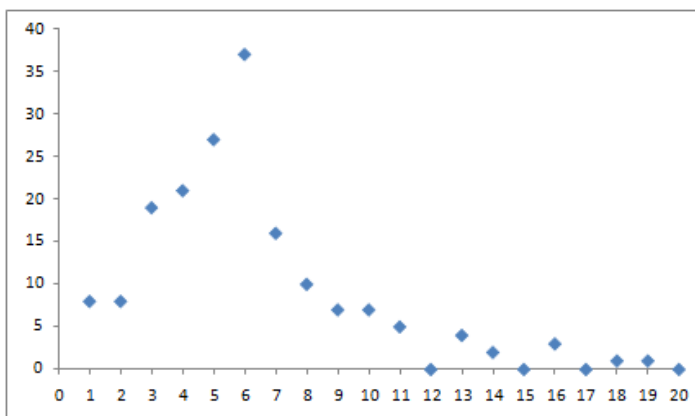


Figura 3.47 Distribuzione delle aree dei micropori della sezione 8f del campione 32-11

Pori		Aree		Frequenza
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]		
1	1.00	2.25		15
2	2.25	4.00		15
3	4.00	6.25		8
4	6.25	9.00		3
5	9.00	12.25		17
6	12.25	16.00		8
7	16.00	20.25		4
8	20.25	25.00		6
9	25.00	30.25		3
10	30.25	36.00		0
11	36.00	42.25		1
12	42.25	49.00		0
13	49.00	56.25		0
14	56.25	64.00		0
15	64.00	72.25		0
16	72.25	81.00		0
17	81.00	90.25		0
18	90.25	100.00		0
19	100.00	110.25		0
20	110.25	121.00		0
21	121.00	132.25		0

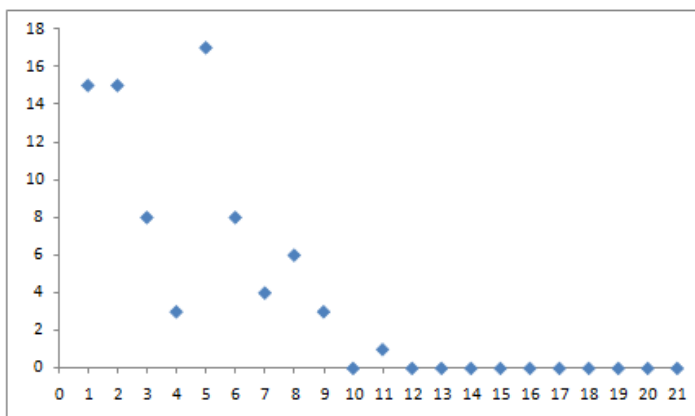


Figura 3.48 Distribuzione delle aree dei macropori della sezione 8f del campione 32-11

Si noti che l'ultima classe della distribuzione "generale" delle aree dei pori, così come osservato per la distribuzione "generale" dei diametri medi dei pori, è evidenziata con un colore diverso rispetto alle altre classi. Il motivo è sempre lo stesso, vale a dire che la sua ampiezza è molto maggiore rispetto a quella di tutte le altre classi (che hanno la medesima ampiezza): la classe 16 contiene infatti tutti i pori di dimensioni macroscopiche che, come formalmente discusso e dimostrato nei precedenti capitoli, hanno un impatto negativo sulla qualità della schiuma finale.

- ✓ Il foglio Excel, strutturato come descritto fino a qui (cioè come esposto nei punti precedenti), permette solamente un'analisi da un punto di vista delle dimensioni dei pori di una sezione. Considerato l'obiettivo della presente tesi però, ciò non è sufficiente: mancano delle informazioni sulla forma dei pori di ciascuna sezione esaminata. Le distribuzioni delle dimensioni dei pori sopra descritte, infatti, assumono tutti i pori di forma perfettamente circolare, con diametro pari al corrispondente diametro medio, approssimazione accettabile solo in prima analisi. Per ogni sezione si è resa perciò necessaria la costruzione di altre due distribuzioni statistiche che consentissero di ricavare informazioni riguardo la forma dei pori interni a ciascuna di esse.

Solo in questo modo, coniugando cioè i dati di dimensioni e forma dei pori relativi a tutte le sezioni di un campione di schiuma, si sarebbe potuto ricostruire una sorta di tomografia dei tre campioni in tabella 3.5 che, a sua volta, avrebbe permesso numerose osservazioni ed analisi utili al raggiungimento dell'obiettivo alla base del presente lavoro di tesi.

Ecco allora che, per la descrizione della forma dei pori di ogni sezione, abbiamo deciso di utilizzare due indici, complementari tra loro, forniti in output direttamente dal software ImageJ: AR (Aspect Ratio) e Circolarità. Quindi, per ciascuna sezione esaminata, a partire dai valori assunti da questi due indici per ciascun poro della sezione stessa, abbiamo costruito due distribuzioni statistiche:

1. Distribuzione della circolarità. Il valore dell'indice di circolarità oscilla tra 0 e 1: il valore 1 indica un cerchio perfetto e tanto più il valore scende, tanto più la forma, cui l'indice si riferisce, tende ad allungarsi/allargarsi (a seconda di come è posizionato l'asse maggiore) e a discostarsi da quella del cerchio perfetto. In altri termini, l'indice di circolarità fornisce un'indicazione della misura in cui il poro, cui esso si riferisce, si avvicina alla forma perfettamente circolare.

A partire da questa premessa, per ottenere una distribuzione significativa dei valori assunti da tale indice per tutti i pori di ciascuna sezione, abbiamo deciso di realizzare delle classi di ampiezza 0.05. In questo modo siamo riusciti ad avere una prima idea riguardo la forma dei pori presenti in ogni sezione esaminata.

Per esser più chiari si riporta ora, in figura 3.49, la distribuzione ottenuta per l'indice di circolarità per la sezione 8f del campione 32-11.

Classe N°	Circolarità		Frequenza
	Da	A	
1	0.00	0.05	0
2	0.05	0.10	0
3	0.10	0.15	0
4	0.15	0.20	0
5	0.20	0.25	0
6	0.25	0.30	0
7	0.30	0.35	0
8	0.35	0.40	0
9	0.40	0.45	1
10	0.45	0.50	3
11	0.50	0.55	1
12	0.55	0.60	6
13	0.60	0.65	8
14	0.65	0.70	8
15	0.70	0.75	12
16	0.75	0.80	12
17	0.80	0.85	28
18	0.85	0.90	52
19	0.90	0.95	40
20	0.95	1.00	76

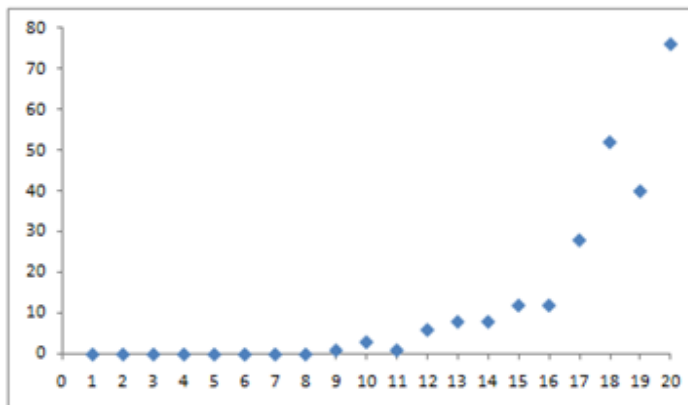


Figura 3.49 Distribuzione dell'indice "Circolarità" dei pori della sezione 8f del campione 32-11

2. Distribuzione dell'AR. La distribuzione dell'indice di Aspect Ratio da noi costruita per i pori dell'emblematica sezione 8f del campione 32-11, è rappresentata in figura 3.50. Si ricordi che tutte le distribuzioni che sono riportate in questo capitolo, derivano da una particolare suddivisione in classi, che non è univoca, bensì è stata determinata in funzione dei dati sperimentali ottenuti.

Classe N°	Aspect Ratio		Frequenza
	Da	A	
1	1.00	1.05	41
2	1.05	1.10	17
3	1.10	1.15	15
4	1.15	1.20	23
5	1.20	1.25	23
6	1.25	1.30	14
7	1.30	1.35	13
8	1.35	1.40	13
9	1.40	1.45	10
10	1.45	1.50	9
11	1.50	1.55	10
12	1.55	1.60	8
13	1.60	1.65	8
14	1.65	1.70	5
15	1.70	1.75	5
16	1.75	1.80	3
17	1.80	1.85	2
18	1.85	1.90	1
19	1.90	1.95	2
20	1.95	2.00	2
21	2.00	3.00	20
22	3.00	4.00	6
23	4.00	5.00	0
24	5.00	20.00	0

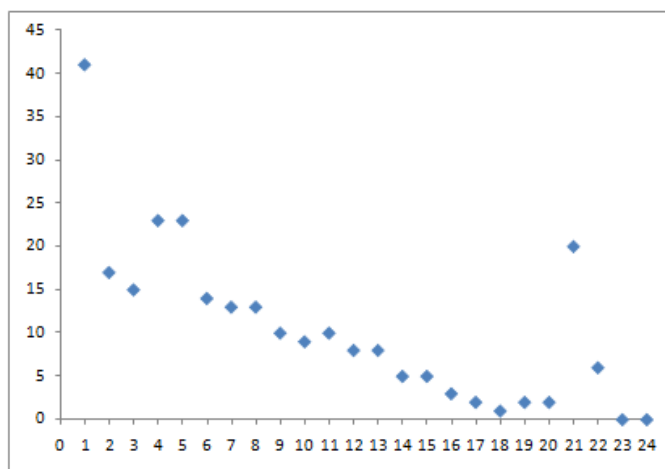


Figura 3.50 Distribuzione dell'indice di Aspect Ratio dei pori della sezione 8f del campione 32-11

Il valore dell'indice di Aspect Ratio, per come è stato definito, può variare tra $1 \div \infty$: nel caso specifico esso varia, per tutte le sezioni di tutti i campioni di schiuma esaminati, da 1 fino ad un massimo di 20. E' proprio in base a questi estremi ed alle frequenze di accadimento dei diversi valori che sono state fissate le classi per la costruzione della distribuzione. In ogni caso, ad un valore unitario dell'indice di AR corrisponde un cerchio perfetto, mentre, tanto più il suo valore sale, tanto più la forma, cui l'indice stesso si riferisce, tende a deformarsi (in particolar modo ad allungarsi o allargarsi a seconda di come è posizionato l'asse maggiore). Rispetto all'indice di circolarità quindi, l'indice AR fornisce un'ulteriore e più approfondita informazione sulla forma di ogni singolo poro; non solo indica quanto questa si discosti da un cerchio perfetto, bensì quantifica l'entità della deformazione attraverso il rapporto tra gli assi maggiore e minore.

Per quanto esposto in queste ultime righe, al fine di ottenere una distribuzione significativa dei valori assunti da tale indice per tutti i pori di ciascuna sezione, abbiamo deciso di realizzare delle classi di ampiezza 0.05 per i valori di AR compresi tra 1 e 2, delle classi di ampiezza 1 per i valori di AR compresi tra 2 e 5, ed infine una classe che contenesse tutti quanti i pori particolarmente deformati (in cui cioè l'asse maggiore era almeno 5 volte l'asse minore).

Avendo descritto minuziosamente la struttura di ogni foglio Excel rappresentante una sezione di schiuma, possiamo ora chiarire la struttura di ogni cartella di lavoro Excel realizzata per il progetto in discussione nella presente tesi. Come è logico supporre, ogni cartella Excel è composta da tanti fogli di lavoro quante sono le sezioni che sono state ricavate dalla schiuma cui essa si riferisce; ciascuno di questi fogli possiede la struttura descritta appena sopra. E' importante tuttavia porre in evidenza come, in ogni cartella di lavoro Excel, abbiamo aggiunto anche un ulteriore foglio, di carattere riassuntivo, contenente tutte le informazioni più significative del campione di schiuma cui la cartella stessa si riferisce. Questo foglio, come si vedrà in 3.4.4, è risultato fondamentale per il confronto dei tre campioni utilizzati per il presente progetto di tesi.

In dettaglio, il foglio riassuntivo è stato strutturato nelle seguenti parti fondamentali:

I. Porosità campione. E' stata posta in evidenza una cella contenente il valore dell'indice di porosità del campione cui la cartella si riferisce, calcolato come la media della porosità di tutte le sezioni ricavate dal campione stesso (accettando così una certa approssimazione).

II. Distribuzioni "generalì" cumulate.

Per ottenere una distribuzione "generale" dei diametri medi rappresentativa di un determinato campione di schiuma, sono stati sommati i corrispondenti valori di ogni classe delle distribuzioni "generalì" dei diametri medi relative a tutte le sezioni ricavate dal campione stesso. Ovviamente, operando in questo modo, si introduce una certa approssimazione: ogni campione esaminato non è infatti costituito unicamente dalle sezioni che abbiamo ricavato da esso e successivamente analizzato, bensì da molte altre sezioni (operativamente impossibili da ottenere). Tuttavia, essendo comunque il numero di dati acquisiti per ogni campione piuttosto elevato e significativo, possiamo considerare i risultati finali desunti da questi dati, alquanto rappresentativi della realtà, quindi del campione reale.

Il procedimento appena descritto per la costruzione di una distribuzione "generale" dei diametri medi dei pori di un intero campione di schiuma, può esser applicato in modo del tutto identico per ottenere una distribuzione "generale" delle aree dei pori di un intero campione di schiuma

In figura 3.51 riportiamo per il campione 32-11, a titolo di esempio, entrambe le distribuzioni appena introdotte.

III. Distribuzioni cumulate delle microporosità.

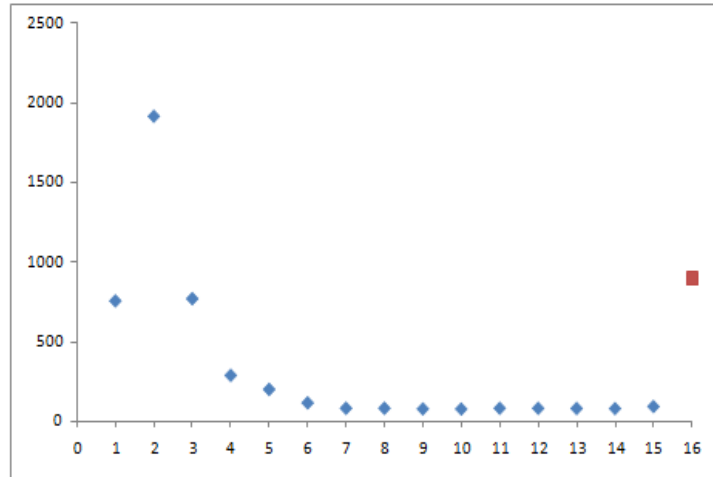
Il medesimo procedimento descritto nel punto precedente (II.) può esser applicato per costruire le distribuzioni dei diametri medi e delle aree dei micropori contenuti all'interno di un determinato campione. Queste due distribuzioni risultano esser particolarmente importanti, soprattutto in ottica di un confronto con altri campioni, in quanto identificano la quantità e la distribuzione di pori di qualità all'interno della schiuma cui si riferiscono. Analizzando queste due distribuzioni si riesce ad avere già una prima idea sul tipo e sulla qualità della schiuma che rappresentano (idea che si farà più

dettagliata andando ad esaminare congiuntamente a queste due distribuzioni anche le distribuzioni cumulate della circolarità e dell'AR dei pori della stessa schiuma).

I risultati ottenuti per il campione 32-11, dal punto di vista in esame, sono esposti in figura 3.52 riportata nelle pagine seguenti.

Classe N°	Diametri medi		Frequenza
	Da [mm]	A [mm]	
1	0.00	0.20	756
2	0.20	0.40	1919
3	0.40	0.60	770
4	0.60	0.80	287
5	0.80	1.00	199
6	1.00	1.20	114
7	1.20	1.40	80
8	1.40	1.60	80
9	1.60	1.80	76
10	1.80	2.00	75
11	2.00	2.20	80
12	2.20	2.40	80
13	2.40	2.60	79
14	2.60	2.80	78
15	2.80	3.00	91
16	3.00	11.00	898

(a)



Classe N°	Aree		Frequenza
	Da [mm ²]	A [mm ²]	
1	0.00	0.04	1180
2	0.04	0.16	1955
3	0.16	0.36	582
4	0.36	0.64	258
5	0.64	1.00	139
6	1.00	1.44	110
7	1.44	1.96	100
8	1.96	2.56	84
9	2.56	3.24	88
10	3.24	4.00	84
11	4.00	4.84	93
12	4.84	5.76	91
13	5.76	6.76	97
14	6.76	7.84	93
15	7.84	9.00	80
16	9.00	121.00	679

(b)

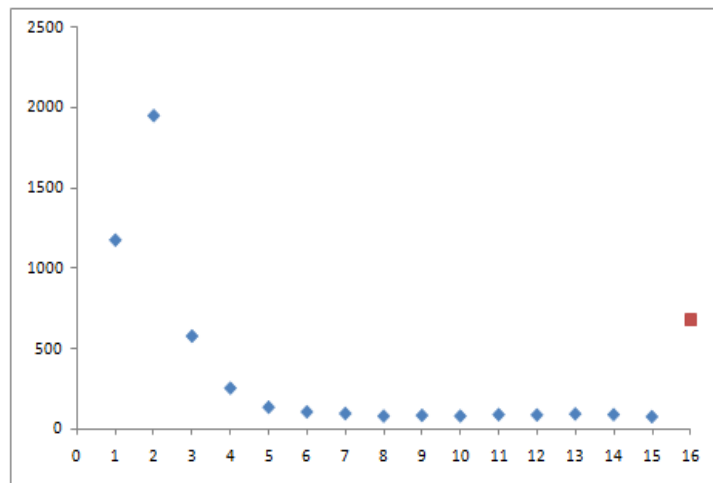
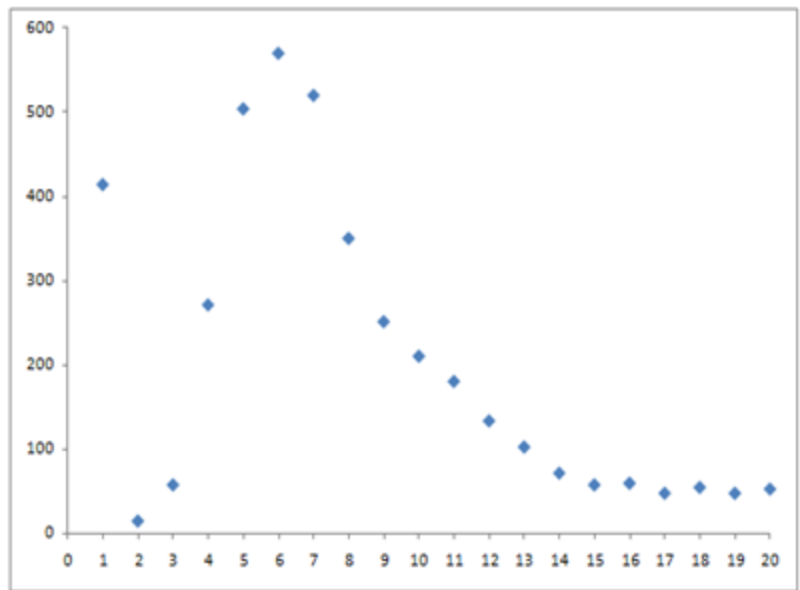


Figura 3.51 Distribuzioni "generali" dei (a) diametri medi e delle (b) aree dei pori contenuti all'interno del campione 32-11

Classe N°	Diametri medi		Frequenza
	Da (mm)	A (mm)	
1	0.00	0.05	414
2	0.05	0.10	14
3	0.10	0.15	57
4	0.15	0.20	271
5	0.20	0.25	504
6	0.25	0.30	570
7	0.30	0.35	520
8	0.35	0.40	350
9	0.40	0.45	251
10	0.45	0.50	210
11	0.50	0.55	180
12	0.55	0.60	133
13	0.60	0.65	102
14	0.65	0.70	71
15	0.70	0.75	57
16	0.75	0.80	59
17	0.80	0.85	47
18	0.85	0.90	54
19	0.90	0.95	47
20	0.95	1.00	52

(a)



Classe N°	Aree		Frequenza
	Da [mm ²]	A [mm ²]	
1	0.0000	0.0025	438
2	0.0025	0.0100	37
3	0.0100	0.0225	176
4	0.0225	0.0400	564
5	0.0400	0.0625	680
6	0.0625	0.0900	589
7	0.0900	0.1225	421
8	0.1225	0.1600	278
9	0.1600	0.2025	233
10	0.2025	0.2500	177
11	0.2500	0.3025	108
12	0.3025	0.3600	69
13	0.3600	0.4225	75
14	0.4225	0.4900	58
15	0.4900	0.5625	64
16	0.5625	0.6400	61
17	0.6400	0.7225	48
18	0.7225	0.8100	40
19	0.8100	0.9025	23
20	0.9025	1.0000	29

(b)

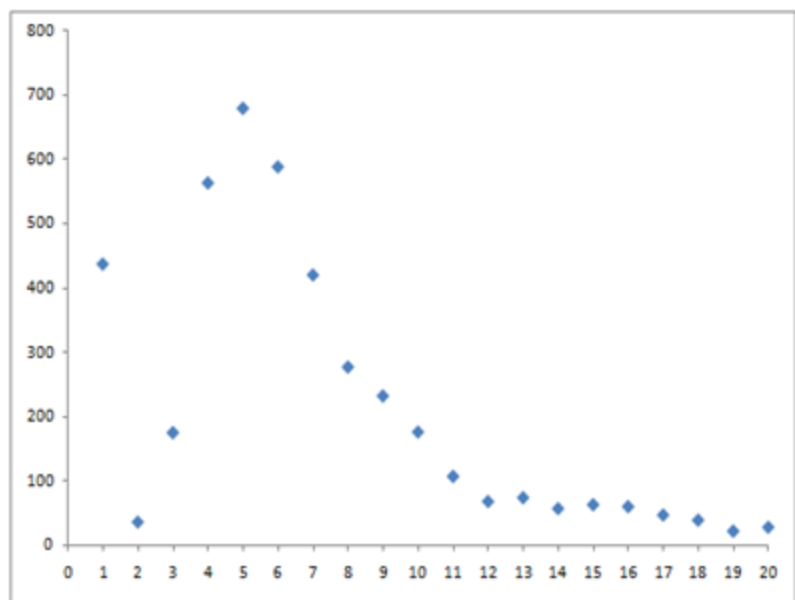


Figura 3.52 Distribuzione dei (a) diametri medi e delle (b) aree dei micropori del campione 32-11

IV. Distribuzioni cumulate delle macroporosità.

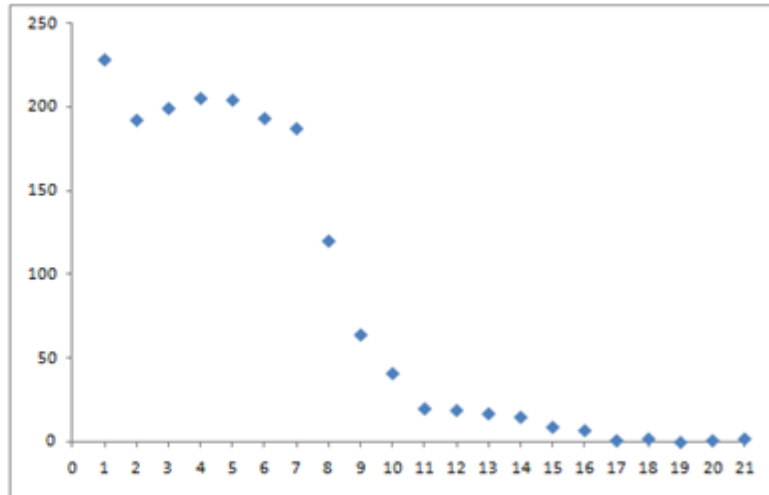
Esattamente come fatto per le distribuzioni dei diametri medi e delle aree dei micropori di un certo campione (punto III.), si possono ottenere le distribuzioni dei diametri medi e delle aree dei macropori presenti in un determinato campione. Queste due distribuzioni permettono di capire l'entità della presenza dei macropori all'interno del campione di schiuma cui si riferiscono; in altri termini, si può capire quanti pori "fastidiosi" che abbassano la qualità della schiuma in esame vi sono all'interno della stessa. Analizzando questi dati, assieme alle informazioni che si possono estrapolare dalle distribuzioni di circolarità ed AR per la medesima schiuma,

si riescono a formulare (come vedremo in dettaglio in 3.4.4) delle ipotesi sui motivi della presenza dei macropori evidenziati.

I risultati ottenuti per il campione 32-11, dal punto di vista di distribuzione dei diametri medi e di aree dei macropori, sono esposti in figura 3.53.

Classe N°	Diametri medi		Frequenza
	Da [mm]	A [mm]	
1	1.00	1.50	228
2	1.50	2.00	192
3	2.00	2.50	199
4	2.50	3.00	205
5	3.00	3.50	204
6	3.50	4.00	193
7	4.00	4.50	187
8	4.50	5.00	120
9	5.00	5.50	64
10	5.50	6.00	41
11	6.00	6.50	20
12	6.50	7.00	19
13	7.00	7.50	17
14	7.50	8.00	15
15	8.00	8.50	9
16	8.50	9.00	7
17	9.00	9.50	1
18	9.50	10.00	2
19	10.00	10.50	0
20	10.50	11.00	1
21	11.00	11.50	2

(a)



Classe N°	Aree		Frequenza
	Da [mm ²]	A [mm ²]	
1	1.00	2.25	246
2	2.25	4.00	219
3	4.00	6.25	237
4	6.25	9.00	216
5	9.00	12.25	216
6	12.25	16.00	207
7	16.00	20.25	99
8	20.25	25.00	67
9	25.00	30.25	24
10	30.25	36.00	14
11	36.00	42.25	19
12	42.25	49.00	12
13	49.00	56.25	3
14	56.25	64.00	0
15	64.00	72.25	1
16	72.25	81.00	1
17	81.00	90.25	0
18	90.25	100.00	0
19	100.00	110.25	0
20	110.25	121.00	0
21	121.00	132.25	0

(b)

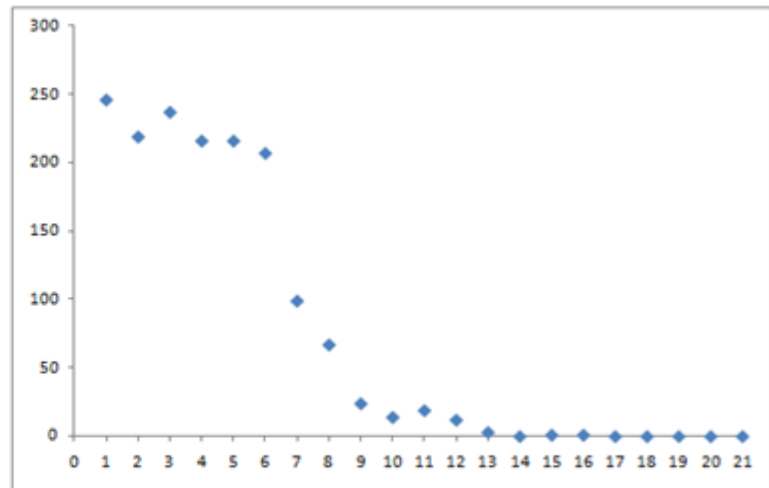


Figura 3.53 Distribuzione dei (a) diametri medi e delle (b) aree dei macropori del campione 32-11

V. Distribuzione cumulata dell'indice di circolarità.

Sempre con lo stesso sistema di calcolo utilizzato per determinare le distribuzioni descritte nei punti precedenti, può esser determinata la distribuzione degli indici di circolarità dei pori di un determinato campione. Una volta prese cioè le distribuzioni dell'indice di circolarità di ogni sezione componente la particolare schiuma di interesse, si sommano i valori corrispondenti delle classi e si ottiene la distribuzione dell'indice di circolarità per tutti i pori della schiuma stessa. Per i motivi già esplicitati nei precedenti punti, la distribuzione così ottenuta è un'approssimazione di quella reale, ma molto simile a quest'ultima; tutte le informazioni e le conclusioni che si estrapolano dalla distribuzione così approssimata possono esser trattate come fossero ottenute direttamente dalla distribuzione effettiva non approssimata.

Attraverso l'esame di tale distribuzione si riesce ad avere una prima idea generale sulle forme dei pori interni alla schiuma cui la distribuzione si riferisce, quindi una prima idea sull'omogeneità della sua struttura interna (che, come è già stato discusso, influenza pesantemente la qualità e le proprietà della schiuma finale).

La distribuzione degli indici di circolarità, ottenuta per il campione 32-11, è quella riportata appena sotto in figura 3.54:

Classe N°	Circolarità		Frequenza
	Da	A	
1	0.00	0.05	0
2	0.05	0.10	0
3	0.10	0.15	0
4	0.15	0.20	2
5	0.20	0.25	7
6	0.25	0.30	9
7	0.30	0.35	14
8	0.35	0.40	36
9	0.40	0.45	51
10	0.45	0.50	54
11	0.50	0.55	93
12	0.55	0.60	122
13	0.60	0.65	152
14	0.65	0.70	253
15	0.70	0.75	294
16	0.75	0.80	451
17	0.80	0.85	696
18	0.85	0.90	942
19	0.90	0.95	979
20	0.95	1.00	1466

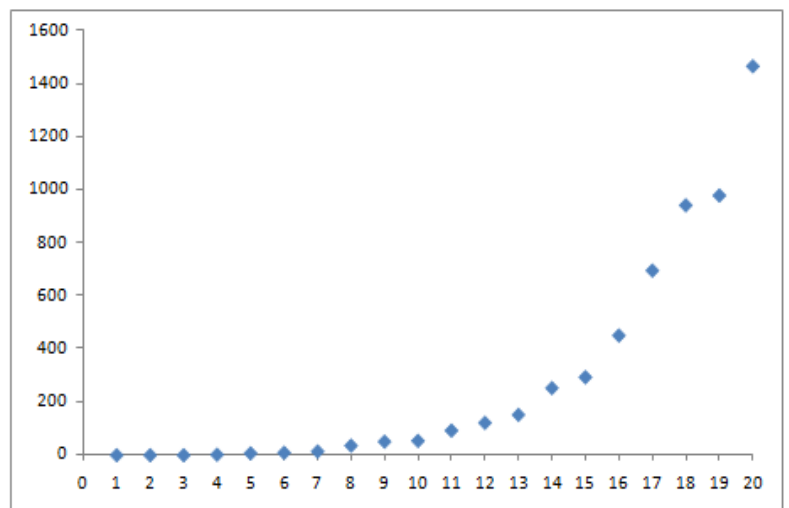


Figura 3.54 Distribuzione degli indici di circolarità dei pori del campione di schiuma 32-11

VI. Distribuzione cumulata dell'indice AR.

Ancora una volta, sommando i valori delle corrispondenti classi delle distribuzioni dell'AR relative ad ogni sezione ricavata da una certa schiuma, si ottiene la distribuzione dell'indice di Aspect Ratio dei pori presenti nella schiuma stessa.

Attraverso l'esame di tale distribuzione si riesce ad arricchire la conoscenza sulle forme di tutti i pori della schiuma cui la distribuzione si riferisce. Infatti, non solo si può conoscere quanto la forma di ciascun poro si discosti da quella del cerchio perfetto, ma si riesce anche a quantificare tale deformazione attraverso il rapporto tra asse maggiore ed asse minore.

La distribuzione degli indici di AR, ottenuta per il campione 32-11, è quella raffigurata nel diagramma sottostante.

Classe N°	Aspect Ratio		Frequenza
	Da	A	
1	1.00	1.05	41
2	1.05	1.10	17
3	1.10	1.15	15
4	1.15	1.20	23
5	1.20	1.25	23
6	1.25	1.30	14
7	1.30	1.35	13
8	1.35	1.40	13
9	1.40	1.45	10
10	1.45	1.50	9
11	1.50	1.55	10
12	1.55	1.60	8
13	1.60	1.65	8
14	1.65	1.70	5
15	1.70	1.75	5
16	1.75	1.80	3
17	1.80	1.85	2
18	1.85	1.90	1
19	1.90	1.95	2
20	1.95	2.00	2
21	2.00	3.00	20
22	3.00	4.00	6
23	4.00	5.00	0
24	5.00	20.00	0

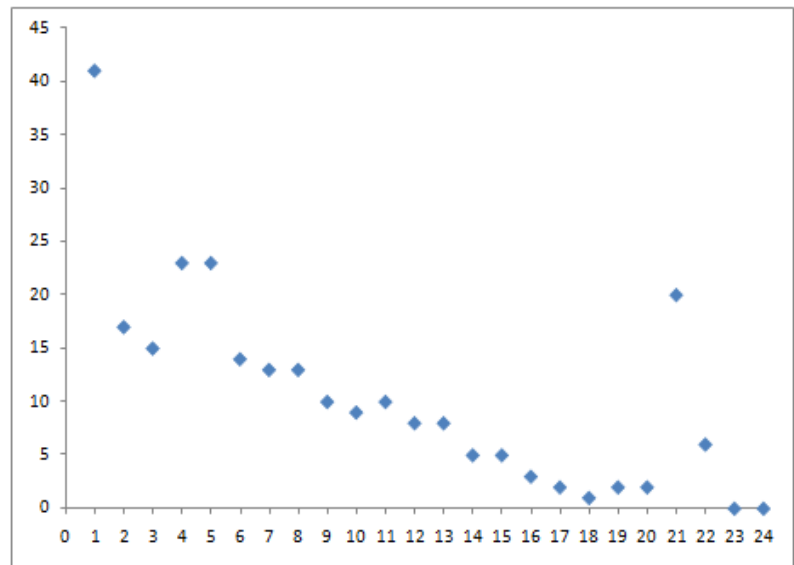


Figura 3.55 Distribuzione degli indici AR dei pori del campione di schiuma 32-11

3.4.3.3 Importanti considerazioni sulla struttura Excel di elaborazione ed analisi dei dati ottenuti in output da ImageJ

E' a questo punto fondamentale rimarcare come analizzando e valutando simultaneamente, per una determinata schiuma, tutti i tipi di distribuzioni fin qui presentati (distribuzioni generali, distribuzioni dei micropori e dei macropori, sia per i diametri medi sia per le aree, distribuzioni dell'indice di circolarità e dell'indice AR di tutti i pori della schiuma in esame), si riesca ad acquisire una visione piuttosto completa sia della forma sia delle dimensioni dei pori interni alla schiuma per cui queste distribuzioni son state costruite. In altri termini si riesce a derivare una sorta di tomografia (o mappa della struttura interna) di ogni campione di schiuma per cui si applica il sistema Excel di elaborazione ed analisi descritto in 3.4.3.1 e 3.4.3.2.

Una volta impostata l'analisi dei dati come palesato nei precedenti sottoparagrafi, si dispone di tutte le informazioni che occorrono per descrivere e valutare accuratamente un campione di schiuma oltre che per effettuare eventuali confronti con altri campioni di schiuma. Operando in questo modo, abbiamo potuto confrontare in maniera rigorosa e significativa (per i dettagli si rimanda al sottoparagrafo 3.4.4) i tre campioni di schiuma fulcro dello studio che ha scaturito la presente tesi. Siamo inoltre riusciti a trarre importanti conclusioni di valenza scientifica circa ciascuno di essi.

Prima di passare però alle conclusioni che emergono dal confronto vero e proprio dei tre campioni di schiuma identificati in tabella 3.5, è doveroso osservare come, nella sezione del capitolo appena conclusa, non siano stati commentati gli andamenti delle distribuzioni mostrate per il campione di schiuma 32-11: il motivo è esplicabile col fatto che nel sottoparagrafo successivo saranno trattate approfonditamente assieme a tutte le distribuzioni degli altri campioni esaminati.

3.4.4 Risultati derivanti dall'analisi delle micrografie

Costruita e completata, così come descritto in 3.4.3, ogni singola cartella di lavoro relativa ai tre campioni di schiuma 31-33, 32-11 e 33-13, abbiamo potuto creare una nuova cartella di lavoro Excel al cui interno sono stati raccolti e confrontati i risultati emergenti per ognuno di questi campioni di schiuma.

Tale cartella è stata strutturata su di un unico foglio denominato “confronto finale” che abbiamo scelto di suddividere in tre sezioni principali:

- Sezione dedicata alla studio delle distribuzioni dei diametri medi dei pori;
- Sezione dedicata alla studio delle distribuzioni delle aree dei pori;
- Sezione dedicata alla studio delle distribuzioni degli indici “Circ” e “AR” dei pori.

Come sarà spiegato a breve, ognuna di queste sezioni è stata a sua volta suddivisa in sottosezioni, al fine di rendere il confronto fra i campioni in esame quanto più possibile semplice, agevole e significativo. E' opportuno inoltre osservare come, ad ogni distribuzione riportata nel foglio “confronto finale”, abbiamo voluto affiancare la sua normalizzata (rispetto al numero totale di pori esaminati per il campione cui la distribuzione stessa si riferisce): in questo modo le distribuzioni assumono una connotazione “assoluta” ed il confronto tra i diversi campioni di schiuma è ancor più significativo e rilevante.

Andiamo a questo punto a trattate nel dettaglio le tre sezioni componenti il foglio di “confronto finale”, accompagnando, in vista delle conclusioni finali, tutti i dati ed i diagrammi presenti in ognuna di tali sezioni con alcune importanti considerazioni.

Iniziamo descrivendo la prima sezione dedicata alle distribuzioni dei diametri medi dei pori di ciascuno dei tre campioni di schiuma di tabella 3.5.

In tale sezione è stata mantenuta la medesima struttura utilizzata nei fogli “riassuntivi” per lo studio degli andamenti dei diametri medi (struttura descritta in dettaglio in 3.4.3.2). Per ciascun campione di interesse abbiamo perciò riportato le corrispondenti tre distribuzioni dei diametri medi (distribuzione generale, distribuzione per le microporosità e distribuzione per le macroporosità) già costruite e presenti nelle rispettive cartelle di lavoro Excel. In particolare, per ogni tipo di distribuzione dei diametri medi, è stata costruita un'unica tabella contenente la suddivisione in classi precedentemente fissata (uguale in tutti i campioni) ed i corrispondenti valori di distribuzione relativi ai tre campioni. Da queste tabelle si sono ricavate immediatamente anche quelle che forniscono le corrispettive distribuzioni normalizzate, fino a quel momento non calcolate. Arrivati a questo punto non è restato altro da fare che diagrammare i dati contenuti in ciascuna di queste sei tabelle: si sono così ottenuti due grafici per ogni tipo di distribuzione dei diametri medi, uno per le distribuzioni non normalizzate e uno per quelle normalizzate, contenente ognuno tre distribuzioni (relative ovviamente ai campioni 31-33, 32-11 e 33-13). I risultati dell'operazione appena descritta sono mostrati nelle figure 3.56, 3.57 e 3.58.

Distribuzioni generali dei diametri medi (a)					
Classe N°	Da [mm]	A [mm]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.20	572	756	623
2	0.20	0.40	1130	1919	245
3	0.40	0.60	540	770	323
4	0.60	0.80	236	287	232
5	0.80	1.00	125	199	162
6	1.00	1.20	94	114	104
7	1.20	1.40	78	80	85
8	1.40	1.60	67	80	75
9	1.60	1.80	68	76	63
10	1.80	2.00	56	75	60
11	2.00	2.20	61	80	66
12	2.20	2.40	59	80	56
13	2.40	2.60	52	79	53
14	2.60	2.80	58	78	63
15	2.80	3.00	65	91	80
16	3.00	11.00	697	898	773

Distribuzioni generali normalizzate dei diametri medi (b)					
Classe N°	Da [mm]	A [mm]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.20	0.145	0.134	0.203
2	0.20	0.40	0.285	0.339	0.080
3	0.40	0.60	0.136	0.136	0.105
4	0.60	0.80	0.060	0.051	0.076
5	0.80	1.00	0.032	0.035	0.053
6	1.00	1.20	0.024	0.020	0.034
7	1.20	1.40	0.020	0.014	0.028
8	1.40	1.60	0.017	0.014	0.024
9	1.60	1.80	0.017	0.013	0.021
10	1.80	2.00	0.014	0.013	0.020
11	2.00	2.20	0.015	0.014	0.022
12	2.20	2.40	0.015	0.014	0.018
13	2.40	2.60	0.013	0.014	0.017
14	2.60	2.80	0.015	0.014	0.021
15	2.80	3.00	0.016	0.016	0.026
16	3.00	11.00	0.176	0.159	0.252

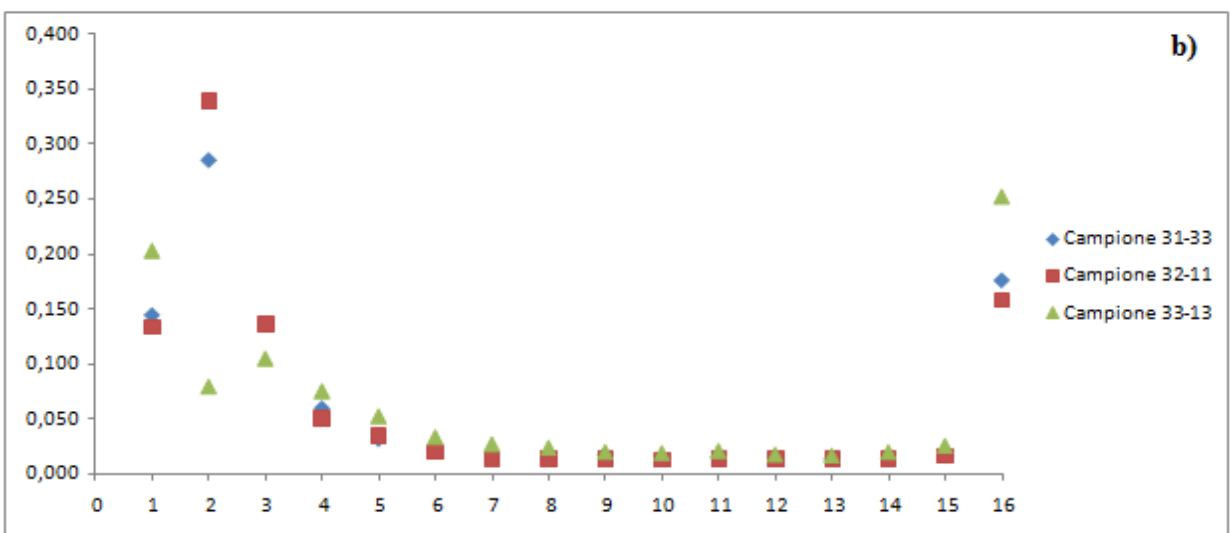
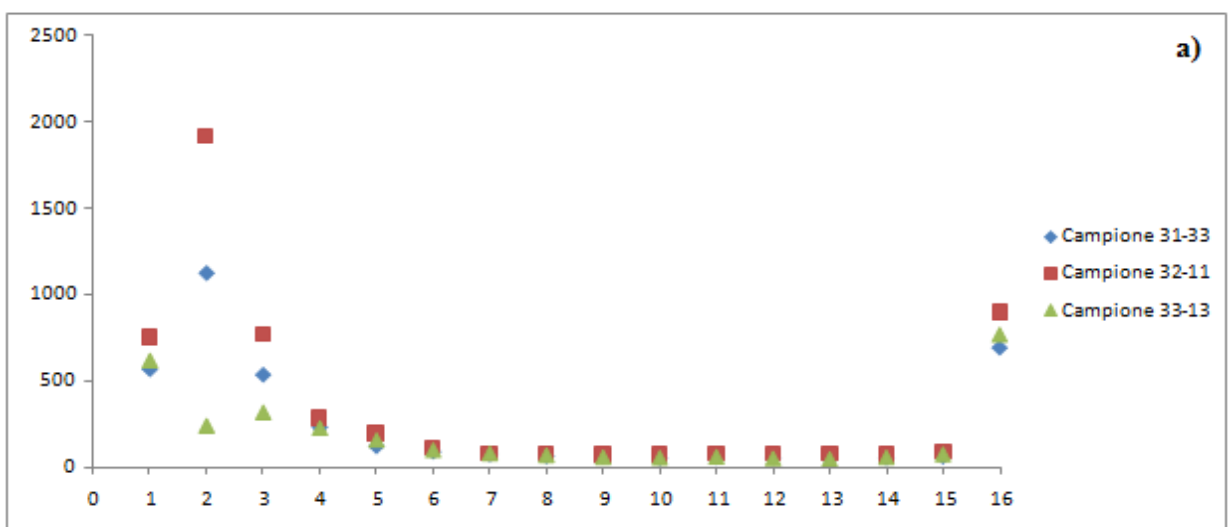


Figura 3.56 Tabelle e grafici relativi alle distribuzioni generali normalizzate (b) e non (a) dei diametri medi dei pori dei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Distribuzioni dei diametri medi dei micropori (c)					
Classe N°	Da [mm]	A [mm]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.05	360	414	559
2	0.05	0.10	6	14	59
3	0.10	0.15	48	57	0
4	0.15	0.20	158	271	5
5	0.20	0.25	281	504	35
6	0.25	0.30	337	570	46
7	0.30	0.35	305	520	84
8	0.35	0.40	216	350	80
9	0.40	0.45	201	251	85
10	0.45	0.50	137	210	62
11	0.50	0.55	114	180	91
12	0.55	0.60	89	133	91
13	0.60	0.65	68	102	70
14	0.65	0.70	57	71	57
15	0.70	0.75	53	57	60
16	0.75	0.80	60	59	49
17	0.80	0.85	41	47	41
18	0.85	0.90	33	54	41
19	0.90	0.95	33	47	42
20	0.95	1.00	19	52	37

Distribuzioni normalizzate dei diametri medi dei micropori (d)					
Classe N°	Da [mm]	A [mm]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.05	0.091	0.073	0.183
2	0.05	0.10	0.002	0.002	0.019
3	0.10	0.15	0.012	0.010	0.000
4	0.15	0.20	0.040	0.048	0.002
5	0.20	0.25	0.071	0.089	0.011
6	0.25	0.30	0.085	0.101	0.015
7	0.30	0.35	0.077	0.092	0.027
8	0.35	0.40	0.055	0.062	0.026
9	0.40	0.45	0.051	0.044	0.028
10	0.45	0.50	0.035	0.037	0.020
11	0.50	0.55	0.029	0.032	0.030
12	0.55	0.60	0.022	0.023	0.030
13	0.60	0.65	0.017	0.018	0.023
14	0.65	0.70	0.014	0.013	0.019
15	0.70	0.75	0.013	0.010	0.020
16	0.75	0.80	0.015	0.010	0.016
17	0.80	0.85	0.010	0.008	0.013
18	0.85	0.90	0.008	0.010	0.013
19	0.90	0.95	0.008	0.008	0.014
20	0.95	1.00	0.005	0.009	0.012

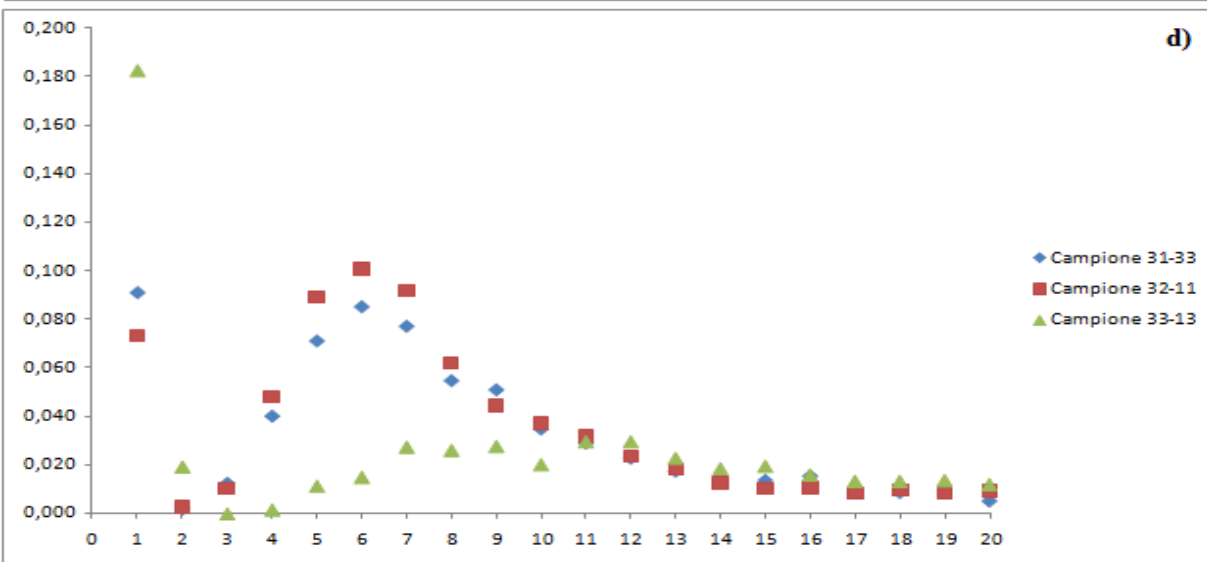
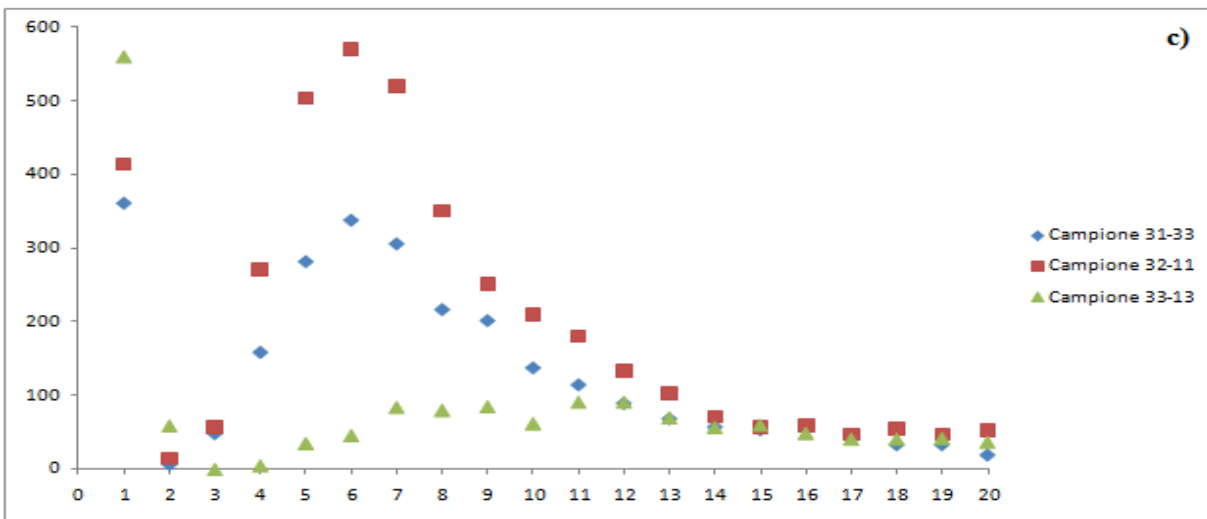


Figura 3.57 Tabelle e grafici relativi alle distribuzioni normalizzate (d) e non (c) dei diametri medi dei micropori presenti nei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Distribuzioni dei diametri medi dei macropori (e)					
Classe N°	Da [mm]	A [mm]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	1.00	1.50	209	228	229
2	1.50	2.00	154	192	156
3	2.00	2.50	150	199	150
4	2.50	3.00	145	205	168
5	3.00	3.50	134	204	143
6	3.50	4.00	134	193	156
7	4.00	4.50	117	187	180
8	4.50	5.00	92	120	112
9	5.00	5.50	66	64	78
10	5.50	6.00	45	41	57
11	6.00	6.50	39	20	28
12	6.50	7.00	25	19	12
13	7.00	7.50	16	17	3
14	7.50	8.00	13	15	1
15	8.00	8.50	6	9	3
16	8.50	9.00	3	7	0
17	9.00	9.50	3	1	0
18	9.50	10.00	2	2	0
19	10.00	10.50	3	0	0
20	10.50	11.00	0	1	0
21	11.00	11.50	0	2	0

Distribuzioni normalizzate dei diametri medi dei macropori (f)					
Classe N°	Da [mm]	A [mm]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	1.00	1.50	0.053	0.040	0.075
2	1.50	2.00	0.039	0.034	0.051
3	2.00	2.50	0.038	0.035	0.049
4	2.50	3.00	0.037	0.036	0.055
5	3.00	3.50	0.034	0.036	0.047
6	3.50	4.00	0.034	0.034	0.051
7	4.00	4.50	0.030	0.033	0.059
8	4.50	5.00	0.023	0.021	0.037
9	5.00	5.50	0.017	0.011	0.025
10	5.50	6.00	0.011	0.007	0.019
11	6.00	6.50	0.010	0.004	0.009
12	6.50	7.00	0.006	0.003	0.004
13	7.00	7.50	0.004	0.003	0.001
14	7.50	8.00	0.003	0.003	0.000
15	8.00	8.50	0.002	0.002	0.001
16	8.50	9.00	0.001	0.001	0.000
17	9.00	9.50	0.001	0.000	0.000
18	9.50	10.00	0.001	0.000	0.000
19	10.00	10.50	0.001	0.000	0.000
20	10.50	11.00	0.000	0.000	0.000
21	11.00	11.50	0.000	0.000	0.000

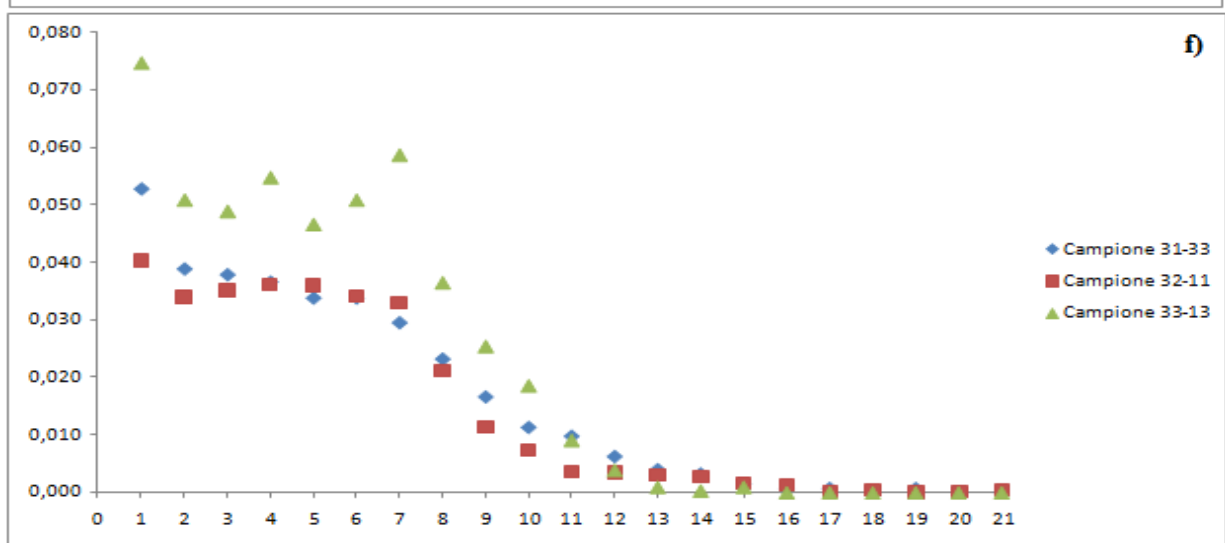
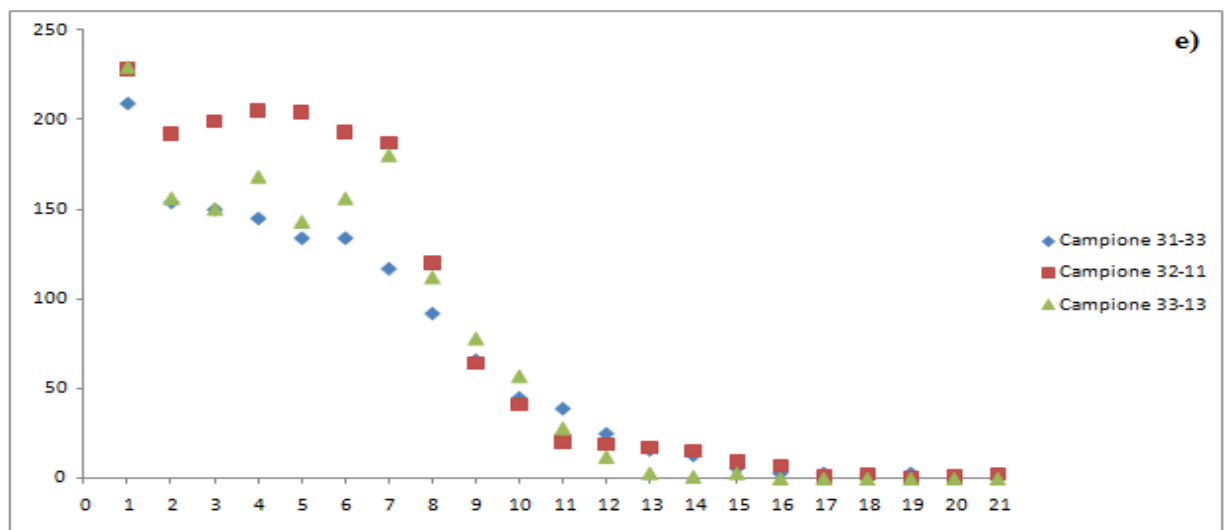


Figura 3.58 Tabelle e grafici relativi alle distribuzioni normalizzate (f) e non (e) dei diametri medi dei macropori presenti nei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Per quanto riguarda la seconda sezione del foglio di “confronto finale”, si può dire che è stata costruita in modo del tutto analogo alla prima sezione appena introdotta: l’unica variazione è che i dati e le suddivisioni in classi non si riferiscono più ai diametri medi, bensì alle aree dei pori delle tre schiume in esame. Queste due sezioni sono infatti strettamente connesse fra loro e devono esser “lette” in modo assolutamente integrato. Si spiega così il motivo per cui sono state realizzate con le stesse modalità.

Le tabelle ed i diagrammi relativi ai tre tipi di distribuzioni delle aree dei pori, per i campioni 31-33, 32-11 e 33-13, son riportate rispettivamente nelle figure 3.59, 3.60 e 3.61, visibili nelle pagine a seguire.

A tali figure seguiranno dei commenti molto importanti inerenti tutte le distribuzioni dei diametri medi e delle aree derivanti dai tre campioni di interesse. L’insieme costituito da queste distribuzioni consente un’analisi dimensionale dei pori interni a ciascun campione cui le distribuzioni stesse si riferiscono; si capisce subito come tale insieme permetta una prima significativa descrizione della struttura interna dei campioni in questione, nonché un primo indicativo, ma non meno rilevante, confronto tra gli stessi.

Come già accennato, per ottenere però un quadro descrittivo piuttosto completo della struttura interna dei tre campioni di schiuma e per attuare un confronto valido ed altrettanto completo tra gli stessi, occorre effettuare anche un’analisi delle forme dei loro pori (esplicitata nelle pagine seguenti) che deve esser integrata ed esaminata congiuntamente all’analisi dimensionale.

Distribuzioni generali delle aree (a)					
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.04	790	1180	630
2	0.04	0.16	1229	1955	348
3	0.16	0.36	410	582	369
4	0.36	0.64	190	258	225
5	0.64	1.00	126	139	149
6	1.00	1.44	101	110	113
7	1.44	1.96	82	100	93
8	1.96	2.56	65	84	71
9	2.56	3.24	56	88	69
10	3.24	4.00	73	84	77
11	4.00	4.84	69	93	72
12	4.84	5.76	71	91	61
13	5.76	6.76	64	97	66
14	6.76	7.84	72	93	72
15	7.84	9.00	68	80	68
16	9.00	121.00	516	663	582

Distribuzioni generali normalizzate delle aree (b)					
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.04	0.198	0.207	0.206
2	0.04	0.16	0.309	0.343	0.114
3	0.16	0.36	0.103	0.102	0.120
4	0.36	0.64	0.048	0.045	0.073
5	0.64	1.00	0.032	0.024	0.049
6	1.00	1.44	0.025	0.019	0.037
7	1.44	1.96	0.021	0.018	0.030
8	1.96	2.56	0.016	0.015	0.023
9	2.56	3.24	0.014	0.015	0.023
10	3.24	4.00	0.018	0.015	0.025
11	4.00	4.84	0.017	0.016	0.023
12	4.84	5.76	0.018	0.016	0.020
13	5.76	6.76	0.016	0.017	0.022
14	6.76	7.84	0.018	0.016	0.023
15	7.84	9.00	0.017	0.014	0.022
16	9.00	121.00	0.130	0.116	0.190

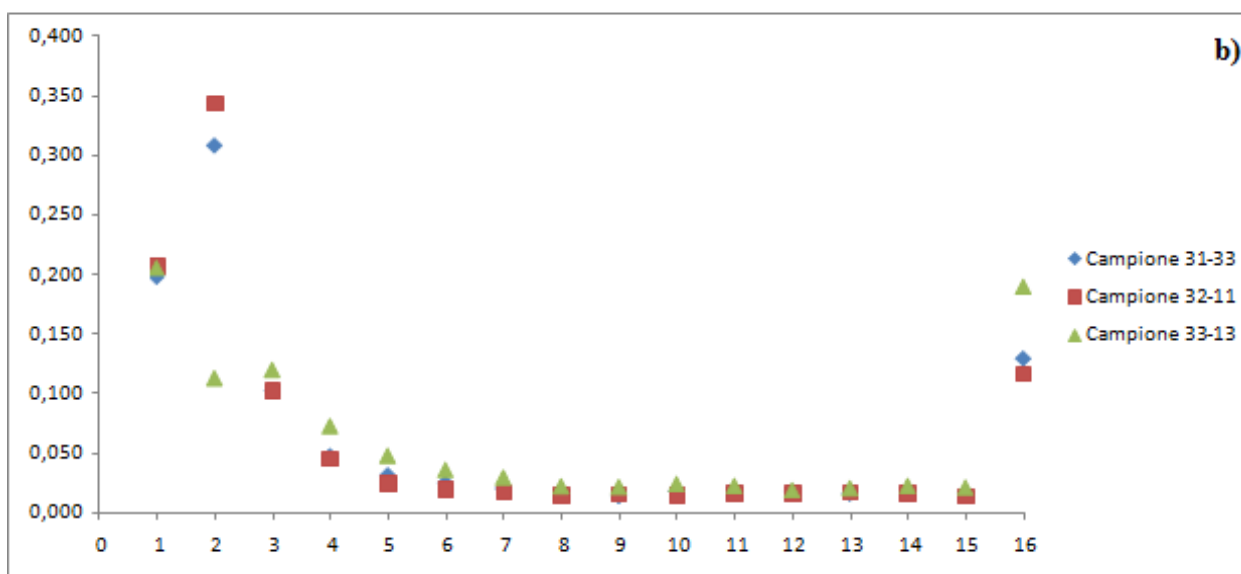
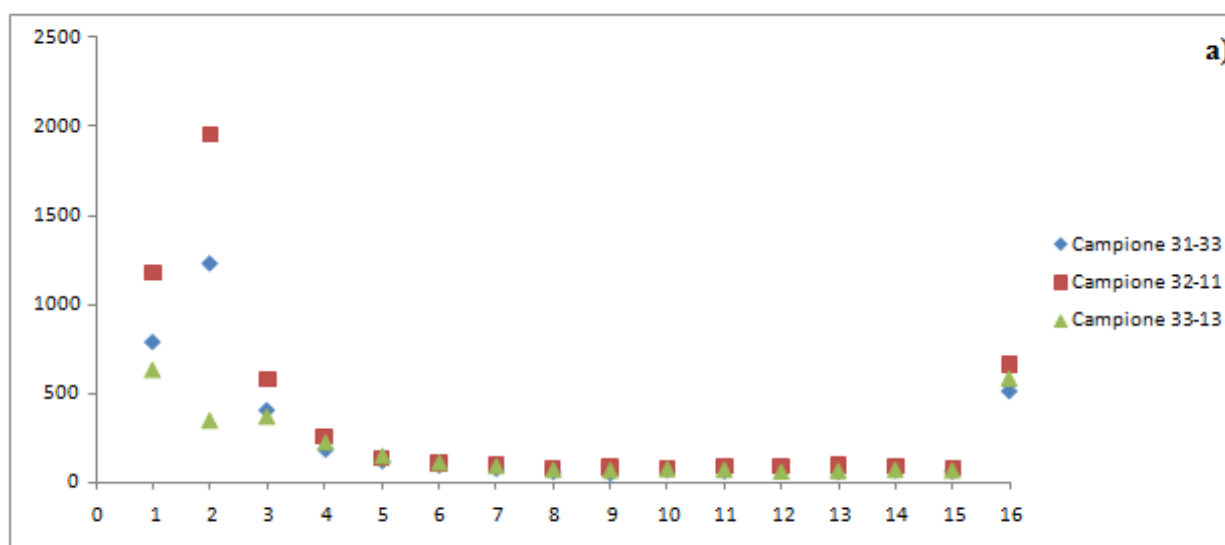


Figura 3.59 Tabelle e grafici relativi alle distribuzioni generali normalizzate (b) e non (a) delle aree dei pori dei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Distribuzioni delle aree dei micropori (c)					
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.0000	0.0025	365	438	618
2	0.0025	0.0100	30	37	0
3	0.0100	0.0225	104	176	0
4	0.0225	0.0400	318	564	12
5	0.0400	0.0625	408	680	64
6	0.0625	0.0900	366	589	113
7	0.0900	0.1225	270	421	90
8	0.1225	0.1600	188	278	88
9	0.1600	0.2025	153	233	87
10	0.2025	0.2500	100	177	108
11	0.2500	0.3025	94	108	102
12	0.3025	0.3600	64	69	75
13	0.3600	0.4225	58	75	66
14	0.4225	0.4900	52	58	54
15	0.4900	0.5625	46	64	57
16	0.5625	0.6400	35	61	48
17	0.6400	0.7225	30	48	45
18	0.7225	0.8100	39	40	33
19	0.8100	0.9025	24	23	41
20	0.9025	1.0000	33	29	30

Distribuzioni normalizzate delle aree dei micropori (d)					
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.0000	0.0025	0.092	0.077	0.202
2	0.0025	0.0100	0.008	0.006	0.000
3	0.0100	0.0225	0.026	0.031	0.000
4	0.0225	0.0400	0.080	0.099	0.004
5	0.0400	0.0625	0.102	0.119	0.021
6	0.0625	0.0900	0.092	0.103	0.037
7	0.0900	0.1225	0.068	0.074	0.029
8	0.1225	0.1600	0.047	0.049	0.029
9	0.1600	0.2025	0.038	0.041	0.028
10	0.2025	0.2500	0.025	0.031	0.035
11	0.2500	0.3025	0.024	0.019	0.033
12	0.3025	0.3600	0.016	0.012	0.024
13	0.3600	0.4225	0.015	0.013	0.022
14	0.4225	0.4900	0.013	0.010	0.018
15	0.4900	0.5625	0.012	0.011	0.019
16	0.5625	0.6400	0.009	0.011	0.016
17	0.6400	0.7225	0.008	0.008	0.015
18	0.7225	0.8100	0.010	0.007	0.011
19	0.8100	0.9025	0.006	0.004	0.013
20	0.9025	1.0000	0.008	0.005	0.010

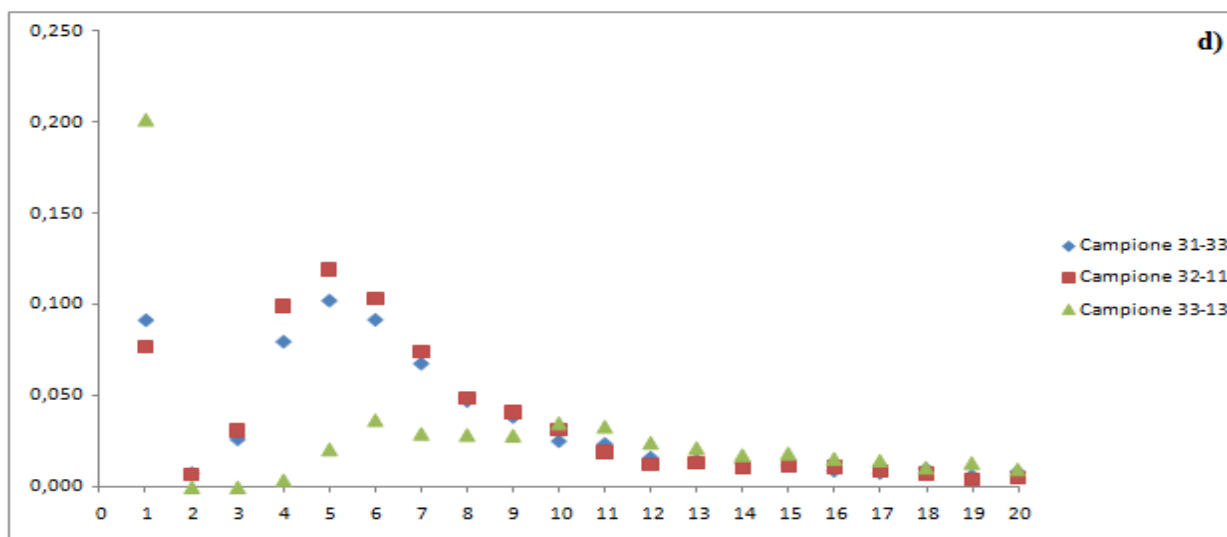
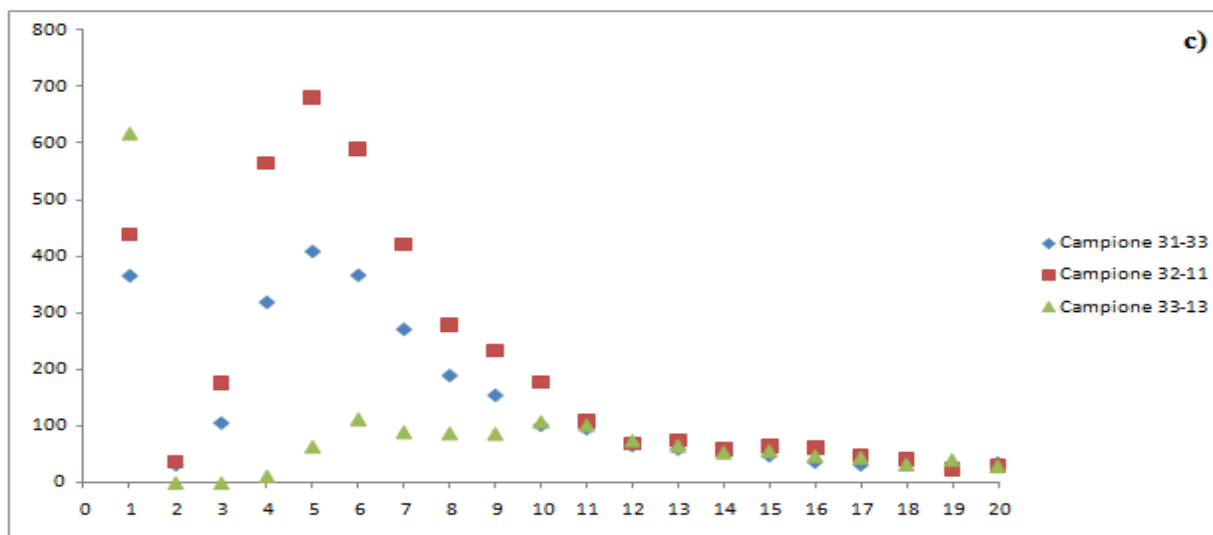


Figura 3.60 Tabelle e grafici relativi alle distribuzioni normalizzate (d) e non (c) delle aree dei micropori presenti nei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Distribuzioni delle aree dei macropori (e)					
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	1.00	2.25	212	246	237
2	2.25	4.00	165	219	184
3	4.00	6.25	174	237	169
4	6.25	9.00	168	216	170
5	9.00	12.25	146	216	165
6	12.25	16.00	117	207	193
7	16.00	20.25	95	99	112
8	20.25	25.00	64	67	70
9	25.00	30.25	41	24	29
10	30.25	36.00	27	14	12
11	36.00	42.25	13	19	1
12	42.25	49.00	7	12	0
13	49.00	56.25	2	3	0
14	56.25	64.00	4	0	0
15	64.00	72.25	0	1	0
16	72.25	81.00	0	1	0
17	81.00	90.25	0	0	0
18	90.25	100.00	0	0	0
19	100.00	110.25	0	0	0
20	110.25	121.00	0	0	0
21	121.00	132.25	0	0	0

Distribuzioni normalizzate delle aree dei macropori (f)					
Classe N°	Da [mm ²]	A [mm ²]	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	1.00	2.25	0.053	0.043	0.077
2	2.25	4.00	0.041	0.038	0.060
3	4.00	6.25	0.044	0.042	0.055
4	6.25	9.00	0.042	0.038	0.055
5	9.00	12.25	0.037	0.038	0.054
6	12.25	16.00	0.029	0.036	0.063
7	16.00	20.25	0.024	0.017	0.037
8	20.25	25.00	0.016	0.012	0.023
9	25.00	30.25	0.010	0.004	0.009
10	30.25	36.00	0.007	0.002	0.004
11	36.00	42.25	0.003	0.003	0.000
12	42.25	49.00	0.002	0.002	0.000
13	49.00	56.25	0.001	0.001	0.000
14	56.25	64.00	0.001	0.000	0.000
15	64.00	72.25	0.000	0.000	0.000
16	72.25	81.00	0.000	0.000	0.000
17	81.00	90.25	0.000	0.000	0.000
18	90.25	100.00	0.000	0.000	0.000
19	100.00	110.25	0.000	0.000	0.000
20	110.25	121.00	0.000	0.000	0.000
21	121.00	132.25	0.000	0.000	0.000

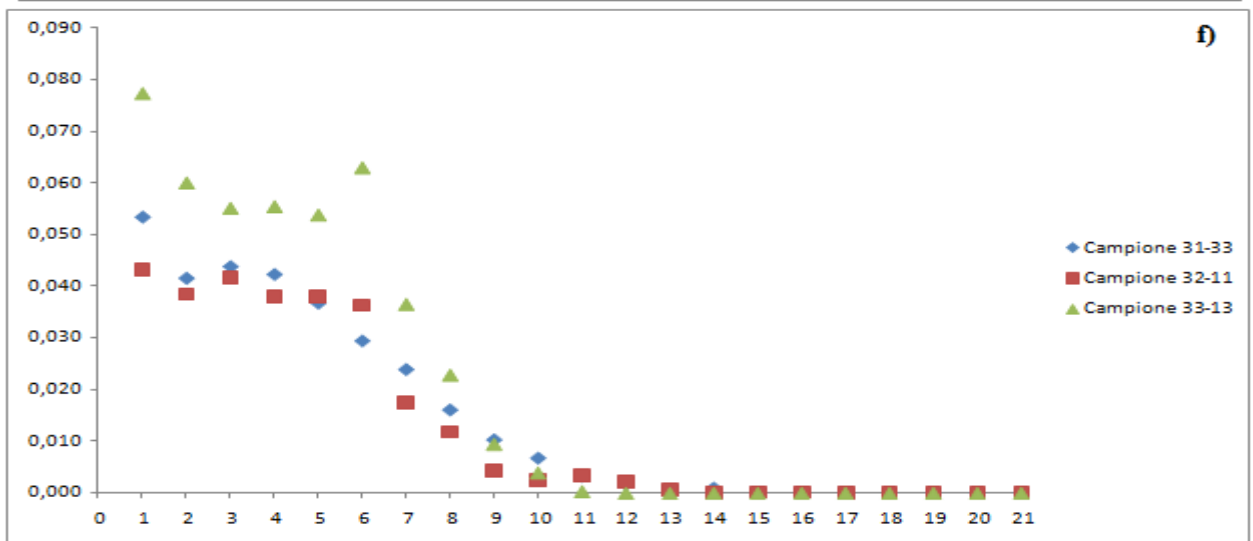
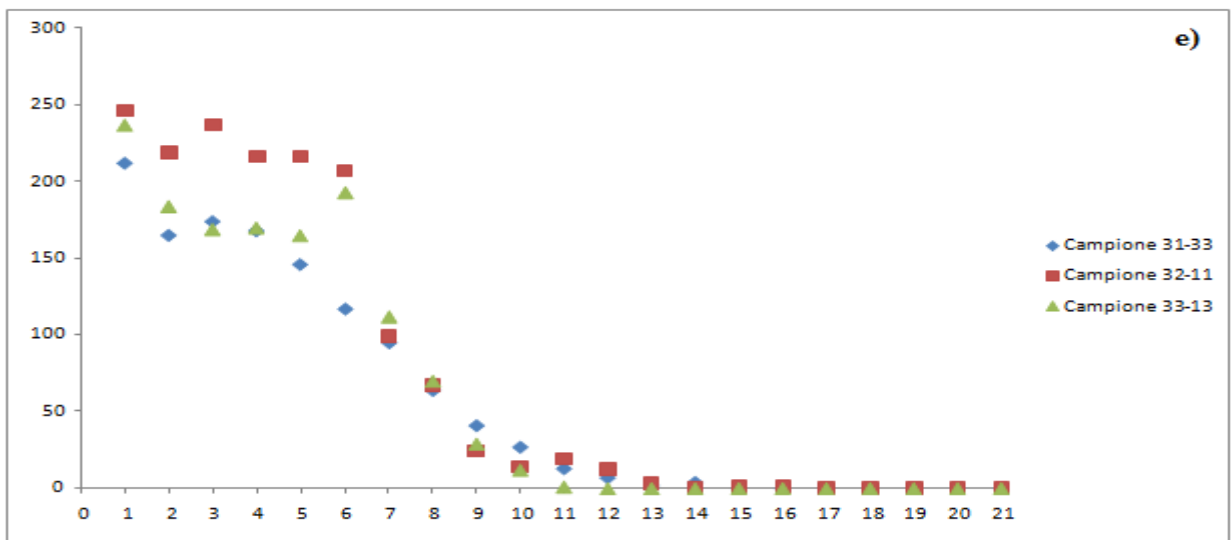


Figura 3.61 Tabelle e grafici relativi alle distribuzioni normalizzate (f) e non (e) delle aree dei macropori presenti nei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Dalle tabelle e dai grafici delle pagine precedenti si possono evincere importanti considerazioni riguardanti i campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Anzitutto si può subito notare come le distribuzioni (sia generali, sia delle microporosità, sia delle macroporosità) dei diametri medi e delle aree per i tre campioni, inducano a trarre le stesse conclusioni. Questo è assolutamente di conforto per quanto riguarda la bontà dei dati raccolti: è infatti basilare che i dati dimensionali di diametri ed aree dei pori relativi agli stessi campioni coincidano, in quanto sono informazioni che non devono essere esaminate singolarmente ed in modo esclusivo, bensì simultaneamente, perché si arricchiscono a vicenda.

L'analisi di tutte le distribuzioni di carattere dimensionale (diametri medi ed aree), ricavate per i tre campioni di interesse, confermano perciò la stessa argomentazione. In particolare:

- Le distribuzioni di carattere “generale” evidenziano, per i campioni 31-33 e 32-11, una forma a campana piuttosto stretta ed alta con moda in classe 2, classe contenente gran parte dei pori di qualità. E' esattamente la forma che ci si aspetta da una schiuma di qualità con buone, se non ottime proprietà.

Le distribuzioni “generali” corrispondenti al campione 33-13 possono essere sempre approssimate ad una Gaussiana, ma con forma molto più schiacciata e distesa rispetto a quella presentata dai campioni 31-33 e 32-11. Tale Gaussiana presenta la moda in classe 1, classe contenente gran parte dei pori molto piccoli approssimati ad un cerchio ed altri pori non significativi da un punto di vista qualitativo, tanto che pare assomigliare ad una esponenziale decrescente. Addirittura il valore della classe modale è simile al valore della classe 16, contenente tutti i macropori indice di “difetti”.

Queste osservazioni vengono ulteriormente rafforzate dall'esame delle corrispondenti distribuzioni normalizzate. Da un punto di vista di dimensioni dei pori, infatti, viene messa ancor più in luce l'equivalenza tra i campioni 31-33 e 32-11 (leggermente migliore il 32-11) e la peggior qualità del campione 33-13 rispetto a questi ultimi, che dimostra avere un numero piuttosto elevato (~25%) di macropori non desiderabili.

- Con le distribuzioni dei diametri medi dei micropori si riescono ad esplodere le prime sei classi delle distribuzioni dimensionali “generali”: entrando così nel dettaglio delle distribuzioni dimensionali dei pori di qualità, in particolar modo esaminando le distribuzioni normalizzate dei diametri medi e delle aree dei micropori, si trova conferma circa la bontà dei campioni 31-33 e 32-11 (ancora

una volta spicca leggermente il campione 32-11) e dell'inferiore qualità del campione 33-13. Quest'ultimo infatti presenta un numero molto elevato di pori con diametro medio inferiore a 0.05 mm ed area inferiore a 0.0025 mm², troppo piccoli per esser significativi dal nostro punto di vista, e presenta anche un numero piuttosto scarso di pori di qualità (dalla classe 4 alla classe 20).

- Molto rilevanti ed interessanti sono anche i risultati che emergono dalle distribuzioni dei diametri medi e delle aree, soprattutto normalizzate, dei macropori. I diagrammi di figura 3.58 e 3.61 avvalorano infatti le affermazioni compiute durante il primo punto del presente elenco: nel campione 33-13 si ha una presenza molto più massiccia di macropori ("fastidiosi" in termini di qualità e proprietà finali della schiuma) rispetto che negli altri due campioni. A peggiorare la situazione nel campione 33-13 è anche la percentuale di pori di qualità (complessivamente non molto alta, ~ 10%) rispetto alla percentuale di macropori "fastidiosi" (complessivamente ~ 35%).

Per quanto riguarda lo studio delle macroporosità, i due campioni 31-33 e 32-11, risultano essere ancora una volta pressoché identici.

Preme ora sottolineare nuovamente come lo studio delle forme dei pori, assieme al loro studio dimensionale, consente di comprendere e conoscere appieno la struttura interna dei campioni di schiuma per cui vengono eseguite tali analisi. In particolare, attraverso un'analisi congiunta di questo tipo su di una schiuma, si riesce a comprendere il grado di omogeneità della struttura della stessa, parametro fondamentale per la determinazione della sua qualità e delle sue proprietà, soprattutto meccaniche.

Effettuate quindi le considerazioni di carattere dimensionale appena sopra esposte, per poter trarre delle conclusioni definitive e complete circa il confronto dei tre campioni di tabella 3.5, occorre sviluppare, per questi ultimi, attente riflessioni riguardanti la forma dei loro pori. A tal fine son risultate molto utili le distribuzioni, costruite per ciascuno dei tre campioni, degli indici di circolarità e di aspect ratio. Per avere un'idea più chiara e precisa di tali andamenti, sono state realizzate anche le corrispondenti distribuzioni normalizzate. Tutti i dati e le distribuzioni di forma dei pori per i tre campioni di interesse sono riportate nelle figure 3.62, 3.63 e 3.64.

Distribuzioni generali dell'indice di circolarità (a)					
Classe N°	Da	A	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.05	0	0	0
2	0.05	0.10	0	0	0
3	0.10	0.15	0	0	1
4	0.15	0.20	3	2	7
5	0.20	0.25	7	7	15
6	0.25	0.30	15	9	14
7	0.30	0.35	24	14	29
8	0.35	0.40	33	36	39
9	0.40	0.45	40	51	54
10	0.45	0.50	51	54	63
11	0.50	0.55	83	93	77
12	0.55	0.60	109	122	66
13	0.60	0.65	114	152	102
14	0.65	0.70	164	253	117
15	0.70	0.75	214	294	176
16	0.75	0.80	348	451	253
17	0.80	0.85	531	696	395
18	0.85	0.90	624	942	485
19	0.90	0.95	671	979	347
20	0.95	1.00	933	1466	749

Distribuzioni generali normalizzate dell'indice di circolarità (b)					
Classe N°	Da	A	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	0.00	0.05	0.000	0.000	0.000
2	0.05	0.10	0.000	0.000	0.000
3	0.10	0.15	0.000	0.000	0.000
4	0.15	0.20	0.001	0.000	0.002
5	0.20	0.25	0.002	0.001	0.005
6	0.25	0.30	0.004	0.002	0.005
7	0.30	0.35	0.006	0.002	0.010
8	0.35	0.40	0.008	0.006	0.013
9	0.40	0.45	0.010	0.009	0.018
10	0.45	0.50	0.013	0.010	0.021
11	0.50	0.55	0.021	0.017	0.026
12	0.55	0.60	0.027	0.022	0.022
13	0.60	0.65	0.029	0.027	0.034
14	0.65	0.70	0.041	0.045	0.039
15	0.70	0.75	0.054	0.052	0.059
16	0.75	0.80	0.088	0.080	0.085
17	0.80	0.85	0.134	0.124	0.132
18	0.85	0.90	0.157	0.168	0.162
19	0.90	0.95	0.169	0.174	0.116
20	0.95	1.00	0.235	0.261	0.251

Distribuzioni generali dell'indice di AR (c)					
Classe N°	Da	A	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	1.00	1.05	768	1091	748
2	1.05	1.10	220	295	236
3	1.10	1.15	227	383	179
4	1.15	1.20	251	380	197
5	1.20	1.25	234	419	195
6	1.25	1.30	223	303	154
7	1.30	1.35	194	317	144
8	1.35	1.40	187	246	120
9	1.40	1.45	187	233	116
10	1.45	1.50	164	212	71
11	1.50	1.55	137	204	73
12	1.55	1.60	119	140	68
13	1.60	1.65	114	143	75
14	1.65	1.70	94	128	61
15	1.70	1.75	68	100	49
16	1.75	1.80	71	105	36
17	1.80	1.85	70	82	24
18	1.85	1.90	44	84	31
19	1.90	1.95	52	64	33
20	1.95	2.00	50	78	69
21	2.00	3.00	410	576	312
22	3.00	4.00	88	111	83
23	4.00	5.00	40	28	31
24	5.00	20.00	20	16	32

Distribuzioni generali normalizzate dell'indice di AR (d)					
Classe N°	Da	A	Frequenze campione		
			31-33	32-11	33-13
1	1.00	1.05	0.190	0.190	0.238
2	1.05	1.10	0.055	0.051	0.075
3	1.10	1.15	0.056	0.067	0.057
4	1.15	1.20	0.062	0.066	0.063
5	1.20	1.25	0.058	0.073	0.062
6	1.25	1.30	0.055	0.053	0.049
7	1.30	1.35	0.048	0.055	0.046
8	1.35	1.40	0.046	0.043	0.038
9	1.40	1.45	0.046	0.041	0.037
10	1.45	1.50	0.041	0.037	0.023
11	1.50	1.55	0.034	0.036	0.023
12	1.55	1.60	0.030	0.024	0.022
13	1.60	1.65	0.028	0.025	0.024
14	1.65	1.70	0.023	0.022	0.019
15	1.70	1.75	0.017	0.017	0.016
16	1.75	1.80	0.018	0.018	0.011
17	1.80	1.85	0.017	0.014	0.008
18	1.85	1.90	0.011	0.015	0.010
19	1.90	1.95	0.013	0.011	0.011
20	1.95	2.00	0.012	0.014	0.022
21	2.00	3.00	0.102	0.100	0.099
22	3.00	4.00	0.022	0.019	0.026
23	4.00	5.00	0.010	0.005	0.010
24	5.00	20.00	0.005	0.003	0.010

Figura 3.62 Tabelle relative alle distribuzioni normalizzate (b, d) e non (a, c) degli indici di circolarità e di aspect ratio per i campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

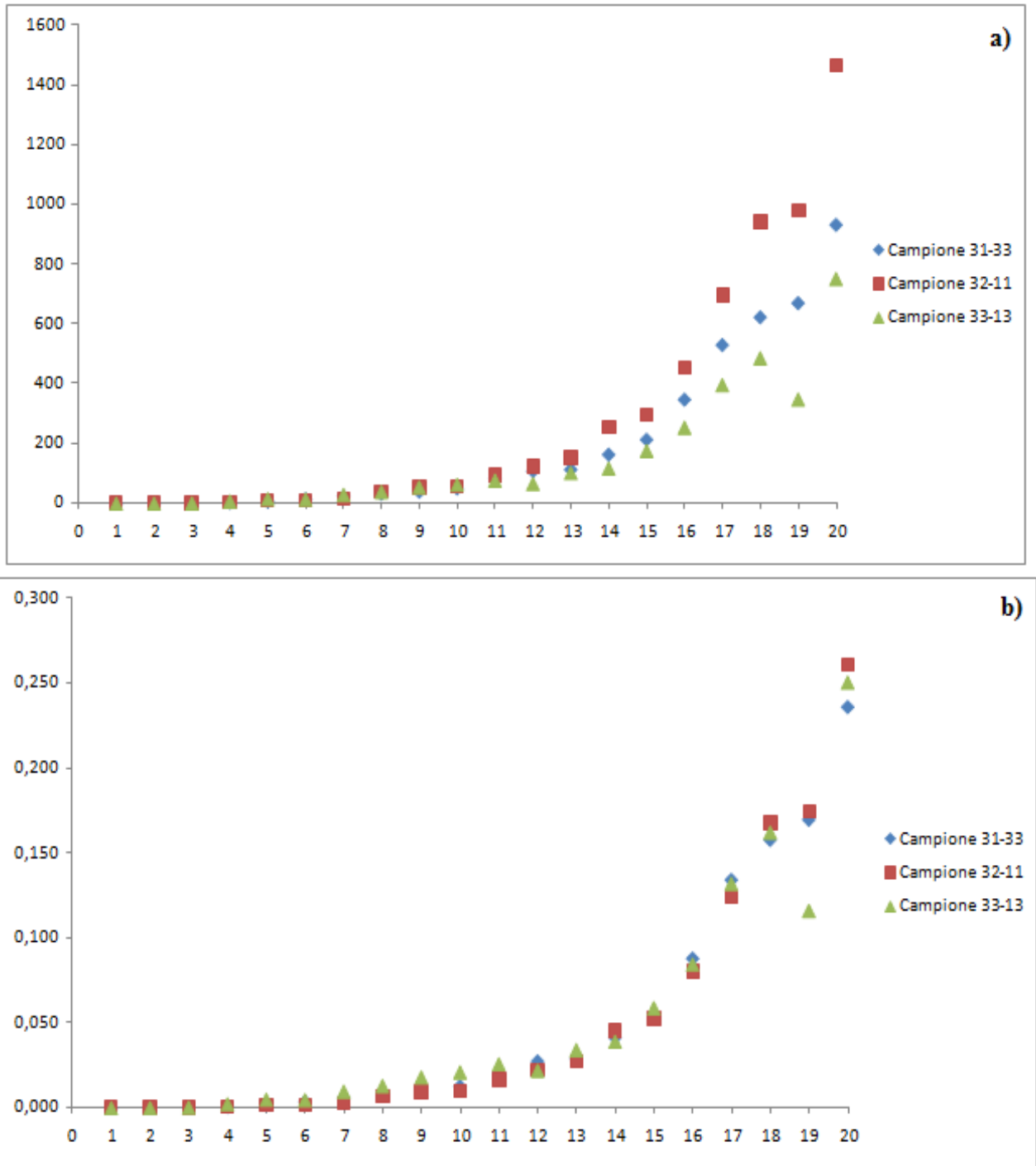


Figura 3.63 Diagrammi relativi alle distribuzioni normalizzate (b) e non (a) dell'indice di circolarità relativo ai pori dei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

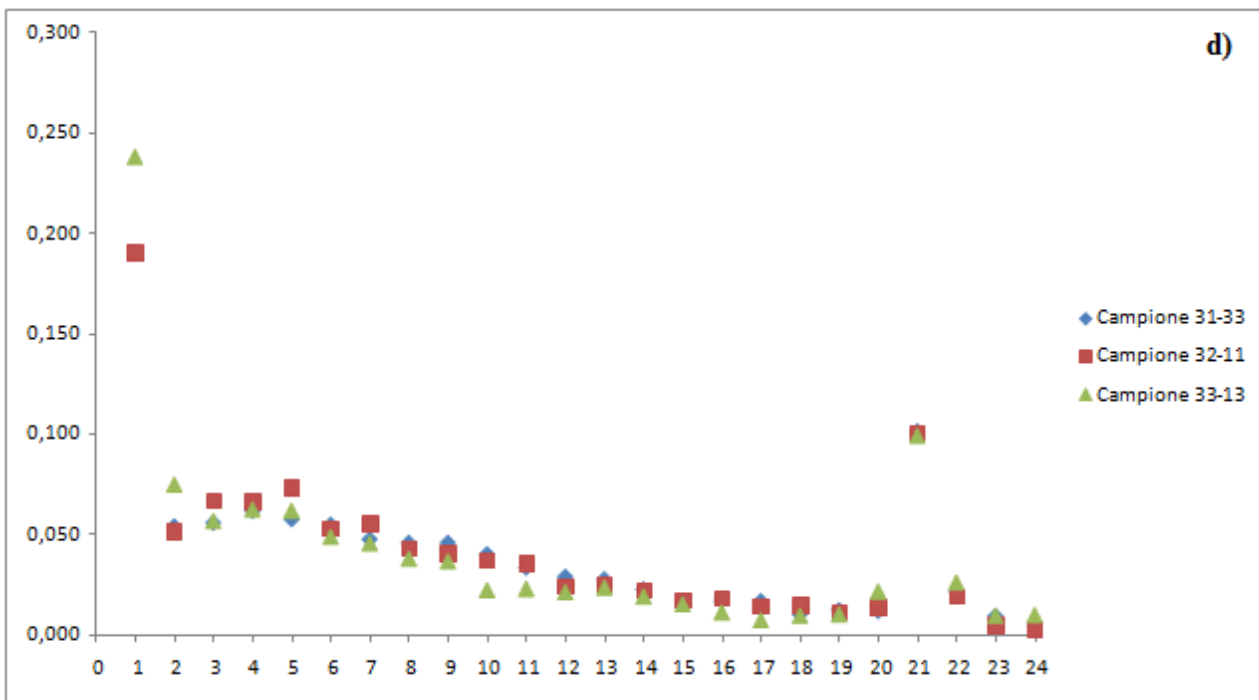
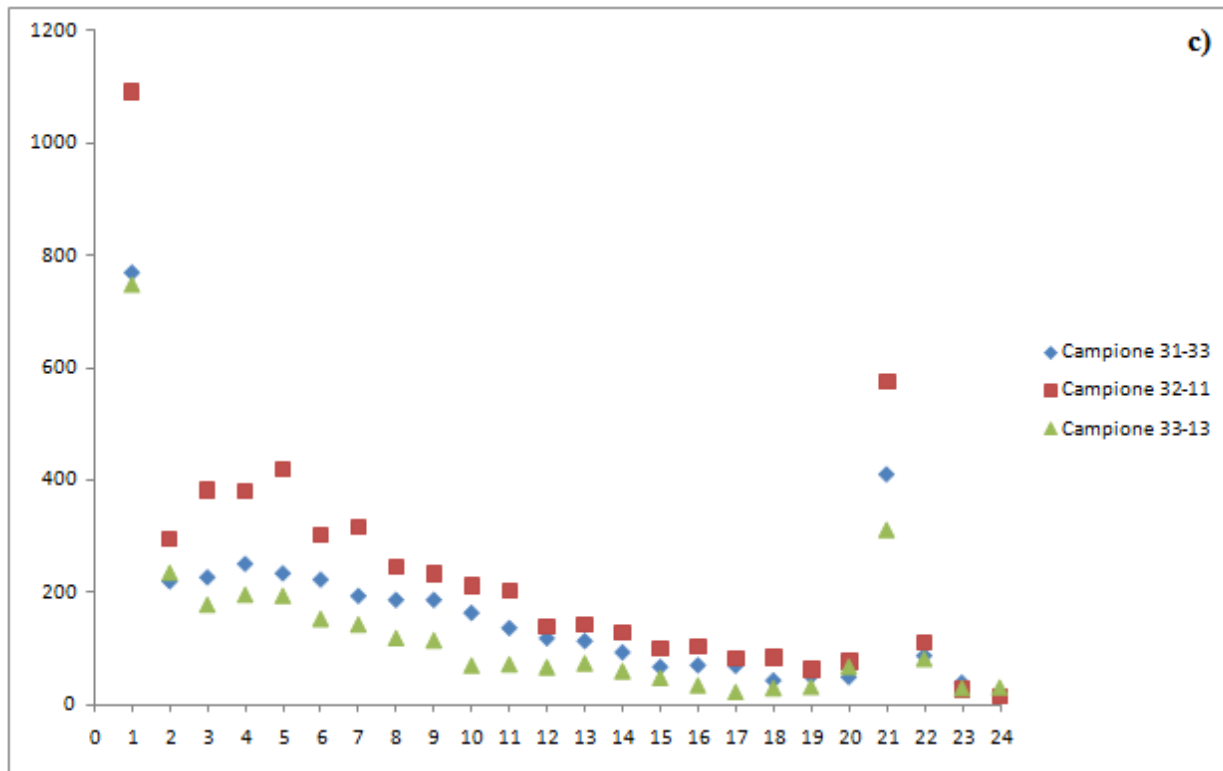


Figura 3.64 Diagrammi relativi alle distribuzioni normalizzate (d) e non (c) dell'indice di aspect ratio per i pori dei campioni 31-33, 32-11 e 33-13.

Dai diagrammi riportati nelle figure 3.64 e 3.65, i tre campioni di schiuma in questione appaiono all'incirca equivalenti:

- Si osserva infatti per tutti i campioni una distribuzione degli indici di circolarità dei pori con andamento esponenziale crescente, vale a dire che la maggior parte dei pori in tutti e tre i campioni ha una forma piuttosto circolare (~ 75% nei campioni 31-33 e 32-11 e ~ 70% nel campione 33-13);
- L'equivalenza a livello di aspect ratio è ancora più marcata. In tutti e tre i campioni l'andamento della distribuzione dell'indice AR risulta essere esponenziale decrescente. Pertanto, per la definizione data dell'indice stesso, vengono confermate le informazioni che si sono desunte dalle distribuzioni di circolarità. In particolare, per ogni campione, la classe 1 (contenente i pori con forma perfettamente circolare o quasi, ossia con rapporto tra asse maggiore ed asse minore al più di 1.05) ha un valore marcatamente più elevato rispetto a tutte le altre classi della distribuzione. Curioso è anche il valore della classe 21 (rapporto tra assi maggiore e minore che oscilla tra 2 e 3) che spicca tra le classi vicine e contiene la maggior parte dei pori con forma abbastanza deformata rispetto a quella del cerchio perfetto.

Tuttavia, se non si fa attenzione, le osservazioni riportate in questa pagina possono portare a conclusioni errate: i dati di forma devono essere sempre letti ed interpretati "tenendo un occhio" sulle corrispondenti distribuzioni dimensionali e sulle corrispondenti micrografie del campione (quelle di interesse per la presente trattazione sono riportate nelle tabelle 3.6, 3.7 e 3.8). Operando in questo modo si nota come, contrariamente a quello che accade per i campioni 31-33 e 32-11, nel campione 33-13 la maggior parte dei pori con forma perfettamente circolare o quasi, non risulta essere di qualità (vale a dire micropori compresi dalla classe 4 fino alla classe 20), bensì si tratta di pori molto piccoli (spesso approssimati a cerchi) o pori macroscopici (con diametro medio superiore ad 1mm).

Si capisce ora perché, nel corso del presente capitolo, si è spesso enfatizzato il fatto che nessuna distribuzione statistica, di qualunque tipo essa sia e a qualunque campione faccia riferimento, debba esser letta in modo assoluto ed esclusivo.

3.4.4.1 Conclusioni relative allo studio approfondito dei campioni 31-33, 32-11 e 33-13

Abbiamo ora a disposizione tutte le informazioni necessarie per trarre delle conclusioni oculate, significative e con valenza scientifica circa i campioni di schiuma 31-33, 32-11 e 33-13.

Una prima importante osservazione che scaturisce dall'analisi dei dati e dei diagrammi riportati in 3.4.4 riguarda i parametri di produzione utilizzati nel processo di High Velocity Compaction per la fabbricazione dei verdi.

Come ipotizzabile, tanto maggiore è l'altezza di caduta del punzone e tanto più elevata sarà la compattazione del verde, quindi, in via teorica, tanto più aumenta la qualità di quest'ultimo. Per quanto appena affermato, ci si aspetterebbe che il campione di schiuma originato dal verde 33-13 presenti la miglior qualità fra i tre campioni di schiuma esaminati. Dai dati e dai diagrammi si evince però che non è così. Si capisce così che tale logica non vale in assoluto, bensì ha un limite che varia in funzione del materiale di base utilizzato per la produzione del verde (limite espresso proprio in termini di altezza di caduta dell'hammer).

Quando infatti viene fornita ad un generico verde una determinata energia di compattazione (che aumenta all'aumentare dell'altezza di caduta del punzone), e tale energia supera una certa soglia ("soglia limite"), durante la successiva fase di schiumatura dello stesso verde si manifesta un fenomeno di formazione di cricche all'interno della struttura solida che sta schiumando. Tale fenomeno determina una fuoriuscita/perdita del gas sprigionato dalla decomposizione dell'agente schiumante (deidrogenazione nel caso di idruro di titanio), che non rimarrà quindi intrappolato all'interno del materiale solido: si verifica, di conseguenza, un abbassamento del numero e della qualità dei pori che saranno presenti nella schiuma finale, in qualche modo proporzionale alla quantità di gas non rimasto all'interno della struttura porosa ma disperso nell'ambiente esterno.

Quanto appena esplicito è stato dedotto attraverso un'attenta analisi dei diagrammi delle distribuzioni dimensionali e delle foto scattate, ad intervalli di tempo regolari, all'interno del piccolo forno Nabertherm ai vari campioni durante il processo di schiumatura stesso.

Le sequenze di foto fornite dal centro MUSP di Piacenza ed i diagrammi delle distribuzioni dei diametri medi e delle aree, confermano l'ipotesi appena discussa.

In sintesi: i grafici relativi alle distribuzioni dei diametri medi e delle aree mostrano in maniera distinta come il campione di schiuma 33-13 (originato dal verde più compatto, $h_{caduta} = 30$ cm) risulti avere una struttura interna peggiore rispetto agli altri due campioni esaminati (caratterizzati da altezze di caduta minori, di 20 cm per il campione 31-33 e di 25 cm per il campione 32-11). Il campione 33-13 è contraddistinto infatti da numerosi micropori di classe 1 (approssimati e poco rilevanti da un punto di vista strutturale e qualitativo) oltre che da un numero significativamente inferiore di micropori di qualità (al massimo un centinaio per classe) sia rispetto al numero totale di pori presenti nello stesso campione, sia rispetto al numero di micropori di qualità presenti nei campioni 31-33 e 32-11.

A peggiorare ulteriormente la qualità del campione 33-13 è anche una massiccia presenza di macropori (con $d_m \geq 1$ mm ed area ≥ 1 mm²) di forme piuttosto irregolari, che non favoriscono certamente l'omogeneità della struttura interna.

Le due schiume derivanti dai verdi 31-33 e 32-11 presentano invece una struttura interna molto più omogenea e con un numero elevato di micropori di qualità, la maggior parte dei quali ha una forma pressoché circolare.

Nel realizzare un confronto tra campioni di schiume, è tuttavia sostanziale tener presente come tutte le statistiche devono esser valutate anche in funzione al numero totale di pori presenti all'interno del campione di schiuma cui esse si riferiscono. Per tale ragione, una stessa percentuale può aver pesi ben diversi a seconda del campione a cui viene imputata. Tenendo conto di quest'ultima puntualizzazione, in funzione all'obiettivo prefissatoci si tende a propendere per il campione 32-11 rispetto al 31-33. Infatti, nel complesso, pur presentando distribuzioni molto simili, le percentuali riferite al primo campione hanno un peso maggiore rispetto a quelle riferite al secondo, nel senso che, intrinsecamente, indicano un numero maggiore di pori. A sostegno di tale predilezione sono le statistiche numeriche che confermano come il campione 32-11 abbia un numero superiore di micropori di qualità rispetto al 31-33, pressoché a parità di numero di macropori.

Da un punto di vista qualitativo si può osservare come la struttura interna di entrambi i due campioni 31-33 e 32-11 non presenti sostanziali differenze: non vi sono sezioni o parti in cui si annidano e concentrano i macropori piuttosto che i micropori, ma essi risultano essere omogeneamente distribuiti in tutto lo spazio della struttura stessa.

La porosità complessiva di una schiuma è un ulteriore importante parametro che induce a scegliere, fra i tre campioni di tabella 3.5, la schiuma 32-11. Infatti, maggiore è la percentuale di porosità e migliore è la qualità del processo di schiumatura [1]. Il campione 31-33 mostra una porosità del ~80%, il campione 32-11 del ~82%, mentre il campione 33-13 appena del ~73%.

Concludendo, la caratterizzazione metallografica effettuata per i tre provini, ha rilevato esservi due campioni, 31-33 e 32-11, migliori del terzo, 33-13, in modo significativo.

- Tanto più le porosità di una schiuma tendono alla forma sferica (circolare in sezione) e tanto migliore sarà la qualità della schiuma stessa (ciò vale in particolar modo per le proprietà meccaniche, in quanto eventuali forme appuntite agiscono come punti di concentrazione delle tensioni, riducendo quindi la resistenza della schiuma a stress e altri tipi di sollecitazioni [1]). Da questo punto di vista i tre campioni di schiuma studiati sono risultati pressoché equivalenti.
- Tanto più tutti i pori sono dispersi in maniera omogenea all'interno della struttura di una schiuma (senza andamenti preferenziali), tanto migliore sarà la qualità della schiuma stessa (e tanto maggiore sarà la sua isotropia). Anche da questo punto di vista i tre campioni si sono mostrati molto simili: avendo prodotto i verdi in un intorno ottimale dei parametri di processo, sia il risultato relativo al primo punto, sia quanto appena asserito non sono stati una "sorpresa", quanto piuttosto una conferma delle conclusioni tratte.
- Tanto più i diametri equivalenti e le aree dei pori di una schiuma rientrano all'interno del range definito "di qualità" ($d_m < 1 \text{ mm}$ e $A_p < 1 \text{ mm}^2$), tanto migliore sarà la qualità della schiuma stessa. E' in questo ambito che i tre campioni esaminati si differenziano in modo apprezzabile: i campioni 31-33 e 32-11 risultano praticamente analoghi (con una leggera preferenza per il 32-11), mentre il 33-13 si rivela essere peggiore.

Unendo tutte le considerazioni effettuate fin qui, si può affermare con certezza che il campione 32-11 risulta essere il migliore fra quelli studiati. Esso non si differenzia in modo particolarmente spiccato dal campione 31-33 che rappresenta comunque una schiuma di buona qualità e paragonabile alla 32-11. Il campione 33-13 si rivela invece essere di qualità inferiore, non paragonabile agli altri due.

A titolo puramente informativo e per completezza viene riportata in figura 3.65 l'evoluzione temporale del campione 32-11 durante il processo di schiumatura. Le immagini sono state fornite dal centro MUSP di Piacenza.

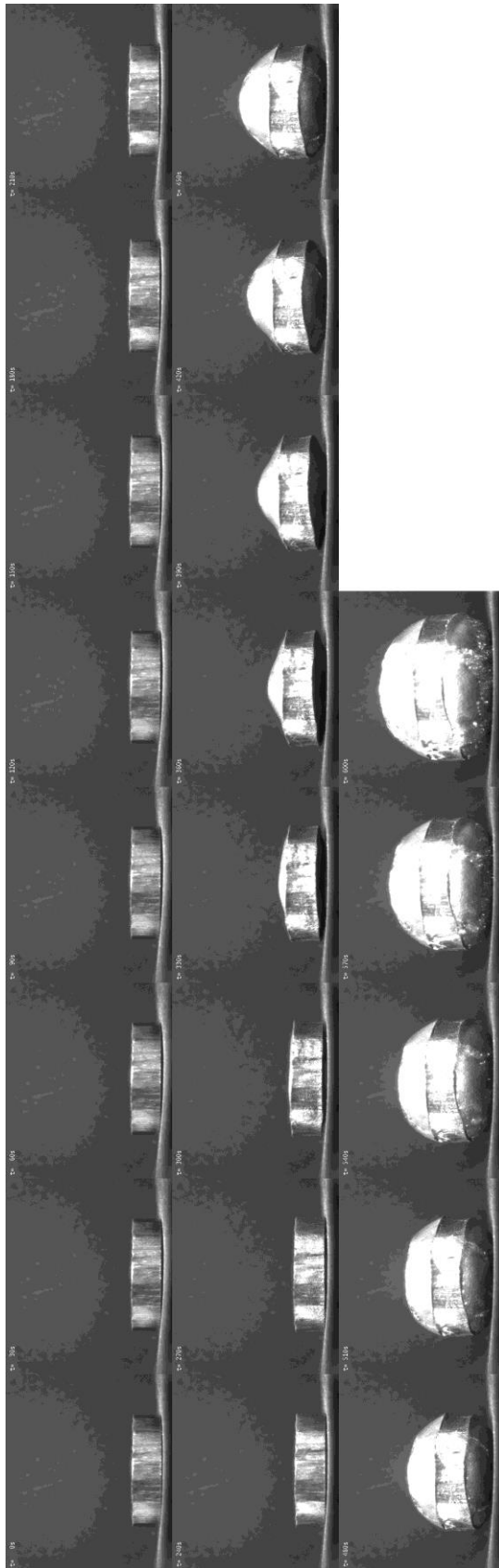


Figura 3.65 Sequenza fotografica del campione 32-11 realizzata durante il processo di schiumatura

3.5 Possibili miglioramenti

I campioni di schiuma esaminati si sono rivelati essere qualitativamente superiori rispetto a quelli prodotti, sempre mediante tecnica HVC, per studi precedenti, dall'associazione CIVEN Veneto-Nanotech.

I due campioni migliori, 31-33 e 32-11, non sono tuttavia privi di difetti; si può pertanto ancora aspirare a perfezionare il processo di produzione e quindi la risultante struttura interna delle schiume prodotte.

Come si può notare dalle micrografie riportate nelle tabelle 3.6 e 3.7 e dai dati e diagrammi relativi ai due campioni in questione, sarebbe utile un altro studio volto ad incrementare l'omogeneità della struttura interna. In particolare occorrerebbe:

- Riuscire ad accrescere il numero dei micropori di qualità a scapito di una scomparsa dei macropori "fastidiosi";
- Riuscire a migliorare ulteriormente la sfericità dei pori (intervenendo anche sui parametri di schiumatura oltre che su quelli di produzione HVC).

L'ideale sarebbe ottenere una schiuma costituita solamente da micropori di qualità, con forma perfettamente sferica e con una porosità molto alta (anche maggiore dell'85%). Per avere un'idea, un'ottima sezione di schiuma reale potrebbe essere quella riportata sotto in figura 3.66 [49].

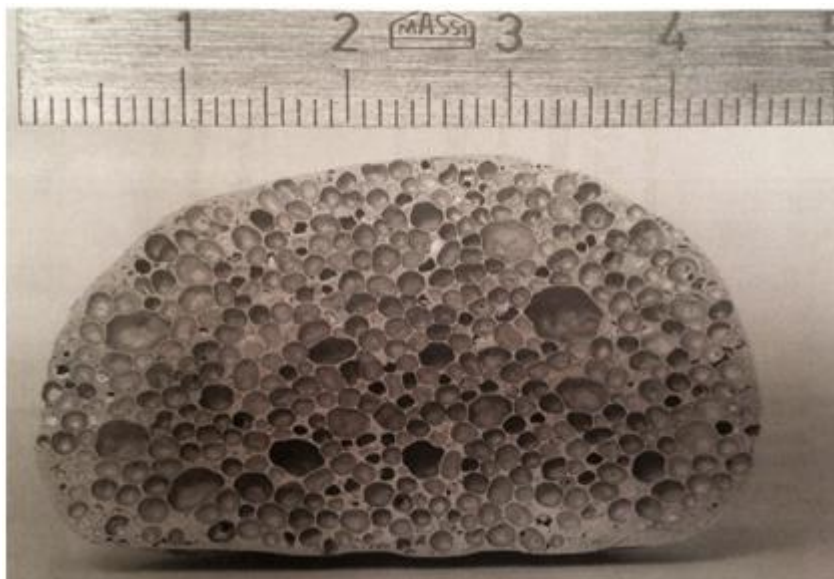


Figura 3.66 Sezione reale di una schiuma di alluminio con un'ottima struttura interna

Bibliografia

[1] J. Banhart, Metal Foams- from Fundamental Research to Applications, Frontier in the design of materials 2007.

[2] M.F. Ashby, A.G Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W.Hutchinson, Metal Foams: A Design Guide, Butterworth (2000).

[3] L.J. Gibson, M.F. Ashby, Cellular solids: Structure and Properties, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1997.

[4] Metal foams. In: Banhart J, Eifert H, editors. Proc. Fraunhofer USA Symposium on Metal Foams, Stanton, USA, 7–8 October. Bremen: MIT Press–Verlag, 1997.

[5] S. Iannace, L. Verdolotti, S. Colini, La storia dei materiali cellulari nell'ingegneria, American Scientific Publishers, 2009.

[6] C Haberling, HG Haldenwanger, Metal foams and porous metal structures; MIT PPress-Verlag, 1999 p.13.

[7] Mechanical properties of porous and cellular materials. In: Sieradzki K, Green DJ, Gibson LJ, editors. MRS Symp. Proc., vol. 207, 1990.

[8] Porous and cellular materials for structural applications. In: Schwartz DS, Shih DS, Evans AG, WadleyHNG, editors. MRS Symp. Proc., vol. 521, 1998.

[9] Metal foams and porous metal structures. In: Banhart J, AshbyMF, Fleck NA, editors. Int. Conf., Bremen, Germany, 14–16 June. Bremen: MIT Press–Verlag, 1999.

[10] Banhart J. Europhys News 1999.

[11] G. Costanza, M.E. Tata, Schiume metalliche: recenti risultati e sviluppi futuri, la metallurgia italiana, (2001).

[12] Hans Peter Degisher, Brigitte Kriszt, Handbook of cellular metals: production, processing, applications, Wiley-vch (2002).

- [13] R. Montanari, Studio dei principali parametri di schiuma tura per schiume di alluminio e supporto alla progettazione di un impianto pilota di schiumatura, ENEA (2011).
- [14] J. Banhart, Manufacture characterization and application of cellular metals and metal foams, Progress in Materials Science 46/2001.
- [15] S. Esmaeelzadeh, A. Simchi, Effect of ceramic particle addition on the foaming behavior, cell structure and mech. prop. of P/M AlSi7 foam, Mat. Sci. and Engineering 464/2006.
- [16] J.R. Li, H.F. Cheng, J.L. Yu, F.S. Han, Effect of dual-size cell mix on the stiffness and strength of open-cell aluminum foams, Material Science and Engineering A326 (2003).
- [17] I. Duarte and J. Banhart, A study of Aluminium foam formation kinetics and microstructure, Acta mater. 48 (2000) 2349-2362.
- [18] F. Simancik, Metallic foams - ultra light materials for structural applications, INZINERIA MATERIALOWA 5/2001.
- [19] F. Bonollo, Le schiume di Alluminio, Private Communication.
- [20] N. Bacsan, J. Banhart, D. Leitmeier, Metal Foams - Manufacture and Physics of Foaming, 2005.
- [21] J. Banhart, J. Baumeister, Deformation characteristics of metal foams, Journal of Materials Science 33 (1998).
- [22] A.E. Evans, J.W. Hutchinson, Prog Mater Sci (1999;43:171).
- [23] D. Bassan, Applicazioni delle schiume metalliche nel campo automotive/industriale, Giornata di studio AIAS-Schiume strutturali, ed. Politecnico di Torino, versione 1, 2007.
- [24] B.T. Bhat, T.G. Wang, Mater Sci (1990;25:5157).

[25] J. Banhart, D. Weaire, On the road again: Metal Foams Find Favor, Physics Today July 2002.

[26] R. Krez, E. Hombersmeier, Metal foams and porous metal structure; MIT Press-Verlag 199, p.23.

[27] P. Skoglund, M. Kejzerman, I. Hauer, High Density PM Components By High Velocity Compaction, Höganäs AB, Sweden.

[28] Ag. Hanssen, OS Hopperstad, Structures under Shock and Impact V (SUSI 98 p.143).

[29] <http://www.foamtech.co.kr>

[30] E. Andrews, W. Sanders, L.J. Gibson, Compressive and tensile behaviour of aluminum foams, Department of Materials Science and Engineering, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA 02139, USA, Materials Science and Engineering A270 (1999) 113–124.

[31] LM Niebylski, RJ Fanning, SAE Transactions; Society of Automotive Engineers, Paper 720490, 1972.

[32] M. Seitzberger, et al, Acta Mech 1997;125:93.

[33] B.V. Krimpen, Product data sheet of “Recemat”, SEAC International 1998.

[34] Tensile property of Al-Si closed-cell aluminum foam, YU Hai-jun, YAO Guang-chun, LIU Yi-han, School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004, China.

[35] R. Gradinger, F. Simancik, H.P. Degischer, Determination of mechanical properties of foamed metals, International Conference Welding Technology, Materials and Materials Testing, Fracture Mechanics and Quality Management, Vienna University of Technology, 1997. [Published by Vienna University of Technology, Vienna, Austria].

- [36] O. Prakash, H. Sang, J.D. Embury, Structure and properties of Al-SiC foam, *Mater. Sci. Eng. A* 199 (1995) 195–203.
- [37] A.E. Simone, L.J. Gibson, Effects of solid distribution on the stiffness and strength of aluminum foams, *Acta Mater.* 46 (1998) 2139 – 2150.
- [38] M. Niemeier, Symposium 11-12 November 1999 DFG Bonn.
- [39] M. Weber, J. Baumeister, J. Banhart, H.-D. Kunze, Selected mechanical and physical properties of metal foams, *Proceedings of the Powder Metallurgy World Congress PM94, Paris, 1994*, pp. 585–588.
- [40] A.E. Simone, L.J. Gibson, The effects of cell face curvature and corrugations on the stiffness and strength of metallic foams, *Acta Mater.* 46 (1998) 3929–3935.
- [41] J.T. Beals, M.S. Thompson, Density gradient effects on aluminum foam compression behaviour, *J. Mater. Sci.* 32 (1997) 3595–3600.
- [42] H. von Hagen, W. Bleck, Compressive, tensile and shear testing of melt-foamed aluminum, *Porous and Cellular Materials for Structural Applications: symposium held April 13–15, 1998, San Francisco, CA, USA*, D.S. Schwartz, D.S. Shih, H.N.G. Wadley, A.G. Evans (Eds.), *MRS Symposia Proceedings, Vol. 521, the Materials Research Society, Pittsburgh, PA, (1998)*, pp. 59–64.
- [43] ZHANG J S., *Strength of Material*, Harbin: Harbin Technical University Press (2004).
- [44] YU G., *The Property of Metallic Material and Standard Specification of Quality Testing*, Beijing: Jinban Electronic Publishing and Co (2003).
- [45] M.F. Ashby, *The properties of foams and lattices*, Engineering Department, University of Cambridge, Trumpington Street (2005).
- [46] A. G. Evans, J. W. Hutchinson, M. F. Ashby, *Cellular Metals*, Current Chemistry (1998).

- [47] Xingchuan Xia, Hui Feng, Xin Zhang, Weimin Zhao, The compressive properties of closed-cell aluminum foams with different Mn additions, School of Materials Science and Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China.
- [48] M. Lafrance, M. Isac, F. Jalilian, K.E. Waters, R.A.L. Drew, The reactive stabilization of Al–Zn foams using a powder metallurgy approach, Mining and Materials Engineering Department, McGill University, 3610 University Street, Montréal, QC H3A 2B2, Canada, Dept. of Engineering and Computer Science, Concordia University, 1459 Blvd De Maisonneuve, Montréal, QC H3G 1M8, Canada.
- [49] H.M. Helwing, F. Garcia-Moreno, J. Banhart, A study of Mg and Cu additions on the foaming behaviour of Al-Si alloys, *Journal of Materials Science* (2011).
- [50] University of Texas Health Science Center <http://ddsdx.uthscsa.edu/dig/itdesc.html>
- [51] T. Wubben, Zur Stabilität flüssiger Metallschaume – Untersuchung des Einflusses fester Partikel auf den Schaumbildungsprozess unter variierten Schwerkraftbedingungen. Phd tesi, Universität Bremen, Bremen, 2003.
- [52] U.R. Kattner, Thermodynamic modeling of multicomponent phase equilibria. *Journal of Metals* 49 (1997).
- [53] A.R. Kennedy, V.H. Lopez, Decomposition behaviour of as-received and oxidised TiH₂ foaming agent powder. *Material Science and Engineering A357*, 2003
- [54] W. Brinkers, J. Banhart, Fatigue behaviour of metallic foams, *Journal of Materials Science Letters*, 18: 617-619, 1999.
- [55] I. Duarte, J. Banhart, A study of aluminium foam formation – kinetics and microstructure, *Acta Materialia*, 48: 2349-2362, 2000.
- [56] J. Banhart, M. Weber, J. Baumeister, Damping properties of aluminium foams, *Materials Science and Engineering*, A205, 1996.
- [57] A. Ibrahim, C. Korner, R.F. Singer, The effect of TiH₂ particle size on the morphology of Al-foam produced by PM process, *Advanced Engineering Materials*, 2008.

[58] B. Matijasevic, J. Banhart, Improvement of aluminium foam technology by tailoring of blowing agent, Scripta Materialia, 2006.

[59] J. Banhart, J. Baumeister, Deformation characteristics of metal foams, Journal of Material Science, 1998.

[60] S.G. Shabestari, N. Wanderka, W. Seeliger, J. Banhart, Optimization of the strength of aluminium foam sandwich (AFS) panels by different heat treatments Materials Science Forum, 2006.

[61] H.M. Helwing, S. Hiller, F. Garcia-Moreno, J. Banhart, Influence of compaction conditions on the foamability of AlSi8Mg4 alloy, Metallurgical and Materials Transactions B, 2009.

[62] H.M. Helwing, J. Banhart, H.W. Seeliger, Aluminiumlegierung für Metallschaume ihre Verwendung und Verfahren zur Herstellung, German patent application 2008.

[63] Pohltec metalfoam GmbH (Köln, Germany), <http://www.metal-foam.de>.

[64] P.M. Proa-Flores, R.A.L. Drew, Production of aluminium foam with Ni-coated TiH₂ powder, Advanced Engineering Materials, 2008.

[65] D. Lehmkus, M. Busse, Potential new matrix alloys for production of PM aluminium foams, Advanced Engineering Materials, 2004.

[66] S.H. Park, B.Y. Hur, S.Y. Kim, D.K. Ahn, D.I. Ha, A study on the viscosity and surface tension for Al foaming and effects of addition elements, Kim editors, Proceedings of the 65th World Foundry Congress Gyeongju, Korea, 2002.

[67] F. von Zeppelin, M. Hirscher, H. Stanzick, J. Banhart, Desorption of hydrogen from blowing agents used for foaming metals, Composite Science and Technology, 2003.

[68] V. Bhosle, E.G. Baburaj, M. Miranova, K. Salama. Dehydrogenation of TiH₂, Materials Science Engineering A356, 2003.

[69] A.A. Shirzadi, H. Assadi, E.R. Wallach, Interface evolution and bond strength when diffusion bonding materials with stable oxide films, Surface And Interface analysis, 31 2001.

[70] B. Matijasevic, J. Banhart, S. Fiechter, O. Gorke, N. Wanderka, Modification of titanium hydride for improved aluminium foam manufacture, Acta Materialia, 54 2006.

[71] A. Rack, H.M. Helwing, A. Rueda, B. Matijasevic-Lux, J. Banhart, L. Helfen, T. Baumbach, J. Goebbels, Early pore formation in aluminium foams studied with ex-situ synchrotron micro-tomography and 3D image analysis, Acta Materialia, 57 2009.

[72] <http://www.tescan.com/en/products>

[73] <http://www.netzsch-thermal-analysis.com/it/prodotti-soluzioni/calorimetria-differenziale-a-scansione/dsc-404-f3-pegasus.html>

[74] G. Sethi, An overview of dynamic compaction in powder metallurgy, International Materials Reviews Vol 53, 2008.

[75] <http://91.189.44.144/hydropulsor/high-velocity-compaction/hyp35-07/>

[76] G. Barbieri, F. Cognini, G. De Santis, Procedimenti e progettazione di apparecchiature prototipali per la produzione di precursori per schiume metalliche ed AFS, ENEA (2012).

[77] <http://www.musp.it>

[78] <http://www.nabertherm.com>

Ringraziamenti

E' anzitutto doveroso, da parte mia, esprimere alcuni ringraziamenti "istituzionali". Ringrazio il Professor Franco Bonollo per la sua disponibilità, la sua cortesia e le opportunità lavorative e di crescita professionale che mi ha offerto.

Ringrazio il dottor Simone Vezzù per avermi seguito in maniera ineccepibile durante lo stage svolto presso "Veneto Nanotech" e per avermi aiutato nella stesura della tesi.

Detto ciò, posso passare ai ringraziamenti più "privati" ed esprimere tutta la mia gratitudine ...

Mi rivolgo a tutti coloro che mi conoscono e mi sono stati vicini, senza abbandonarmi, in questo lungo ed "accidentato" percorso che mi è costato molto da un punto di vista personale, ma che non rimpiango neanche per un attimo.. E' stato un periodo di "alti e bassi (molto bassi)" che mi ha fatto maturare moltissimo e cambiare profondamente, che mi ha permesso di apprezzare ancora di più le persone che ho avuto ed ancora ho al mio fianco, ed infine che mi ha permesso di capire quanto estremamente fortunato sono.

Ringrazio in primis i miei genitori per avermi sostenuto economicamente in tutti questi anni e per aver sempre cercato di agire nel mio interesse al massimo delle loro capacità.

Ringrazio mio fratello Giovanni per avermi sempre supportato moralmente e capito, oltre ad avermi aiutato ed "assistito" nello sprint finale.

Ringrazio i miei nonni che da lassù e/o da quaggiù hanno sempre tifato per me e non mi hanno mai fatto mancare nulla!

Ringrazio la mia fidanzata Arianna per avermi "fatto rinascere" e motivato in un periodo piuttosto buio della mia vita.

Ringrazio Rudy ...

Ringrazio Nadia e Umberto per avermi permesso di creare un ambiente familiare e tranquillo quando ne avvertivo la maggior necessità.

Ringrazio le mie ziette Paola e Gardenia per avermi sempre compreso, per avermi fatto conoscere il mio lato "sensibile" e per avermi offerto un angolo di pace ogniqualvolta ne sentissi il bisogno.

Ringrazio Bruno per avermi aperto gli occhi ed avermi insegnato più di quanto possa esprimere a voce o su un foglio di carta.

Ringrazio i miei tre Amici, Andrea (Dega), Davide (Dave) e Nicolò (Nakkio) per il loro appoggio e le serate interminabili a mangiare, parlare e giocare a play station!

Ringrazio Fabio e i "fioi" di Venezia Moto per avermi sempre fatto piangere dal ridere quando ero "giù", ed avermi offerto la possibilità di coltivare al massimo la mia più grande passione!

Ringrazio Bruno e Lidiana per avermi sempre fatto sentire in famiglia e avermi sempre offerto un piatto di pasta caldo!

Ringrazio Mattia per aver fatto diventare le ore di studio un po' meno pesanti e per l'amicizia al di fuori dell'ambito universitario.

..In poche parole, se ce l'ho fatta a finire, è un po' anche merito vostro!!! Un grazie di cuore a tutti voi e, se mi sono dimenticato qualcuno.. "bhè" .. mi perdoni!