

RIVESTIMENTI IBRIDI SOL-GEL CARICATI CON FOSFATI: UNA NUOVA STRATEGIA PER LA PROTEZIONE ATTIVA DALLA CORROSIONE DELL'ALLUMINIO 6061

CORSO DI LAUREA TRIENNALE IN INGEGNERIA CHIMICA E DEI MATERIALI

SARA PAGGIN, NUMERO DI MATRICOLA: 1220611

TUTOR UNIVERSITARIO: IRENE CALLIARI

CO-TUTOR UNIVERSITARIO: LORENA KOSTELAC



L'IMPATTO DEVASTANTE DELLA CORROSIONE

LA CORROSIONE È UN FENOMENO NATURALE CHE DEGRADA I MATERIALI, IN PARTICOLARE I METALLI, COMPROMETTENDONE LE PROPRIETÀ E LA FUNZIONALITÀ

QUESTO "NEMICO INVISIBILE" CAUSA DANNI ENORMI A LIVELLO GLOBALE, INCIDENDO NON SOLO SULLE ECONOMIE MA ANCHE SULLA SICUREZZA E AFFIDABILITÀ DELLE INFRASTRUTTURE. IL COSTO DELLA CORROSIONE VA BEN OLTRE LE SEMPLICI PERDITE ECONOMICHE DIRETTE, INCLUDENDO ANCHE IMPATTI A LUNGO TERMINE SU VARI SETTORI INDUSTRIALI E SUL BENESSERE SOCIALE.

SOL-GEL: UNA TECNOLOGIA VERSATILE PER LA PROTEZIONE DALLA CORROSIONE

Vantaggi rivestimenti sol-gel
offrono numerosi vantaggi:

- Elevata aderenza e uniformità su diverse superfici.
- Possibilità di controllare spessore e porosità.
- Incorporazione di agenti protettivi, come inibitori di corrosione.
- Processo a bassa temperatura e basso impatto ambientale.

Sistema di Protezione Ibrido: Microgel e Sol-Gel

Il microgel agisce come una rete organica che trasporta e trattiene gli inibitori di corrosione all'interno della matrice sol-gel. Grazie alla sua struttura, il consente una distribuzione uniforme degli inibitori

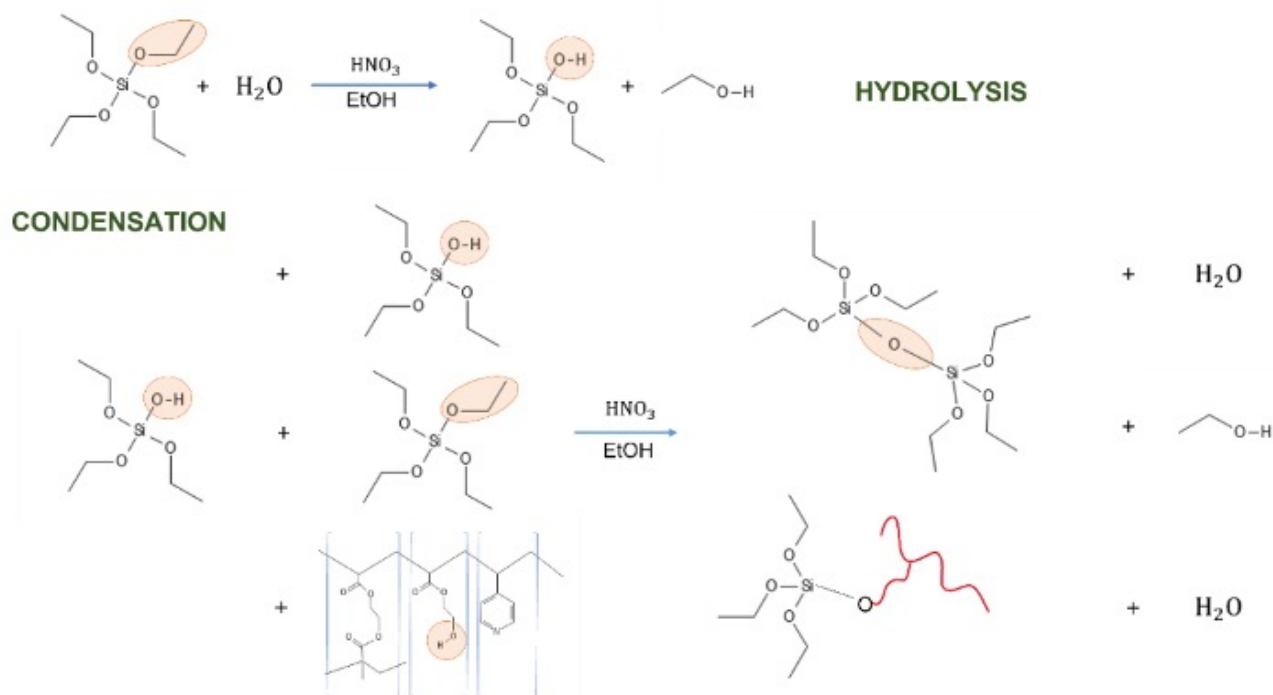


Figure 2. Schematic presentation of sol-gel reactions, between TEOS and microgel.

PERCORSO SPERIMENTALE: DALLA SINTESI ALLA CARATTERIZZAZIONE

FASI DEL PROCESSO:

1. PREPARAZIONE DEI CAMPIONI
2. PREPARAZIONE DEL SOL-GEL
3. DEPOSIZIONE DEL COATING
4. AGGIUNTA DI INIBITORI
5. PROVE ELETTROCHIMICHE E CARATTERIZZAZIONE



1. PREPARAZIONE DEI CAMPIONI

TAGLIO, LUCIDATURA E LAPPATURA

TAGLIO

- **Obiettivo:** ottenere un taglio netto e regolare, preparando il materiale per le fasi di finitura successive.
- **Attrezzatura:** macchina per micro-taglio dotata di lama in ossido di alluminio.
- **Parametri di lavorazione:**
 - **Velocità di rotazione della lama:** impostata a 1800 giri/min per un taglio pulito e controllato.
 - **Velocità di avanzamento:** mantenuta a 0,05 mm/s per garantire precisione e minimizzare il rischio di deformazioni o rotture.

LUCIDATURA

- **Scopo:** ridurre la rugosità superficiale per una finitura uniforme.
- **Strumenti utilizzati:** Dischi abrasivi di grana progressiva (da #60 a #4000) montati su una macchina rotante.
- **Processo:**
 - I disco a grana più grossolana (#60) è utilizzato inizialmente per la rimozione dei segni più profondi.
 - Si prosegue con dischi a grana sempre più fine (#4000) per ottenere una superficie quasi a specchio.
- **Risultato:** una superficie levigata e uniforme, adatta per la fase finale di lappatura.

LAPPATURA

- **Obiettivo:** eliminare graffi residui e migliorare la resistenza superficiale.
- **Strumenti:** disco di lucidatura con abrasivi fini (allumina o pasta di diamante) da 6 μm a 1 μm .
- **Processo:**
 - Abrasivi a granulometria progressiva per rimozione graduale dei difetti.
 - Disco e campione ruotano in direzioni opposte per massima efficacia.
- **Risultato:** superficie liscia e uniforme

PULIZIA POST-LUCIDATURA

1. BAGNO AD ULTRASUONI IN ETANOLO (5 MINUTI)

- **Metodo:** immersione in etanolo puro con ultrasuoni.
- **Scopo:** rimozione di contaminanti organici (grassi, oli, residui).
- **Meccanismo:**
 - Ultrasuoni generano cavitazione (microbolle che implodono), con effetto meccanico di pulizia.
 - Etanolo, grazie alla bassa tensione superficiale e volatilità, facilita la rimozione senza residui.

2. TRATTAMENTO AL PLASMA DI OSSIGENO ("PLASMA CLEAR", 3 MINUTI)

- **Metodo:** Esposizione al plasma di ossigeno (gas ionizzato con radicali liberi, ioni ed elettroni).
- **Scopo:** Eliminazione di contaminanti organici residui tramite reazioni di ossidazione
- **Vantaggi:**
 - La pulizia al plasma è particolarmente efficace per rimuovere contaminanti organici assicurando un alto grado di pulizia
 - Questa tecnica è utilizzata quando la purezza delle superfici è essenziale per garantire adesione die rivestimenti.



SINTESI SOL-GEL

□ Rapporti Molari Principali:

- $H_2O/TEOS = 2,$
- $EtOH/TEOS = 1,$
- $HNO_3/TEOS = 0,01$

□ Procedura Sintetica:

- Sciogliere microgel in metà etanolo
- Mescolare TEOS con l'altra metà di etanolo.
- Unire le due soluzioni e aggiungere acqua e acido.

□ Agitazione:

- 24 ore a temperatura ambiente

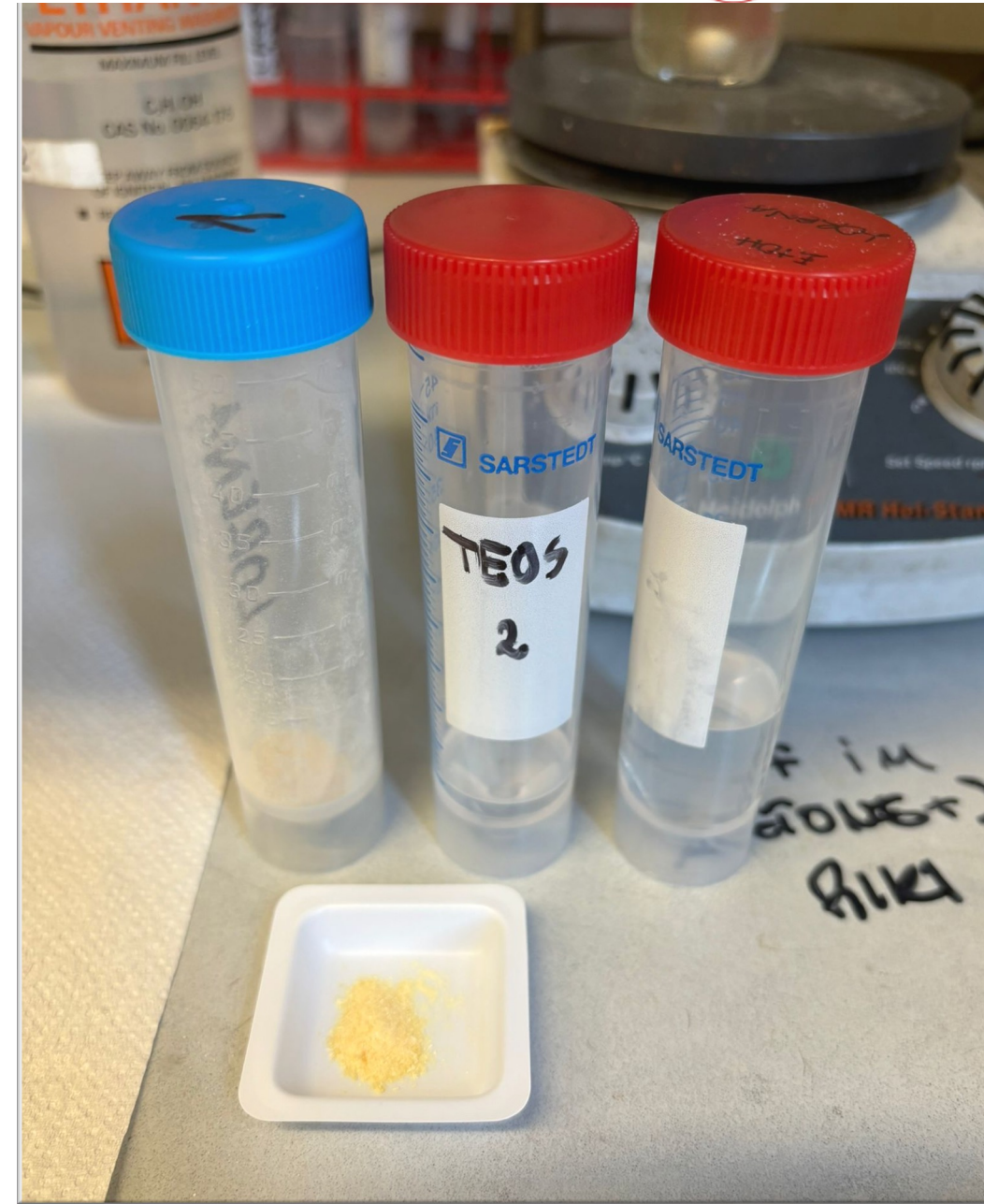
DEPOSIZIONE DEL COATING

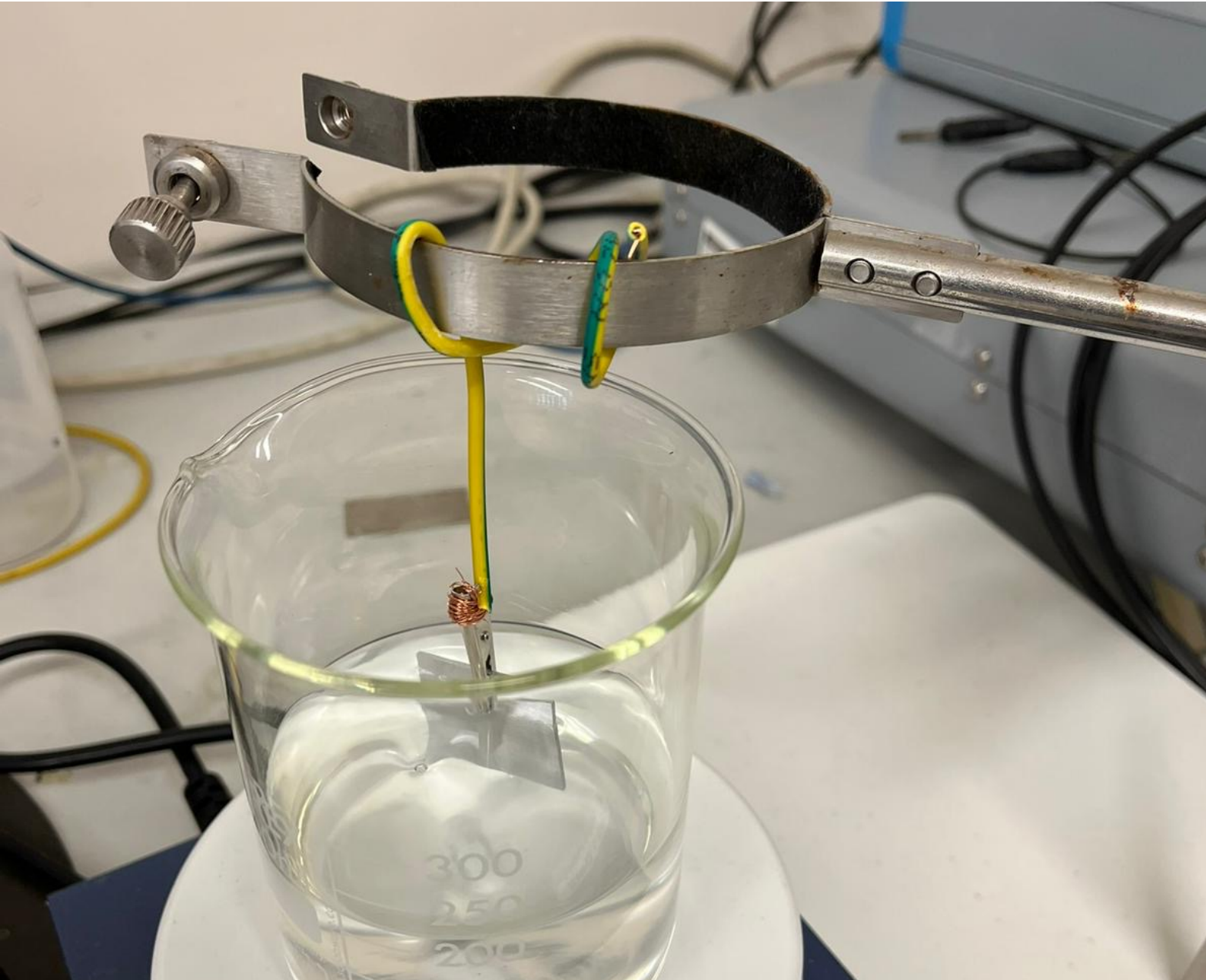
□ Tecnica: Dip coating in camera stagna

□ Strumento: Dip coater automatico

□ Procedura:

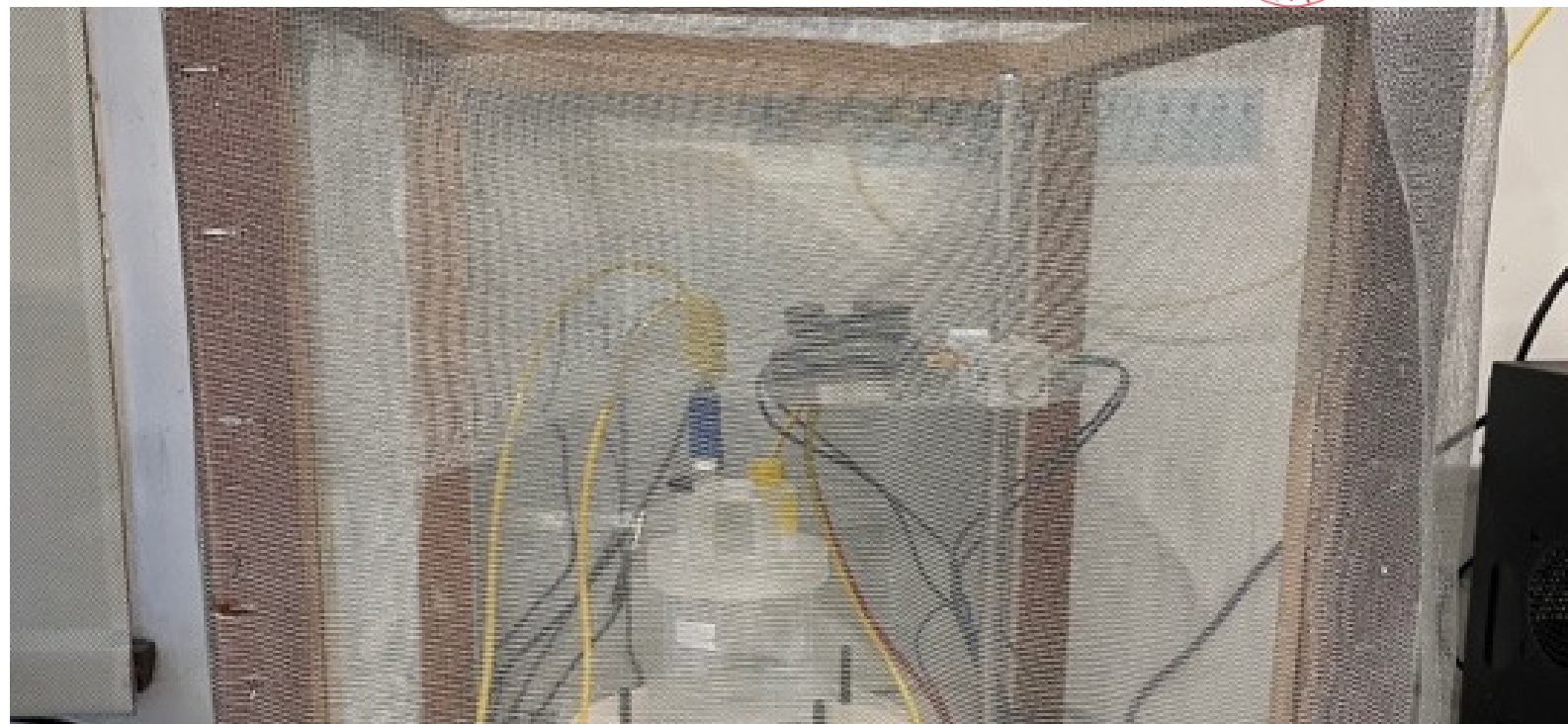
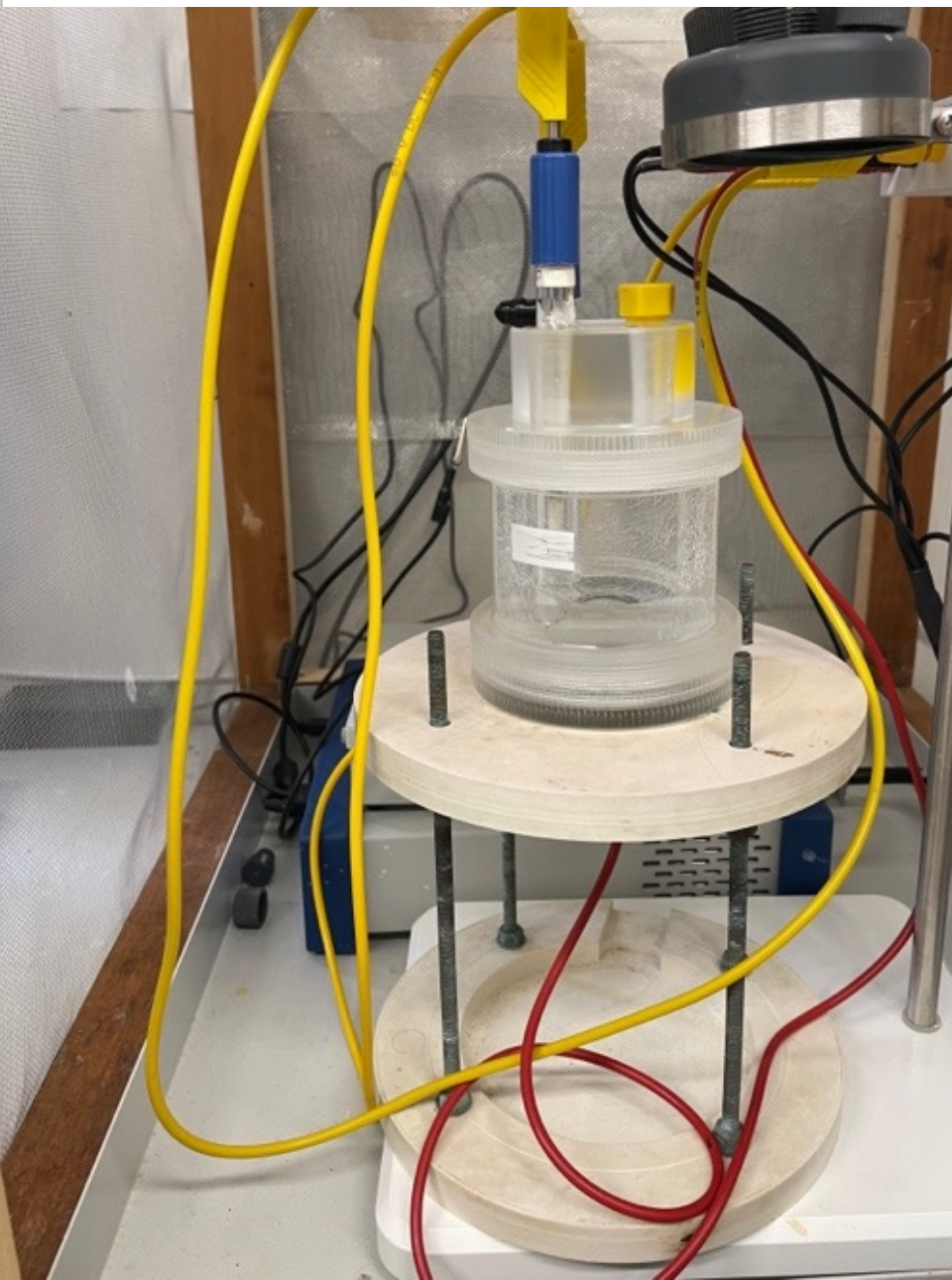
- Immersione del campione nel sol-gel.
- Velocità costante di immersione/estrazione: 4.8 cm/min.
- Asciugatura in forno a 80°C





AGGIUNTA INIBITORI DI FOSFATO AL COATING

- ❑ **Obiettivo:** Conferire al coating proprietà inibitorie contro la corrosione.
- ❑ **Preparazione della Soluzione di Inibitori:**
- ❑ **Procedura di Immersione:**
 - Campione con coating immerso nella soluzione a 30 °C per 15 minuti.
 - **Temperatura monitorata** costantemente durante il processo (Figura 7).
 - Utilizzo di un **agitatore magnetico** per mescolamento continuo, assicurando una **penetrazione uniforme** degli inibitori nel coating.

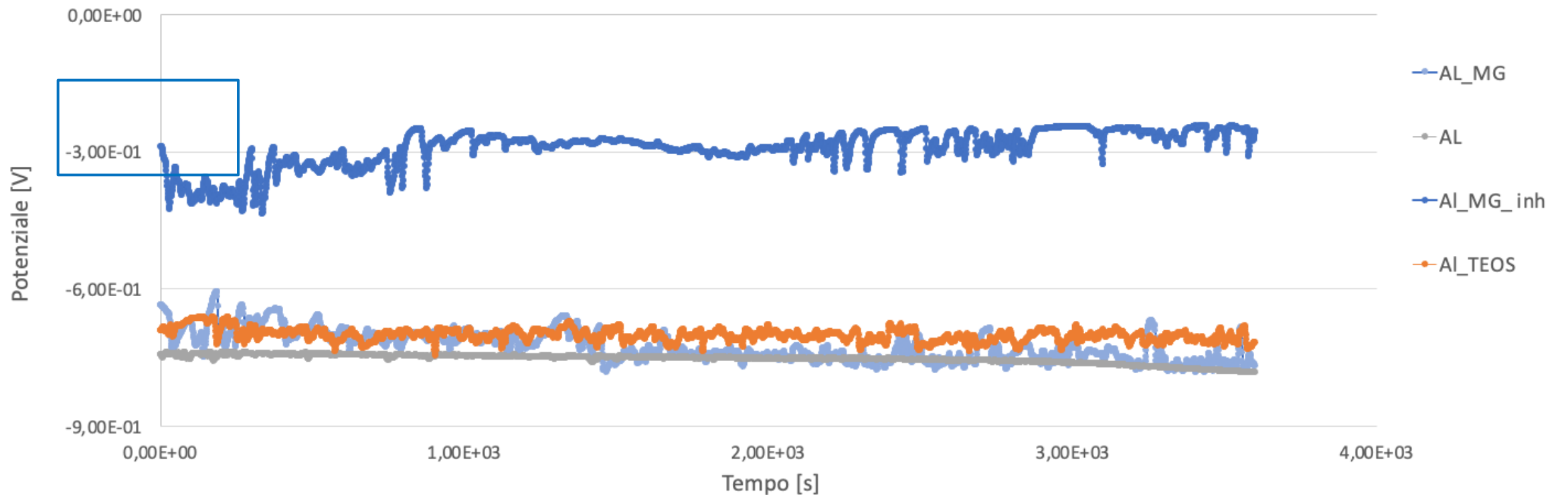


CARATTERIZZAZIONE ELETTROCHIMICA

- OCP (POTENZIALE CIRCUITO APERTO)
- EIS (SPETTROSCOPIA D'IMPEDENZA ELETTROCHIMICA)

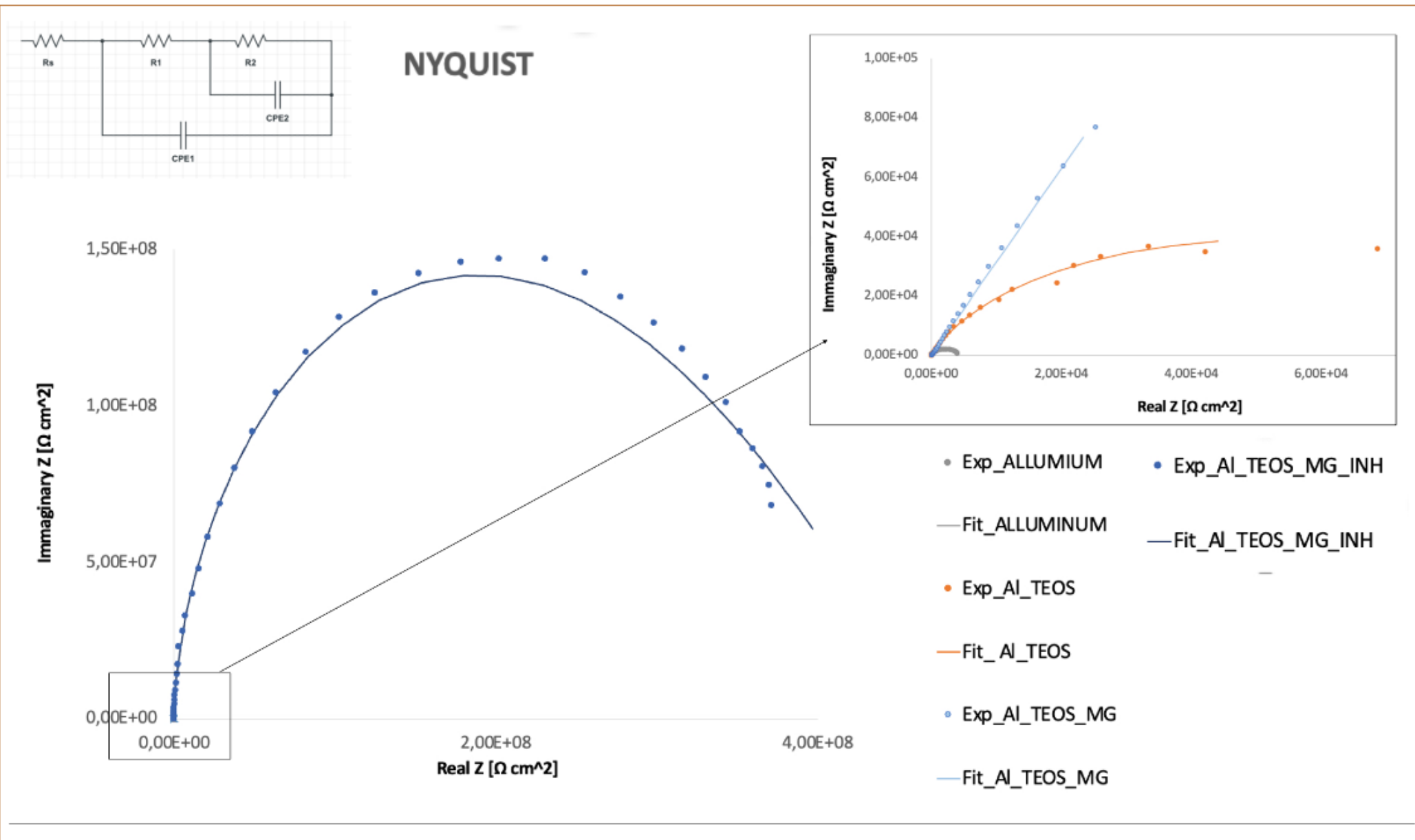
RISULTATI OCP

Il test di Open Circuit Potential (OCP) misura il potenziale elettrochimico di un materiale in una soluzione elettrolitica senza corrente applicata. Questo permette di osservare la tendenza del materiale a corrodersi o a passivarsi nel tempo

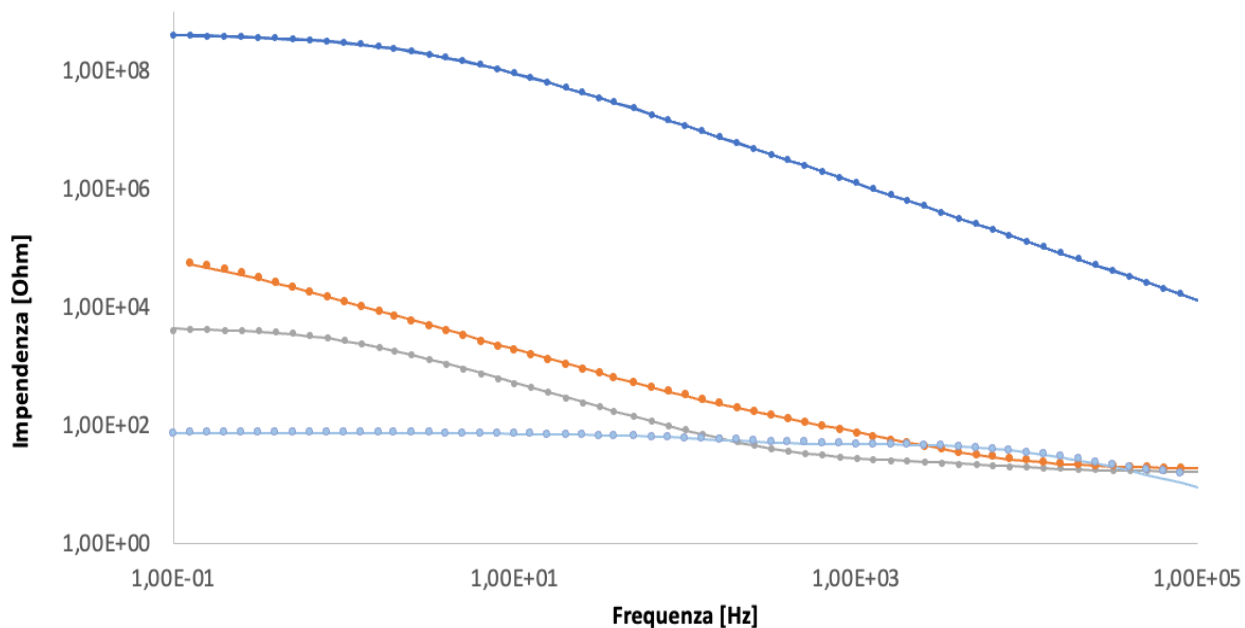


Differenza del potenziale: Il campione con inibitori ha un potenziale più elevato, indicando una differenza nel comportamento elettrochimico rispetto agli altri campioni.

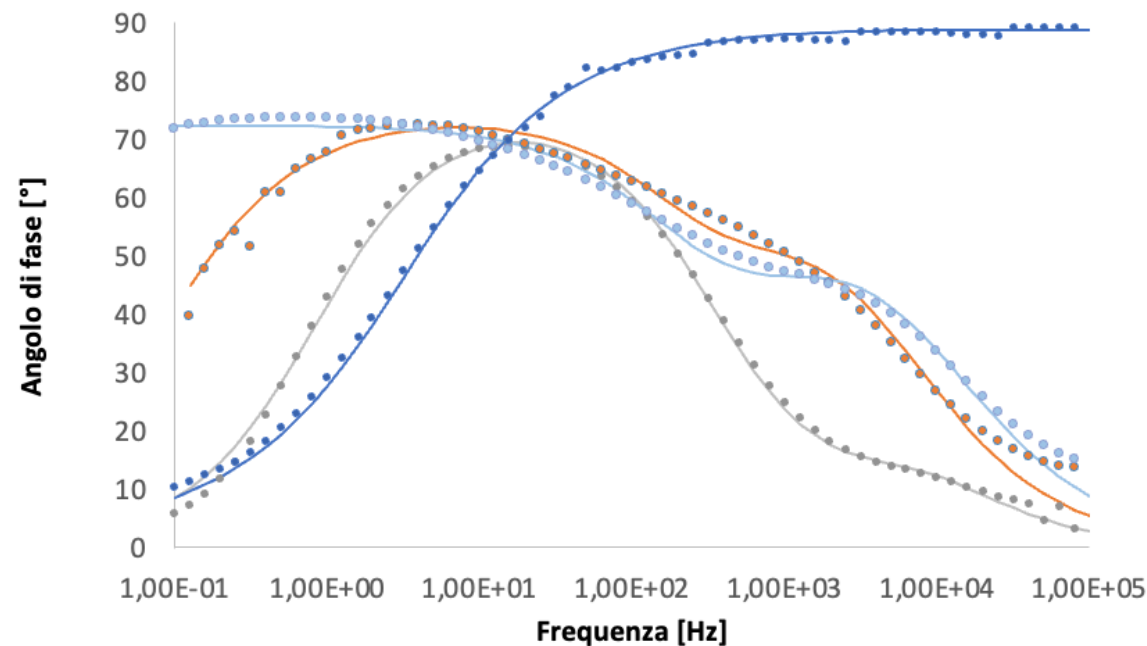
Risultati EIS



EIS: BODE PLOT MODULUS



EIS: BODE PLOT PHASE



- Exp_ALLUMINIUM — Fit_ALLUMINIUM
- Exp_AI_TEOS — Fit_AI_TEOS
- Exp_AI_TEOS_MG — Fit_AI_TEOS_MG
- Exp_AI_TEOS_MG_INH — Fit_AI_TEOS_MG_INH

Diagrammi di Bode (modulo e fase) illustrano che il campione di alluminio con rivestimento sol-gel contenente TEOS, microgel e inibitori a base di fosfati mostra il valore di impedenza più elevato su tutte le frequenze e angoli di fase stabili, evidenziando una resistenza alla corrosione significativamente migliorata grazie alla combinazione dei diversi componenti nel rivestimento.

CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURALE

SEM: MICROSCOPIA OTTICA A SCANSIONE



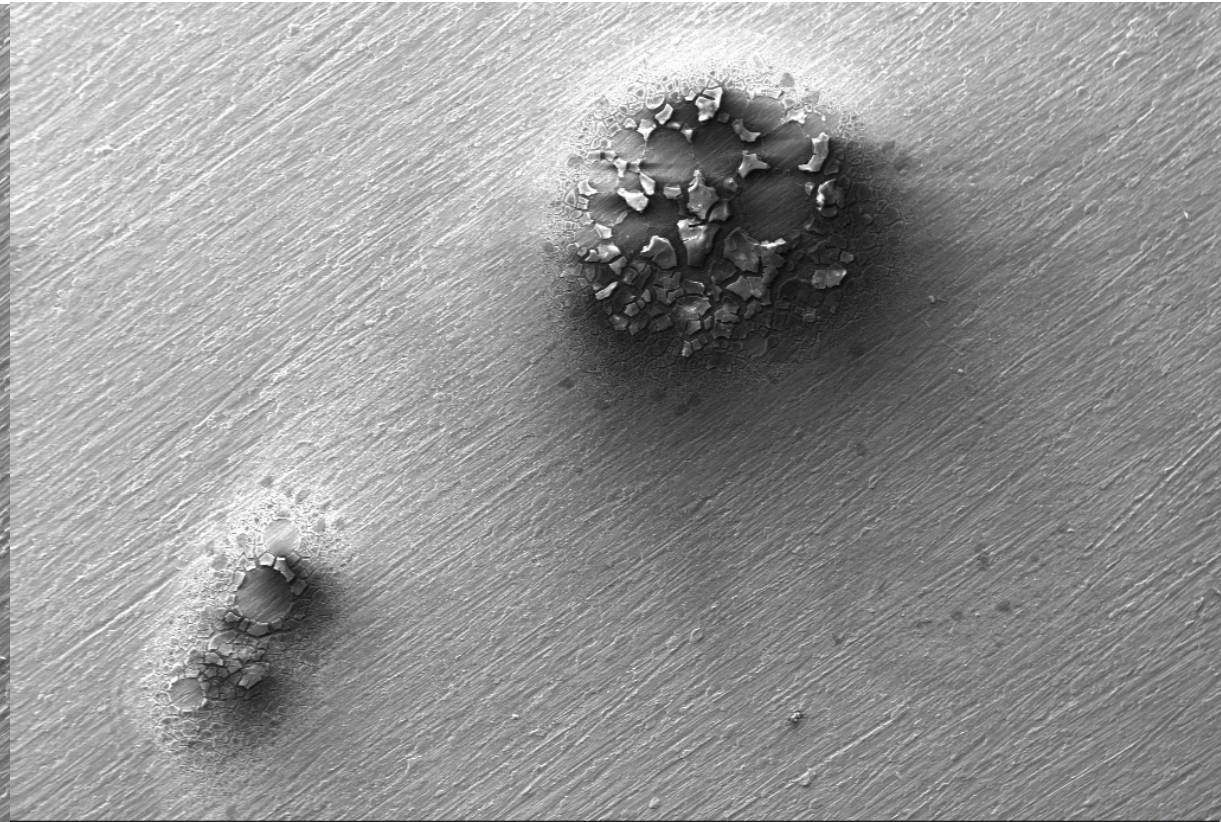
200 μ m



EHT = 15.00 kV
WD = 15.0 mm

Signal A = SE1
Mag = 170 X

Date :20 May 2024
Time :17:00:08



200 μ m



EHT = 15.00 kV
WD = 15.0 mm

Signal A = SE1
Mag = 99 X

Date :20 May 2024
Time :16:57:24



A grayscale microscopic image of a textured surface, possibly a metal or ceramic, showing a fine, parallel striated pattern. Two prominent circular features are visible: a larger one in the upper right and a smaller one in the lower left. Both features have a cracked, crystalline appearance, suggesting a specific material property or manufacturing process.

GRAZIE PER L'ATTENZIONE
