



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



*Ministero dello Sviluppo Economico*

## RICERCA DI SISTEMA ELETTRICO

Test di schiumatura e definizione dei parametri e degli apparati  
necessari alla produzione di schiume

*G. Barbieri, F. Padella*

Report RdS/2011/204

TEST DI SCHIUMATURA E DEFINIZIONE DEI PARAMETRI E DEGLI APPARATI NECESSARI ALLA  
PRODUZIONE DI SCHIUME

G. Barbieri, F. Padella (ENEA)

Settembre 2011

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico – ENEA

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

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

Responsabile Progetto: Giovanni Pede, ENEA

Inquadramento programmatico.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

**Piano Triennale 2006-2008**

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

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

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

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

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

**Obiettivo E:** Analisi dello stato dell'arte e qualificazione chimico/fisica di AFS standard e sviluppo di processi di schiumatura innovativi

## SOMMARIO

Abstract .....	5
<b>CAPITOLO 1.....</b>	<b>6</b>
<b>Test con Differential Scanning Calorimeter (DSC) di precursori ed AFS commerciali.....</b>	<b>6</b>
Introduzione.....	7
1.1 <i>Principali caratteristiche dei materiali</i> .....	7
1.2 <i>Analisi DSC a temperatura crescente</i> .....	7
1.2.1 <i>Analisi pelle e tubi estrusi</i> .....	8
1.2.2 <i>Analisi dei pori schiuma AFS</i> .....	10
1.2.3 <i>Analisi del precursore AlSi10</i> .....	11
1.2.4 <i>Analisi del precursore AlMg1Si0,6</i> .....	13
1.3 <i>Conclusioni sulle analisi DSC dei materiali commerciali</i> .....	16
<b>CAPITOLO 2.....</b>	<b>18</b>
<b>Test di schiumatura in DSC ed analisi DoE dei fattori temperatura – tempo per i precursori AlSi10.....</b>	<b>18</b>
1.4 <i>Introduzione</i> .....	19
1.5 <i>Analisi primo piano sperimentale</i> .....	19
1.6 <i>Analisi secondo piano sperimentale</i> .....	24
<b>CAPITOLO 3.....</b>	<b>26</b>
<b>Definizione delle caratteristiche dell’impianto.....</b>	<b>26</b>
3.1 <i>Introduzione</i> .....	27
3.2 <i>Prove preliminari di schiumatura di elementi di maggiore dimensione</i> .....	28
3.3 <i>Impianto per la produzione di schiume e componenti in schiuma di dimensioni rappresentative</i> .....	31

### **Abstract**

Il presente lavoro è svolto nell'ambito delle attività previste nell' Accordo di Programma MSE-ENEA sulla Ricerca di Sistema Elettrico Piano Annuale di Realizzazione 2008-2009 Progetto 3.5 "Risparmio di energia elettrica nei mezzi di trasporto: nuovi materiali e componenti innovativi per i mezzi di trasporto" obiettivo E.

In particolare, sono riportati gli studi sui precursori commerciali in termini di analisi DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) per la verifica delle variazioni di flusso termico e l'identificazione del range di temperatura di fusione delle differenti leghe che costituiscono i precursori e per evidenziare la zona di evoluzione dello schiumante.

Una serie di test di schiumatura in DSC sono state realizzate per identificare i parametri, in termini di temperatura e tempi di processo, da correlare alla densità relativa del prodotto schiumato. Questi test sono stati condotti su precursori commerciali, in particolare AlSi10 che ha composizione prossima a quella eutettica e che può meglio prestarsi alla realizzazione di prodotti con pelli o involucri in alluminio.

Sono stati realizzati alcuni test di schiumatura su forni standard per verificare la realizzazione di componenti estrusi riempiti in schiuma metallica a partire da precursori commerciali ma i risultati ottenuti sono stati limitati dimostrando la necessità di impiegare forni appositi.

Gli studi effettuati assieme ai dati forniti da UNI TOR VERGATA nel report "*Studio dei principali parametri di schiumatura per schiume di alluminio e supporto alla progettazione di un impianto pilota di schiumatura*", hanno permesso la definizione di un lay-out dell'impianto pilota e la determinazione delle apparecchiature specifiche necessarie alla realizzazione dell'impianto che permetta lo studio dei fattori di *upscaling* del processo di produzione delle schiume e di componenti in schiuma. Tale impianto, in fase di allestimento, ha l'obiettivo di affinare lo studio su campioni in scala rappresentativa che permetta di dimostrare la realizzazione industriale del processo per la produzione di componenti.

**CAPITOLO 1**  
**Test con Differential Scanning Calorimeter (DSC) di precursori ed AFS**  
**commerciali**

## **Introduzione**

Da dati di letteratura, la schiumatura di componenti per vettori per il trasporto realizzati in alluminio e schiuma di alluminio con processo industriale continuo si ottiene in una fornace a temperatura costante di 670°C calibrando la velocità di attraversamento in funzione della dimensione dei componenti e della fornace stessa [*Characterisation of Strength Behaviour of AFS under Static Load, J. Vogel & others Strain 2009*].

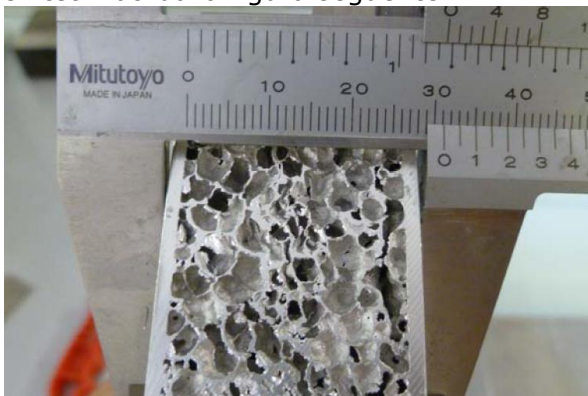
La lega della pelle o dell'estruso da "riempire" in schiuma metallica deve essere opportunamente scelta in modo da avere una temperatura di fusione sufficientemente più alta di quella della matrice del precursore da schiumare.

La prima parte dello studio è realizzata in DSC analizzando quelle che sono le temperature di fusione di estrusi commerciali (leghe AA 6060 e 6005) che possono essere utilizzati per la realizzazione di componenti a resistenza migliorata in termini di resistenza a flessione ed assorbimento di energia.

Inoltre, con DSC sono state studiate le temperature di fusione ed i range di temperature dei cambiamenti di fase sia dei precursori sia della schiuma di pannelli AFS commerciali.

### **1.1 Principali caratteristiche dei materiali**

I pannelli ASF sono stati acquistati dalla Ecka Granules con nome commerciale Pohltec AFS 30/1,7 della POHLTEC METALFOAM ed hanno aspetto e caratteristiche sintetizzati dalla figura seguente.



<b>Pelli</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Spessore nominale: 1,7 mm</li><li>➤ Materiale : AA6082</li><li>➤ Densità: 2.7 g/cc</li></ul>
<b>Core</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Spessore nominale: 26,6 mm</li><li>➤ Materiale AlSi6Cu6</li><li>➤ Densità : 0.51 g/cc</li></ul>
<b>AFS</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Spessore: 30 mm +/-0.5 mm</li><li>➤ Densità : 0,76 g/cc</li><li>➤ Densità superf : 22,87 Kg/mq</li></ul>

**Figura 1: Aspetto tipico dei pannelli AFS utilizzati e tabella delle caratteristiche principali**

I precursori sono stati acquistati sempre tramite la Ecka Granules dalla Alulight sotto forma di barrette 5 x 20 mm e barre tonde di diametro 10 mm in due tipologie differenti (AlSi10 ed AlMg1Si0,6) con un contenuto nominale di schiumante pari a 0.8 % di TiH<sub>2</sub>.

### **1.2 Analisi DSC a temperatura crescente**

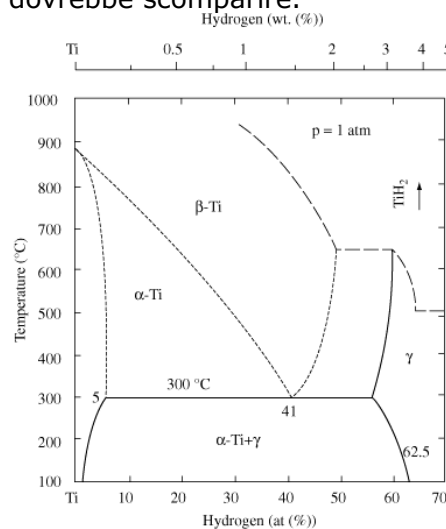
Le analisi DCS sono state effettuate sui seguenti campioni:

- trucioli di pelle AFS;
- trucioli di estruso AA 6060 T6;
- trucioli di pori di schiuma AFS;

- trucioli di precursore AlSi10;
- trucioli di precursore AlMg1Si0,6.

Le curve sono state ripetute due volte: la prima analisi è stata condotta da 200° a 700° C con velocità di riscaldamento 20 °C/min; la seconda analisi è stata condotta nel range 500° - 700° C con velocità di riscaldamento 10 °C/min.

In particolare, la prima analisi mira a verificare il range di temperatura in cui la reazione di decomposizione dell'idruro di titanio avviene. Infatti, effettuando il ciclo di riscaldamento due volte sullo stesso campione, mentre nella prima analisi dovrebbe essere evidente un picco di assorbimento di calore per la dissociazione dell'idruro, nella seconda passata questo picco dovrebbe scomparire.



**Figura 2: Diagramma di fase dell'idruro di titanio a P=1 atm**

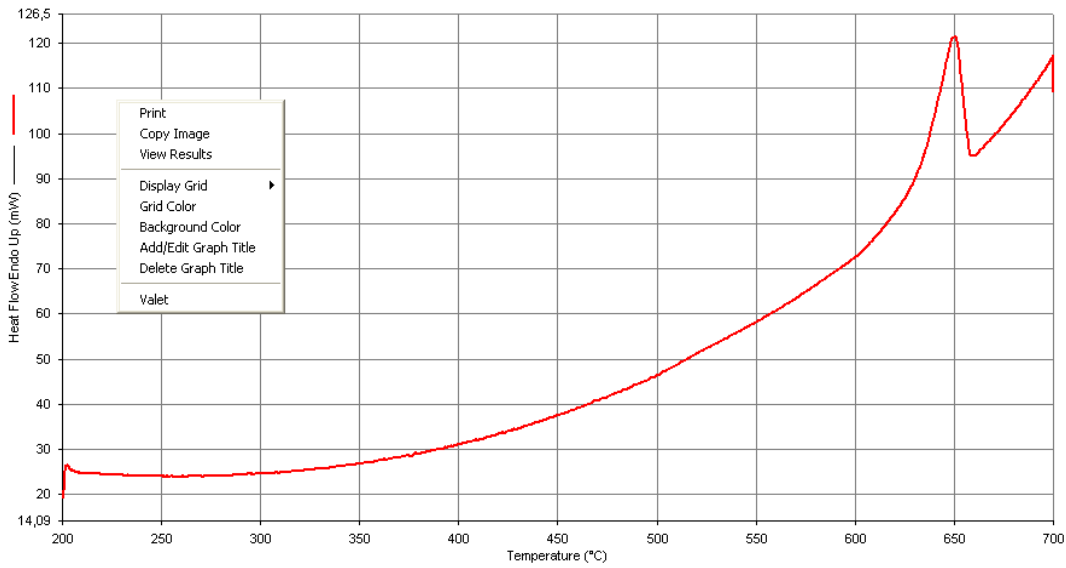
L'idruro di titanio decompone lentamente già a partire da 250°C ma la reazione diviene veloce a circa 420°C e si completa a 624°. Questo fa sì che dopo il primo ciclo, che porta la temperatura del campione a 700°C, l'idruro di titanio risulta completamente decomposto.

### 1.2.1 Analisi pelle e tubi estrusi

L'analisi effettuata permette di identificare un picco di flusso termico che individua l'intervallo di rammollimento e fusione della lega che sostituisce la pelle degli AFS commerciali.

La Figura 3 evidenzia come il centro del picco è sufficientemente simmetrico con temperatura di fusione di circa 650°. Questa temperatura è in linea con quanto atteso in quanto la lega delle pelli è identificata come una AA 6082 o una AA6060, la cui temperatura di fusione liquidus (AA6060 T6 ) è compresa fra 651 e 654 °C.

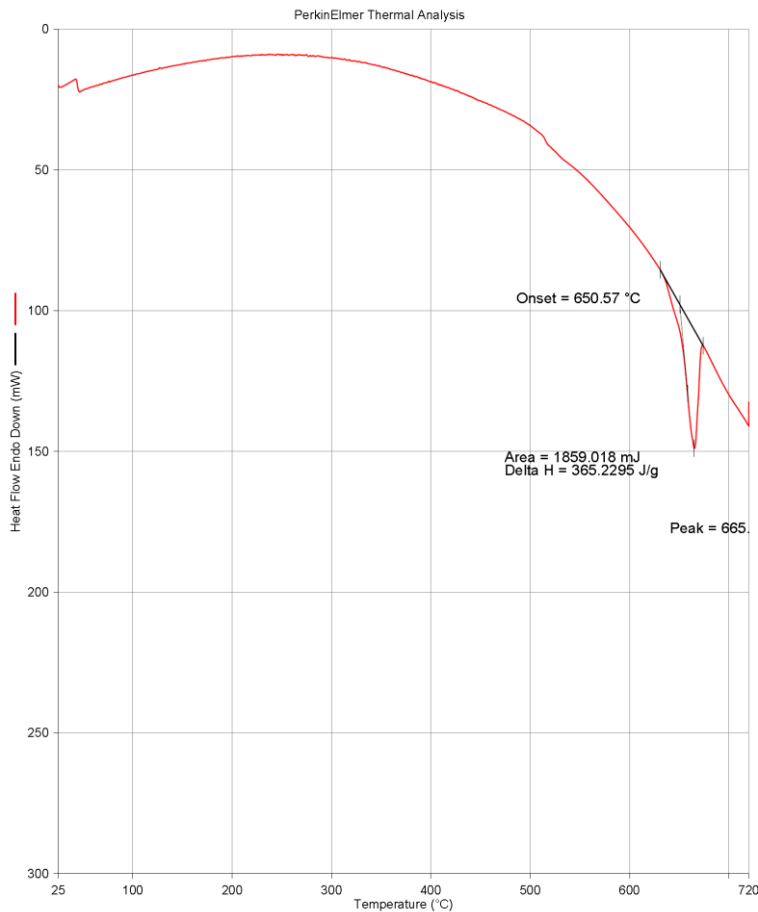




**Figura 3: Analisi DSC a temperatura crescente dei trucioli della pelle.**

La stessa analisi è stata effettuata anche su alcuni estrusi commerciali in AA 6060 T6 che sono candidati ad essere utilizzati per realizzare componenti riempiti di schiuma.

La Figura 4 riporta l'analisi DSC con prova a temperatura crescente dei trucioli di estruso in AA 6060 T6 che ha praticamente temperatura equivalente a quella delle pelli.



**Figura 4: Grafico DSC della lega del tubo:  $T_{liquidus} = T_{On set} + 1,3 \text{ } ^\circ$ .**

### 1.2.2 Analisi dei pori schiuma AFS.

Dai dati del produttore e di letteratura la schiuma è realizzata con una lega AlSi6Cu6.

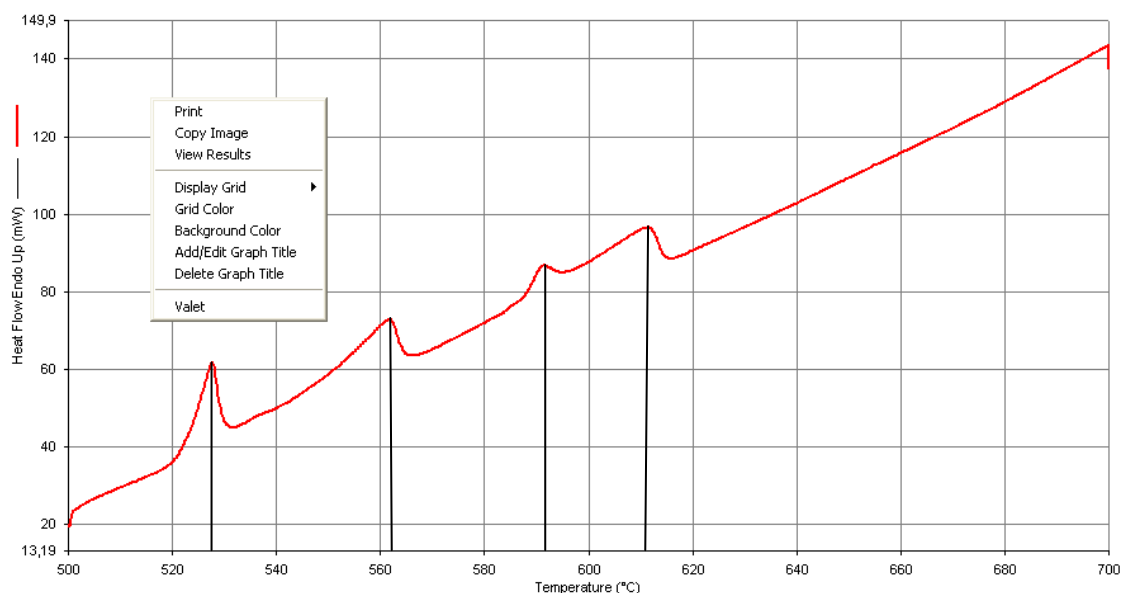
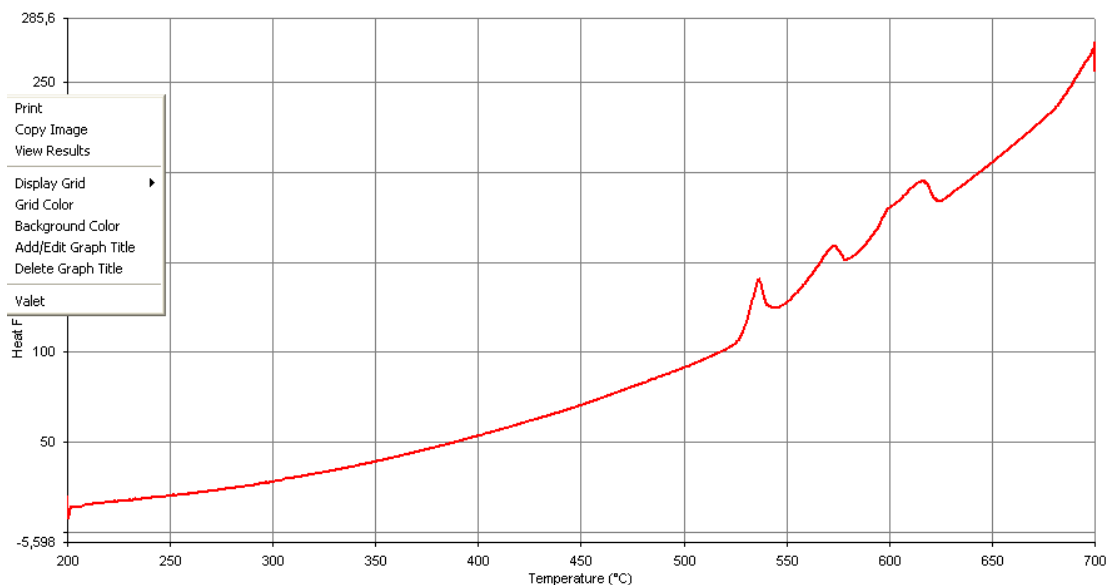


**Figura 5: Aspetto dei pannelli in AFS e osservazione macroscopica del legame pelle - AFS.**

Com'è intuibile già dall'analisi macrografica, le pareti dei pori della schiuma sono costituiti da una lega con componenti eutettici. L'analisi più approfondita al SEM con EDS ha messo in luce come effettivamente esistano differenti fasi più o meno ricche di Cu o Si ma anche di altri elementi come Ag e Pb non del tutto prevedibili (vedi i rapporti ROMA3 "Analisi macro e micro strutturale dei materiali base e di giunti saldati di AFS" ed ENEA "Analisi SEM/EDS di schiume AFS")

L'analisi DSC conferma la complessità della lega evidenziando più picchi a differenti temperature che indicano differenti intervalli di cambiamenti di fase. La complessità della lega è ovviamente legata ad una ottimizzazione della composizione della matrice dei precursori primari in funzione dell'ottimizzazione dell'azione schiumante del  $TiH_2$ .

La Figura 6 evidenzia 4 differenti picchi nell'intervallo di temperatura che va da 527° a 612° C.

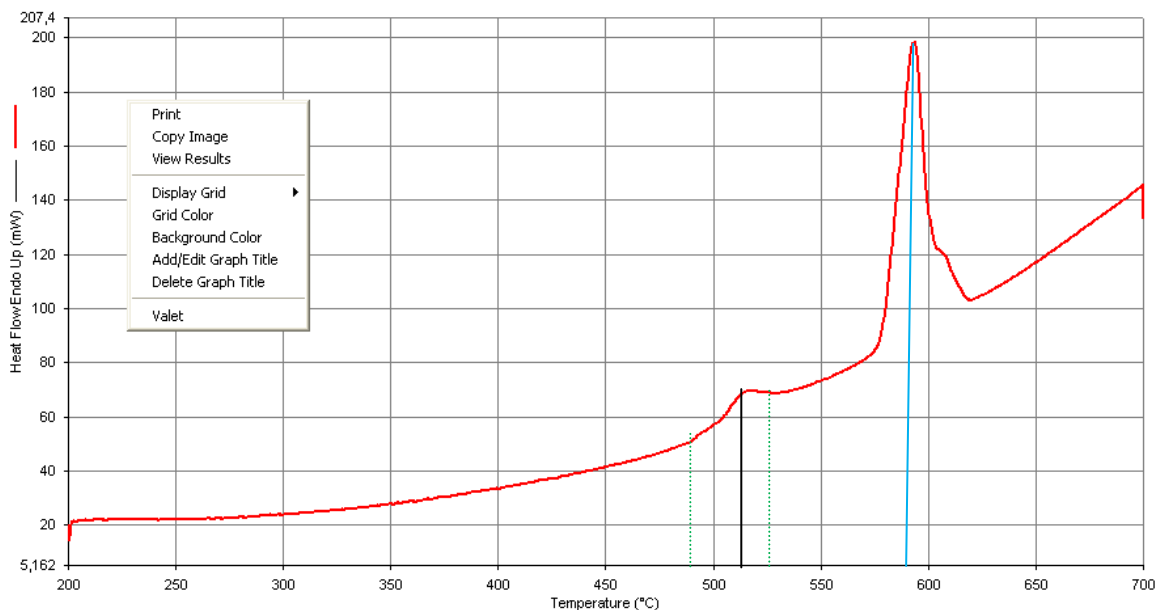


**Figura 6: Grafici DSC del truciolo di schiuma di AFS. In alto range 200-700 °C con  $\Delta T=20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ; in basso 500-700°C/min con  $\Delta T 10^{\circ}/\text{min}$ .**

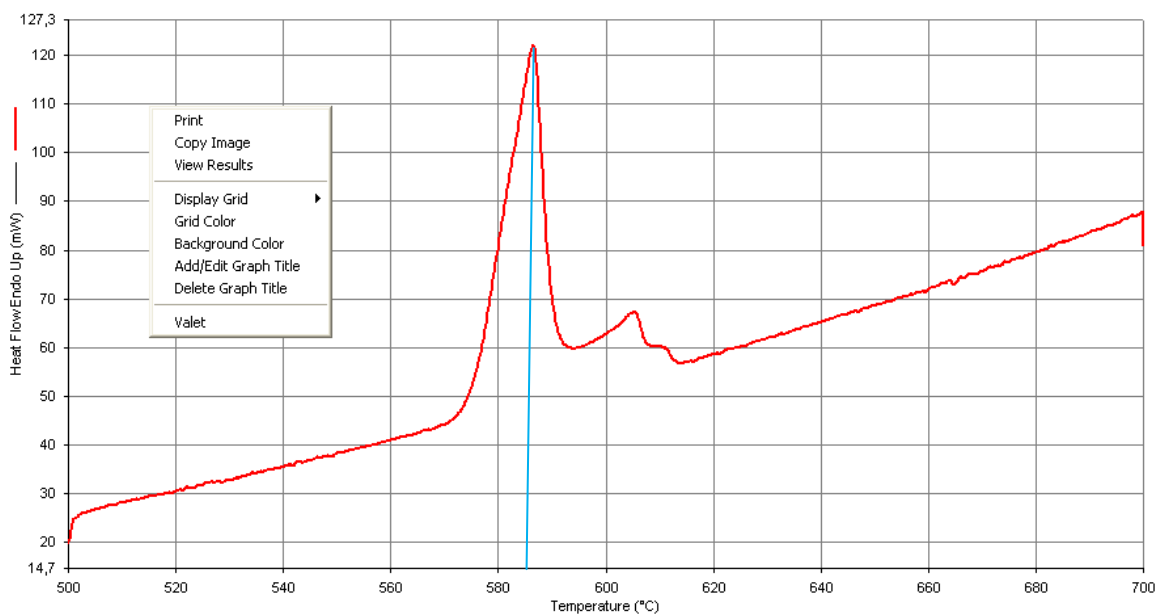
### **1.2.3 Analisi del precursore AlSi10.**

L'analisi DSC di trucioli ricavati da barrette di precursore di AlSi10, composizione questa molto prossima alla composizione eutettica AlSi12, ha mostrato nella prima scansione un piccolo picco a circa 515° seguito da un successivo picco a circa 590° (Figura 7).

Il primo picco è legato all'evoluzione dell'agente schiumante presente nel precursore. Infatti, nella seconda scansione effettuata sullo stesso campione da 500° a 700° C (Figura 8) il picco non è più visibile in quanto il  $\text{TiH}_2$ , inizialmente presente, è stato decomposto completamente nella prima analisi.



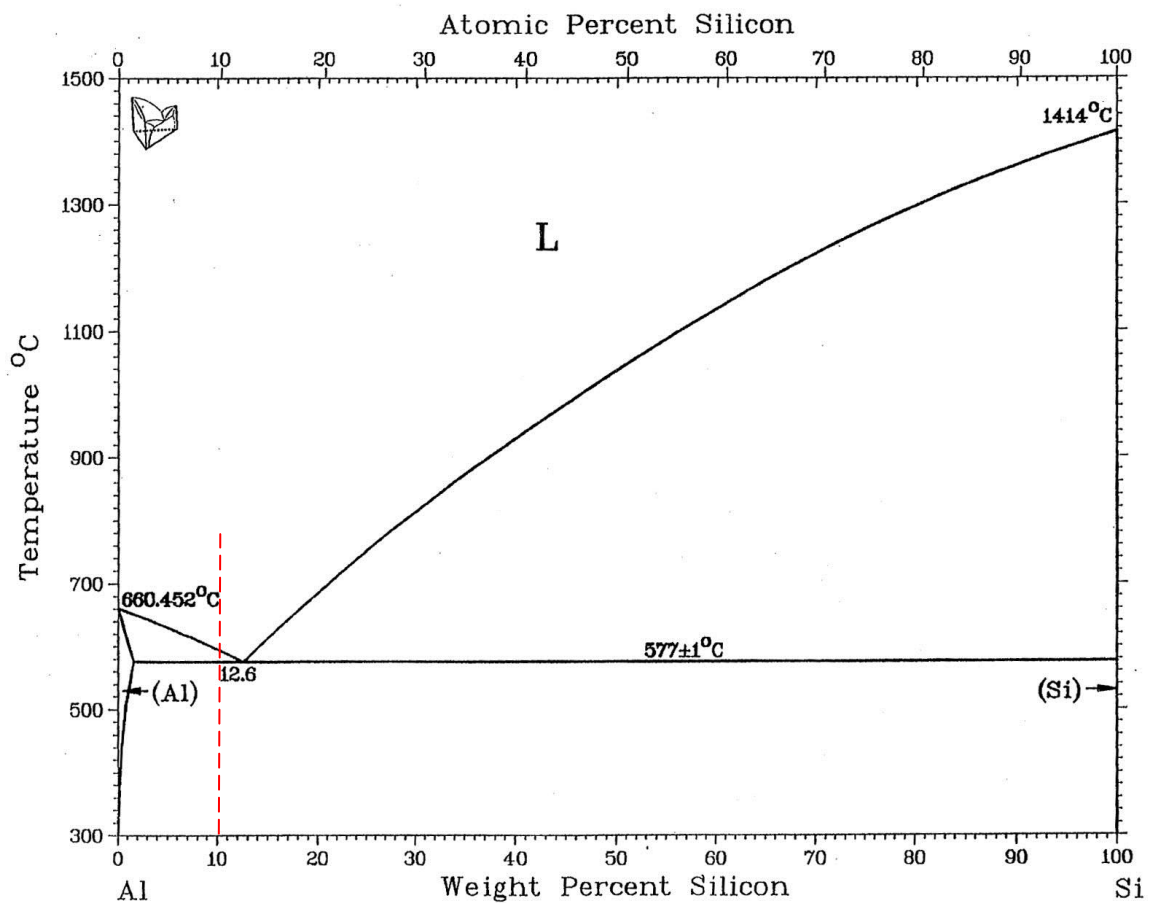
**Figura 7: Grafico DSC a gradiente di temperatura costante di 20 °C/min del precursore AlSi10 da 200 a 700 °C.**



**Figura 8: Grafico DSC a gradiente di temperatura costante di 10 °C/min del precursore AlSi10 da 500 a 700 °C.**

Quest'ultima analisi mette in evidenza che il picco si presenta intorno a 585° confermando la temperatura di fusione principale della prima analisi e permette di evidenziare un piccolo secondo picco che indica una trasformazione di fase secondaria.

I risultati ottenuti sono in linea con il diagramma di fase bifasico AlSi riportato in Figura 9.

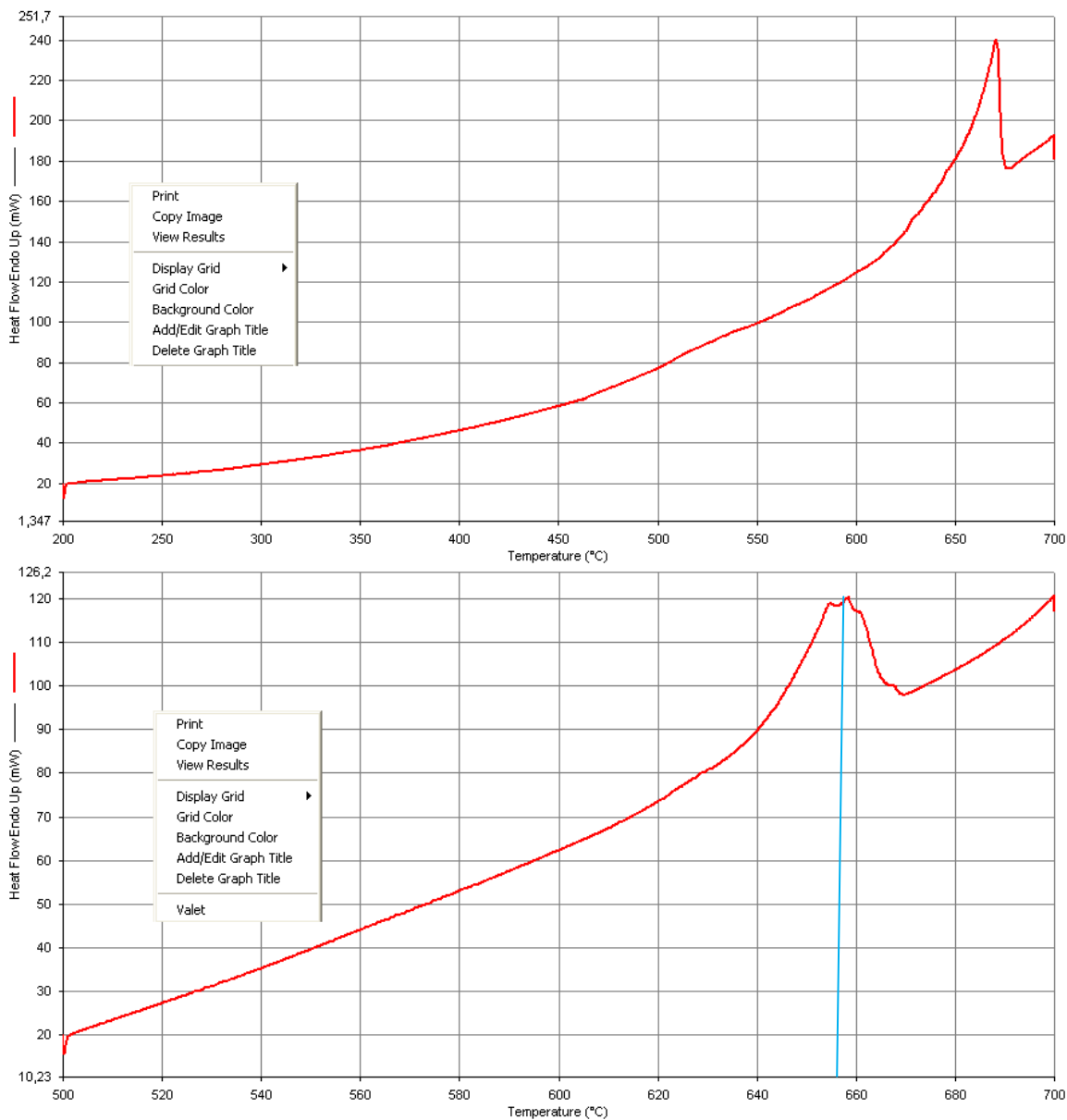


**Figura 9: Diagramma di fase Al-Si.**

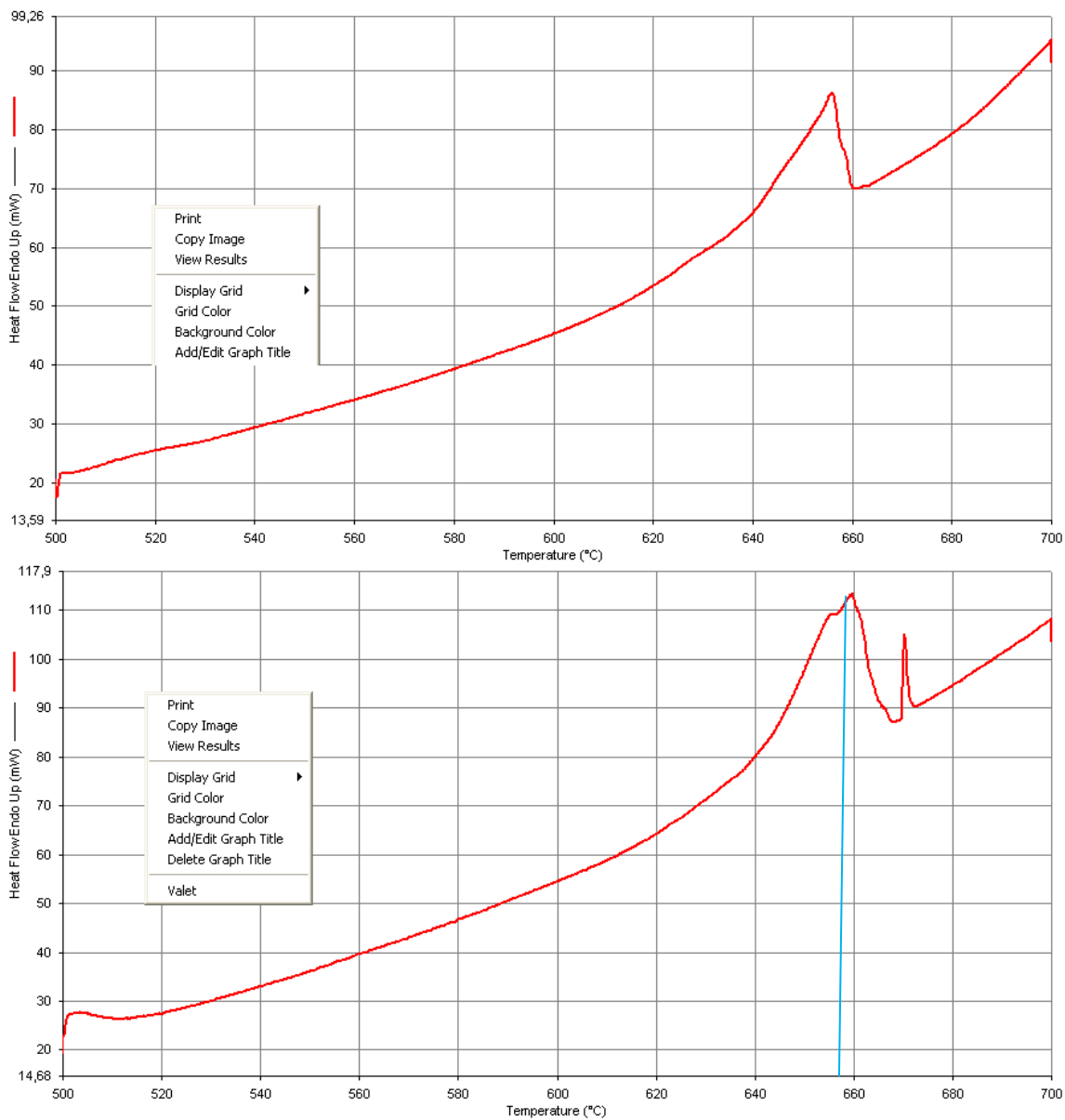
#### **1.2.4 Analisi del precursore AlMg1Si0,6**

Lo stesso tipo di analisi effettuata sul precursore AlMg1Si0,6, pur ripetuta più volte, non ha permesso di evidenziare l'evoluzione dell'idruro di titanio, molto probabilmente in quantità inferiore rispetto a quanto ne è contenuto nel precursore AlSi10 e/o inserito nella versione modificata, per innalzarne la temperatura di decomposizione, come riportato nel report sull'analisi dello stato dell'arte dell'Università Tor Vergata.

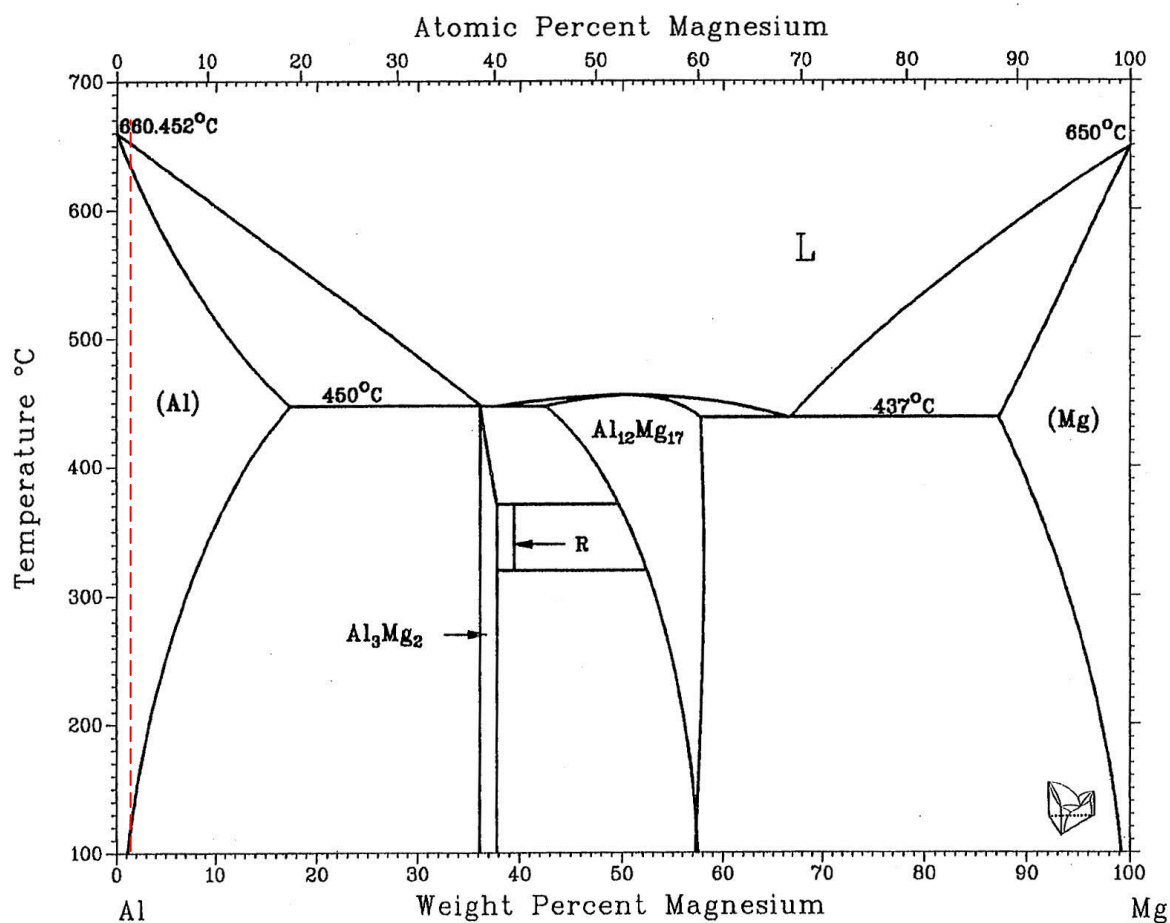
Nelle Figura 10 e Figura 11 viene evidenziato come la temperatura di fusione per questo tipo di lega è di circa 655° C in accordo al diagramma di fase bifasico (trascurando il contenuto in silicio Figura 12).



**Figura 10: Grafici DSC del truciolo di schiuma di precursore AIMg1Si0,6. In alto nel range 200-700 °C con  $\Delta T=20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ; in basso nel range 500-700°C/min con  $\Delta T 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (1st Sample).**



**Figura 11: Grafici DSC del truciolo di schiuma di precursore AIMg1Si0,6. In alto nel range 200-700 °C con  $\Delta T=20^\circ\text{C}/\text{min}$ ; in basso nel range 500-700°C/min con  $\Delta T 10^\circ\text{C}/\text{min}$  (2nd Sample).**



**Figura 12: Diagramma di fase Al-Mg.**

### 1.3 Conclusioni sulle analisi DSC dei materiali commerciali.

Le analisi DSC hanno permesso di mettere in evidenza una differenza sostanziale sui precursori ed in generale sui materiali analizzati.

<b>Materiale</b>	<b>Temperatura di Fusione [°C]</b>
Precursore AlSi10	585
Precursore AlMg1Si0,6	655
Schiuma AlCu6Mg6 da AFS	527-612
Pelle ed Estrusi 6082-6060	651-654

**Tabella 1: temperature di fusione dei materiali analizzati.**

La differenza nelle temperature di fusione è sostanziale nei precursori. In particolare, mentre il precursore AlSi10 può essere utilizzato per la realizzazione di componenti in estrusi di alluminio e schiume metalliche, lo stesso non si può dire per AlMg1Si0.6 che ha temperatura di fusione molto prossima se non addirittura superiore alla temperatura della maggior parte delle leghe strutturali.



Questo indica che il precursore in  $AlMg_1Si_{0,6}$  è prodotto essenzialmente per la realizzazione di componenti con guscio in metalli a più alta temperatura (acciaio) o da utilizzare in presso fusioni di alluminio in gusci.

La specifica composizione della schiuma degli AFS ( $AlSi_6Cu_6$ ) molto probabilmente permette un migliore legame metallurgico pelle-core. Come descritto in letteratura, la produzione degli AFS passa dalla colaminazione di pelli e precursori dove già in questa fase "a freddo" avviene il processo di diffusione e *bonding* metallurgico fra precursore e pelli. Il processo di bonding metallurgico viene successivamente migliorato nella fase di schiumatura ad alta temperatura che comunque non porta a fusione le pelli.

## **CAPITOLO 2**

**Test di schiumatura in DSC ed analisi DoE dei fattori temperatura – tempo  
per i precursori AlSi10**

#### **1.4 Introduzione**

In questo capitolo sono riportati test realizzati sotto forma di piani fattoriali a partire da micropellet di precursore schiumabile di AlSi10 di diametro  $d = 6,5$  mm e spessore di circa 0,7 mm. La densità delle pasticche è stata calcolata geometricamente.

Per effettuare le prove sono state preparate delle pasticche a partire dalla barrette commerciali di diametro 10 mm. Le pasticche sono state riscaldate portandole alla temperatura desiderata alla massima velocità di riscaldamento possibile (circa  $200^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), per limitare la perdita di gas generato dalla decomposizione del  $\text{TiH}_2$ , le schiume ottenute sono state raffreddate mediante il sistema di raffreddamento della testa del DSC con un gradiente termico molto elevato portando il campione a  $30^{\circ}$  in pochi secondi.

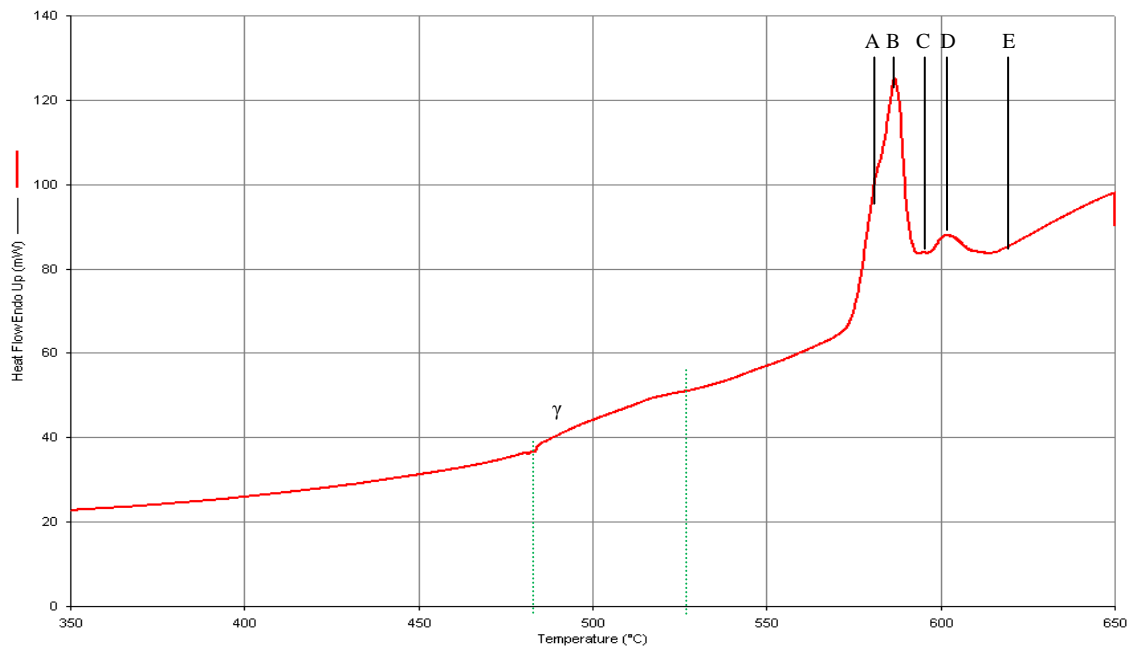
Sono stati definiti due piani fattoriali. Il primo con 5 livelli di temperatura, determinati dall'analisi DSC, e 3 livelli di tempo. Un successivo piano sperimentale con 2 livelli di temperatura e 3 livelli di tempo.

Il parametro di risposta determinato è stato la densità relativa della schiuma prodotta. La densità delle schiume ottenute è stata determinata applicando il principio di Archimede.

#### **1.5 Analisi primo piano sperimentale**

Dall'analisi calorimetrica differenziale (DSC) effettuata su trucioli ricavati da precursore schiumabile in lega di Alluminio AlSi10, è stato individuato il picco di decomposizione del  $\text{TiH}_2$  (indicato con  $\gamma$  in **Figura 13**) che evidenzia un maggiore flusso termico fra i  $482^{\circ}$  ed i  $527^{\circ}\text{C}$  che indica la reazione endotermica di dissociazione dell'idruro.

I livelli di temperatura per il primo piano sperimentale sono stati selezionati in funzione dei picchi e/o delle variazioni di pendenza della curva DSC. Le cinque temperature alle quali effettuare le prove di schiumatura: A:  $580^{\circ}\text{C}$ , B:  $587^{\circ}\text{C}$ , C:  $594^{\circ}\text{C}$ , D:  $601^{\circ}\text{C}$ , E:  $620^{\circ}\text{C}$  (**Figura 13**). Per ogni temperatura sono stati selezionati tre tempi di schiumatura: 120, 180 e 240 secondi.

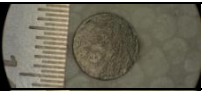



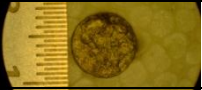

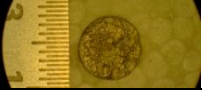

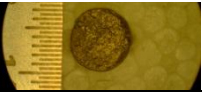
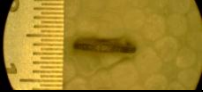
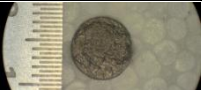

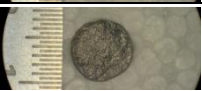



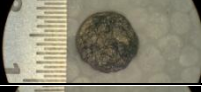





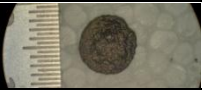

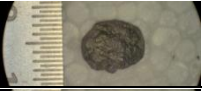

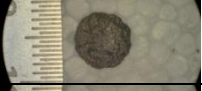

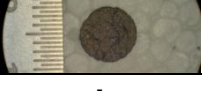
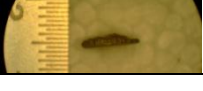


**Figura 13: Spettro DSC effettuato su trucioli di precursore schiumabile di AlSi10. Riscaldamento da 300°C a 650°C a 20°C/min.  $\gamma$ : picco di decomposizione del  $TiH_2$ ; A: 580°C; B: 587°C; C: 594°C; D: 601°C; E: 620°C.**

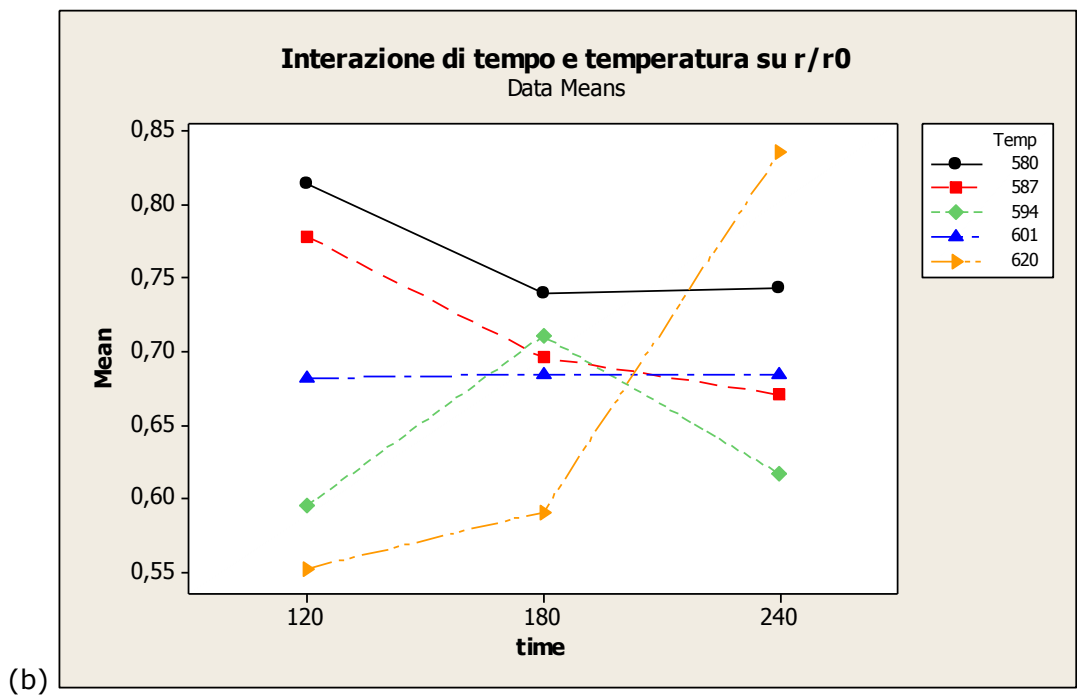
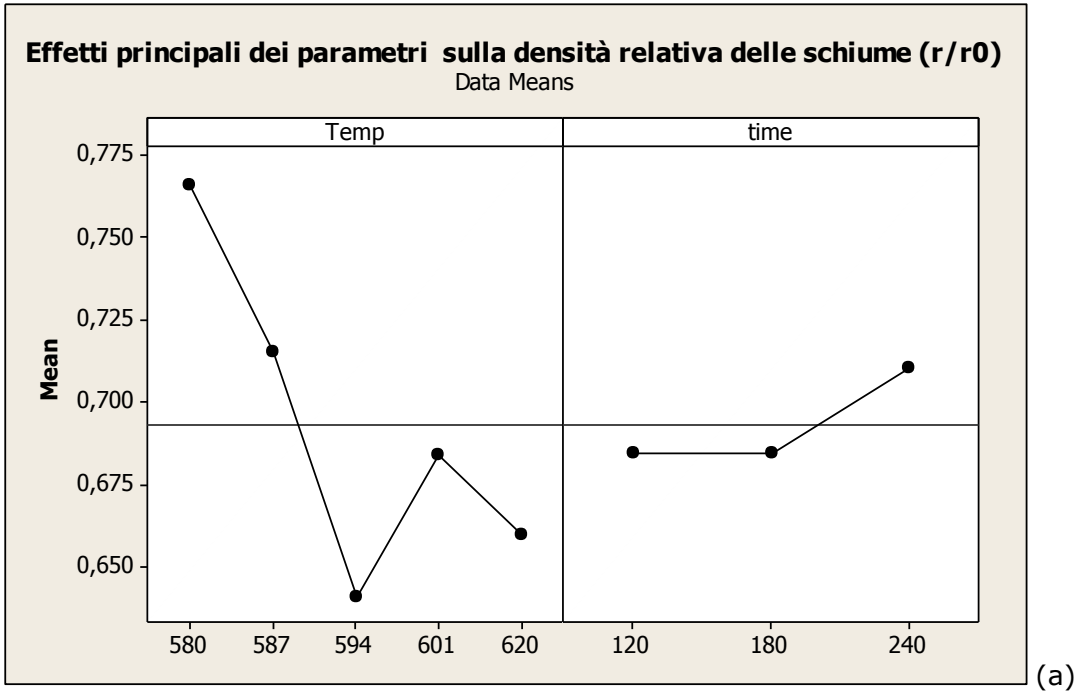
La tabella seguente sintetizza i parametri di ingresso e di risposta del primo piano fattoriale.

L'analisi del piano fattoriale evidenzia come negli effetti principali medi (**Figura 14a**) la densità si riduca con l'incremento della temperatura da 587°C a 594°C. I successivi aumenti di temperatura forniscono densità che in media sono confrontabili con quelle realizzate a 594 °C. Per quanto riguarda i tempi, in media per le durate di 120 e 180 secondi non si hanno variazioni apprezzabili mentre a 240 secondi si osserva un incremento della densità correlato ad un'eccessiva permanenza ad alta temperatura e quindi ad un collasso delle celle con conseguente aumento della densità. L'analisi dell'interazione dei parametri per ogni temperatura (**Figura 14b**) mette in evidenza come la densità minore sia realizzata alla massima temperatura e con il tempo più piccolo. In generale, alle temperature maggiori la densità minore è per i tempi più piccoli.

La temperatura di 601 °C sembra essere una temperatura di transizione in quanto: per temperature inferiori all'aumentare del tempo si ha una riduzione della densità; a 601 °C a tutti e tre i livelli di tempo analizzati la densità è invece circa costante; a temperature maggiori la densità invece si riduce drasticamente con l'aumento del tempo (collasso).

ID	TEMPERATUR A (°C)	TEMPO (sec)	$\rho/\rho_0$	IMMAGINI	
AlSi10_1	580	120	0,815		
AlSi10_2	580	180	0,740		
AlSi10_3	580	240	0,744		
AlSi10_4	587	120	0,779		
AlSi10_5	587	180	0,696		
AlSi10_6	587	240	0,671		
AlSi10_7	594	120	0,595		
AlSi10_8	594	180	0,711		
AlSi10_9	594	240	0,617		
AlSi10_10	601	120	0,682		
AlSi10_11	601	180	0,685		
AlSi10_12	601	240	0,685		
AlSi10_13	620	120	0,552		
AlSi10_14	620	180	0,591		
AlSi10_15	620	240	0,836		

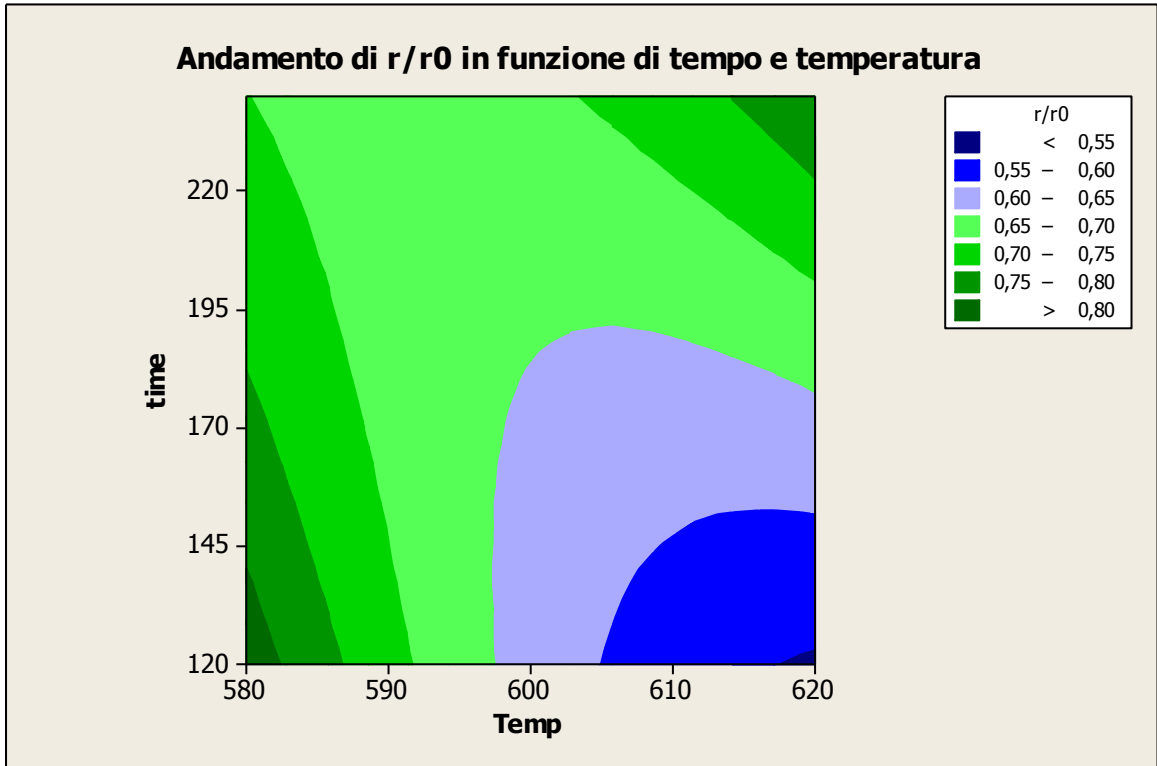
**Tabella 2: Risultati ottenuti dal primo piano sperimentale.**



**Figura 14: Effetti principali medi dei parametri e grafico di interazione dei parametri tempo- temperatura.**

Resta di difficile interpretazione l'andamento della densità a 594 °C dove si osserva un aumento passando da 120 a 180 secondi ed una diminuzione aumentando il tempo.

La figura successiva mostra le superfici di risposta per la densità relativa ( $r/r_0$ ) che sintetizza come le densità minori si ottengono per temperature elevate e tempi bassi.



**Figura 15: Superfici di risposta del primo piano sperimentale**

### 1.6 Analisi secondo piano sperimentale

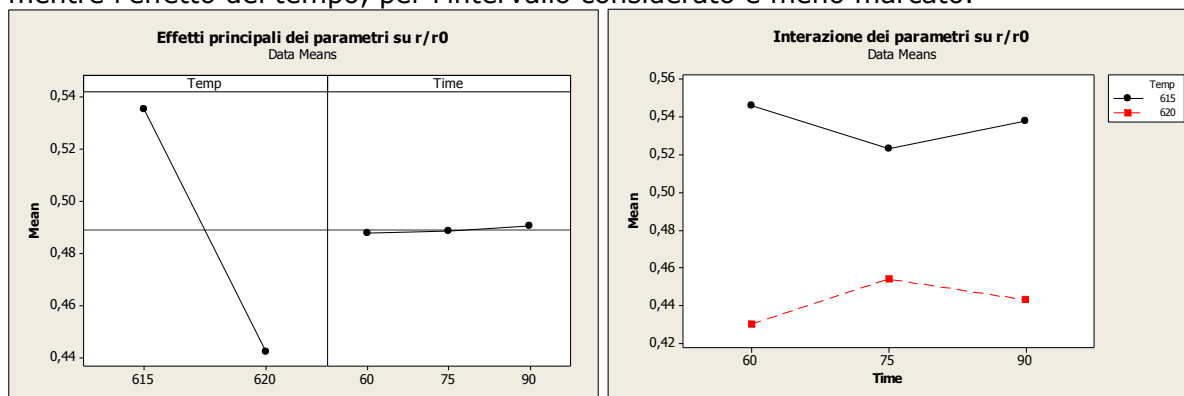
In funzione dei risultati del primo piano sperimentale, considerato che le densità minori sono state ottenute per le maggiori temperature e i minori tempi, il secondo piano sperimentale è stato realizzato con due livelli di temperatura (615° e 620° C) e tre livelli di tempo (60, 75 e 90 secondi).

La tabella seguente sintetizza il piano sperimentale ed i risultati ottenuti.

ID	TEMPERATURA (°C)	TEMPO (sec)	$\rho/\rho_0$	IMMAGINI
AlSi10_24	615	60	0,546	
AlSi10_23	615	75	0,523	
AlSi10_22	615	90	0,538	
AlSi10_16	620	60	0,430	
AlSi10_20	620	75	0,454	
AlSi10_21	620	90	0,443	

**Tabella 3: Risultati ottenuti dal secondo piano sperimentale.**

I grafici mostrano come l'effetto maggiore sia collegato all'aumento della temperatura mentre l'effetto del tempo, per l'intervallo considerato è meno marcato.

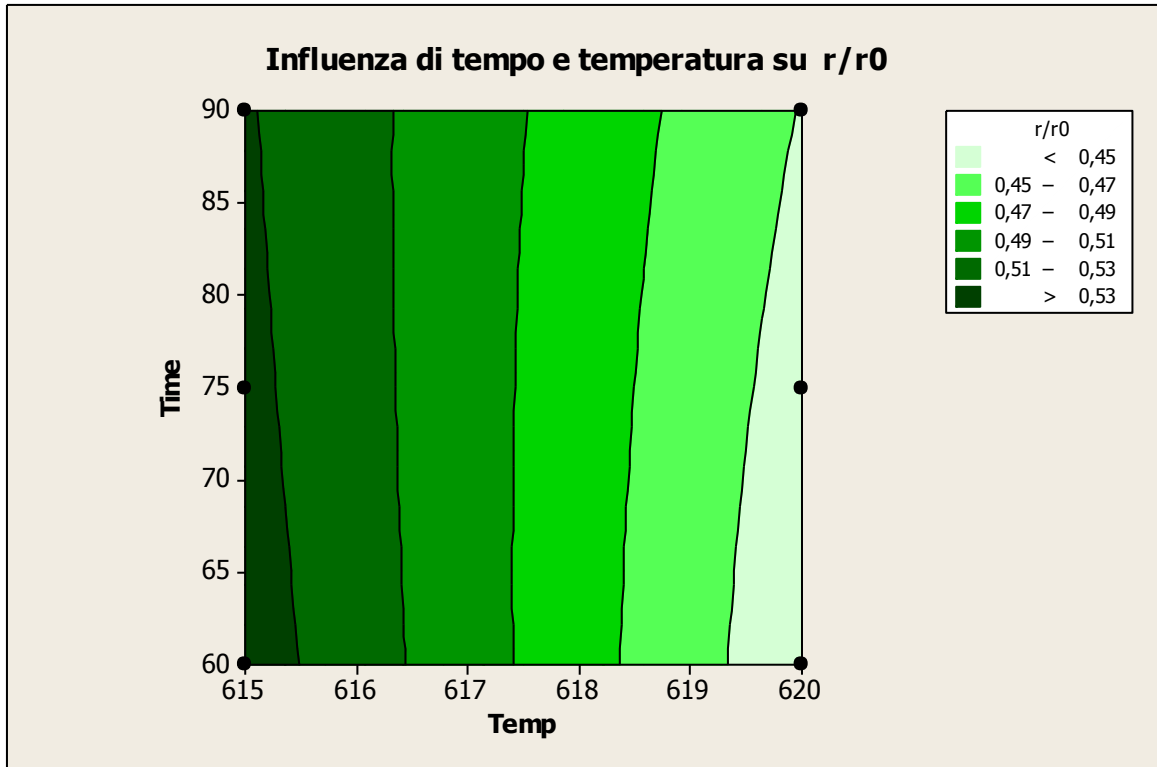


**Figura 16: Effetti principali medi dei parametri e grafico di interazione dei parametri tempo- temperatura.**

L'analisi effettuata porta ad una densità relativa soddisfacente anche se ancora distante dalle densità dei prodotti commerciali (1,1g/cc contro gli 0,51 g/cc) e mette in evidenza come le criticità risiedano fondamentalmente nel controllo della temperatura e nel raffreddamento rapido necessario ad evitare il collasso. L'influenza del tempo è meno marcata nel range di interesse ed è quindi più semplicemente controllabile.



La superficie di risposta mette in evidenza come la variazione di pochi gradi nel controllo della temperatura porti a variazioni di densità dell'ordine del 10% con tutte le conseguenze che ricadono sulle proprietà macroscopiche del componente.



**Figura 17: Superficie di risposta del secondo piano sperimentale**

**CAPITOLO 3**  
**Definizione delle caratteristiche dell'impianto**

### **3.1 Introduzione**

Da dati di letteratura, il processo industriale in continuo dei pannelli AFS si ottiene, in una fornace a temperatura costante calibrando la velocità di attraversamento in funzione della dimensione dei componenti e della fornace stessa. Impianti industriali del genere hanno tuttavia costi elevati sia in termini di acquisizione delle apparecchiature sia in termini di gestione. Per definire le possibili dimensioni di un impianto pilota a ciclo discontinuo, che riproduca però le condizioni necessarie allo studio di nuove miscele di leghe schiumabili e dimostri la scalabilità industriale del processo, sono state effettuate alcune prove per studiare contemporaneamente la schiumatura dei precursori commerciali e la formazione del legame metallurgico fra pelle ed estrusi in alluminio.

In particolare, l'intento è schiumare direttamente in un tubicino di lega di alluminio estruso (6060/6005) da utilizzare esso stesso come crogiuolo. Questo può essere considerato come un primo step del progetto atto dimostrare la realizzazione di componenti estrusi ad elevato assorbimento di energia da utilizzare nel settore dei trasporti.

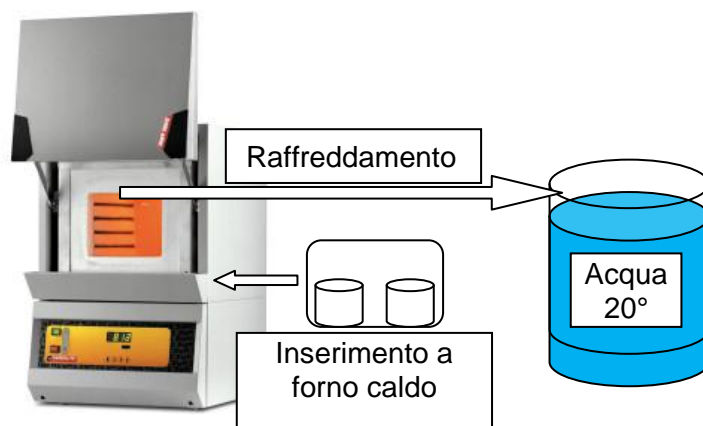
E' stato realizzato un porta campioni in modo da permette di alloggiare due tubicini di alluminio con all'interno due differenti precursori. Le pareti in inox e la base in rame permettono da un lato di sostenere le pareti del tubicino di alluminio, anche a temperature prossime a quelle di fusione, dall'altra il precursore fuso. Le pareti in inox possono essere smontate dalla base di rame in caso di eccessi di fusione e quindi incollature. Il porta campioni è stato munito di un "manico " che da la possibilità di estrarre i campioni dal forno per "congelarne" il processo di schiumatura mediante raffreddamento per immersione in acqua.



**Figura 18: Porta campioni in rame ed Inox per l'alloggiamento simultaneo dei due tipi differenti di precursori.**

### 3.2 Prove preliminari di schiumatura di elementi di maggiore dimensione

I test preliminari sono stati effettuati in un forno standard Carbolite® RWF 11/13 con temperatura massima di 1100°. Il forno è di tipo rapido con raggiungimento della temperatura massima in 11 min e con temperatura omogenea in camera +/- 5° C.



**Figura 19: Schema di prova utilizzato per test preliminari di schiumatura di precursori commerciali**

Le prove prevedono:

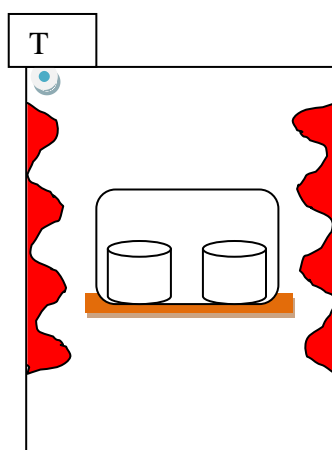
- Riscaldamento del forno alla temperatura di prova;
- Inserimento del porta campione con due tubi di alluminio e due tipi di precursore differente;
- Monitoraggio della temperatura e dello stato di schiumatura ad intervalli prestabiliti di tempo mediante apertura della porta;
- Immersione in acqua;

I tubi di alluminio sono stati tagliati ad un'altezza di circa 40 mm. La densità dei precursori è stata valutata in circa 2,66 g/cc quindi molto prossima a quella di una lega di alluminio bulk.

Il precursore è stato inserito sotto forma di cilindretto di diametro di 10 mm e altezza 40 mm in modo che, nel caso ottimale, la sua completa espansione nel tubicino di alluminio avrebbe portato ad una densità della schiuma di circa 0,4 g/cc, tipica dei prodotti commerciali.

L'inserimento del porta campione, avviene manualmente per cui deve essere effettuato a forno spento, ciò comporta una momentanea caduta della temperatura a causa dell'apertura del forno. Fissata una temperatura di prova di 620°, la temperatura dopo introduzione del portacampioni e riaccensione rilevata è stata di circa 577° C.

Il forno è molto rapido ma prevede un riscaldamento laterale ed un rilevamento e controllo della temperatura con una termocoppia posta nella parte alta del volume del forno come da schema sotto riportato.



**Figura 20: Porta campioni in rame ed Inox per l'alloggiamento simultaneo dei due tipi differenti di precursori.**

La temperatura nel forno raggiunge il valore settato di 620 °C dopo circa 1 minuto.

Ad intervalli successivi di tempo di 5' è stata aperta la porta del forno ed è stato verificato lo stato di avanzamento del processo di schiumatura. Tuttavia, i risultati ottenuti entro 20' non sono stati in linea con quanto atteso dai test in DSC.

<b>time [min]</b>	<b>Note</b>
5	Campioni apparentemente intatti
10	Campioni apparentemente intatti
15	Campioni apparentemente intatti
20	Campioni apparentemente intatti

**Tabella 4: Risultati test a 620 ° con due differenti precursori**

Dal test effettuato risulta che la temperatura forno di 620°, impostata per essere certi che i tubicini di alluminio non rammolissero, molto probabilmente non viene realmente raggiunta nei precursori a causa dell'introduzione a freddo del porta campioni che ha una massa e quindi un'inerzia termica molto maggiore dei precursori. Inoltre, dato il riscaldamento laterale è probabile un effetto schermante delle pareti del portacampione.

Per ovviare in parte a questi problemi, la prova successiva è stata effettuata alla temperatura di forno impostata a 650 °C senza mai estrarre il porta campioni ma introducendo il precursore a forno caldo. In questo caso i risultati ottenuti sono stati i seguenti.

<b>Time [min]</b>	<b>Note</b>
5	Campioni apparentemente intatti
10	Il campione in AlSi10 inizia a mostrare rigonfiamenti mentre il campione Al1MgSi0.6 sembra intatto

**Tabella 5: Risultati test a 650 ° con due differenti precursori**

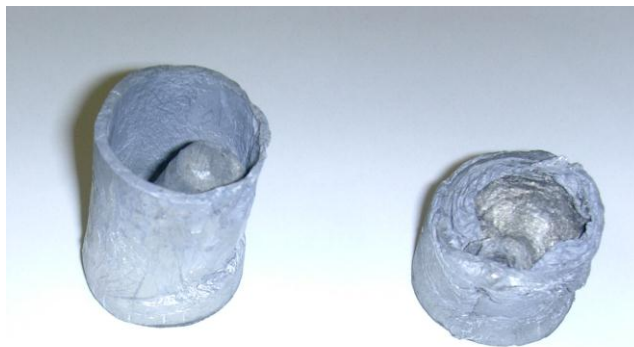
In fine, sono stati sostituiti i campioni di precursore a forno e crogiuolo caldi e la temperatura del forno è stata impostata a 675°, considerata limite per l'integrità dei tubi, ottenendo i risultati riportati in tabella.

<b>Time [min]</b>	<b>Note</b>
5	Il campione in AlSi10 inizia a mostrare rigonfiamenti mentre il campione Al1MgSi0.6 sembra intatto.
10	Il campione in AlSi10 è in fase di fusione mentre il campione Al1MgSi0.6 è leggermente rammollito come anche i tubi in alluminio che possono essere deformati

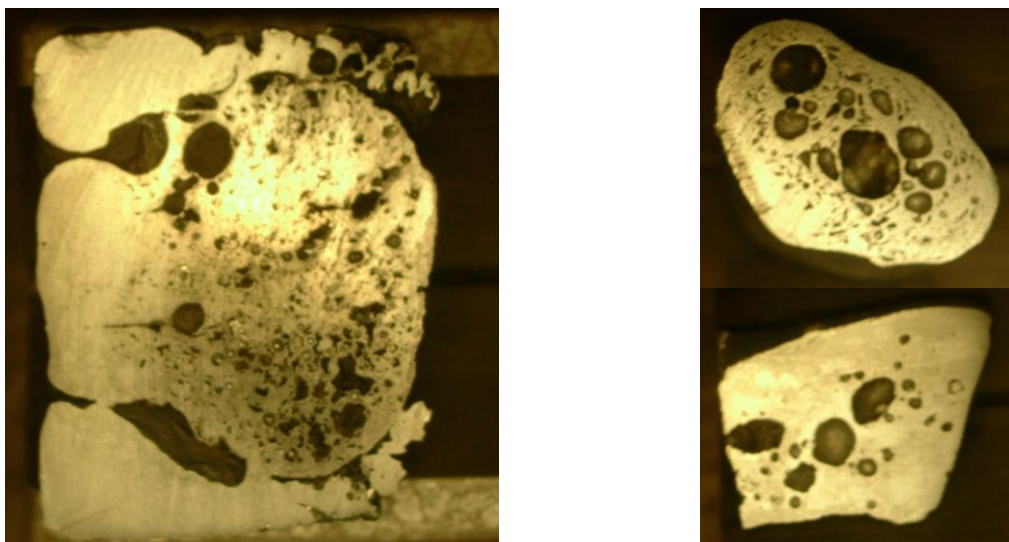
**Tabella 6: Risultati test a 675 ° con due differenti precursori**

Dopo 10' il porta campione è stato estratto dal forno è immerso in acqua.

Le figure sottostanti riportano i risultati ottenuti in un forno non specifico per la schiumatura.



**Figura 21: Sx: Tubo con campione AlMg1Si0.6 tenuto a 675°C per 10 min. Dx: Tubo con campione AlSi10.**



**Figura 22: Sezioni macrografiche del campione AlSi10 (SX) e Al Mg1Si0,6 (DX)**

Se da una parte i test confermano quanto emerso nelle analisi DSC, ovvero che il precursore di AlSi10 ha temperatura di schiumatura inferiori e quindi si presta meglio a realizzare legami metallurgici con componenti in lega di alluminio, dall'altra dimostrano l'essenzialità della necessità di realizzare appositi impianti per l'effettuazione dei test di schiumatura.

In particolare, è stato necessario acquisire un forno specifico che garantisca condizioni di temperatura controllata, con un carico (manuale/automatico) dei precursori a forno e crogioli caldi. Il sistema di monitoraggio della temperatura sul componente/crogiolo che permetta di rilevare la temperatura sul pezzo e non del forno e la possibilità di lavorare in ambiente inerte (argon) in modo da contrastare gli effetti di crescita dello stato superficiale di allumina per promuovere un migliore bonding metallurgico. Inoltre deve essere possibile monitorare lo stato di schiumatura a forno chiuso con sistemi di monitoraggio oggettivi (misura dell'espansione).

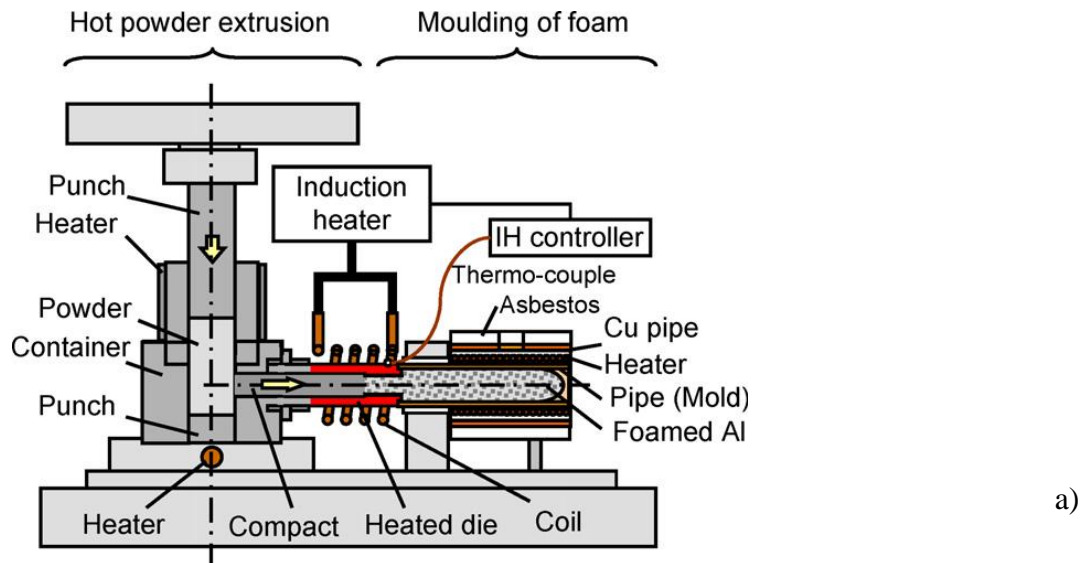
Il forno deve prevedere anche un sistema di raffreddamento rapido che blocchi il processo di evoluzione dell'idrogeno e "conghi" la geometria delle pareti delle celle della schiuma. Questo effetto deve essere tanto più drastico quanto maggiore è la dimensione del manufatto in schiuma metallica. Inoltre una buona azione di raffreddamento consente l'impiego di una quantità minore di agente schiumante che è uno degli elementi di costo nella produzione di questi materiali.

### ***3.3 Impianto per la produzione di schiume e componenti in schiuma di dimensioni rappresentative.***

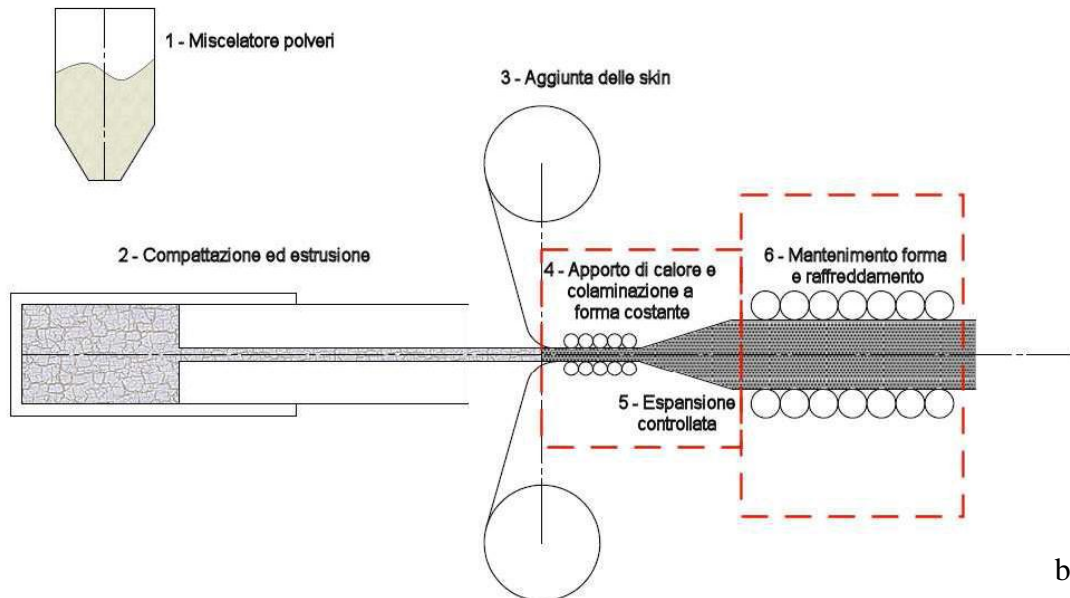
L'obiettivo E nel primo hanno prevede la definizione del tipo di processo da sviluppare per la realizzazione di componenti in schiuma metallica superando la scala di laboratorio, tipica dei laboratori universitari, per permettere di dimostrare al mondo industriale l'opportunità di investire su una nuova classe di materiali che promettono di ottenere grandi vantaggi, valutabili nel 15-25% di riduzione in peso dei vettori per il trasporto collettivo, fermo restando il rispetto dei regolamenti e delle omologazioni che i mezzi di trasporto devono garantire.

Per quanto riguarda gli impianti di produzione delle schiume metalliche, usualmente passano dalla scala di laboratorio, come è quello dello schema di **Figura 23a)** a grossi impianti di produzione industriali schematizzati dalla **Figura 23b)** in cui avviene un processo continuo di produzione di pannelli AFS con larghezza fino a 1 m e lunghezza 2,5 m.

Questi ultimi sono prerogativa del mondo industriale con impianti e potenze industriali non gestibili a livello di ricerca né in termini di costi di acquisizione né in termini di gestione.



a)



b)

**Figura 23: Schema di massima di impianti di produzione di schiume di alluminio e di pannelli AFS.**

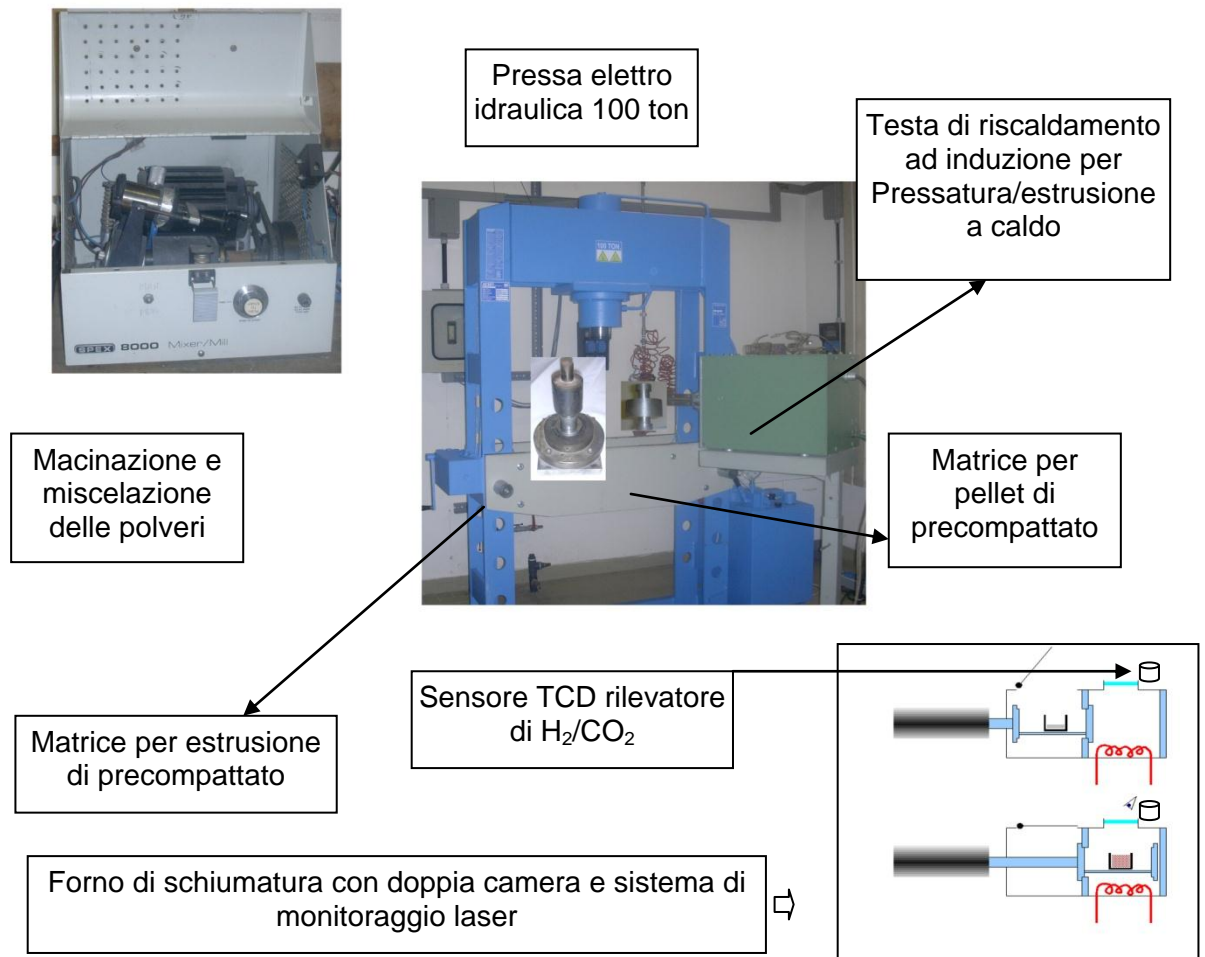
La scala di laboratorio che è stata studiata da ENEA e dal DIMM di Roma Tor Vergata in questo primo anno ha riguardato precursori che vanno da pochi milligrammi a pochi grammi di precursori in alluminio. Tali esperimenti tuttavia non sono in grado di stimolare l'attenzione del mondo industriale.

L'obiettivo a termine dell'attività riguarda lo studio sia delle schiume sia di componenti in schiuma che raggiungano dimensioni rappresentative passando dalla scala dei grammi a quella dei kg che pur essendo ancora lontana dalle grandi produzioni industriali è in grado di produrre componenti di dimensioni tali da stimolare l'interesse del settore industriale.

A partire dallo studio ENEA su DSC, da quelli condotti dall'Università Roma Tor Vergata e considerando i dati di letteratura, è stato identificato quello che è il Layout di



massima di un impianto pilota per la produzione di schiume metalliche. L'impianto, che è in fase di allestimento in ENEA, rappresenta una configurazione di dimensioni intermedie che permette di studiare i fenomeni di *upscaling* del processo produttivo permettendo la realizzazione in modo discontinuo di schiume, pannelli e componenti in schiuma fino ad una dimensione di 200 x 400 x 100 mm con un investimento limitato. La **Figura 24** mostra una schematizzazione con i reali componenti.



**Figura 24: Schema dell'impianto pilota per la produzione di schiume metalliche.**

L'impianto è suddiviso in 3 zone:

- la prima di miscelazione/macinazione/*ball milling* dove miscelando opportunamente gli elementi costituenti la lega di alluminio, gli elementi nucleanti (SiC) e il componente schiumante ( $TiH_2$ ) vengono prodotte le miscele che pressate in apposite matrici realizzano i precursori.
- La seconda zona è la compattazione in precursori mediante pressatura e/o estrusione. Infatti, i precursori debbono avere densità relativa non inferiore al 95% della lega base. La pressione di compattazione è usualmente compresa fra i 200 ed i 250 MPa e per aumentare la densità del precursore può essere prevista

una successiva fase di estrusione del precompattato. Il miglioramento della compattazione può essere ottenuto mediante pressatura a caldo.

- La terza fase riguarda la schiumatura del precursore in appositi stampi o, se l'accoppiamento involucro schiuma lo consente, in gusci (profilati estrusi o componenti) di appropriate leghe di alluminio. Per evitare di ridurre l'effetto dello schiumante è prevista l'introduzione degli elementi da schiumare a forno caldo ed il raffreddamento rapido dopo un prestabilito periodo di tempo per evitare il coalescere delle celle della schiuma con conseguente perdita delle caratteristiche.

La realizzazione di una fase di schiumatura semiautomatica, ha reso necessario la acquisizione di un forno apposito con doppia camera (calda e fredda) in cui la movimentazione in temperatura dei campioni è prevista in modo semi automatico ed automatico. Inoltre, al fine di studiare gli effetti di *upscaling* durante le fasi di schiumatura, il forno è stato dotato di una finestra ottica per l'osservazione dell'espansione mediante misuratore ottico con risoluzione di 10 micron e ripetibilità di 50 micron e di un analizzatore di miscele binarie di gas con sensore a conducibilità termica. Tale strumento è necessario per misurare on-line l'evoluzione dell'idrogeno che si sviluppa durante i trattamenti termici delle miscele leghe metalliche/agente schiumogeno (es  $TiH_2$ ) e valutare l'effetto dell'uscita del gas sulla morfologia finale del solido.

L'impianto complessivo di produzione di schiume metalliche in fase di allestimento sfrutta per quanto possibile le apparecchiature presenti in ENEA per quanto riguarda la miscelazione e macinazione delle polveri mentre è stato necessario acquisire una pressa di adeguate capacità ed il forno di schiumatura per le particolari esigenze richieste dal processo di schiumatura. Le caratteristiche delle apparecchiature acquistate sono state scelte come giusto compromesso fra costo/gestibilità e obiettivi del progetto.

La tabella seguente sintetizza i componenti costituenti l'impianto per la produzione dei schiuma in fase di allestimento in ENEA.

Le potenzialità dell'apparato così composto sono legate essenzialmente alla capacità della pressa e del forno:

La pressa con 9,81 MN di portata in grado di realizzare "mattonelle" di circa 7 cm di spigolo che però possono essere affiancate per realizzare componenti di maggiore dimensione.

Il forno è stato progettato per garantire elevati gradienti termici  $>100$  °C per masse fino a 2500g di alluminio compatibili con un pannello AFS 200 x 400 mm con pelli di spessore 2 mm e *core* fino a 26 mm.

<b>Componenti dell'impianto acquistati</b>		
<b>Caratteristiche del forno</b>	<b>Caratteristiche della pressa</b>	<b>Caratteristiche sensore TCD</b>
Temperatura di esercizio: $\geq 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ Gradiente di riscaldamento: $\geq 100^{\circ}/\text{min}$ Monitoraggio della temperatura mediante 4 termocoppie; Dimensioni della camera: $\geq 200 \times 400 \times 100$ ; Finestra di visione per il controllo del processo mediante sensore a triangolazione laser; Lavorazioni in ambiente inerte;	Capacità 100 ton Corsa del pistone: 310 mm Velocità di lavoro: 3 mm/sec Piano di lavoro regolabile per alloggiare matrici di pressatura /estrusione di diverso tipo e dimensione	Analizzatore di miscele di gas binarie con sensore a conducibilità termica; Range di misura: 0-5% H <sub>2</sub> in N <sub>2</sub> 0-5% H <sub>2</sub> in Ar 0-5% CO <sub>2</sub> in N <sub>2</sub> Connessione per acquisizione dati: uscita seriale RS232
<b>Componenti esistenti</b>		
Miscelatori per <i>ball milling</i> con portate fino a circa 500 g di alluminio; Generatore per riscaldamento ad induzione delle matrici con potenza fino a 5 kW.		

**Tabella 7: Caratteristiche principali dei componenti dell'impianto pilota per la produzione di componenti in schiuma metallica in fase di allestimento**