



Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia  
e lo sviluppo economico sostenibile



*Ministero dello Sviluppo Economico*

RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

## Processi di fabbricazione di profilati estrusi rinforzati con schiuma metallica

*G. Barbieri, F. Cognini, M. Moncada*

Report RdS/2012/098

PROCESSI DI FABBRICAZIONE DI PROFILATI ESTRUSI RINFORZATI CON SCHIUMA METALLICA

G. Barbieri, F. Cognini, M. Moncada (ENEA)

Settembre 2012

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Area: RAZIONALIZZAZIONE E RISPARMIO NELL'USO DELL'ENERGIA ELETTRICA

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

Responsabile del Progetto: Giuseppe Barbieri, ENEA

## Indice

<b>Sommario</b> .....	<b>4</b>
<i>Introduzione</i> .....	5
<b>CAPITOLO1</b> .....	<b>7</b>
<b>Ottimizzazione di parametri di schiumatura di precursori eutettici per la realizzazione di estrusi compositi</b> .....	<b>7</b>
<b>Set up Sperimentale</b> .....	<b>8</b>
<b>Test preliminari</b> .....	<b>10</b>
<b>Piani sperimentali</b> .....	<b>12</b>
<i>Parametri di risposta</i> .....	13
<b>Risultati dei piani sperimentali</b> .....	<b>16</b>
<i>Piano sperimentale con raffreddamento con immersione immediata in acqua</i> .....	16
<i>Piano sperimentale con raffreddamento in aria</i> .....	23
<b>Analisi DoE dei piani sperimentali</b> .....	<b>32</b>
<i>Analisi DoE del piano sperimentale ridotto fra 11 e 19 minuti</i> .....	32
<i>Analisi DoE del piano sperimentale ridotto fra 15 e 19 minuti</i> .....	35
<i>Analisi DoE del piano sperimentale complessivo</i> .....	37
<i>Analisi DoE del piano sperimentale considerando le temperature dei campioni</i> .....	38
<b>CAPITOLO2</b> .....	<b>41</b>
<b>Schiumatura in profilati cilindrici</b> .....	<b>42</b>
<b>Set Up con profilati estrusi cilindrici</b> .....	<b>42</b>
<b>Test di schiumatura in profilati estrusi cilindrici</b> .....	<b>43</b>
<b>Conclusioni</b> .....	<b>49</b>
<b>Riferimenti bibliografici</b> .....	<b>50</b>

## Sommario

Il presente report descrive le fasi di calibrazione del forno di schiumatura per la realizzazione di compositi metallo-metallo costituiti da un profilato in Alluminio AA6060 e da un *core* in schiuma metallica ottenuto mediante la schiumatura di un precursore commerciale Alulight eutettico di tipo AlSi10 contenente lo 0.8% in peso di agente schiumante ( $TiH_2$ ).

Il primo capitolo riguarda l'analisi dei parametri di controllo, temperatura e tempo, e la loro correlazione (anche mediante Design of Experiment) con i dati di risposta, principalmente espansione e densità, considerando un piano sperimentale fattoriale con tre livelli di tempi di schiumatura, due livelli di temperatura e due condizioni di raffreddamento, effettuato con due repliche.

In particolare, le due repliche sono state effettuate in due punti distinti del forno, evidenziando differenze sostanziali in funzione della temperatura rilevata nel piattello del crogiolo.

Con i dati derivanti dall'analisi di immagine e dall'analisi DOE (riferita anche alle misure di espansione mediante sensore laser) sono stati effettuati test di schiumatura in cilindri estrusi, di diametro 30 mm, altezza 40 mm e spessore di parete 2 mm, con l'obiettivo di raggiungere una densità del core di  $0.55 \text{ g/cm}^3 \pm 0.05 \text{ g/cm}^3$ . I parametri per questi test sono stati definiti considerando i limiti imposti dalla temperatura massima (per evitare la fusione o l'eccessivo rammollimento dell'estruso) e utilizzando tempi ottimizzati in funzione delle maggiori masse in gioco, rispetto alla schiumatura di semplici granuli di precursore. Ulteriori test preliminari sono stati realizzati su campioni cilindrici di lunghezza 120 mm: questi hanno tuttavia indicato la necessità di modificare il set up di prova, con un affinamento dei parametri di processo possibile solo mediante l'impiego di un sistema di carico, scarico e raffreddamento automatico dei campioni (descritto nel report Rds/2012/099 e in fase di acquisizione).

## Introduzione

Il lavoro è inquadrato nell'ambito dell'obiettivo D "Upscaling dei processi di produzione: studio e sviluppo di processi per la fabbricazione di schiume di alluminio, estrusi rinforzati e pannelli sandwich con core in schiuma di alluminio" del Progetto 3.5 "Risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto" piano annuale di realizzazione 2011. In particolare, il lavoro mira alla verifica della possibilità di utilizzare precursori eutettici per la realizzazione di estrusi di alluminio, rinforzati con schiuma di alluminio, senza passare dal processo di fabbricazione standard dei pannelli Aluminum Foam Sandwich, nei quali il legame fra pelle e core viene promosso mediante laminazione/compattazione simultanee: il processo prevede infatti il riempimento di estrusi con appropriate miscele di polveri di alluminio e agenti schiumanti, la sigillatura degli stessi e una laminazione che realizza un sandwich con due pelli in alluminio e un precursore centrale [1].

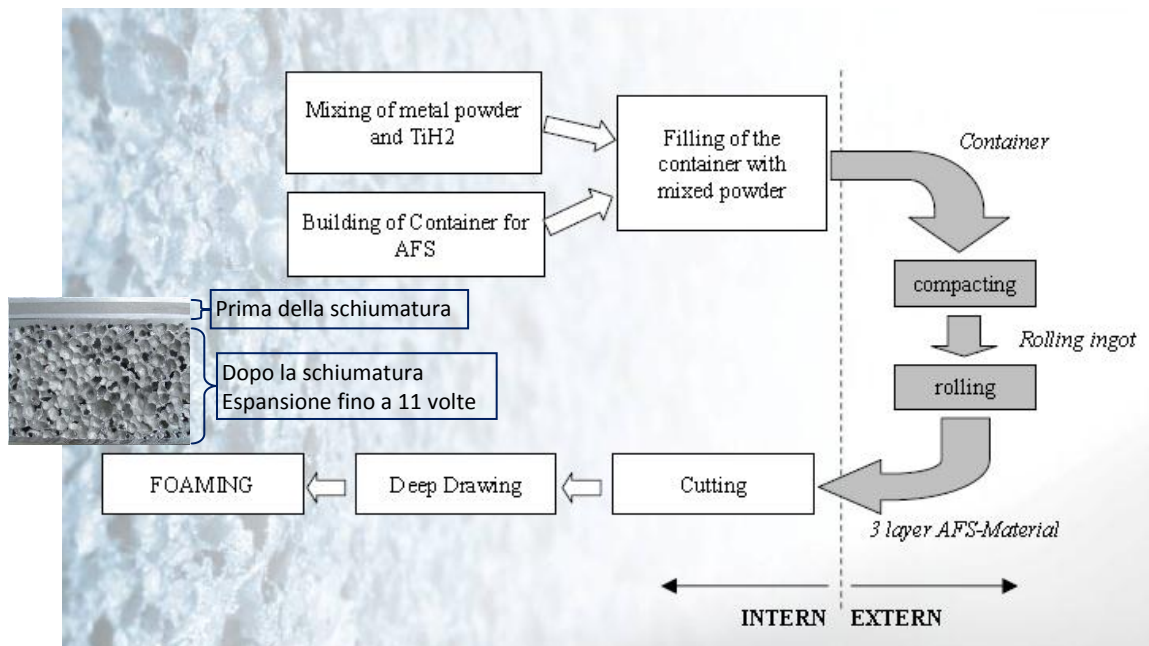


Figura 1: Schema Alulight® per la realizzazione di AFS [1]

Tali componenti sono utilizzabili principalmente in geometrie piane [1,2]. Diverso è il caso in cui si voglia invece migliorare la *crashworthiness* di una struttura, impiegando tubolari (in acciaio o alluminio) riempiti con granuli e resine polimeriche che ne aumentano la capacità di assorbimento di energia: in questo caso il legame fra estruso e core in schiuma è meno critico.

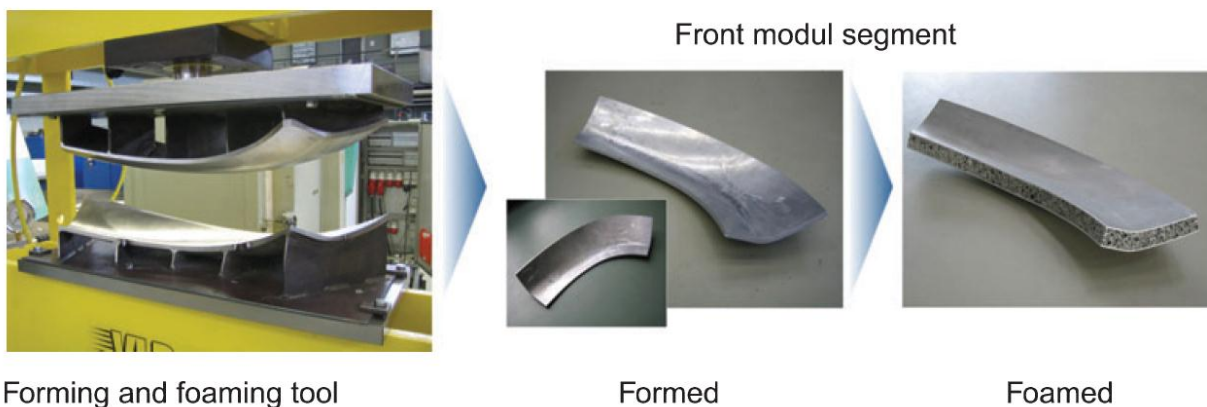


Figura 2: Realizzazione di componenti per motrici ferroviarie con AFS [2]

Obiettivo di questo studio è la realizzazione di estrusi rinforzati, con caratteristiche migliorate, sia in termini di assorbimento di energia che di resistenza meccanica, per la realizzazione dei *main frame* di strutture in alluminio con un rapporto ottimale tra resistenza e peso.

L'obiettivo è perseguibile sviluppando adeguate miscele di leghe di alluminio eutettiche e riuscendo a garantire omogeneità nella temperatura dei componenti considerando che la differenza di temperatura di fusione fra leghe di estrusione e leghe eutettiche è limitata a 40-50°C e che il precursore è interno al profilato.

## CAPITOLO1

Ottimizzazione di parametri di schiumatura di precursori eutettici per la  
realizzazione di estrusi compositi

## Set up Sperimentale

Le prove sono state effettuate nel forno VLT appositamente acquisito nel corso delle attività del PAR 2008-2009. Il forno, che ha una potenza di 20 kW è programmato e controllato mediante una termocoppia centrale con sicurezza ed è munito di altre 5 termocoppie (due dall'alto e tre posteriori) per il monitoraggio della temperatura dei campioni (Figura 3).

In particolare, per lo studio delle temperature e dei tempi ottimali di schiumatura, sono utilizzati due crogioli, posizionati in modo del tutto ripetibile su piattelli fissi in rame cromato e con foro per termocoppia. Il piattello centrale è collocato al centro del campo di misura del sensore laser che permette di monitorare l'espansione del precursore durante il processo (Figura 4).

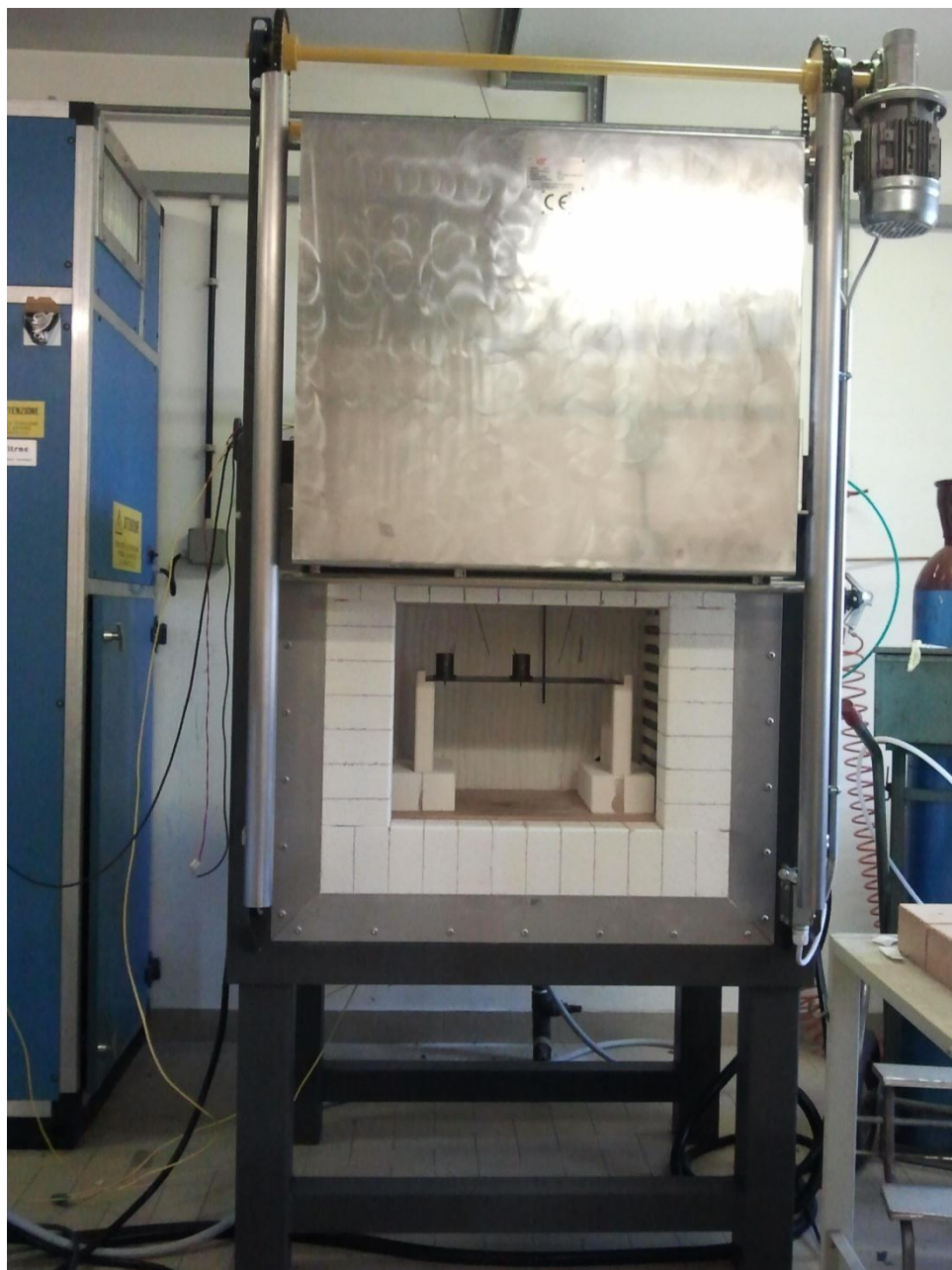
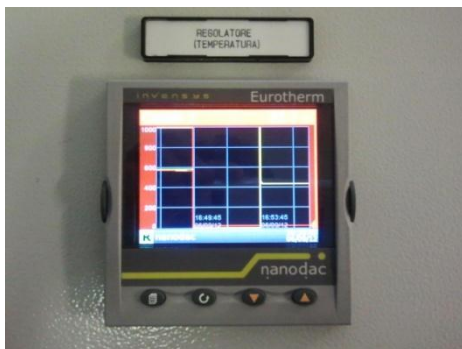
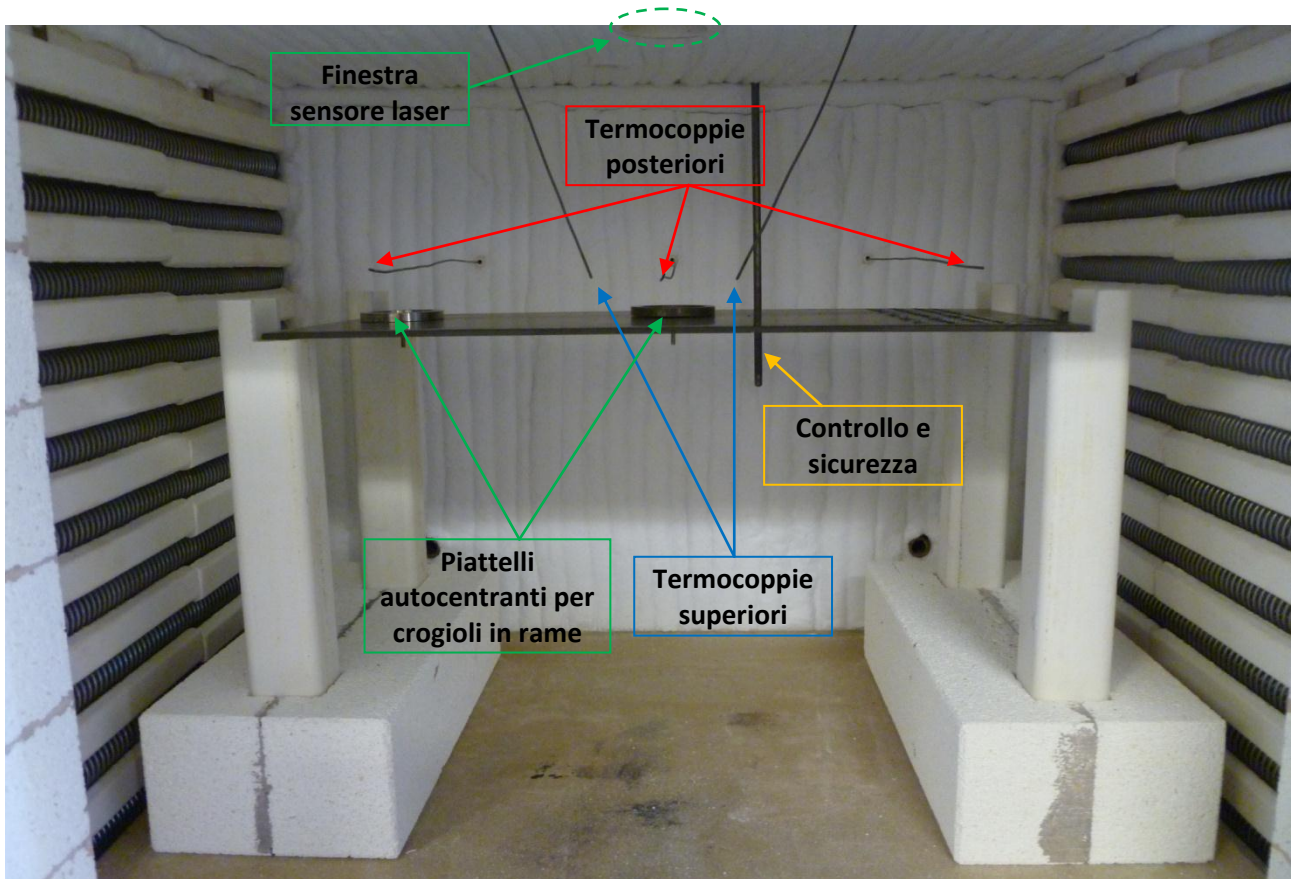


Figura 3: forno di schiumatura con finestra ottica VLT 20 kW 1100 ° C.





Programmatore del forno e acquisizione dati



Strumento di controllo, settaggio e trasmissione del misuratore laser

Figura 4: Descrizione del layout dei sistemi di controllo e monitoraggio della temperatura del forno VLT

I campioni utilizzati per la calibrazione del processo sono spezzoni di lunghezza 20 mm ca. (peso 5 grammi), ricavati da una barra di precursore in AlSi10 a sezione rettangolare (20 x 5 mm).

### Test preliminari

Test preliminari sono stati eseguiti per verificare il funzionamento del sistema laser di misura dell'espansione e per individuare i range di temperatura e tempo potenzialmente utili. In particolare, l'obiettivo è utilizzare come parametri la temperatura di settaggio del forno e verificare qual è la temperatura del campione. L'introduzione del crogiolo freddo, con massa 200 g ca., fa sì che vi siano degli ovvi transitori di temperatura e delle differenze sostanziali, in un primo periodo, fra la temperatura del forno ( $T_{furnace}$ ) e la temperatura del campione ( $T_{sample}$ , intesa come temperatura del piattello porta crogiolo).

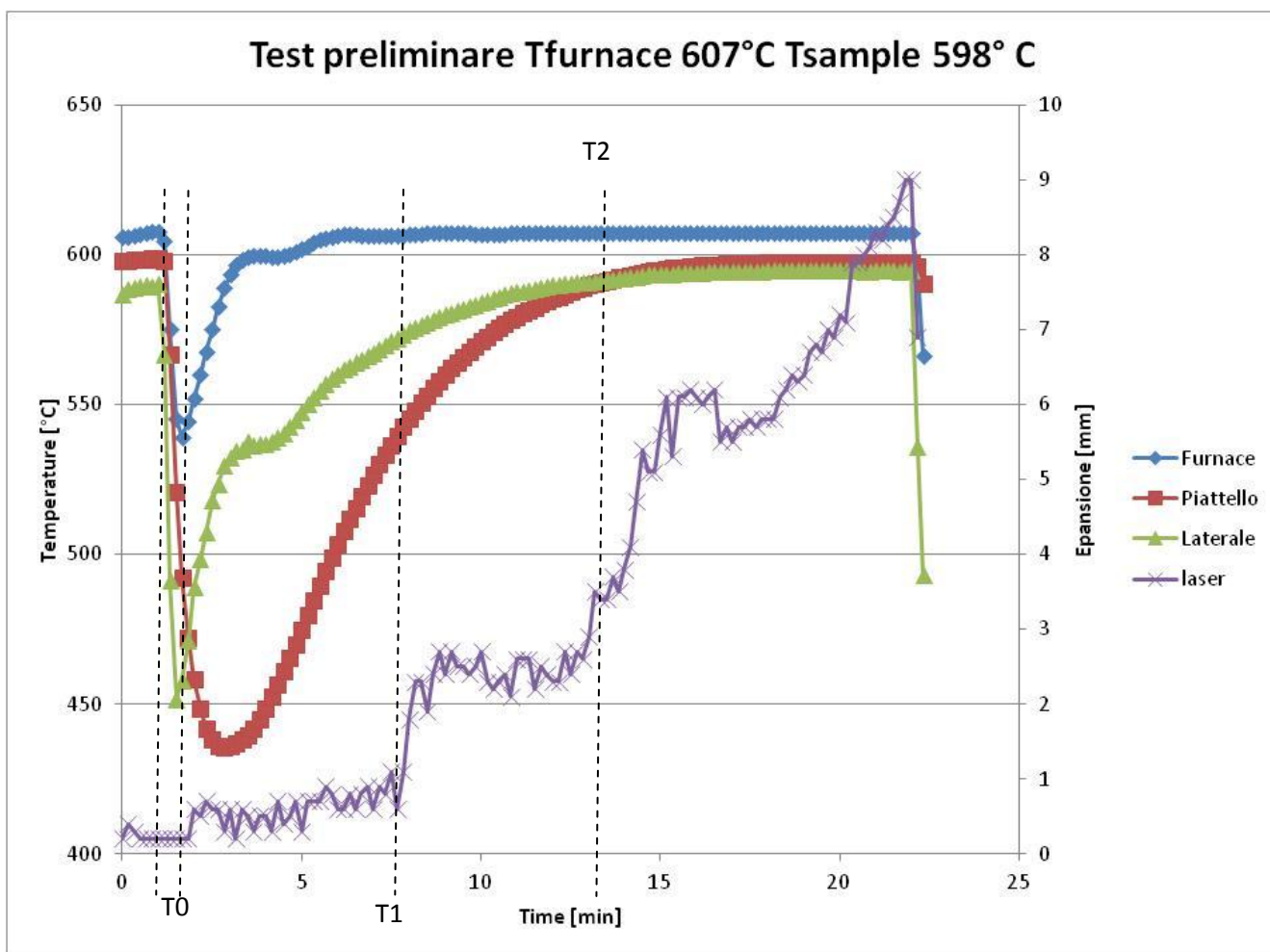


Figura 5: Primo test preliminare di calibrazione del forno e sensore laser

Il grafico di Figura 5 evidenzia due sostanziali aspetti:

- 1- esiste una differenza tra la temperatura impostata per il controllo del forno (607° C) e quella sul piattello centrale (598° C). Quest'ultima era stata inizialmente individuata per replicare, su campioni di dimensione maggiore (20 x 20 x 5 mm), alcune prove di schiumatura in calorimetro differenziale a scansione (DSC), effettuate nel corso del PAR 2008-2009 su micro campioni (diametro 6.5 mm, spessore 0.7 mm, vedi Report RdS/2011/204);
- 2- esiste una differenza di temperatura a regime, se pur di pochi gradi, anche fra il piattello centrale e la termocoppia laterale (595 contro 598°C).

L'acquisizione dei parametri è avvenuta a intervalli di 10 secondi e mostra come l'operazione di carico e scarico avvenga in circa 10 secondi, cui vanno aggiunti i tempi di apertura e chiusura della porta del forno, per complessivi 30 secondi. Non appena la porta è chiusa (T0) si osserva la risalita rapida della temperatura, con gradienti che raggiungono i 65 °C/min per il forno.

Il forno impiega circa 6 minuti (T1) per riportare alla temperatura impostata la termocoppia di controllo mentre, il gradiente di riscaldamento del crogiolo e del campione, che viene introdotto a circa 20 °C (vedi linea piattello) è più graduale ed impiega circa 12 minuti (T2) a raggiungere la temperatura desiderata.

Queste indicazioni sono indispensabili a definire degli intervalli di tempo realistici per prototipi di dimensione rappresentativa. Non a caso il peso del crogiolo corrisponde all'incirca a quello di un profilato rettangolare di alluminio di dimensioni 20 x 30 e spessore 2 mm posto come target finale dei test di schiumatura per la realizzazione di profilati compositi.

Allo stesso modo, questi test dimostrano come siano irrealistici i tempi utilizzati in DSC, per campioni di pochi mg, rispetto ai tempi necessari su campioni di qualche grammo.

Il sensore laser viene azzerato in corrispondenza del tempo T0 e mostra un primo gradino di espansione fra i tempi T1 e T2. A partire da T2 si osserva una curva crescente fino all'interruzione della prova, con apertura della porta del forno.

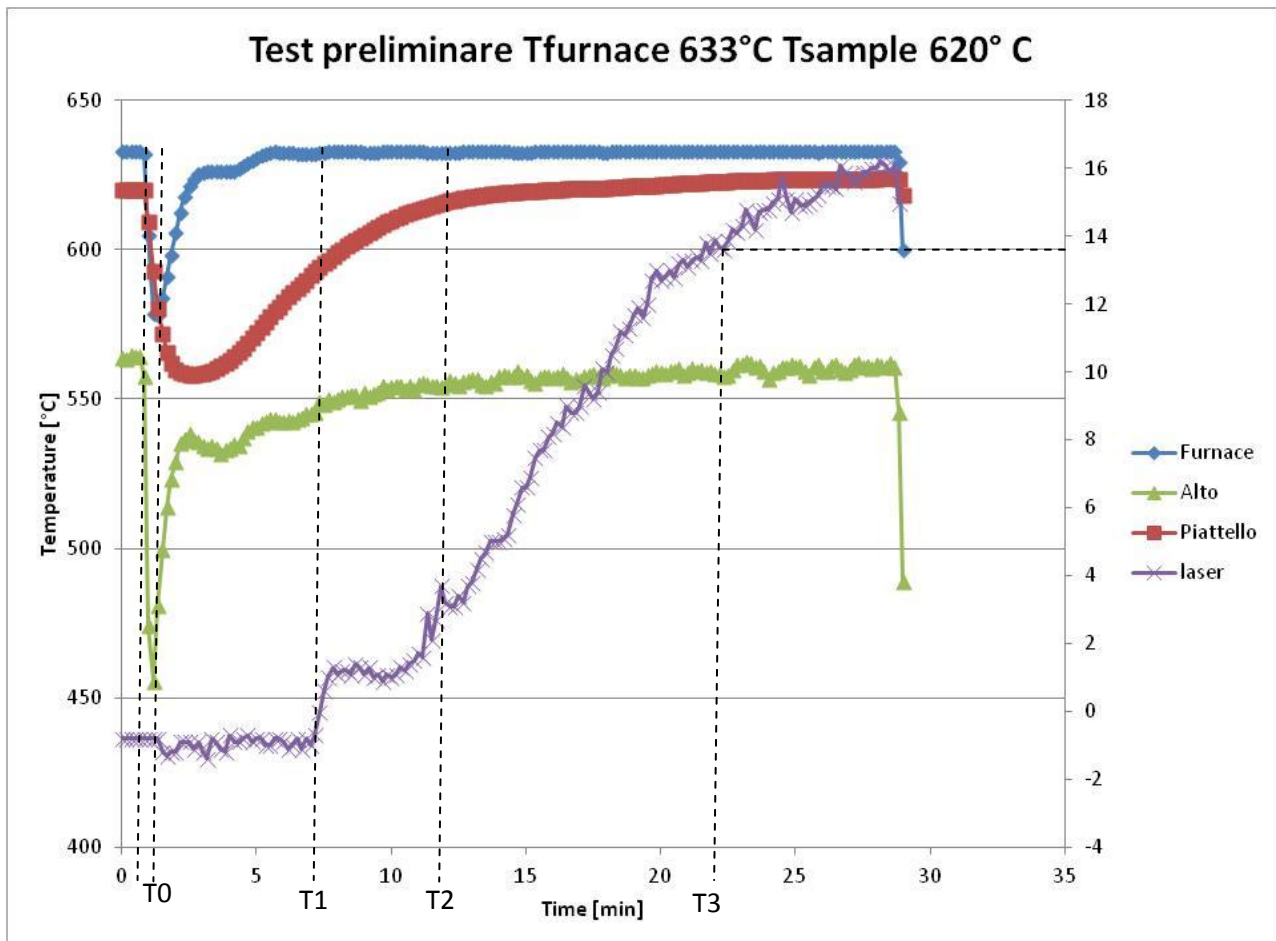


Figura 6: test preliminare di calibrazione del forno

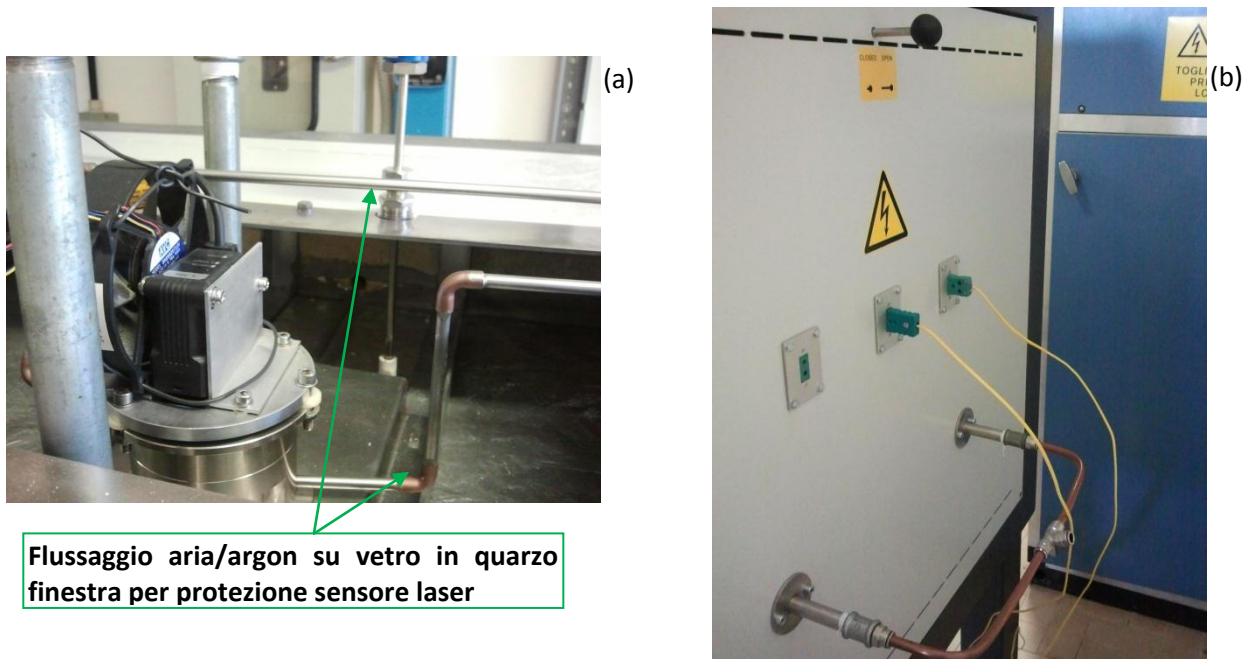
La Figura 6 mostra il grafico inerente un secondo test di calibrazione per la temperatura di campione di 620°C.

In questo test di calibrazione la seconda temperatura registrata è stata quella di una delle termocoppie alte (vedi Figura 4). Il grafico mostra un andamento per la temperatura di controllo forno (Tfurnace) e la



temperatura di piattello ( $T_{sample}$ ) in linea con la prima prova mentre la temperatura rilevata dalla termocoppia alta è estremamente più bassa.

Una verifica sull'impianto ha fatto riscontrare che il sistema di raffreddamento ad aria della finestra ottica per il laser (Figura 7a) induceva un raffreddamento notevole della zona alta del forno, ma che questo effetto si annullava quasi completamente chiudendo l'otturatore (Figura 7b) e interrompendo il flusso d'aria.



**Figura 7: a) Misuratore dell'espansione laser a triangolazione e sistema di raffreddamento con aria/argon dei due vetri in quarzo che costituiscono il sistema di isolamento termico della finestra di visione. b) vista posteriore del forno con otturatore per finestra ottica, sistema di flussaggio per gas inerte, e sistema di monitoraggio termocoppie posteriori.**

Anche in questo caso, a circa 6 minuti ( $T_1$ ) e 12 minuti ( $T_2$ ), si realizza la stabilizzazione della temperatura della fornace ( $T_{fornace}$  633 °C) e del campione ( $T_{sample}$  620 °C). Si osserva in questo periodo un primo lieve rigonfiamento del campione, mentre, a partire da  $T_2$ , si ha un andamento di crescita con pendenza maggiore rispetto alla precedente prova a temperatura inferiore. L'incremento della temperatura del campione porta infatti, in corrispondenza del tempo  $T_3$ , ad una maggiore espansione, pari a circa 14 mm ( $T_{sample}=620$  °C) contro i circa 9 mm precedenti ( $T_{sample}=598$ °C).

## Piani sperimentali

Il primo piano sperimentale è stato effettuato scegliendo un piano a tre fattori:

- temperatura impostata per il forno (2 livelli: 615 e 645 °C);
- tempo di permanenza del campione a partire dalla richiusura della porta (3 livelli: 11, 15 e 19 minuti)
- modalità di raffreddamento (2 livelli: acqua, aria)

Il piano prevede due repliche per ogni trattamento, che sono state però effettuate simultaneamente, posizionando i campioni in due posizioni del forno differenti (Figura 8).

Questo ha portato, alla luce dell'analisi dei risultati e del monitoraggio della temperatura sui singoli piattelli, alla necessità di dover fare particolari considerazioni. Infatti, la maggiore vicinanza degli elementi riscaldanti laterali, come era da attendersi e come rilevato dalla registrazione del profilo di temperature, porta, a parità di temperatura impostata del forno, ad avere sui campioni temperature differenti, più alte sui lati che al centro: anche per tale motivo quindi, nelle prove condotte alla "temperatura limite" per la lega di alluminio ipotizzata per i componenti (645°C), è stato posizionato un "testimone", per verificare che

durante i transitori (accensione delle resistenze) non si verificasse il collasso e la fusione dell'estruso (Figura 8b).

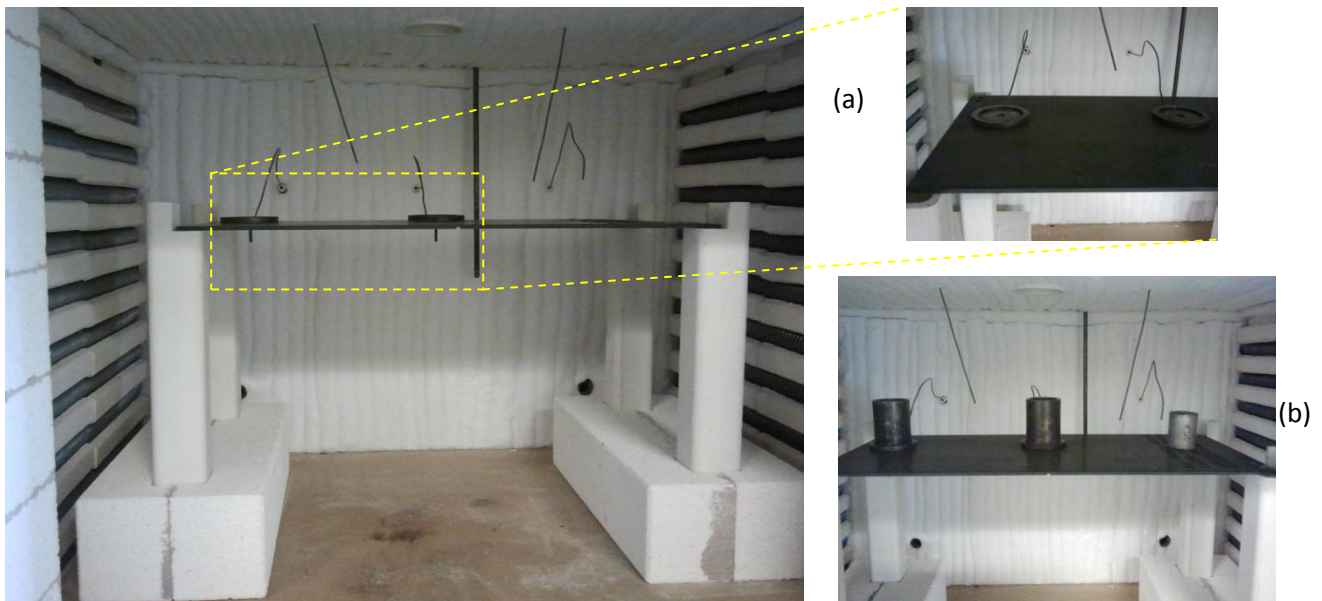


Figura 8: a) Set up per piani sperimentali con monitoraggio della temperatura con termocoppie annegate con pasta termica sulle basi del piattello porta crogioli; b) SETUP di prova con i due crogioli e a destra il "testimone", profilato di alluminio AA6060.

### Parametri di risposta

I parametri di prova analizzati sono stati l'espansione complessiva (H) e la densità (Density): in particolare, per la misura di quest'ultima, è stato necessario utilizzare un metodo specifico, che ha alcuni margini di errore ma che considerata la natura dei manufatti (porosi) risulta l'unico applicabile.

La misura del volume del campione avviene infatti utilizzando delle sferette di vetro di diametro di 2 mm al posto del tradizionale liquido, che in questo caso entrerebbe nel campione falsando la misura e fornendo un volume inferiore a quello effettivamente occupato.

La densità delle sferette è naturalmente quella "bulk" o apparente, che tiene conto dei vuoti fra sfera e sfera. La Figura 9 schematizza la modalità di misura del volume del campione schiumato.

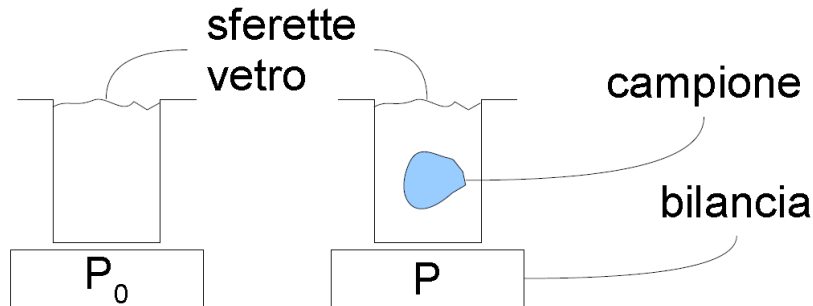
Ulteriori analisi sono state condotte analizzando le sezioni trasversali dei campioni schiumati, da un lato per comprendere i meccanismi di schiumatura, dall'altro per valutare comunque l'influenza dei parametri sulla morfologia interna.

Non sempre ad una densità minore e a una espansione massima corrisponde un manufatto ottimale: come ben noto in letteratura, superato il tempo ottimale di schiumatura, pur ottenendo una densità bassa, la struttura interna è composta da bolle più grandi, il che comporta uno scadimento delle proprietà meccaniche. Questo ha portato alla definizione di specifici parametri di risposta come:

- 1- **Numero di pori per campione;**
- 2- **superficie media dei pori;**
- 3- **circolarità, distribuzione di area e perimetro dei pori.**

Per la misura oggettiva, per quanto possibile, di questi parametri è stata sviluppata una procedura standard con l'aiuto del programma ImageJ, pacchetto di pubblico dominio (Open source) in Java, originariamente predisposto dal National Institute of Health (autore Wayne Rasband, wayne@codon.nih.gov, National Institute of Mental Health, Bethesda, Maryland, USA).

volume del campione ( $V_c$ )



$$P_0 = P_b + V_b \rho_v$$

$$P = P_c + P_b + (V_b - V_c) \rho_v$$

$$P_0 - P = \rho_v V_c - P_c \quad \rho_v = (P_0 - P_b) / V_b$$

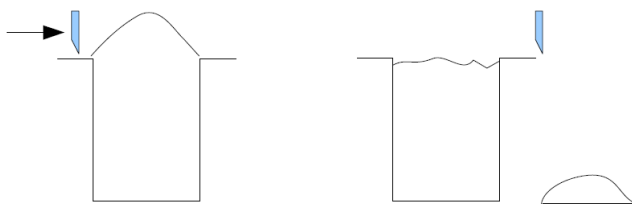
$$V_c = (P_c + P_0 - P) / \rho_v$$

$$V_c = V_b (P_c + P_0 - P) / (P_0 - P_b)$$

$V_b, P_b$  : volume e peso bicchiere

$V_c, P_c$  : volume e peso campione

$\rho_v$  : densità apparente delle sferette

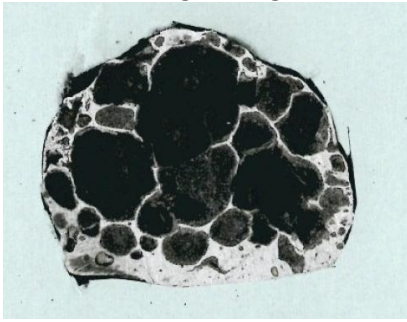


per misure ripetibili riempire in eccesso e rasare con spatola possibilmente sempre nello stesso modo

Figura 9: Schematizzazione per la misura del volume del campione mediante microsferette

Le immagini di partenza sono ottenute pre-verniciando in nero una sezione metallografica che viene successivamente lucidata per mettere ben in evidenza le pareti dei pori ed incrementare il contrasto fra pareti e vuoti dei pori.

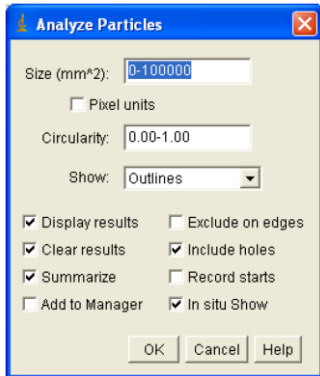
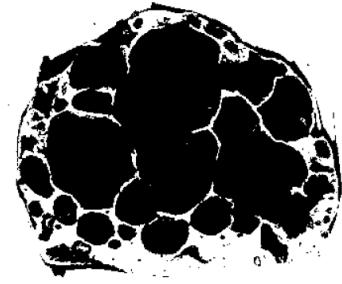
Immagine originale



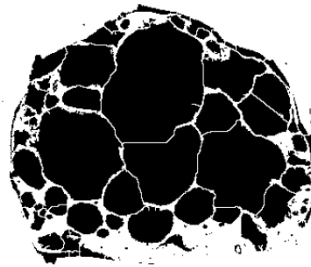
Comandi ImageJ  
**analyze->set scale** (ad esempio sull'altezza campione 15 mm)

Process->binary->make binary

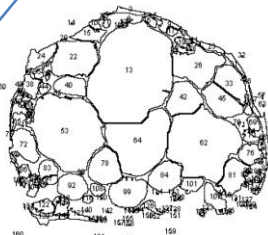
Immagine binaria



Analyze->analyse particles

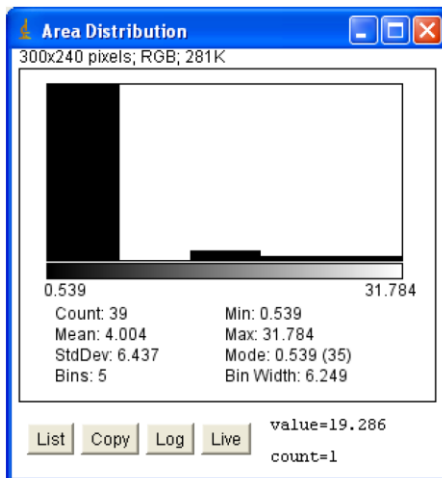
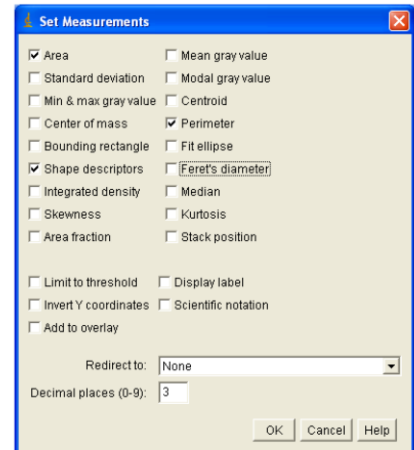


Process->binary->watershed



Analyze->set measurements

Filtro dimensione minima pori 0.5 mm<sup>2</sup>



Analyze->analyze particles  
 calcola i parametri richiesti e mostra la relativa tabella mentre

Analyze->distribution  
 genera l'istogramma del parametro scelto, ad esempio l'area o perimetro

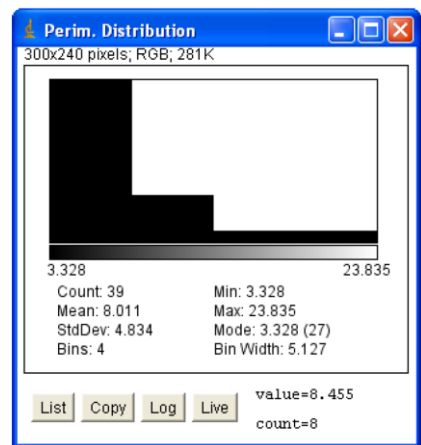


Figura 10: Schematizzazione dell'elaborazione di immagine effettuata sulla sezione macrografiche del campione 1 per ricavare parametri di risposta come numero di pori per campione, dimensione media in termini di area e perimetro e descrizione della forma dei pori

L'acquisizione dell'esempio riportato in Figura 10 è effettuata mediante scanner.



## Risultati dei piani sperimentali

In questo paragrafo sono riportati complessivamente i risultati ottenuti nella schiumatura con raffreddamento in acqua e con raffreddamento in aria.

### Piano sperimentale con raffreddamento con immersione immediata in acqua

La Figura 11 mostra i risultati dei test. I campioni di origine erano praticamente di forma prossima al campione 7 che alla temperatura più bassa (615 °C) e tempo 11 minuti subisce solamente un leggero rigonfiamento centrale ma mantiene pressoché la forma originale.

Le prove sono state effettuate in tandem con i campioni dispari posizionati sul piattello centrale (centro) e i campioni pari sul piattello sinistro. I piattelli sono stati comunque fissati alla piastra di base per garantire la ripetibilità in termini di posizionamento, di registrazione delle temperature e di centraggio del fascio laser per la misura continua dell'espansione. Il raffreddamento avveniva per immersione del crogiolo con il suo campione in 2 litri di acqua alla temperatura di 20°C circa. L'incremento di temperatura osservato è di circa 6°.









Centro	1	3	5	7	9	11
						
Sinistra	2	4	6	8	10	12
						
time	15'	11'	19'	11'	15'	19'
Temp	645	645	645	615	615	615

Figura 11: Campioni schiumati con raffreddamento immediato in acqua

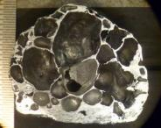



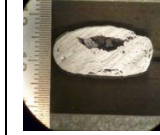


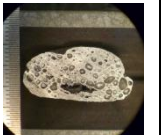
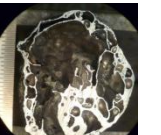


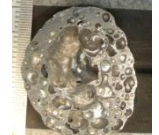
I campioni subiscono una schiumatura in forma quasi sferica per la temperatura di prova maggiore (645°C) ed il risultato immediato è stato il galleggiamento del campione durante il raffreddamento in acqua.



Figura 12: A sinistra il campione 1 ed a destra il campione 5.



La Tabella 1 sintetizza i risultati in termini di espansione massima raggiunta, dimensione e forma, densità e sezione macrografica.

<b>Centro</b>	<b>1</b>	<b>3</b>	<b>5</b>	<b>7</b>	<b>9</b>	<b>11</b>	<b>Sample</b>
	23.5	15.3	26.5	8.7	10.7	23.4	<b>H [mm]</b>
	D=28	D1=20.5 D2=24	D=29	D1=21.2 D2=19.5	D1=22 D2=20	D=26	<b>Forma [mm]</b>
							<b>Macro</b>
	0.53	0.98	0.43	1.78	1.47	0.65	<b>Density</b>
<b>Sinistra</b>	<b>2</b>	<b>4</b>	<b>6</b>	<b>8</b>	<b>10</b>	<b>12</b>	<b>Sample</b>
	31.5	12.5	31.2	9.7	17.1	25.8	<b>H [mm]</b>
	D=21	D1=22.9 D2=26	D=27.6	D1=21.5 D2=21.8	D1=21.5 D2=21.8	D1=24 D2=22.8	<b>Forma [mm]</b>
							<b>Macro</b>
	0.68	1.06	0.55	1.59	1.04	0.63	<b>Density</b>
<b>15'</b>	<b>11'</b>	<b>19'</b>	<b>11'</b>	<b>15'</b>	<b>19'</b>	<b>time</b>	
<b>645</b>	<b>645</b>	<b>645</b>	<b>615</b>	<b>615</b>	<b>615</b>	<b>Temp.</b>	

**Tabella 1: riepilogo dei dati relativi alle prove con raffreddamento dei campioni per immersione in acqua.**

E' importante osservare come, ad eccezione del test 3-4, usualmente, la maggiore espansione a parità di parametri del forno viene osservata per i campioni pari ovvero quelli più prossimi alla parete del forno ovvero agli elementi scaldanti. Questo può essere spiegato osservando i grafici dei parametri di prova registrati.

Incrociando i dati dei grafici con quelli rilevati in tabella si osserva come il sensore laser misuri l'espansione con una buona approssimazione (+/- 0.5mm). Infatti osservando il grafico di Figura 13 si nota che, sommando ai 5 mm iniziali del campione, i circa 18 mm dell'espansione osservata, si raggiungono 23mm contro i 23.5 mm finali rilevati con calibro.

Per tutte le prove si osserva come la temperatura sul piattello SX sia sempre maggiore rispetto a quella del piattello centrale; le differenze nelle curve dipendono anche dal tempo di permanenza ad alta temperatura del forno. Ovvero i test 1-2 sono stati effettuati cronologicamente prima dei test 3-4. Mentre il forno (cioè i refrattari) nella prova 1-2 sono relativamente freddi, per cui la temperatura in camera viene controllata con una potenza elettrica media pari al 9-11 % della potenza nominale, con il passare del tempo il calore penetra all'interno del refrattario fornendo una maggiore capacità termica al forno stesso che mantiene la temperatura richiesta con una potenza minore (6-7 %). Questo è il motivo per cui la prova 5-6 mostra

sempre una temperatura del campione a sinistra maggiore di quello a centro ma le differenze istantanee fra le due sono sempre abbastanza limitate e costanti.

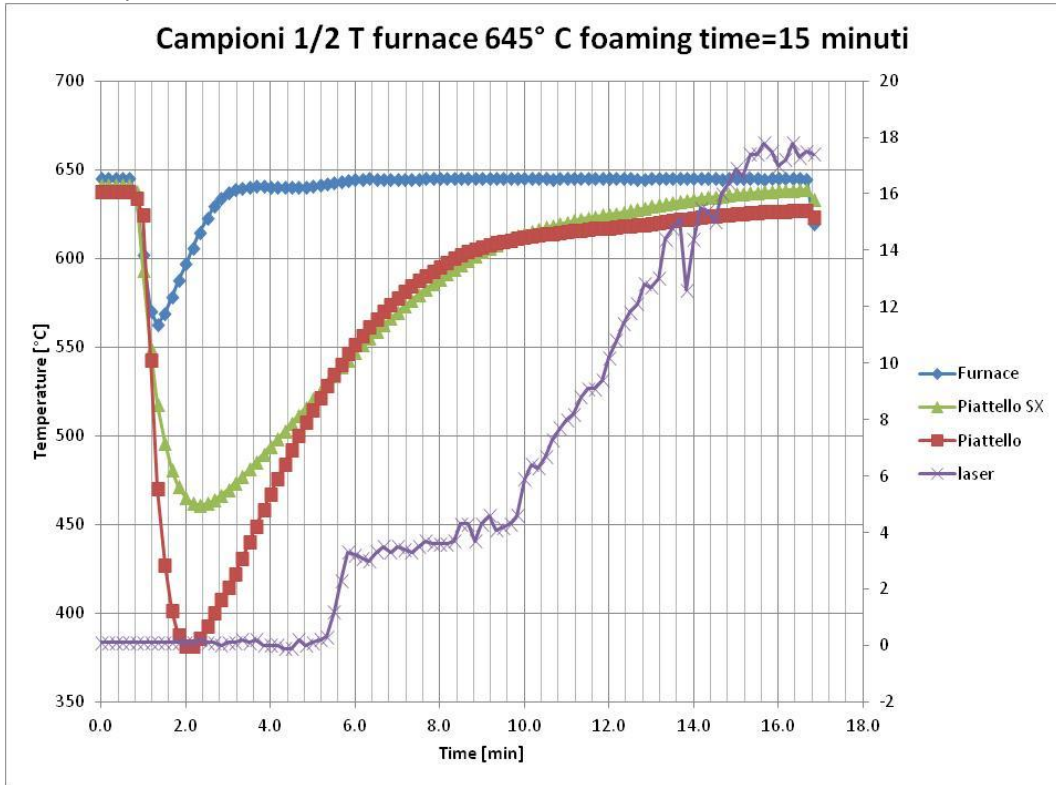


Figura 13: Prova di schiumatura 1-2 ( 645°C / 15 minuti)

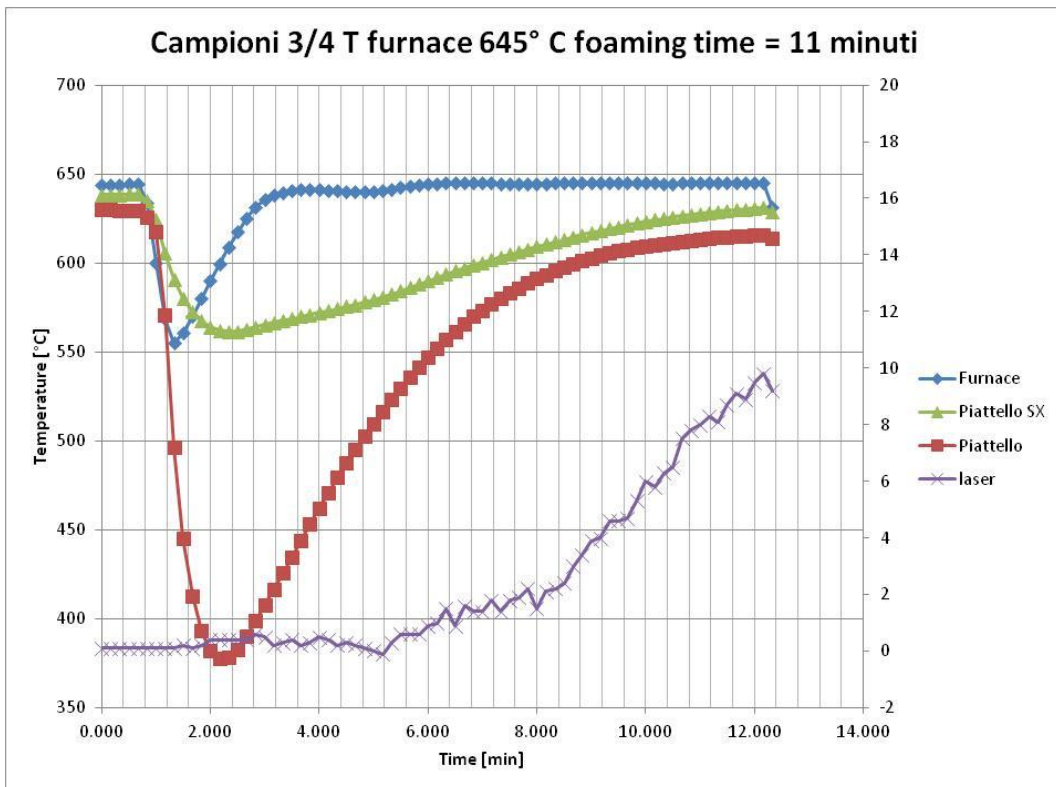
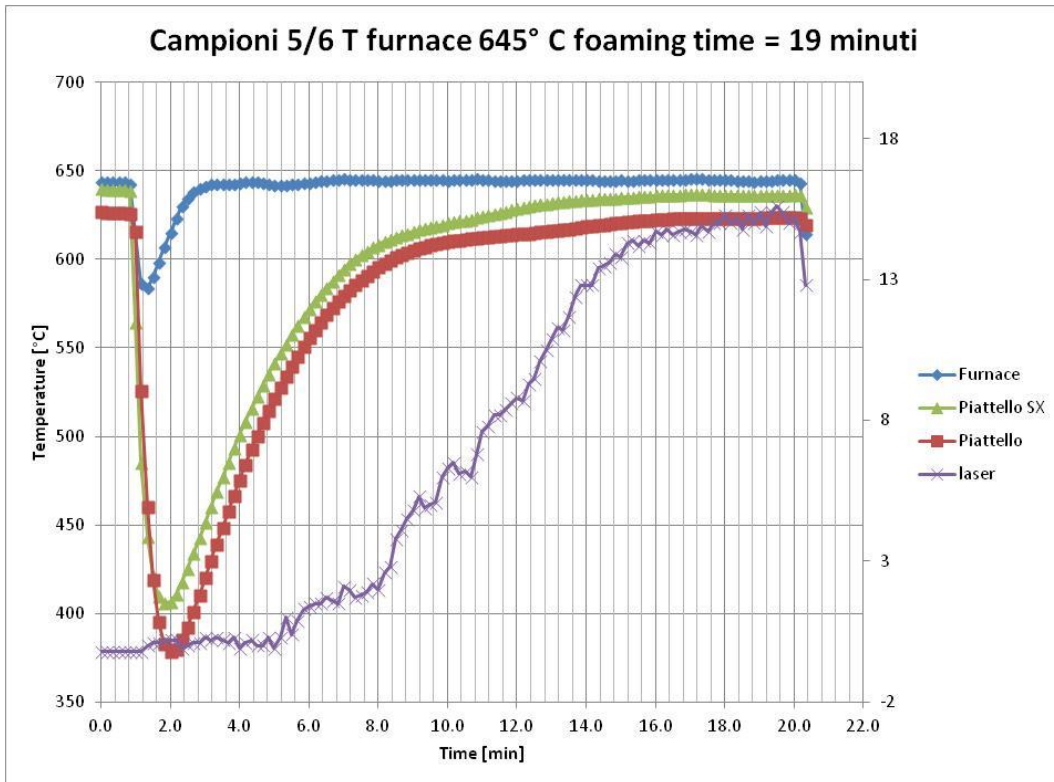
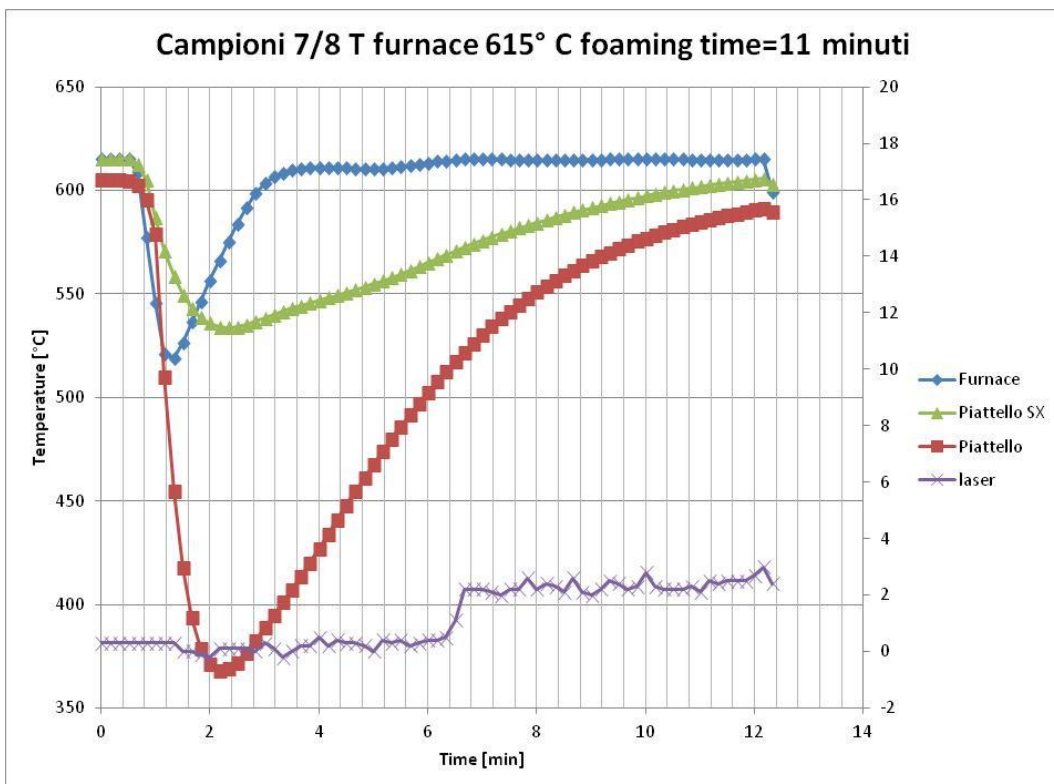


Figura 14: Prova di schiumatura 3-4 ( 645°C / 11 minuti)



**Figura 15: Prova di schiumatura 5-6 ( 645°C / 19 minuti)**

Le considerazioni riportate sono confermate dalle prove successive effettuate dopo lo spegnimento e riaccensione del forno. La prima prova, (7-8) mostra una differenza notevole fra la temperatura dei due piattelli, le altre realizzate dopo un maggiore tempo hanno invece minori differenze di temperatura.



**Figura 16: Prova di schiumatura 7-8 ( 615°C / 11 minuti)**

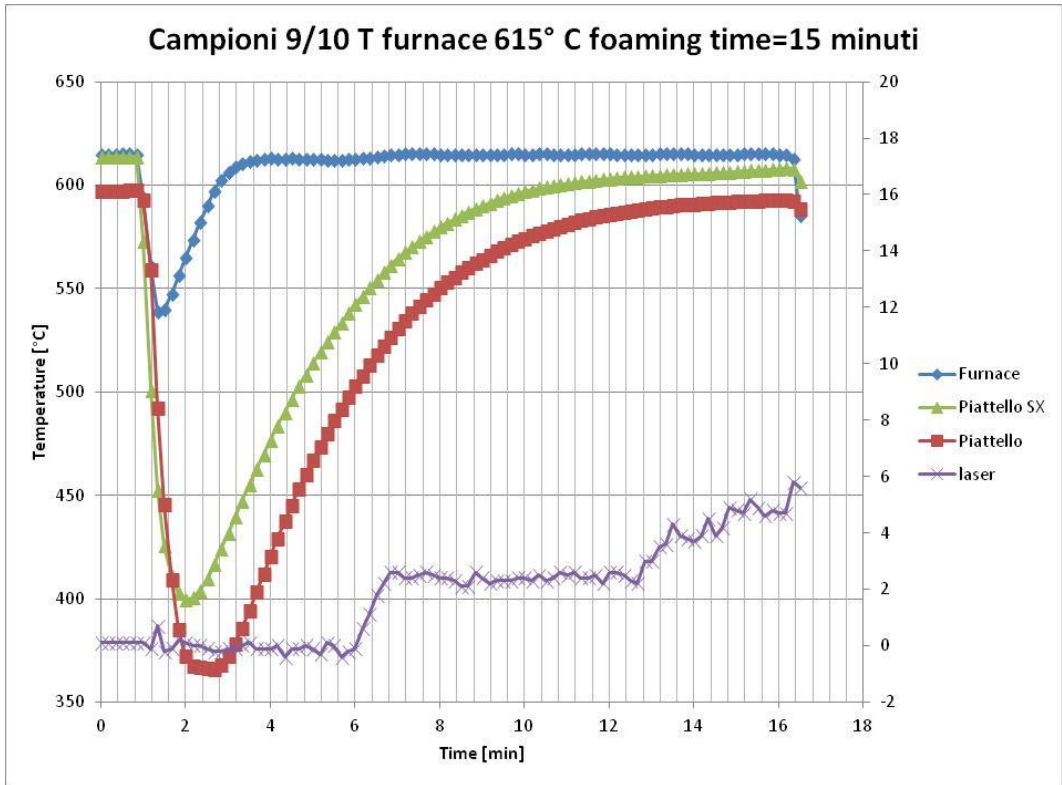


Figura 17: Prova di schiumatura 9-10 ( 615°C / 15 minuti)

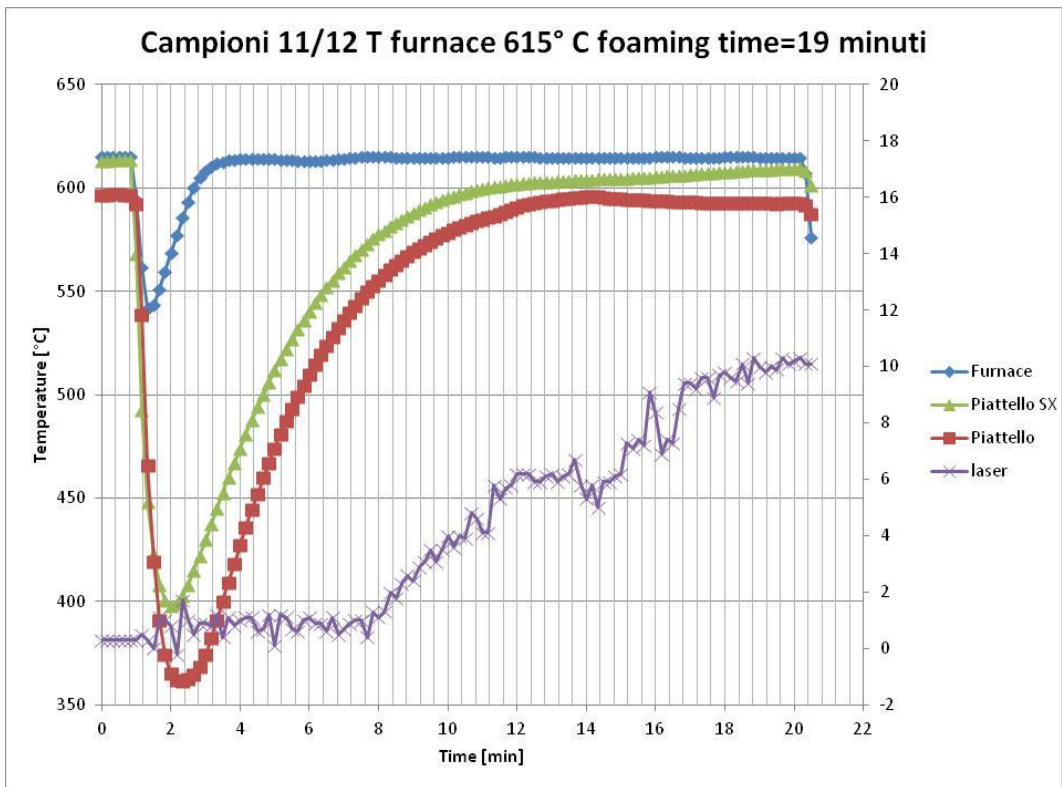
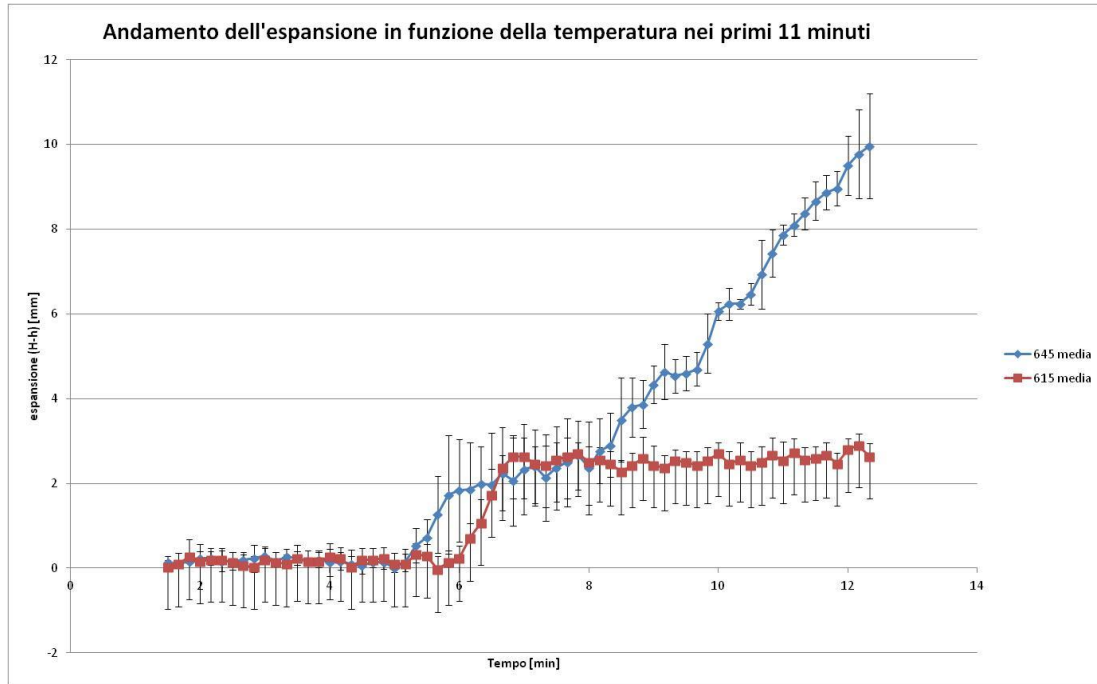


Figura 18: Prova di schiumatura 11-12 ( 615°C / 19 minuti)

A conferma anche il fatto che il tempo impiegato dalla termocoppia di regolazione del forno a tornare alla temperatura impostata diminuisce con l'aumentare del tempo di funzionamento del forno<sup>1</sup>.

La temperatura di 615°C permette un'espansione sufficiente solo per il tempo di esposizione di 19 minuti mentre per 11 minuti abbiamo solo un leggero rigonfiamento.

Analizzando i dati per singola temperatura nei primi 11 minuti osserviamo l'andamento dell'espansione media e della deviazione standard nel grafico di Figura 19.



**Figura 19: Media e deviazione standard relative all'espansione per i due livelli di temperatura nei primi 11 minuti per campioni raffreddati in acqua**

Un primo gradino di espansione si osserva dopo circa 4 minuti dall'introduzione del campione in forno a 645° mentre è traslato in avanti a 5 minuti per la temperatura più bassa (615°C). Mentre alla temperatura di 645° C sono sufficienti 11 minuti per avere un espansione di 10 mm, ovvero portare H a circa 15 mm e triplicare il volume del precursore, a 615°C si osserva solo un lieve rigonfiamento.

Il grafico di Figura 20 mostra come non sempre vi sia sovrapposizione nel primo tratto comune a parità di temperatura. Questo se da un alto è stato attribuito ad una possibile variazione locale del precursore (concentrazione dell'agente schiumante), dall'altro lato diviene sempre più probabile l'ipotesi di un'influenza del tempo di funzionamento del forno che influisce sulla minore o maggiore omogeneità di temperature nel forno.

L'andamento più anomalo è l'espansione maggiore osservata per il campione 1 con tempo di permanenza di 15 minuti rispetto al campione 5 con tempo di permanenza in forno di 19 minuti. Tuttavia, il risultato finale misurato indica che la misura puntuale del sensore laser può in tal casi portare ad un'anomala interpretazione.

<sup>1</sup> La sequenza temporale di esecuzione delle prove, rispetto alla condizione iniziale di forno "freddo", agisce quindi come fattore "nascosto". Nel caso di esecuzione di piani sperimentali per ottimizzazione di parametri o validazione di procedure di fabbricazione è preferibile operare la "casualizzazione" della sequenza di esecuzione.



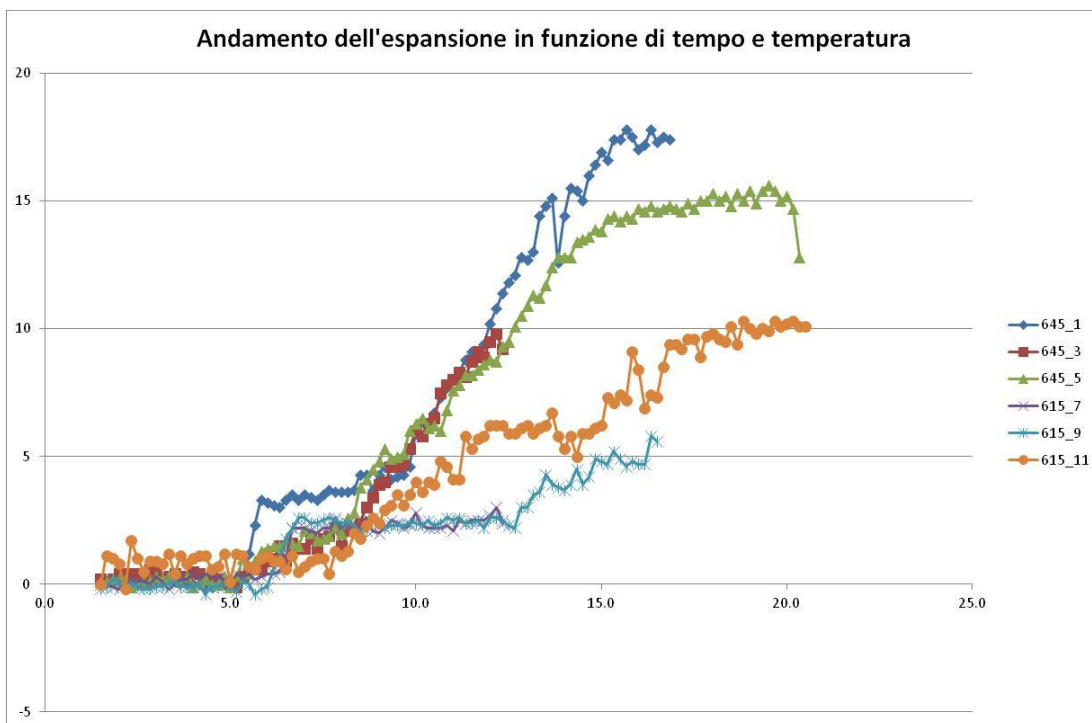


Figura 20: Andamento dell'espansione in funzione del tempo per i diversi campioni

Le due figure successive mettono in evidenza come la posizione del campione e di conseguenza la sua reale temperatura (contrapposta a quella nominale del forno) influenzino direttamente il risultato e quindi il processo di schiumatura sia fortemente influenzato dall'omogeneità della temperatura nel componente da schiumare.

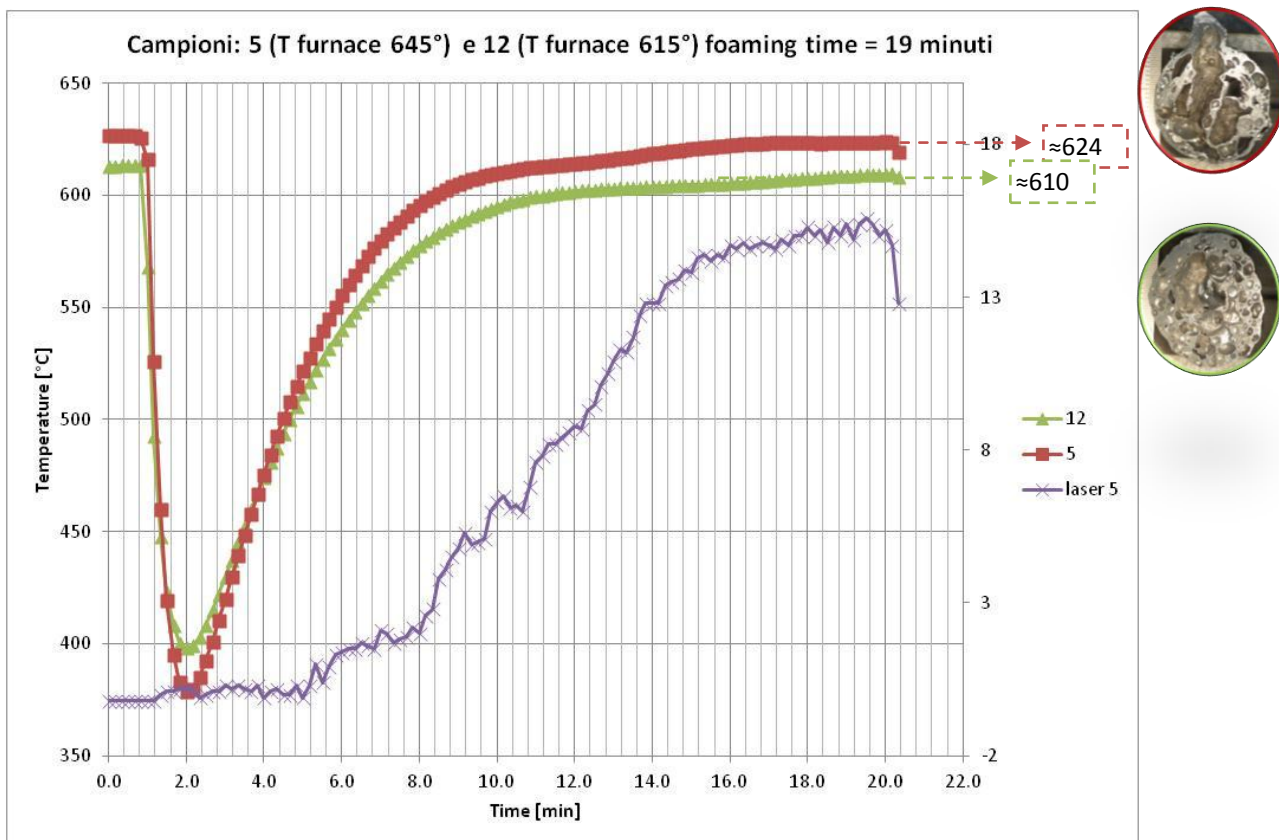


Figura 21: Influenza della temperatura del campione: 5-12

I risultati infatti sono tanto più simili fra di loro quanto più prossime sono le temperatura dei campioni. Mentre la differenza del setpoint di temperatura, tra 645 a 615 °C è pari a 30°, la differenza di temperatura per campioni opportunamente scelti ( 5 con 12 e 1 con 10) si riduce rispettivamente a 14 e 19 °C e ciò porta anche ad una riduzione sostanziale nelle differenze del campione schiumato.

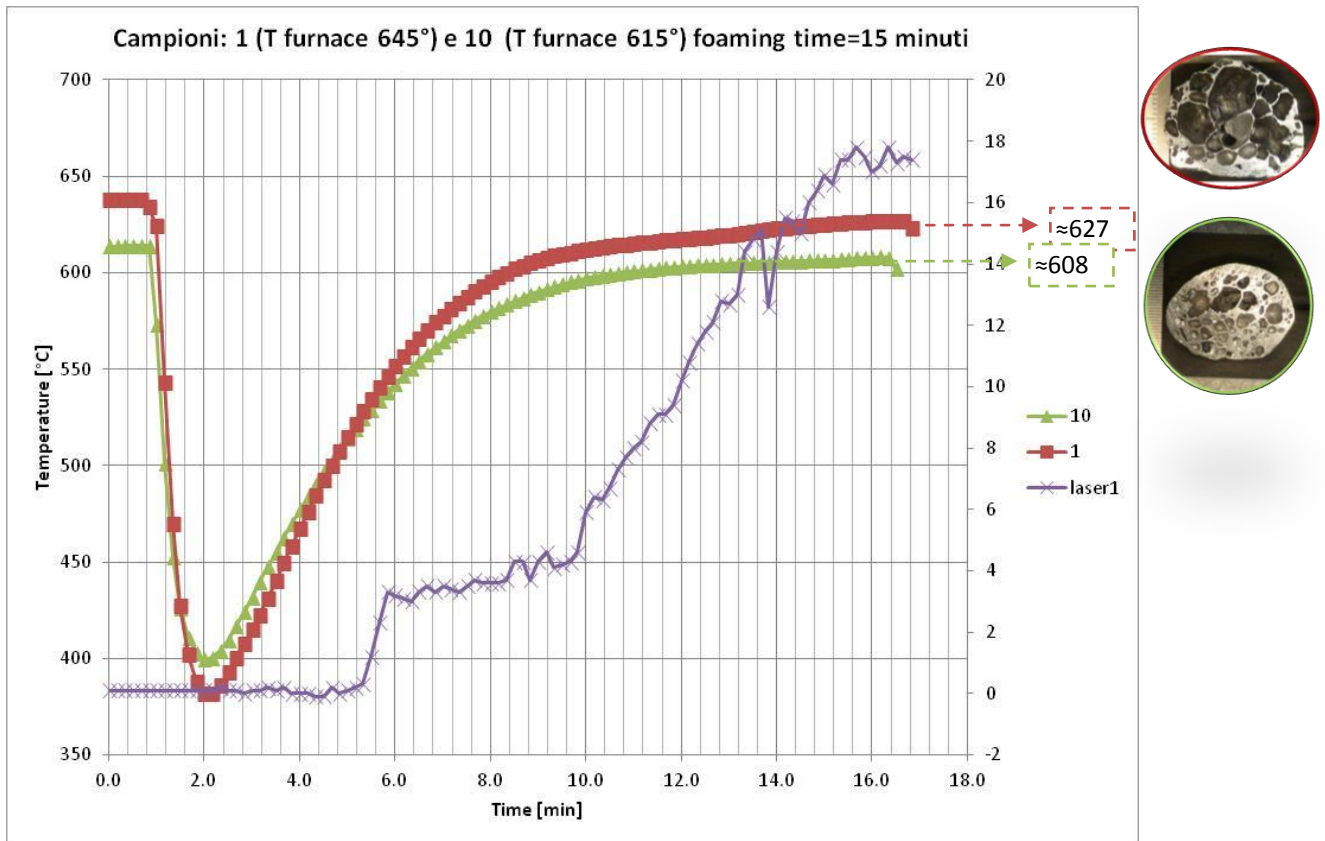


Figura 22: Influenza della temperatura del campione: 1-10

### Piano sperimentale con raffreddamento in aria

Un piano sperimentale del tutto analogo a quanto effettuato con raffreddamento in acqua è stato riproposto con raffreddamento in aria calma. Ovvero i crogioli venivano estratti dal forno e lasciati raffreddare per alcuni minuti in aria.

La Figura 23 mette in evidenza immediatamente un fattore visivo: la lucentezza dei campioni raffreddati in aria è maggiore rispetto a quelli raffreddati in acqua che appaiono usualmente opachi e scuri.

I dati relativi ad espansione, dimensione, forma e densità sono riportati in Tabella 2.

Anche in questo caso si osserva che la differenza di temperatura nelle due posizioni del forno considerate influisce notevolmente sul risultato finale. Alla temperatura del forno di 615 °C i campioni centrali, la cui espansione viene monitorata con sensore laser presentano un'espansione assai limitata e più che la formazione di bolle si ha la formazione di fessurazioni, in quanto la temperatura reale del precursore è troppo lontana dalla temperatura di fusione.



Figura 23: Campioni schiumati con raffreddamento in aria calma

<b>Centro</b>	<b>13</b>	<b>15</b>	<b>17</b>	<b>19</b>	<b>21</b>	<b>23</b>	<b>Sample</b>
	13.6	12.6	9.5	20	21.5	15.6	<b>H [mm]</b>
	D1=22 D2=20	D1=22.1 D2=21	D1=21.5 D2=21.3	D1=27.5 D2=28.9	D1=28.9 D2=29.3	D1=21.5 D2=22.5	<b>Forma</b>
							<b>Macro</b>
	1.11	1.18	1.71	0.56	0.51	0.91	<b>Density</b>
<b>Sinistra</b>	<b>14</b>	<b>16</b>	<b>18</b>	<b>20</b>	<b>22</b>	<b>24</b>	<b>Sample</b>
	20.8	18.6	14.2	20.1	20	20.3	<b>H [mm]</b>
	D=29.5	D1=26.7 D2=27.5	D1=23.2 D2=22	D1=29.9 D2=28.9	D2=28.9 D2=27.3	D1=26.8 D2=28.7	<b>Forma</b>
							<b>Macro</b>
	0.56	0.65	1.13	0.52	0.59	0.57	<b>Density</b>
	<b>19'</b>	<b>15'</b>	<b>11'</b>	<b>19'</b>	<b>15'</b>	<b>11'</b>	time
	<b>615</b>	<b>615</b>	<b>615</b>	<b>645</b>	<b>645</b>	<b>645</b>	Temp

Tabella 2: riepilogo dei dati relativi alle prove con raffreddamento dei campioni in aria.

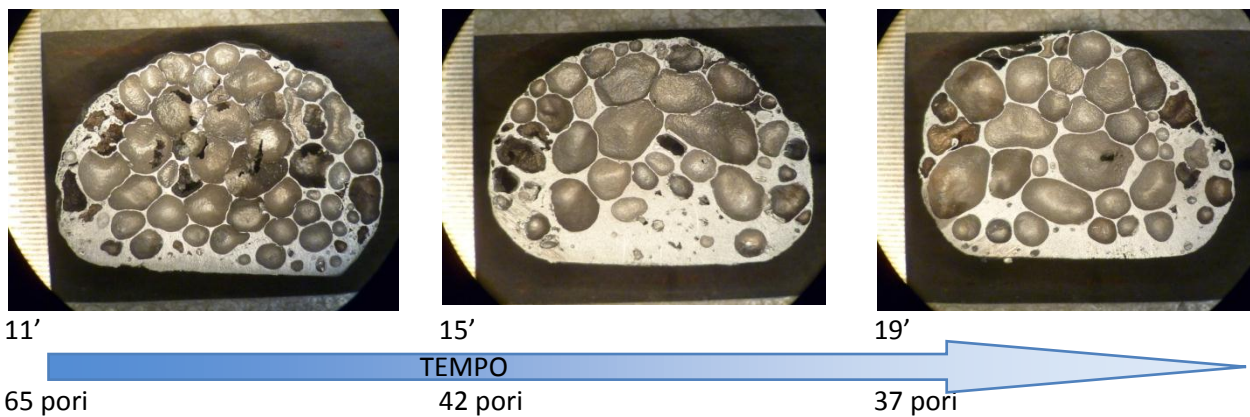


Questo problema, come già evidenziato nelle precedenti prove dipende dal fatto che l'apertura dell'otturatore per la misura con sensore laser induce due effetti negativi sulla temperatura locale:

- 1- maggiori perdite di calore localizzate;
- 2- raffreddamento locale per infiltrazione di aria di raffreddamento delle ottiche laser dovuta (si è scoperto successivamente) alla rottura della guarnizione in grafite fra le finestre e la camera del forno.

Questo è evidente sia dal risultato ottenuto nella medesima prova per i campioni posizionali lateralmente che raggiungono temperature maggiori per la vicinanza agli elementi irraggianti, sia grazie a monitoraggio della temperatura dei due piattelli di prova riportata nei grafici seguenti.

Il dato visivo oggettivo della maggiore lucentezza è evidente, dalle sezioni macrografiche, anche per le pareti interne dei pori che per di più si presentano con forme più sferiche, rispetto a quanto visto per i campioni raffreddati per immersione in acqua. Sono sempre evidenti fenomeni legati alla coalescenza delle porosità: all'aumentare del tempo di permanenza si ha una riduzione del numero di celle e un incremento delle dimensioni oltre ad una certa tendenza alla stratificazione dell'alluminio in basso per gravità. Questo può essere ben osservato prendendo come riferimento le prove a 645° C considerando sempre la stessa posizione di campione (Figura 24).



**Figura 24: Dipendenza della morfologia interna in funzione del tempo**

La Figura 25 riporta i grafici in funzione del tempo relativi ai campioni 13 e 14. Per il campione 13 (centrale) è stata rilevata dal sensore un'espansione pari a circa 8 mm, leggermente inferiore alla corrispondente prova della prima serie (la n.11, con circa 10 mm), ma confermata dalla successiva misura con calibro.

Anche l'andamento delle due temperature è del tutto confrontabile con la prova 11-12 con temperatura a regime di circa 607°C per il piattello sx e circa 592°C per il piattello centrale.

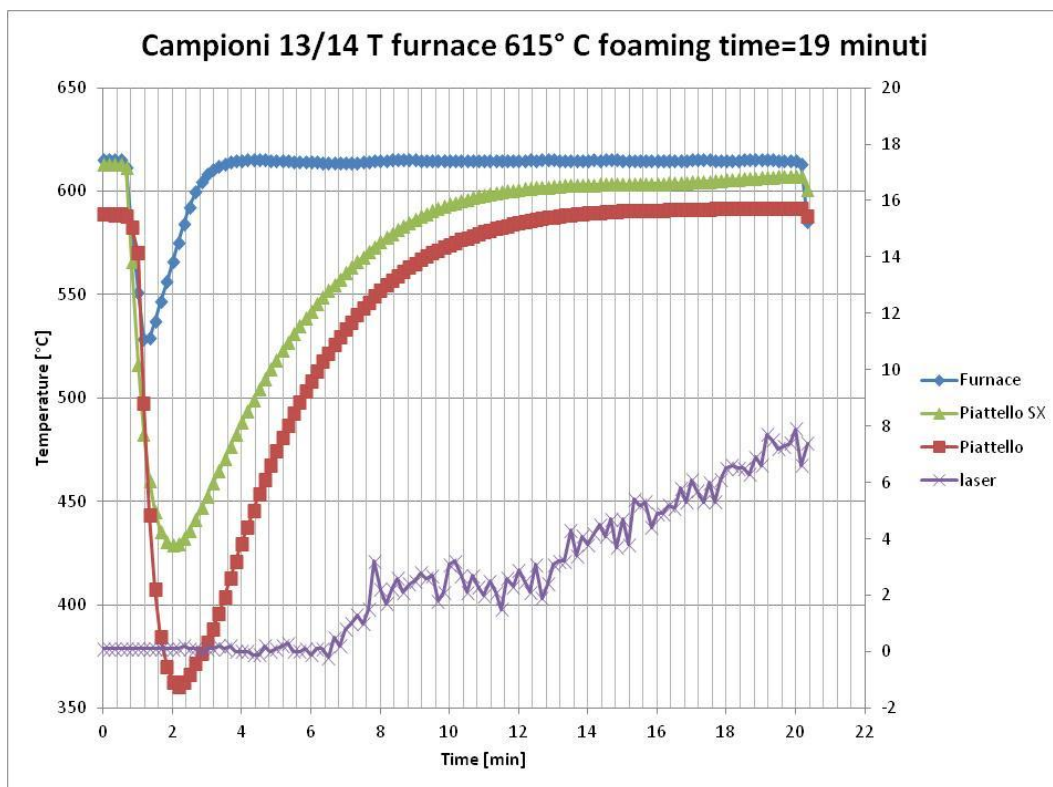


Figura 25: Prova di schiumatura 13-14 (615°C / 19 minuti)

Il test successivo (Figura 26) sui campioni 15 e 16, a parità di temperatura, ma minor tempo di permanenza, mostra un andamento analogo al precedente. In questo caso la temperatura finale sul piattello SX è di circa 604 °C mentre la temperatura del piattello centrale è di 596°C.

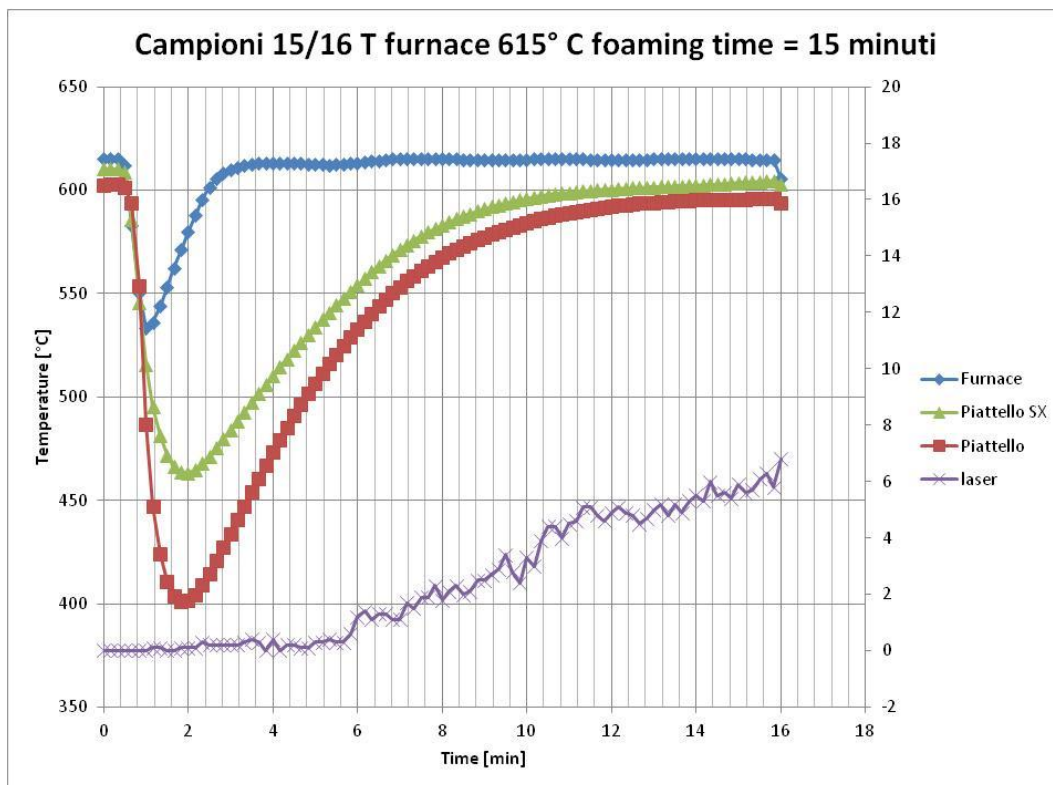


Figura 26: Prova di schiumatura 15-16 (615°C / 15 minuti)

La riduzione della differenza fra le temperature dei piattelli conferma l'ipotesi che il maggior tempo di funzionamento del forno permetta un minor tempo di intervento delle resistenze grazie al maggior calore accumulato nel refrattario e quindi garantisca una maggiore omogeneità della temperatura.

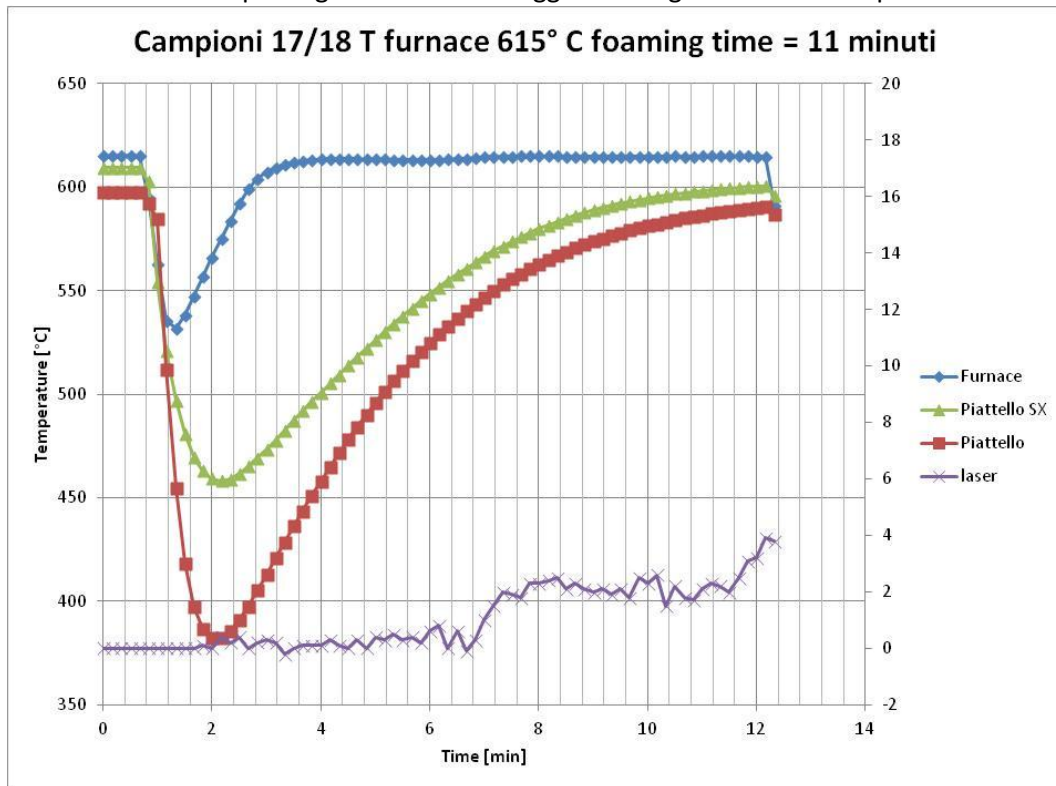


Figura 27: Prova di schiumatura 17-18 (615°C / 11 minuti)

Il test 17-18, mostra sempre un ottima ripetibilità del riscaldamento dei campioni nelle due posizioni. In questo caso, dato il minor tempo di permanenza, i campioni raggiungono rispettivamente la temperatura di circa 600°C e circa 590 °C. L'espansione è molto limitata in linea con i test analoghi della prima serie.

La temperatura di fornace di 615° C appare quindi troppo limitata anche se, come ormai evidente, è la temperatura del campione a comandare il processo e le macrografie mostrano che, superati i 605° C, se pur con tempi più lunghi è possibile ottenere una buona schiumatura. Tale dato è da tenere in considerazione nell'ottica di realizzare compositi schiuma/estrusi in alluminio.

I successivi test, realizzati tutti con temperatura di fornace impostata a 645°C mostrano come a tale temperatura l'espansione sia molto più rapida anche grazie al fatto che la temperatura di campione supera i 605°C già fra i 5 ed i 7 minuti (a seconda della posizione) dopo l'introduzione del campione.

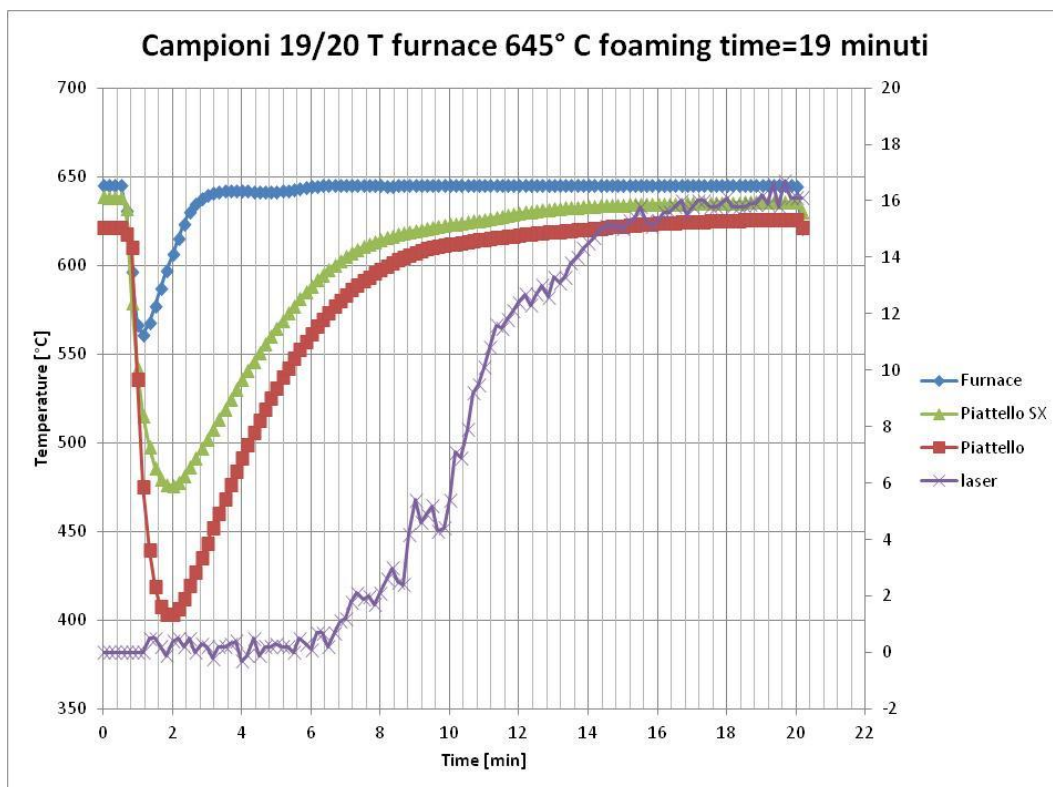


Figura 28: Prova di schiumatura 19-20 (645°C / 19 minuti)

In particolare, la Figura 28 mostra come superati i 15 minuti di permanenza non si ha più espansione ma si raggiunga un massimo cui segue probabilmente solo una coalescenza interna delle celle. Questo risultato conferma il precedente test 5, effettuato in condizioni analoghe.

Le Figura 29 e la Figura 30 riportano gli analoghi grafici per tempi di permanenza inferiori confermando il raggiungimento della temperatura di 600° C dei campioni fra i 5 ed i 7 minuti dall'introduzione in forno, la presenza di un primo gradino di espansione di circa 4 mm proprio fra i 5 ed i 7 minuti cui segue una crescita pressoché lineare fra i 7 ed i 15 minuti fino a raggiungere usualmente un espansione massima di circa 16 mm.

La Figura 31 riporta gli andamenti medi e le deviazioni standard nei primi 11 minuti per questo nuovo set di prove mentre la Figura 32 sintetizza in un unico grafico l'andamento delle medie e delle deviazioni standard a partire dal tempo minimo dove inizia ad essere rilevata una espansione.

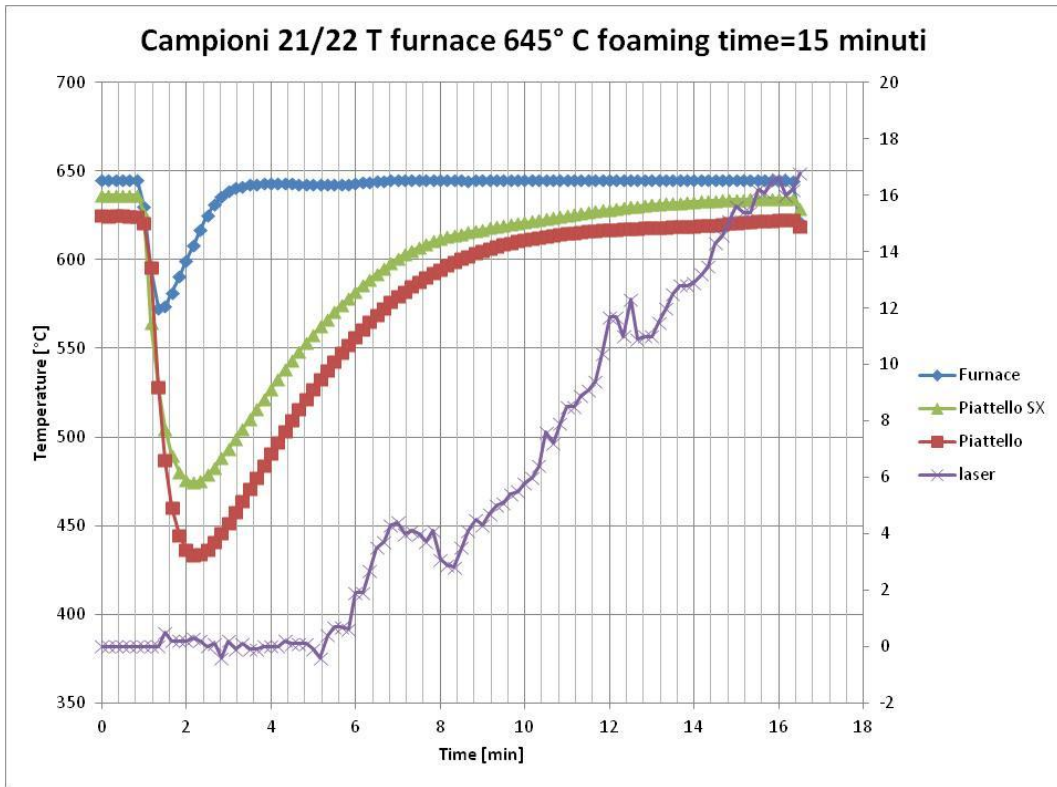


Figura 29: Prova di schiumatura 21-22 (645°C / 15 minuti)

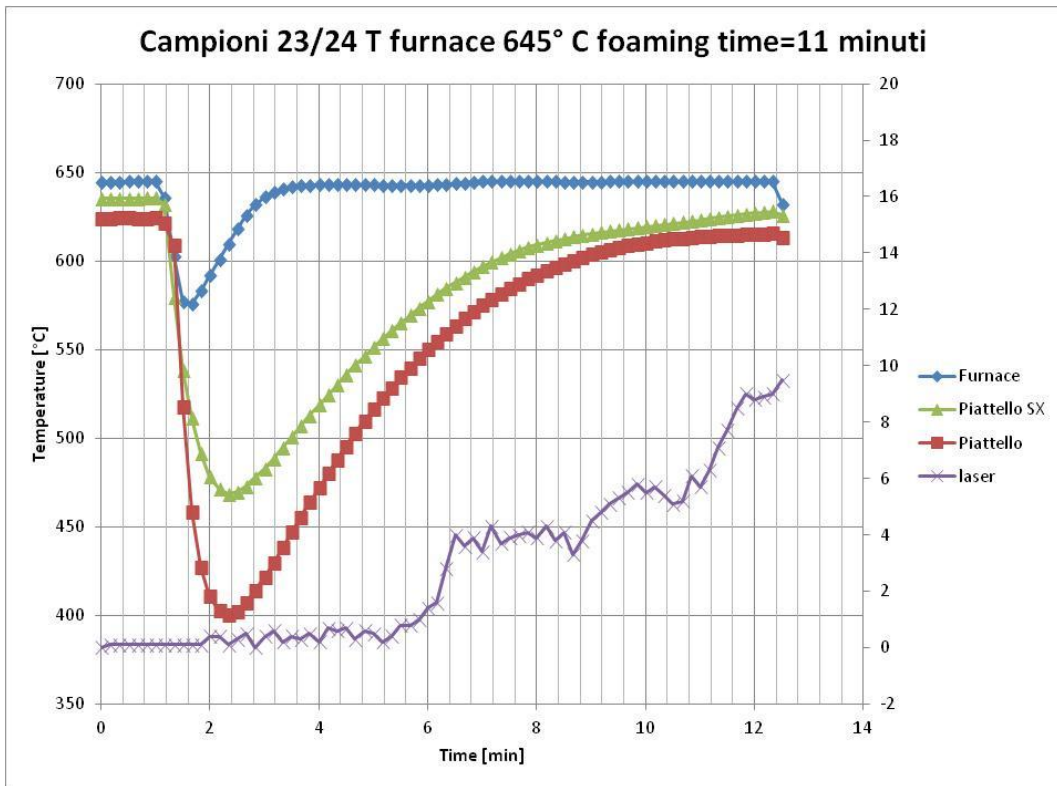


Figura 30: Prova di schiumatura 22-24 (645°C / 11 minuti)

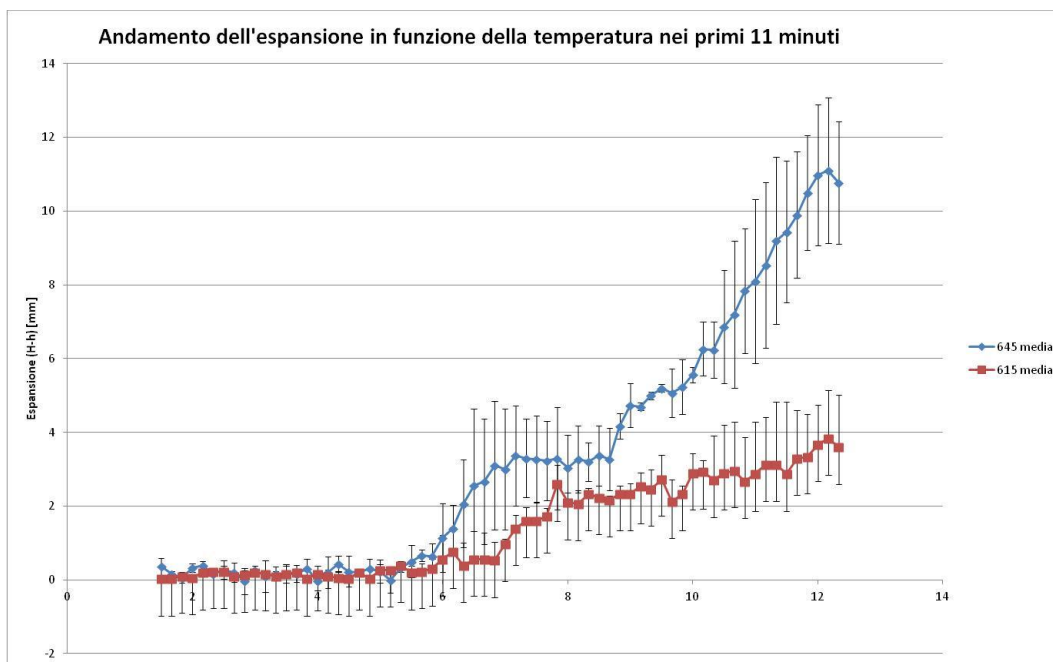


Figura 31: Media e deviazione standard relative all'espansione per i due livelli di temperatura nei primi 11 minuti per campioni raffreddati in aria

Le considerazioni sono analoghe alle prove della prima parte di piano sperimentale in quanto, ad eccezione di piccoli affinamenti sul controllo del forno e sul raffreddamento del misuratore laser, i due set di prove differiscono solo a valle della schiumatura.

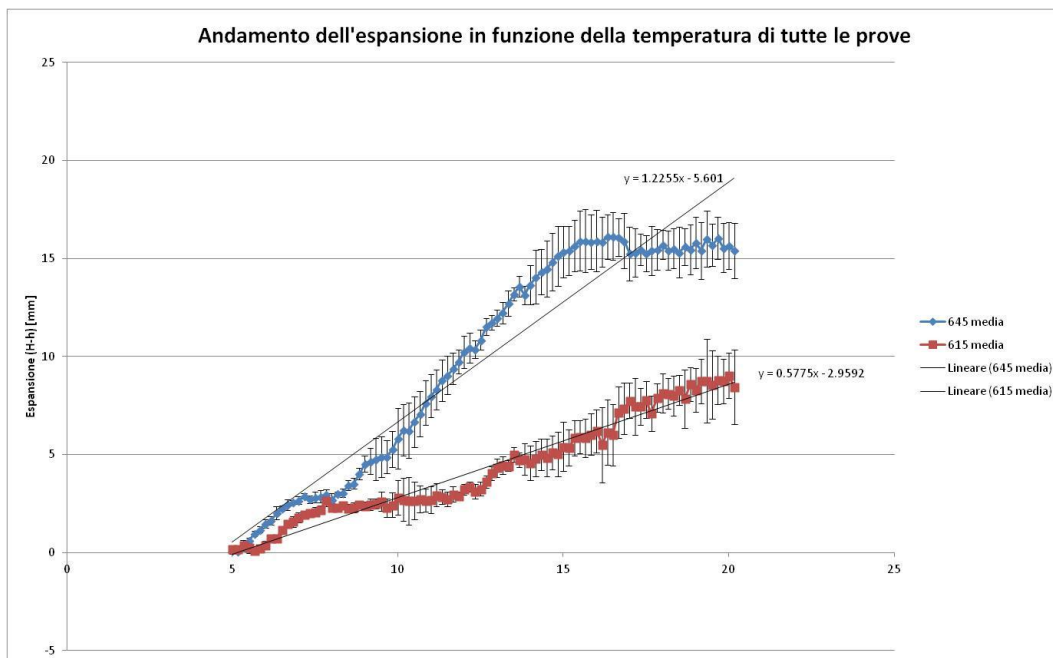
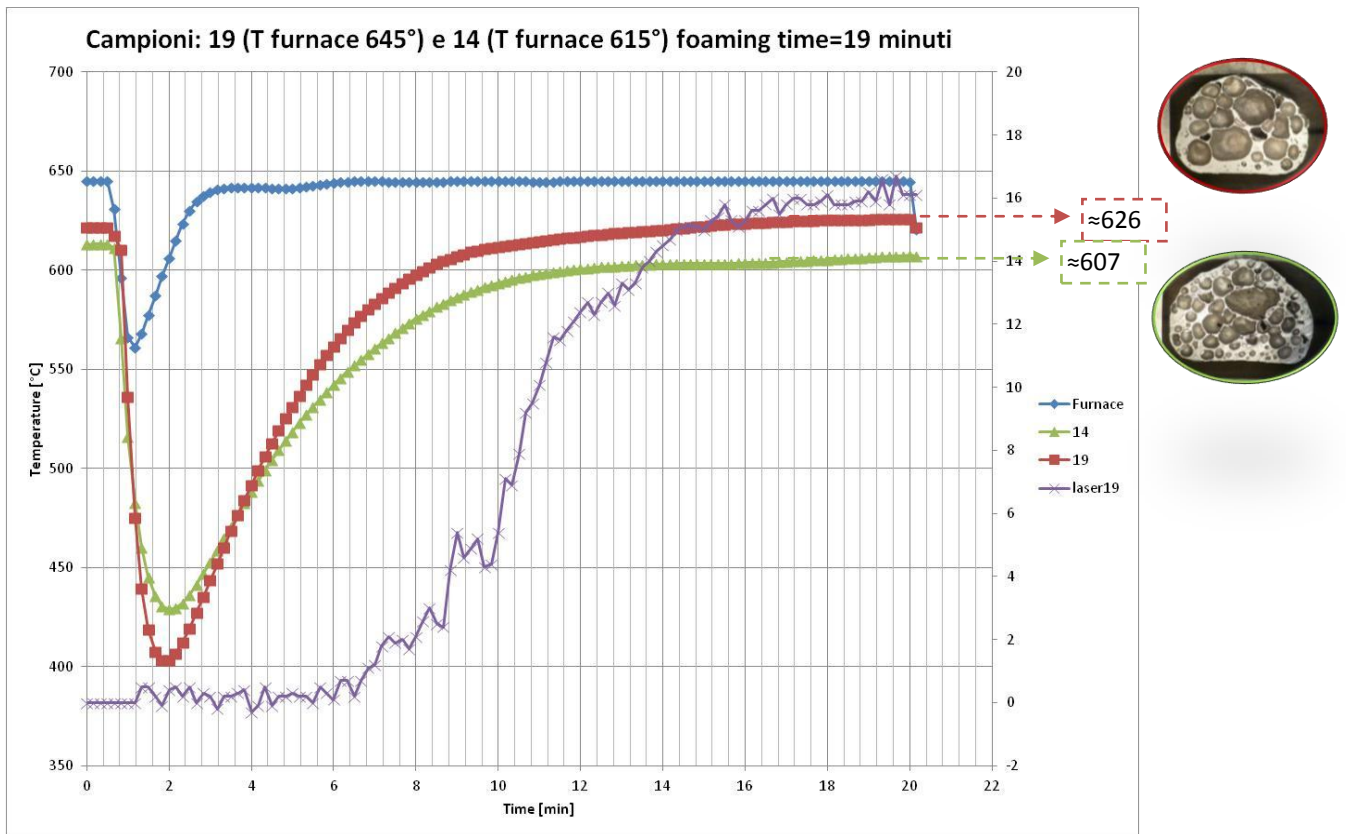


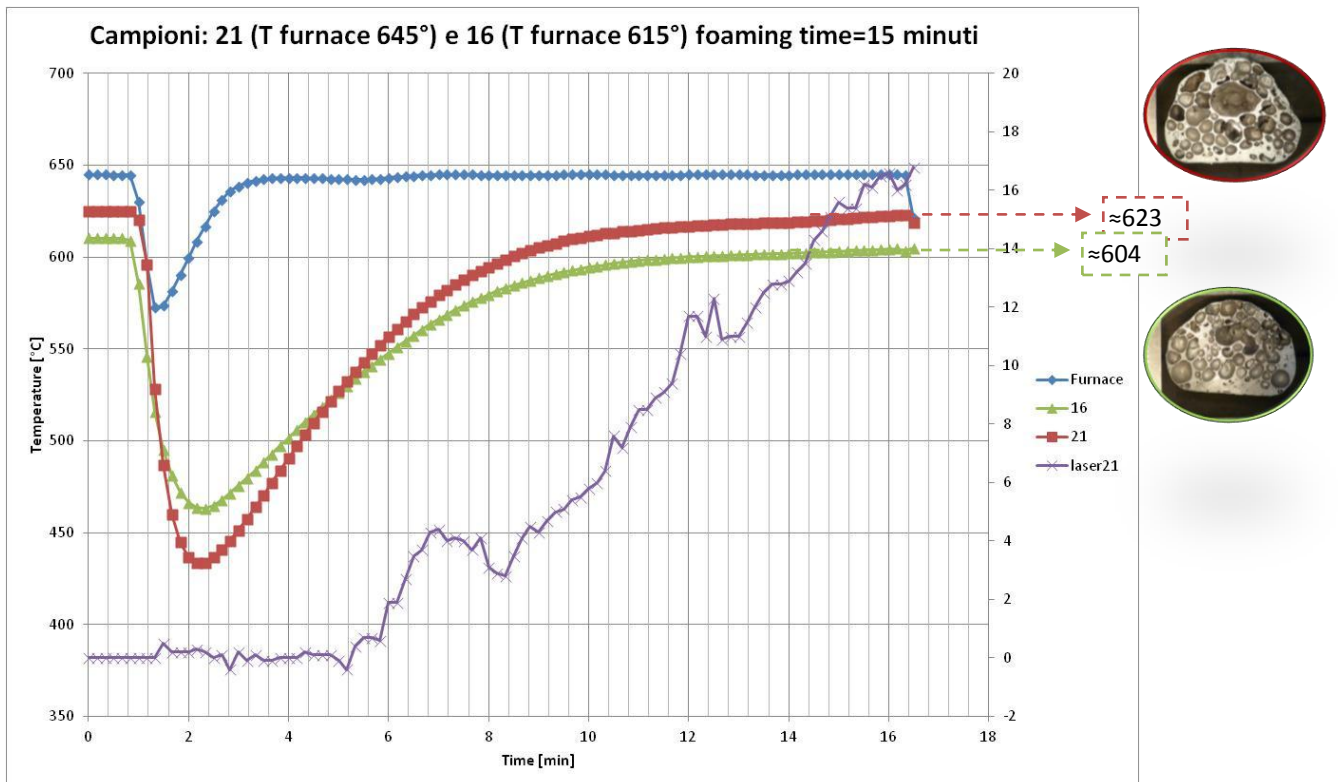
Figura 32: Media e deviazione standard relative all'espansione per i due livelli di temperatura di tutte le prove

Il gradiente di espansione fra 5 e 13 minuti dopo l'introduzione del campione, per la temperatura di 645°C è pari a circa 1,7 mm/min, mentre per la temperatura di 615° è limitato a circa 0.5 mm/min. Le figure successive confermano l'influenza della temperatura del campione e del tempo sull'espansione e sulla densità ma soprattutto sulla distribuzione in termini di numero e dimensioni delle porosità.





**Figura 33: Influenza della temperatura del campione: 19-14**



**Figura 34: Influenza della temperatura del campione: 21-16**

Alla temperatura del campione di circa 625 °C si osserva, come ipotizzato esaminando la curva di espansione (che presenta un andamento asintotico dopo i 15 minuti) una coalescenza delle porosità, che

diventano più grandi e meno numerose. Risultano invece confrontabili i risultati in termini di distribuzione delle porosità e densità ottenuti per il campione 21 (T<sub>sample</sub> circa 623°, tempo 15 minuti, H=21.5 mm e densità 0.51 g/cc) con quelli del campione 14 (T<sub>sample</sub> circa 607, tempo 19 minuti, H= 20.8 e densità 0.56).

### Analisi DoE dei piani sperimentali

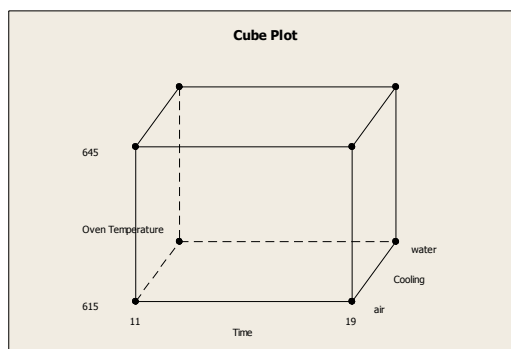
L’approccio statistico del Design of Experiments fornisce indicazioni probabilistiche sull’influenza dei parametri di ingresso sui parametri di risposta dei piani sperimentali realizzati (in questo caso piani fattoriali completi).

#### Analisi DoE del piano sperimentale ridotto fra 11 e 19 minuti

La prima analisi DoE è effettuata tralasciando le prove con tempo di permanenza 15’ e analizzando le rimanenti come se derivassero da un piano sperimentale 2<sup>3</sup>.

I parametri ed i livelli di ingresso sono:

- 2 livelli di temperatura (615 e 645°C);
- 2 livelli di tempo (11’ e 19’);
- 2 livelli di raffreddamento (air; water).



**Figura 35: Piano sperimentale ridotto per analisi della significatività dei fattori**

I parametri di risposta analizzati sono l’espansione finale misurata con calibro (H) e la densità misurata con il procedimento spiegato in Figura 9. La Tabella 1 riassume il piano sperimentale ripetuto in due repliche.

StdOrder	RunOrder	Time [minute]	Oven [°C] Temperature	Cooling	H [mm]	Density [g/cc]
17	1	11	615	air	9,5	1,71
7	2	11	615	water	8,7	1,78
23	3	11	645	air	15,6	0,91
3	4	11	645	water	15,3	0,98
13	9	19	615	air	13,6	1,11
11	10	19	615	water	23,4	0,65
19	11	19	645	air	20,0	0,56
5	12	19	645	water	26,5	0,43
18	13	11	615	air	14,2	1,13
8	14	11	615	water	9,7	1,59
24	15	11	645	air	20,3	0,57
4	16	11	645	water	12,5	1,06
14	21	19	615	air	20,4	0,56
12	22	19	615	water	25,8	0,63
20	23	19	645	air	20,1	0,52
6	24	19	645	water	31,5	0,55

**Tabella 3: Piano fattoriale ridotto a 3 parametri e 2 livelli**

Nella Figura 36 sono riportate le analisi di Pareto, che sfrutta la distribuzione t-student con gradi di libertà pari ai gradi di libertà dei termini di errore, per determinare la significatività degli effetti principali. Il limite



riguardo la significatività, nei grafici è rappresentato dal superamento del valore della linea rossa. Per quanto riguarda l'espansione gli effetti principali significativi ( $\alpha=0.05$ ) sono in ordine di importanza:

- il tempo di schiumatura;
- l'interazione fra tempo e tipo di raffreddamento;
- la temperatura del forno.

Per quanto riguarda la densità sempre in ordine di importanza abbiamo:

- il tempo di schiumatura;
- la temperatura del forno.

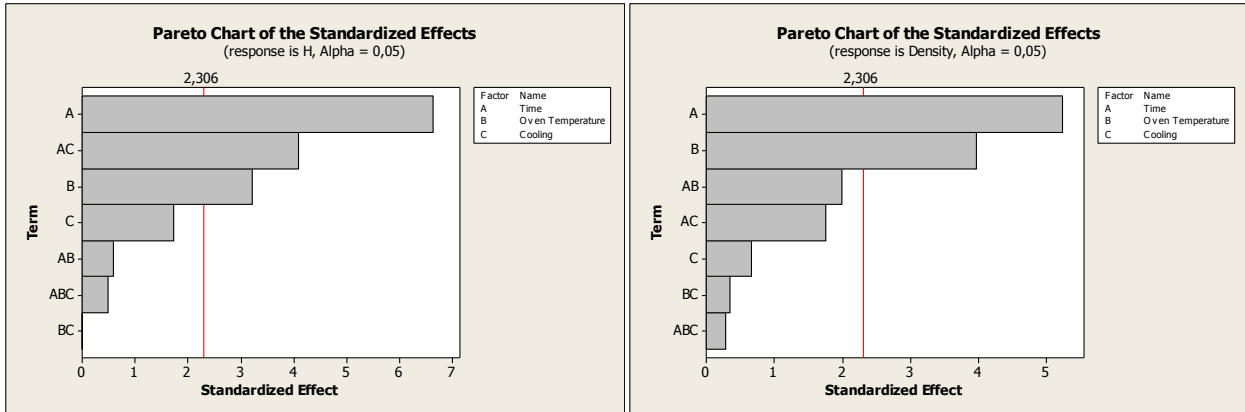


Figura 36: Analisi PARETO della influenza dei parametri e delle interazioni fra parametri sull'espansione e la densità

Lo stesso risultato viene mostrato nei grafici relativi all'analisi "Half Normal" (Figura 37). Mentre rielaborando l'analisi Pareto solo ai parametri risultati significativi nell'analisi complessiva si conferma una maggiore influenza del tempo rispetto alla temperatura almeno dei range di parametri considerato (Figura 38).

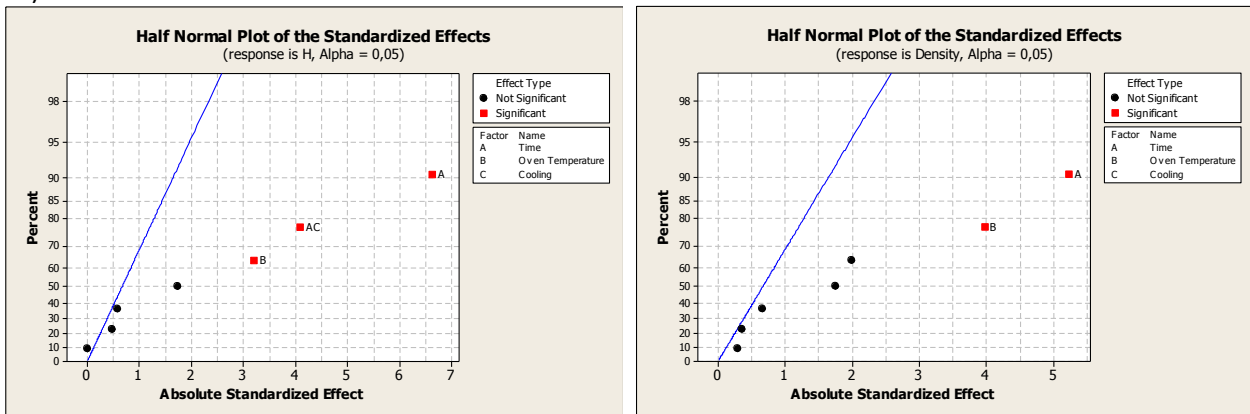


Figura 37: Analisi Half Normal della influenza dei parametri e delle interazioni fra parametri sull'espansione e la densità

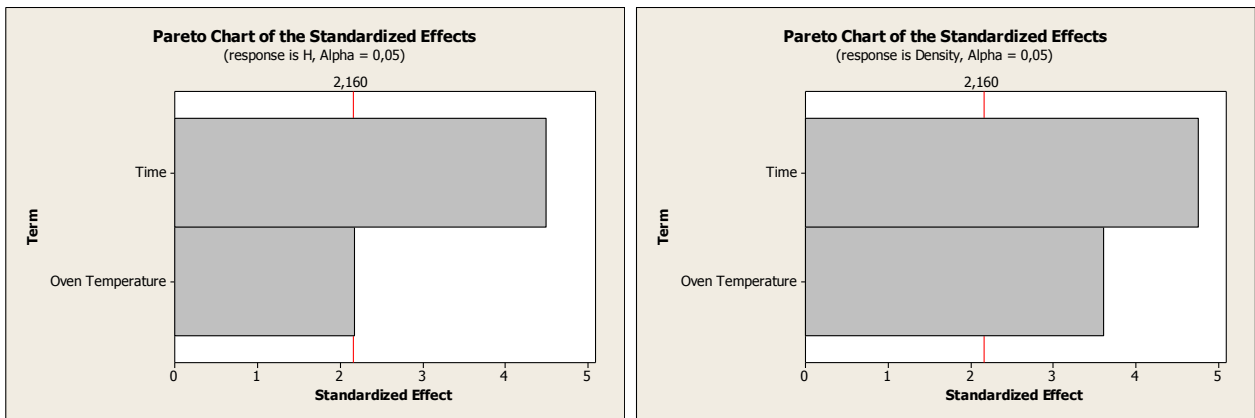


Figura 38: Analisi PARETO della influenza solo dei parametri significativi

Anche con un'analisi statistica estremamente ridotta si raggiunge la stessa conclusione. I grafici di Figura 39 mostrano infatti come le linee di tempo e temperatura abbiano una inclinazione elevata quindi un grande effetto mentre il tipo di raffreddamento ha un'influenza limitata.

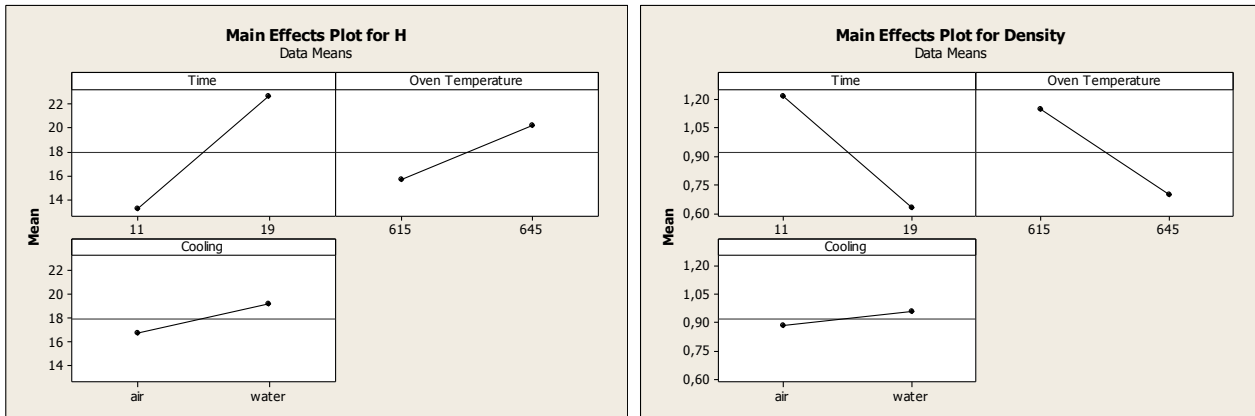


Figura 39: Effetti medi dei fattori sui parametri di risposta (H & Density)

Con l'ausilio del programma Minitab è possibile creare grafici interpolati a livelli di colore per i parametri di risposta, e grafici con limiti definiti di parametri di risposta che mostrano la possibile finestra dei parametri entro cui vanno ricercati i valori ottimali. La Figura 40 mostra l'andamento della densità in funzione della temperatura del forno e del tempo di prova.

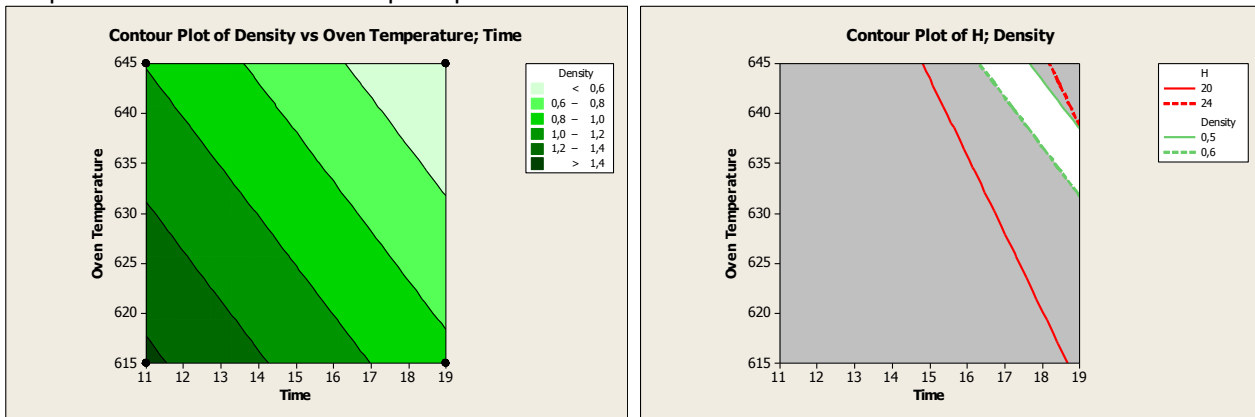


Figura 40: Grafico dell'andamento della densità in funzione della temperatura del forno e del tempo e finestra di desiderabilità calcolata nell'intervallo 11-19 minuti (raffreddamento acqua)

In via differente, per la definizione dei parametri ottimizzati in funzione di una desiderato target dei parametri di risposta, è possibile utilizzare la funzione di ottimizzatore di Minitab di cui un esempio è riportato in Figura 41.

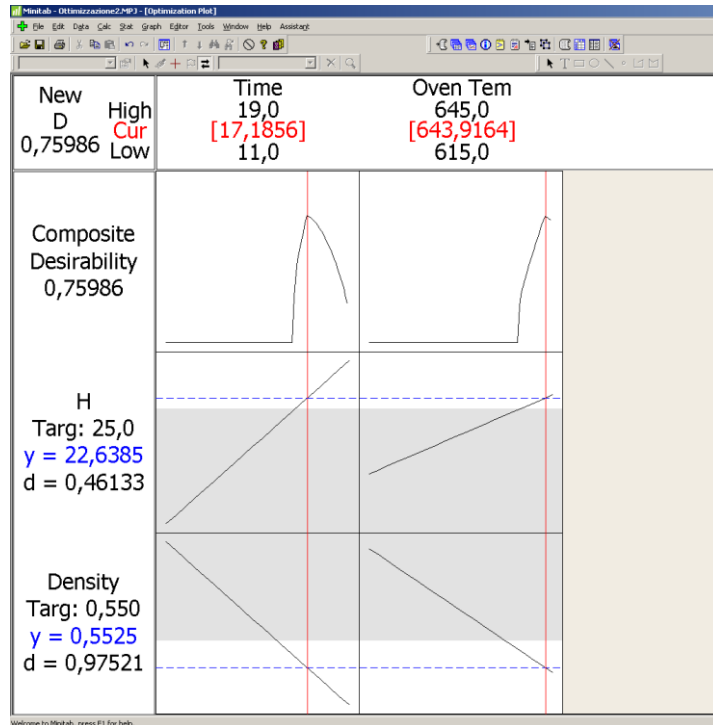


Figura 41: Ottimizzatore dei parametri per una data combinazione obiettivo dei parametri di risposta

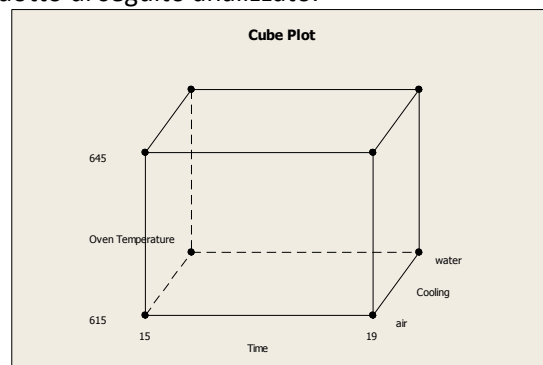
### Analisi DoE del piano sperimentale ridotto fra 15 e 19 minuti

Le stesse analisi sono state effettuate considerando però le prove con tempo di permanenza in forno di 15 minuti al posto di quelle con 11 minuti, in quanto tale tempo ridotto non dà luogo a risultati interessanti ai fini degli obiettivi del progetto e le successive elaborazioni sono probabilmente distanti dalla realtà del processo.

La (Figura 42) sintetizza il nuovo piano sperimentale ridotto di seguito analizzato.

- 2 livelli di temperatura (615 e 645°C);
- 2 livelli di tempo ( 15 e 19);
- 2 livelli di raffreddamento (air; water).

Figura 42: Piano sperimentale ridotto per analisi della significatività dei fattori



L’aspetto interessante è nella valutazione mediante Pareto della significatività dei fattori che in questo caso varia leggermente per quanto riguarda l’espansione (Figura 43). In particolare, con i dati riferiti ai tempi di 15 e 19 minuti il sistema di raffreddamento acquisisce un maggior peso e questo è legato molto probabilmente al fatto che con tempi maggiori il raffreddamento in aria fa sì che alle temperature inferiori il calore ceduto dal crogiolo in rame (la cui massa è 40 volte quella del materiale schiumato) fornisce calore che permette di incrementare l’espansione. Per temperature più alte e tempi lunghi invece ci può essere un effetto opposto ovvero la maggiore fluidità dell’alluminio, che non essendo immediatamente congelato provoca una lieve riduzione dell’espansione.

L'analisi degli effetti medi dei fattori su espansione e densità (Figura 44) mostra come in questo intervallo di tempi, la temperatura del forno sia il fattore più importante, mentre si riduce l'influenza del tempo e aumenta leggermente quella del modo di raffreddamento. Infine anche in questo caso il minitab permette di avere una visione immediata dell'andamento dei parametri di risposta in funzione dei parametri di ingresso grazie alla realizzazione dei grafici a superfici in mappe di colori e all'imposizioni di curve limite sovrapposte dei parametri che permettono di identificare le finestre dei parametri ottimali (Figura 45).

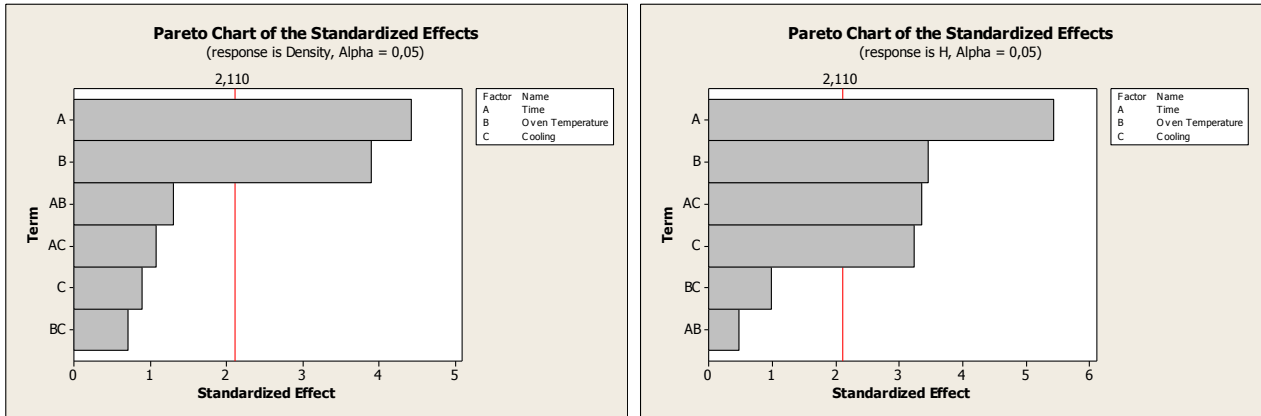


Figura 43: Analisi PARETO della influenza dei parametri e delle interazioni fra parametri sull'espansione e la densità per le temperature di fornace di 615 e 619 °C

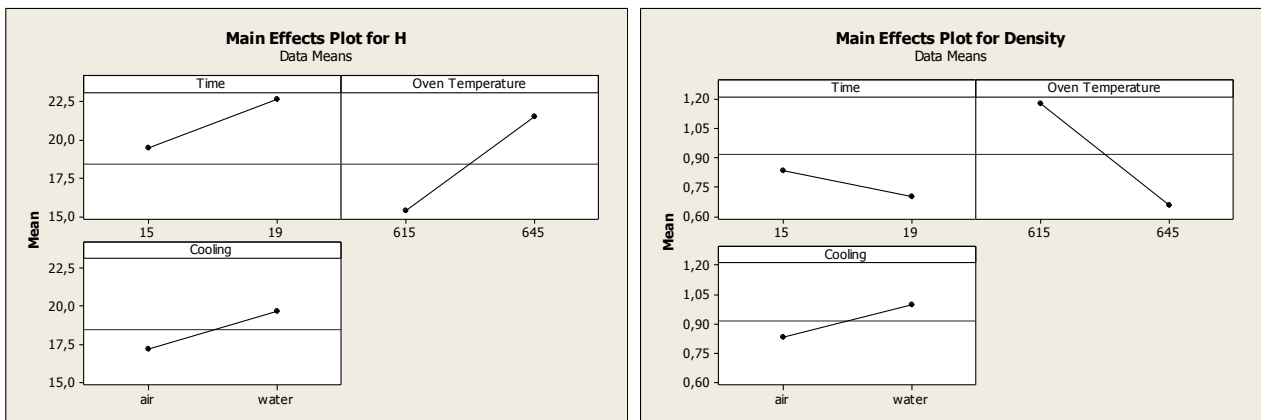


Figura 44: Effetti medi dei fattori sui parametri di risposta (H & Density)

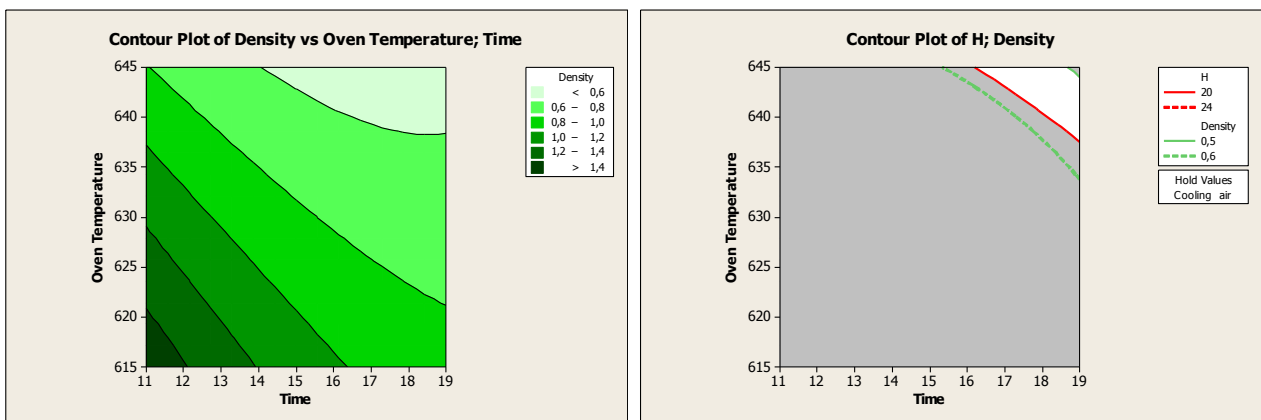


Figura 45: Grafico dell'andamento della densità in funzione della temperatura del forno e del tempo e finestra di desiderabilità calcolata nell'intervallo 15-19 minuti (raffreddamento acqua)

### Analisi DoE del piano sperimentale complessivo

Accorpendo nuovamente tutti i dati in un unico piano fattoriale con tre livelli di tempo otteniamo i grafici di interazione della Figura 46. In particolare, per quanto riguarda l'espansione:

- la variazione di temperatura del forno ha effetto maggiore col tempo di prova di 15 minuti e in ogni caso con l'aumentare della temperatura aumenta l'espansione;
- il differente sistema di raffreddamento ha maggior effetto per il tempo di prova di 19 minuti e ha effetti contrastanti fra i piccoli e i grandi tempi di permanenza;
- il modo di raffreddamento ha maggior effetto per le temperature più alte.

Per quanto riguarda la densità:

- la variazione di temperatura del forno ha i maggiori effetti relativi per tempi decrescenti da 19 a 11 minuti;
- il differente sistema di raffreddamento ha influenza molto limitata che diminuisce con l'incremento dei tempi di permanenza in forno;
- il differente sistema di raffreddamento ha effetti maggiori a 615° mentre ha un effetto assai limitato a 645°C;

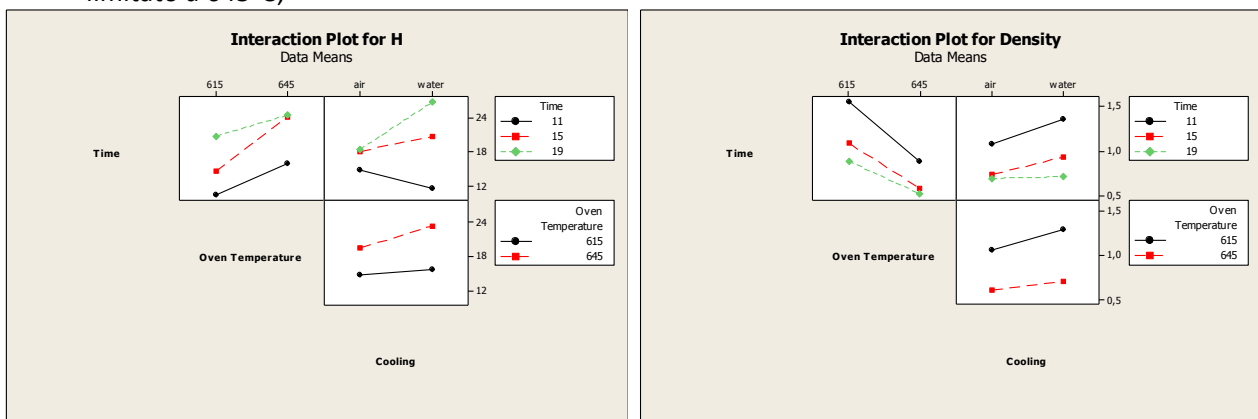


Figura 46: Grafici di interazione fra i parametri del piano fattoriale completo

Nella figura seguente è riportato l'andamento della densità in funzione di tempo e temperatura della fornace e il grafico inerente la possibile finestra di ricerca dei parametri ottimali per avere una densità compresa fra 0.5 e 0.6 mm ed un'altezza della schiuma fra 20 e 24 mm.

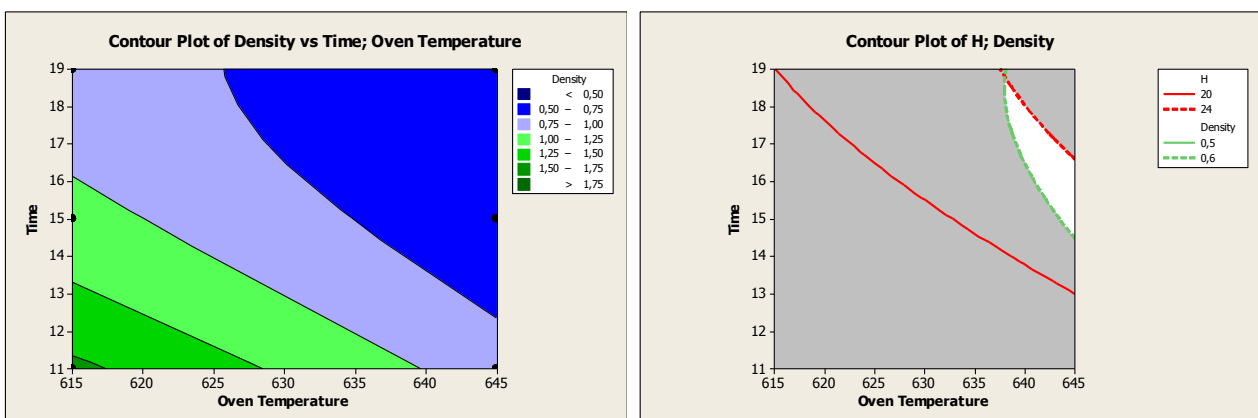


Figura 47: Grafico dell'andamento della densità in funzione della temperatura del forno e del tempo e finestra di desiderabilità per il piano sperimentale complessivo.

**Analisi DoE del piano sperimentale considerando le temperature dei campioni**

Come evidenziato nell’analisi delle curve di riscaldamento dei piattelli porta-crogiolo e nelle correlazioni con i risultati finali macrografici, le analisi DoE effettuate considerando la temperatura del forno sono in parte affette dall’errore di considerare repliche esperimenti che tali sono soltanto in teoria: infatti si è visto come la temperatura dei campioni possa essere sensibilmente diversa pur nelle stesse condizioni di prova. Si è deciso così, sulla base delle reali temperature rilevate sui piattelli durante le prove, di definire un nuovo piano sperimentale in cui, pur in assenza di repliche, si hanno:

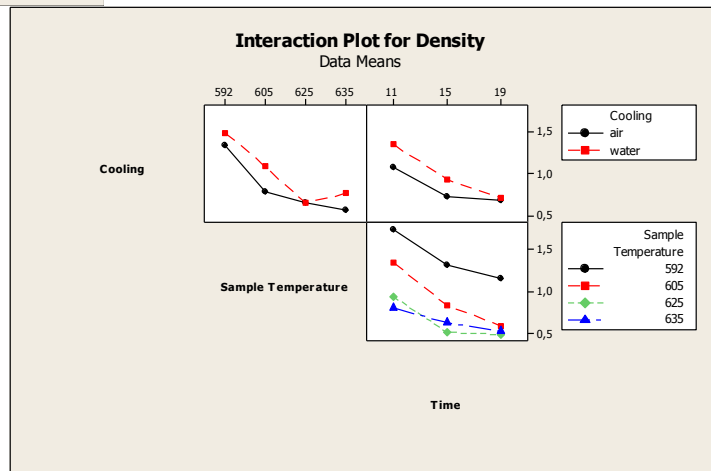
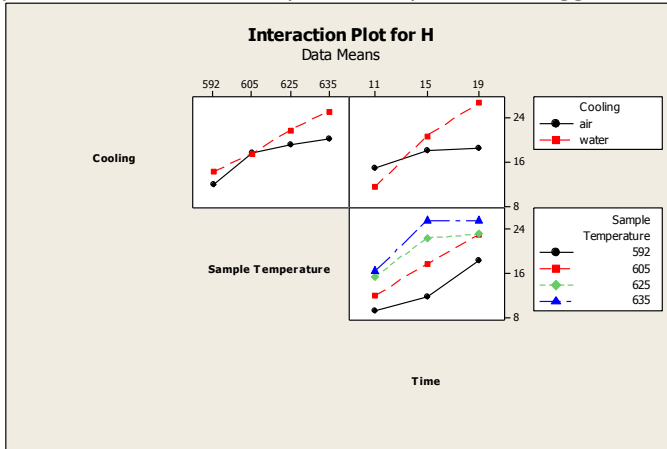
- 3 livelli di tempo
- 4 livelli di Temperatura, in questo caso definita come Tsample (592, 605, 625 e 635 °C)
- 2 livelli di modalità di raffreddamento.

StdOrder	RunOrder	Time [minute]	Sample [°C] Temperature	Cooling	H [mm]	Density [g/cc]
17	1	11	592	air	9,5	1,71
7	2	11	592	water	8,7	1,78
23	3	11	625	air	15,6	0,91
3	4	11	625	water	15,3	0,98
15	5	15	592	air	12,6	1,18
9	6	15	592	water	10,7	1,47
21	7	15	625	air	21,5	0,51
1	8	15	625	water	23,5	0,53
13	9	19	592	air	13,6	1,11
11	10	19	592	water	23,4	1,22
19	11	19	625	air	20,0	0,56
5	12	19	625	water	26,5	0,43
18	13	11	605	air	14,2	1,13
8	14	11	605	water	9,7	1,59
24	15	11	635	air	20,3	0,57
4	16	11	635	water	12,5	1,06
16	17	15	605	air	18,6	0,65
10	18	15	605	water	17,1	1,04
22	19	15	635	air	20,0	0,59
2	20	15	635	water	31,5	0,68
14	21	19	605	air	20,4	0,56
12	22	19	605	water	25,8	0,63
20	23	19	635	air	20,1	0,52
6	24	19	635	water	31,5	0,55

**Tabella 4: Piano fattoriale completo con 4 livelli di temperatura campione e 2 livelli di tempo e raffreddamento**

L’analisi dell’interazione dei parametri, considerando le temperature reali dei campioni, è riportata in Figura 48. Per quanto riguarda l’espansione si osserva che, per il raffreddamento in acqua, vi è una crescita lineare quasi costante per tutto il range di temperature, e con tale raffreddamento si raggiungono i valori maggiori. Con raffreddamento in aria si osserva un cambiamento di pendenza per la temperatura di 605 °C. Questo può essere spiegato considerando che il raffreddamento in aria è più lento e quindi nel campione estratto dal forno la pressione dell’idrogeno nelle bolle scende mentre le pareti delle stesse restano più a lungo in uno stato abbastanza fluido da farle parzialmente collassare. Per quanto riguarda l’influenza del

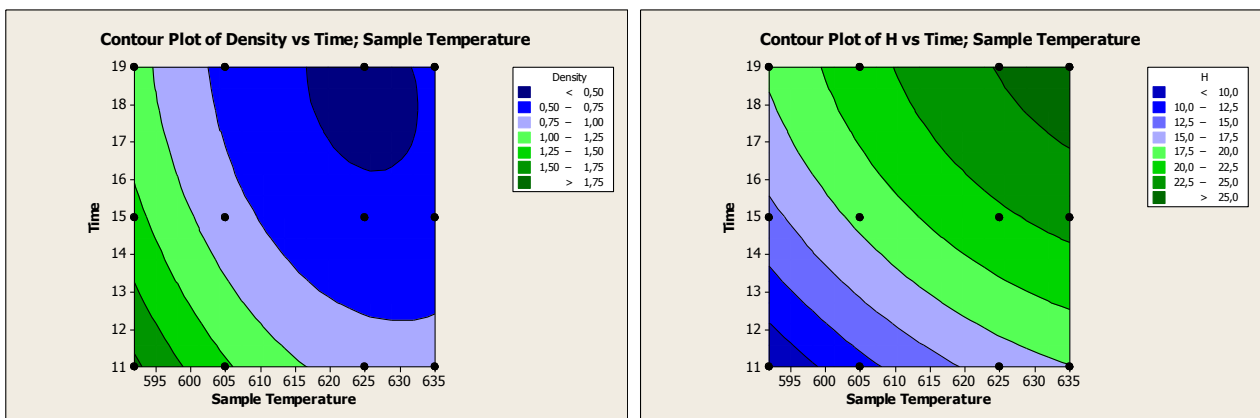
tempo, mentre per le temperature più basse si ha una crescita lineare (che con  $T_{sample} = 605^{\circ}\text{C}$  è praticamente costante) per le temperature maggiori, superati i 15 minuti l'espansione si blocca.



**Figura 48: Grafici di interazione fra i parametri del piano fattoriale completo considerando le temperature dei campioni**

Gli effetti sulla densità sono simili ma inversi. Ovvero al crescere della temperatura si osserva una riduzione della densità più marcata fra  $592$  e  $625^{\circ}\text{C}$  mentre per l'ultimo tratto si osserva una riduzione limitata (con raffreddamento in aria) ed addirittura un'inversione di tendenza per il campione raffreddato in acqua (in questo ha un peso essenziale la prova 4 la cui espansione è stata anomala rispetto all'atteso). Anche per la densità il tempo di permanenza ha un'influenza maggiore nel primo tratto da 11 a 15 minuti mentre si riduce nel secondo tratto da 15 a 19 minuti in particolare per le temperature più alte.

I grafici a superfici della Figura 49 sintetizzano l'andamento medio dell'espansione (H) e della densità.



**Figura 49: Grafico dell'andamento dell'espansione e della densità in funzione della temperatura del campione e del tempo.**

L'utilizzo dell'ottimizzatore o dei grafici di inserzione permettono di identificare i parametri di prova per una desiderata coppia di valori di espansione e densità consentendo, in generale, di ottimizzare i parametri considerando fino a 25 parametri di risposta con differente peso ed importanza.

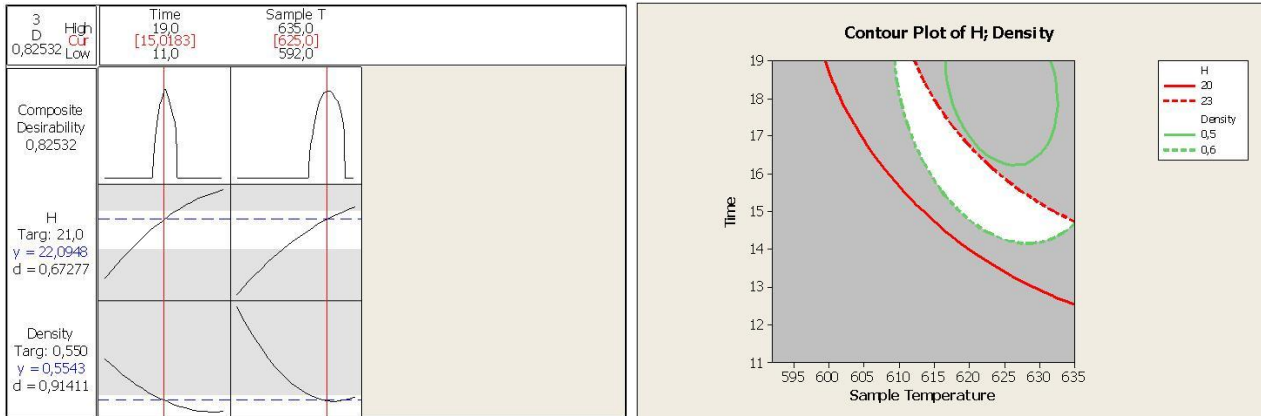


Figura 50: Ottimizzazione dei parametri di risposta con Minitab.



## CAPITOLO2

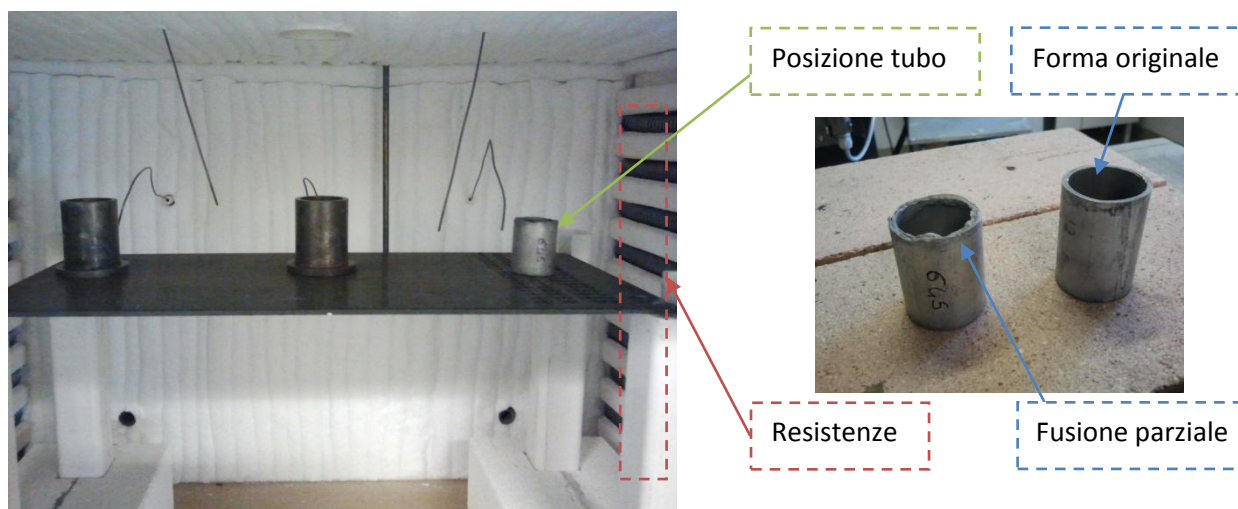
### Schiumatura in profilati estrusi

## Schiumatura in profilati cilindrici

Lo studio effettuato nel primo capitolo ha permesso di individuare un range di temperature e di tempi entro cui poter lavorare per ricercare i parametri di schiumatura all'interno di profili estrusi della serie AA6060.

Le analisi DSC riportate nel report RdS/2011/204 mostrano infatti come la temperatura di fusione della specifica lega sia di 652.9°C in linea con i riferimenti di letteratura, che pongono la temperatura di fusione per questa lega nel range compreso fra 651 e 654°C.

La temperatura massima di fornace dei test è stata infatti limitata volutamente a 645°C e durante tali test, per tutto il tempo di permanenza delle prove è stato posizionato un "testimone" in prossimità degli elementi irraggianti in modo da verificare che durante i transitori di riscaldamento per il mantenimento della temperatura non vi fosse il superamento della temperatura di fusione.



**Figura 51: Test di stabilità del profilato estruso.**

La Figura 51 mostra come in realtà un'esposizione prolungata del profilato estruso nella zona prossima alle resistenze porta localmente ad una fusione parziale, ovvero, una volta che il profilato estruso raggiunge la stabilità della temperatura a 645° C, l'irraggiamento necessario a compensare le perdite di calore del forno anche se limitato al 6-8% in media<sup>2</sup>, porta in corrispondenza dei bordi liberi superiori del campione al superamento della temperatura di 651,9 °C.

## Set Up con profilati estrusi cilindrici

Il set up di prova, in termini di rilievo della temperatura e posizionamento dei campioni, è simile a quanto fatto per la schiumatura del solo precursore. In particolare, sono cambiate le masse in gioco mentre rimane il crogiolo in rame.

I campioni di precursore sono passati da circa 5 g a circa 12 g suddivisi in due parti di diametro 10 mm e altezza 30 mm a cui va aggiunto il profilato estruso che ha diametro 30 mm, spessore di parete di 2 mm ed altezza 40 mm con un peso di circa 18g.

Come mostrato nella Figura 52 lo spezzone di estruso ed i due precursori sono inseriti nel crogiuolo di rame. Due campioni così preparati sono posizionati al centro del forno e sul lato sinistro come mostrato in Figura 51. Considerati i problemi di infiltrazione dell'aria di raffreddamento del sistema di misura laser, per questi test non è stato registrata l'espansione on line, in modo da perturbare meno possibile la distribuzione di temperatura nel forno.

<sup>2</sup> Benché il controllore del forno sia del tipo PID, l'uscita di regolazione è digitale (on/off) e la modulazione della potenza è ottenuta variando il duty cycle su un periodo base dell'ordine di 10 secondi.



Figura 52: Preparazione per test di schiumatura in estrusi cilindrici di AA6060 di diametro 30 mm ed altezza 40 mm

## Test di schiumatura in profilati estrusi cilindrici

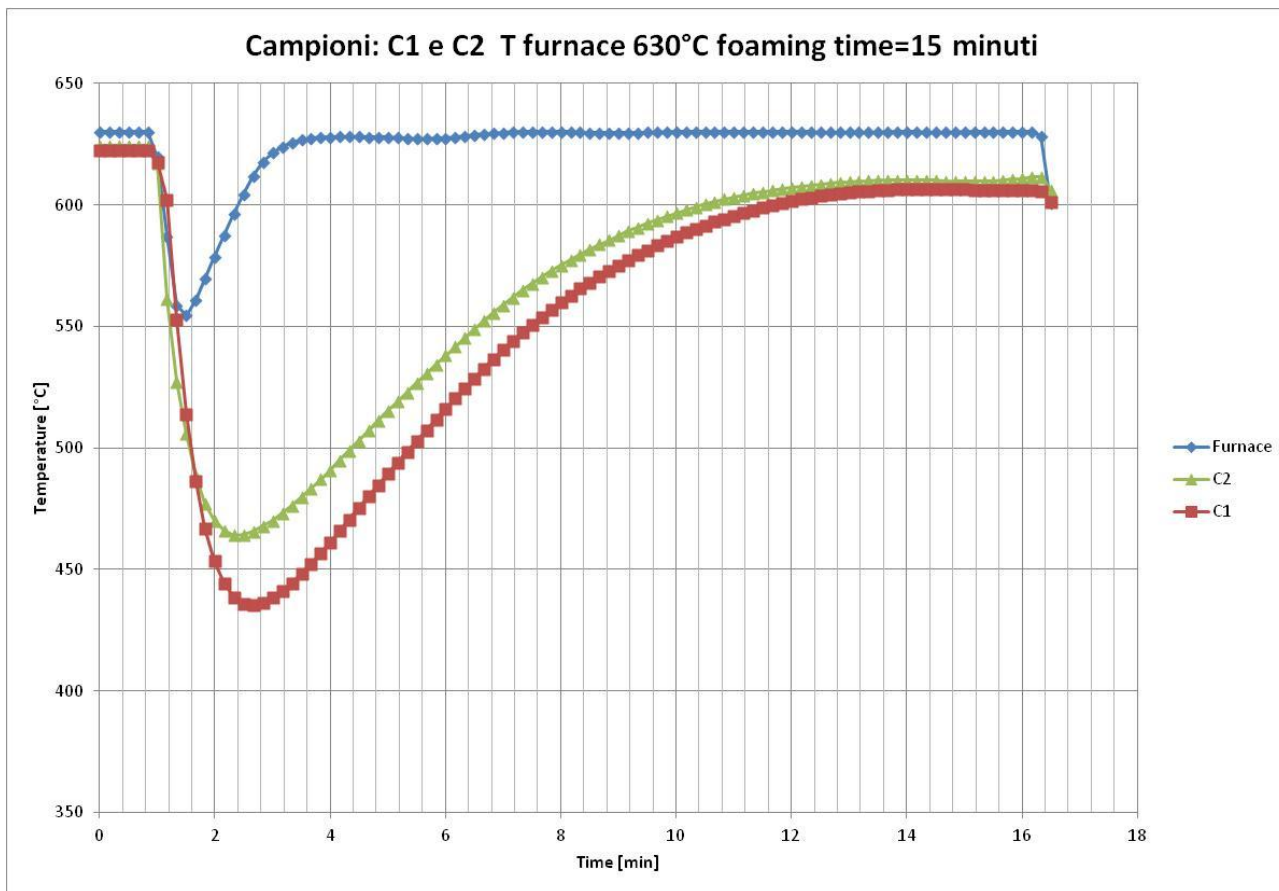
Dal grafico di Figura 50, che sintetizza i test fin qui realizzati, risulta che dal precursore eutettico AlSi10 si possono ottenere schiume con densità  $0.55\text{g/cm}^3$  operando con una temperatura del campione fra 610 e 630 °C. I test effettuati sono stati i seguenti:

ID	T fornace [°C]	Posizione	Tsample [°C]		Foaming Time [min]
			Equilibrio	Finale	
C1	630	Centro	622.5	606	15
C2	630	Sx	624.5	611	15
C3	630	Centro	625	617.5	20
C4	630	Sx	628	623.5	20

Tabella 5: Test su campioni cilindrici di 40 mm di altezza

In Tabella 5 sono riportate sia le temperature all'equilibrio, raggiunte dai due piattelli prima dell'inserimento dei campioni, sia la temperatura finale rilevata a fine prova. La temperatura dei piattelli all'equilibrio, con otturatore chiuso, differisce di pochi gradi (2-3 °C): questa differenza si amplifica raggiungendo 5-6 °C a fine prova indicando la possibilità di avere delle differenze di schiumatura fra i campioni posizionati al centro e quelli posizionati a sinistra (vicino alle resistenze).

Le figure seguenti riportano il dettaglio delle curve di riscaldamento dei campioni e i risultati finali in termini di aspetto esterno e sezione macrografica.



**Figura 53: Rilievo delle temperature dei piattelli per i test C1 e C2**

La Figura 53 riporta l'andamento delle temperature per la prova riguardante i campioni C1 e C2. In particolare si osserva che la temperatura di fornace viene ripristinata in poco più di 2 minuti dalla chiusura della porta mentre la temperatura dei piattelli raggiunge un andamento asintotico (superando i 600°C) solo dopo circa 12 minuti dalla chiusura della porta del forno, con tempi di circa 2 minuti maggiori rispetto al caso della schiumatura del solo precursore.



**Figura 54: Aspetto del campione C1 e macro della sezione trasversale**



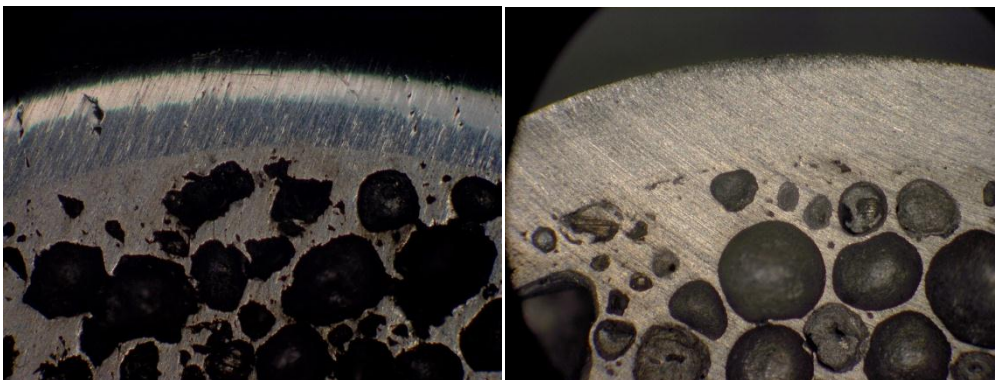
La Figura 54 mostra il campione C1 centrale in cui l'espansione non ha raggiunto i valori previsti per ridurre la densità della schiuma a  $0.55 \text{ g/cm}^3$ . Inoltre, si osserva ancora la divisione dei due precursori utilizzati per la prova. La sezione macrografica realizzata a metà campione mostra pori di dimensione di 2-3 mm in periferia che crescono di dimensione verso il centro.



**Figura 55: Aspetto del campione C2 e macro della sezione trasversale**

La Figura 55 relativa al campione C2, più vicino alla parete del forno e alle resistenze, mostra un maggiore rigonfiamento e in superficie non è più distinguibile la separazione tra i pezzi di precursore originali che tuttavia è possibile notare nella sezione macrografica.

In entrambi i casi un risultato inatteso è l'intimo legame che si osserva fra core in schiuma e profilato estruso. Per quanto siano infatti ancora ben distinguibili, dato il differente colore delle due leghe, sulla maggior parte della circonferenza si ha una struttura continua. La Figura 56 riporta i particolari per i campioni C1 e C2: la forma delle bolle in C2 è più omogenea e tondeggiante rispetto a C1.



**Figura 56: Particolari pelle-core dei campioni C1 e C2**

La Figura 57 mostra i profili delle temperature dei piattelli per i campioni C3 e C4. Interessante notare come per entrambi i profili esista un lieve flesso che si verifica dopo circa 6 minuti dal superamento dei  $600^\circ\text{C}$ . Tale flesso se pur meno visibile è evidente anche per il campione C2 nello stesso intorno di tempo del campione C4. Molto probabilmente questa lieve riduzione di temperatura rilevata dalla termocoppie è legata alla richiesta di calore della reazione di dissociazione dell'idruro di titanio.

L'espansione dei precursori in questo caso ha portato al risultato cercato ovvero un'espansione per l'intera dimensione dell'estruso che porta ad una densità del core inferiore a  $0.55 \text{ g/cm}^3$  in entrambi i casi.

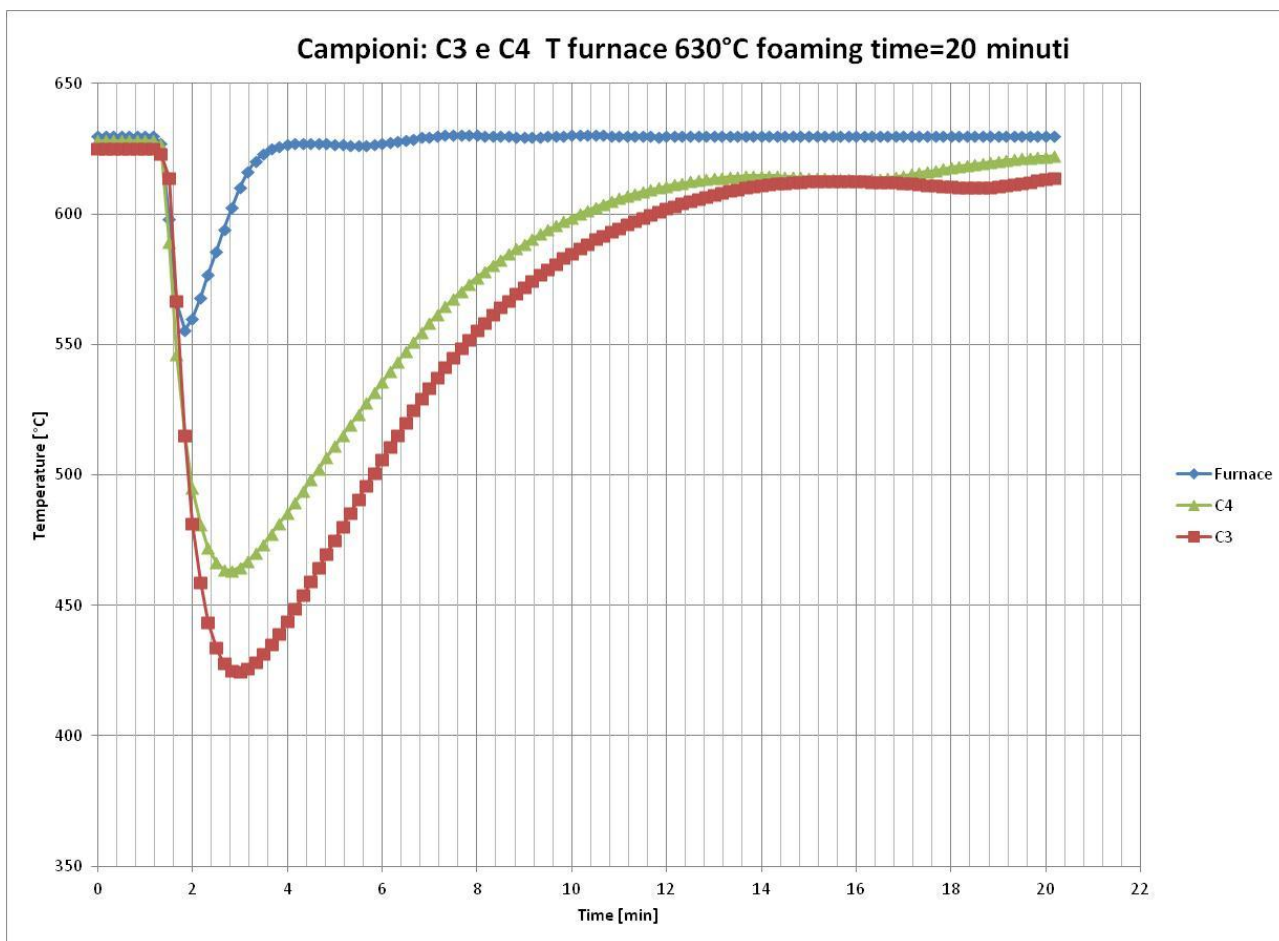


Figura 57: Rilievo delle temperature dei piattelli per i test C3 e C4

La Figura 58 riporta l'aspetto e la sezione macrografica del campione C3 per il quale non vi è più traccia della divisione originale dei due precursori. I pori sono omogenei sempre con una tendenza alla crescita dalla periferia verso il centro.



Figura 58: Aspetto del campione C3 e macro della sezione trasversale

Risultato simile anche per la prova C4 che come atteso presenta una dimensione media dei pori maggiore.





**Figura 59: Aspetto del campione C4 e macro della sezione trasversale**

Ulteriori due prove di schiumatura sono state effettuate per valutare il comportamento del sistema triplicando le dimensioni dei campioni. Ovvero si è passati da cilindri estrusi di lunghezza 40 mm a cilindri estrusi di lunghezza 120mm ed allo stesso modo si è triplicata la dimensione dei precursori che sono passati da 30 mm a 90 mm di lunghezza.

Questo comporta un incremento in termini di masse da un complessivo di 30 grammi a 90 grammi.

I risultati sono mostrati in Figura 60 ed evidenziano come i parametri di schiumatura siano direttamente collegati alle masse in gioco.



**Figura 60: Aspetto del campione C5 e C6**

Utilizzando infatti gli stessi parametri di schiumatura dei campioni C3 e C4 si è osservato come il campione C6, vicino alla parete, porti ad una schiumatura dei verdi per il 77% circa del volume contro il 100% mostrato dal campione C4. Il risultato del C5, nel centro, ha portato invece ad una schiumatura solo parziale dei precursori con la parte in sommità con una schiumatura del tutto parziale.

Ulteriore aspetto riguarda l'assenza delle pareti del crogiolo per la parte di campione oltre i 40 mm di altezza dei campioni. Questo ha comportato per il campione C6 il superamento della resistenza del cilindro con spanciamiento locale, facilmente giustificabile vista la prossimità alla temperatura di fusione e l'assenza di sostegno laterale.

L'influenza della massa è ben visibile comparando i grafici di temperatura dei piattelli. Mentre i profili di temperatura delle prove C1 e C3 mostrano, per il tempo in comune, un andamento della temperatura simile avendo le stesse masse in gioco come allo stesso modo le prove C2 e C4 dei campioni laterali, per i campioni C5 e C6 si ha una sostanziale differenza rispetto ai campioni C3 e C4 a parità di parametri impostati.

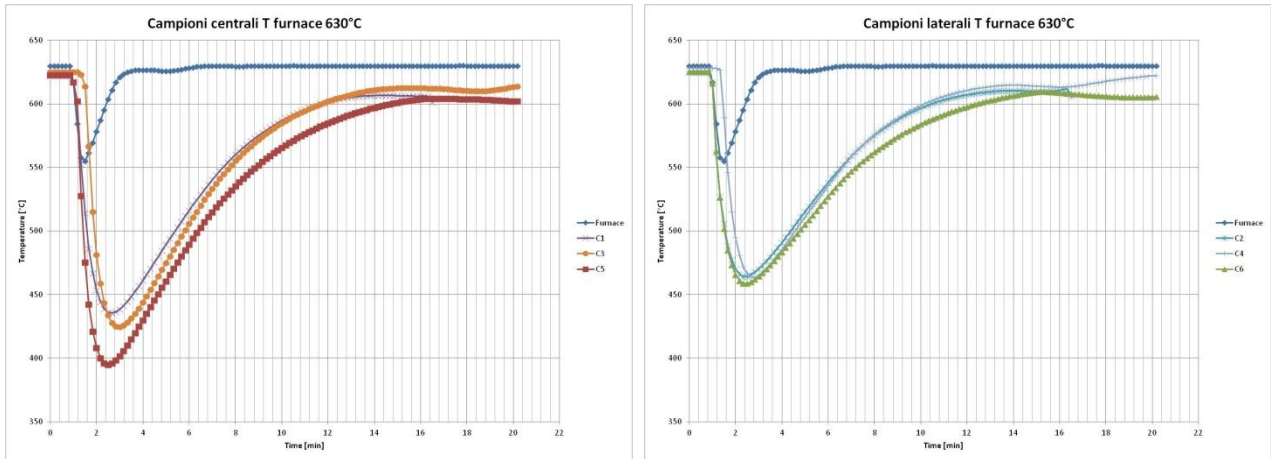


Figura 61: Confronto fra i profili di temperatura per i diversi campioni

Per completezza, il campione C6 è stato sezionato longitudinalmente. La Figura 62 mostra come nella parte bassa del campione si sia creato una sorta di tappo di spessore 1 mm. Le bolle crescono di dimensione man mano che si sale verso il centro del campione per poi ridursi al di sotto di 1 mm.



Figura 62: Sezione Trasversale del Campione C6

## Conclusioni

Il lavoro ha permesso di ottimizzare i parametri di schiumatura dei precursori in AlSi10 in termini di dimensioni ma anche di densità. Per la realizzazione di granuli porosi è possibile fissare la temperatura del forno nel range 615-645°C ed ottenere densità fino a 0.50g/cm<sup>3</sup> con tempi compresi fra 15 e 17 minuti.

Per campioni di dimensione limitata non si è osservata una grossa differenza fra il raffreddamento in acqua e il raffreddamento in aria: in questo intervallo di temperature, poco al disopra della temperatura di fusione della lega, la riduzione di espansione e volume dovuta alla riduzione di pressione dell'idrogeno è stata limitata ed evidente solo per tempi eccessivi e temperatura di fornace di 645°C.

Il mancato utilizzo di acqua per il raffreddamento è stato testato con successo anche su campioni di dimensione rappresentativa di diametro 30 mm e altezza 40 mm.

Il raffreddamento in aria porta a manufatti che hanno una maggiore lucentezza e quindi un migliore aspetto superficiale esterno ed una forma più tondeggiante delle bolle interne.

L'espansione rilevata con sensore laser è stata sempre corrispondente all'espansione misurata "a freddo" con calibro fuori dal forno. Piccole riduzioni sono state osservate solo nel caso di raffreddamento in aria di campioni processati con temperature di fornace 645° e tempi maggiori di 15 minuti.

E' evidente un'influenza delle masse in gioco nell'ottimizzazione dei parametri di processo. Questo comporta che per ogni macrocomponente sviluppato è necessario eseguire una campagna di ottimizzazione dei parametri specifica.

Inoltre, i risultati cambiano notevolmente in funzione della posizione del campione nel forno, il che comporta la necessità di sviluppare degli schermi in corrispondenza degli elementi riscaldanti ed eventualmente introdurre un sistema di convezione forzata per aumentare l'omogeneità della temperatura.

I dati ottenuti sono in linea con quanto riportato in letteratura su leghe similari. In particolare, per la lega AlSi7, l'articolo di Duarte [3] studia un range di temperatura estremamente più ampio passando da 600 a 800°C. Nel nostro caso il range di temperatura è stato limitato alle temperature al di sotto della temperatura di fusione della lega di estrusione più diffusa (AA6060) in quanto l'obiettivo è la realizzazione di estrusi compositi con schiuma metallica.

La problematica riscontrata è certamente legata al fatto che con temperature limitate il processo di espansione è più lento e ben controllabile a patto di riuscire a garantire un riscaldamento omogeneo ed un controllo della temperatura accurato sul campione, eventualmente con appropriati cicli di settaggio del forno che potranno essere ottimizzati una volta a disposizione il modulo di carico e scarico automatico.

Tale modulo permetterà anche di utilizzare campioni di dimensione maggiore in posizione orizzontale garantendo una più uniforme distribuzione della temperatura nel precursore ed una minore influenza della gravità sulla distribuzione delle porosità.

Il risultato quasi sorprendente è che comunque, anche con temperature limitate sono stati realizzati dei campioni di estrusi rinforzati con schiuma, di dimensione in linea con gli obiettivi del progetto per il PAR 2011, con un legame fra core e pelle che a livello microscopico sembra avere un buon collegamento e buona tenacità.

In linea con gli obiettivi del progetto si è quindi passati dallo studio e l'ottimizzazione di campioni in DSC di diametro 6,5 mm e spessore 0.7 mm a campioni di 30 mm di diametro e 40 mm di altezza producendo un upscaling in termini di volume superiore a 1000 volte.

## Riferimenti bibliografici

- 1 E. Wolfsguber, A . Gandin “Schiume di alluminio prodotte con al metallurgia delle polveri: produzione, proprietà, applicazioni” Giornata di Studio Schiume metalliche: Produzione ed applicazioni Associazione Italiana Metallurgia , Milano 24 maggio 2012
- 2 J. Vogel et al., "Characterisation of strength behaviour of aluminium foam sandwiches under static load," Strain vol. 47, june 2011
- 3- I. Duarte and J. Banhart, "A study of aluminium foam formation, kinematics and microstructure", Acta Mater. 48 (2000) 2349-2362.