

4. Caratterizzazione di una schiuma sintattica

4.1 Contesto industriale della ricerca

Il progetto di caratterizzazione del materiale descritto nei seguenti paragrafi è il frutto della collaborazione tra una nota multinazionale operante nei settori aeronautico ed aerospaziale ed un consorzio di università Britanniche di cui l'Università di Oxford (ed in particolare il Solid Mechanics Group della stessa) fa parte. Tale consorzio è stato istituito allo scopo di condurre ricerche strategiche e applicate rilevanti per il tipo di tecnologia sviluppato dalla società.

Il centro di ricerca di Oxford e' uno dei circa 30 centri di questo tipo fondati dall'azienda nel Regno Unito ed in tutto il mondo e fornisce una eccellente opportunità per studenti di Dottorato e ricercatori di lavorare a problemi industrialmente rilevanti.

4.2 Caratteristiche generali del materiale e motivazioni

Il progetto, frutto della collaborazione tra la multinazionale sopra citata e l'Università di Oxford prevede la determinazione delle caratteristiche meccaniche di un materiale smorzante, a differenti velocità di deformazione. La caratterizzazione del materiale avviene attraverso test sperimentali quasi statici, a media velocità di deformazione e ad elevata velocità di deformazione al fine di poterne rappresentare al meglio il comportamento nella simulazione di eventi di tipo "birdstrike".

Un evento di tipo "birdstrike" e' una collisione tra un volatile (generalmente un uccello o un pipistrello) ed un veicolo, generalmente un aeromobile. Tale tipo di incidente avviene generalmente durante le fasi di decollo o atterraggio o durante il volo a bassa quota. quando il volatile colpisce la calotta dell'aeromobile o qualora venga ingerito all'interno dei turbojet. Esso costituisce una minaccia per la sicurezza del volo nonostante il numero di incidenti gravi che coinvolgono aerei civili risulta piuttosto basso e da un punto di vista statistico e' stato stimato che soltanto circa un incidente su oltre un

miliardo di ore di volo risulta fatale per l'uomo. L'ammontare dei danni per eventi di questo tipo e' stato stimato in circa 400 milioni di dollari solamente negli Stati Uniti ed in circa 2.1 miliardi di dollari per la totalità dei voli commerciali a livello mondiale.

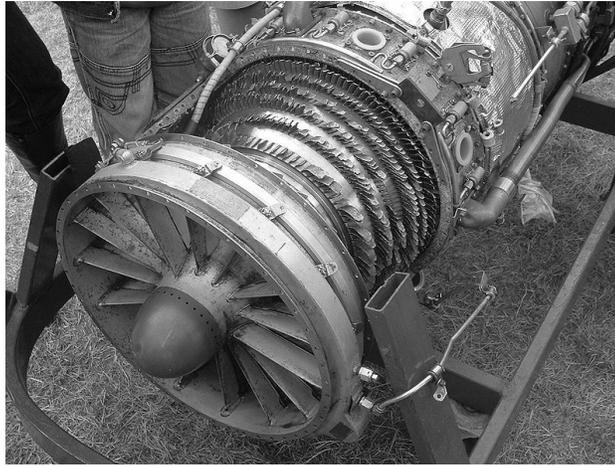


Figura H.1 : turbojet danneggiato dopo una collisione con un volatile

L'ingestione di un volatile all'interno di un turbogetto risulta particolarmente pericolosa a causa della velocità di rotazione della turbina e delle modalità costruttive del turbogetto. Quando un volatile urta la paletta di una turbina questa viene portata a collidere con un'altra paletta e così via generando una reazione a catena fino alla completa rottura. I turbogetti sono particolarmente vulnerabili durante la fase di decollo, quando la velocità di rotazione del motore e' particolarmente elevata e la probabilità di urto con volatili e' certamente più elevata.

Il programma di test ha eseguito copre numero totale di test pari a 68. Questi consistono nel testare il materiale in tre differenti modalità ed a tre differenti regimi. Le modalità di test da eseguire comprendono:

- Test in compressione
- Test in trazione

- Test a sollecitazione di taglio o torsione

I regimi sperimentali includono:

- Test quasi statici
- Testi a media velocità di deformazione
- Test ad elevata velocità di deformazione

Tutte le prove sperimentali sono state eseguite a temperatura ambiente, secondo quanto previsto dal programma di test.

Il materiale oggetto di studio è un una schiuma sintattica a matrice poliuretanica con all'interno un misto di microsferi di vetro di diverse dimensioni. Le microsferi disperse nella matrice poliuretanica sono dotate di diametro variabile compreso tra i 10 ed i 130 micron. La densità nominale del materiale (densità di target) è pari a 700 kg/m^3 , tuttavia è presente una porosità addizionale dovuta al fatto che il materiale reagisce all'umidità durante l'indurimento generando anidride carbonica. Tale porosità addizionale, ha comportato, come si vedrà, una lieve dispersione nei risultati ottenuti, in particolare per quanto riguarda i test effettuati in trazione.

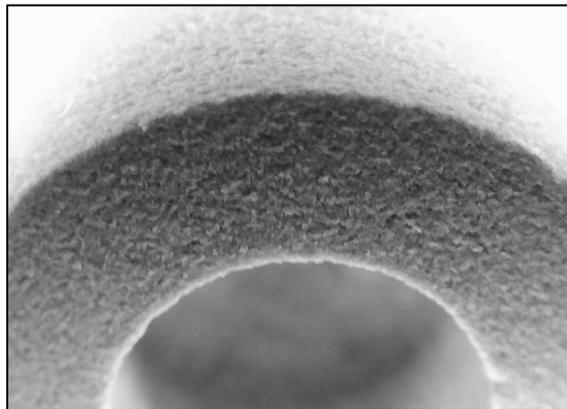


Figura H.2 : particolare di uno dei provini di geometria successivamente scartata



Figura H.3 : Stock di schiuma sintattica da cui ricavare i provini

4.3 Schiume sintattiche

La parola '*sintattica*' viene dal Greco e significa unire delle parti insieme in una singola unita'. Come detto in precedenza le schiume sintattiche sono ottenute mescolando microsfere cave n vetro, alluminio o carbonio in una matrice tipicamente polimerica, metallica o ceramica. Le dimensioni delle microsfere variano da le centinaia di nanometri e qualche millimetro. Tipicamente il materiale che costituisce la matrice di una schiuma sintattica presenta una quantita' non trascurabili di vuoti.

Le figure H.4 ed H.5 ottenute tramite enviromental scanning microscope mostrano la struttura di una schiuma sintattica ottenuta utilizzando una matrice in resina e microsfere in carbonio. In figura H.5, ottenuta con un fattore di ingrandimento maggiore, e' possibile osservare individualmente le microsfere in carbonio. La presenza di microsfere cave conferisce alle schiume sintattiche, se paragonate ai compositi a fibre rinforzata o ai compositi con particolato solido, una densita' minore.

Esse inoltre presentano una resistenza specifica a compressione notevole ed eccellenti proprietà isolanti. Per tal motivo trovano impiego in applicazioni sottomarine dove l'effetto di galleggiamento diviene prioritario.

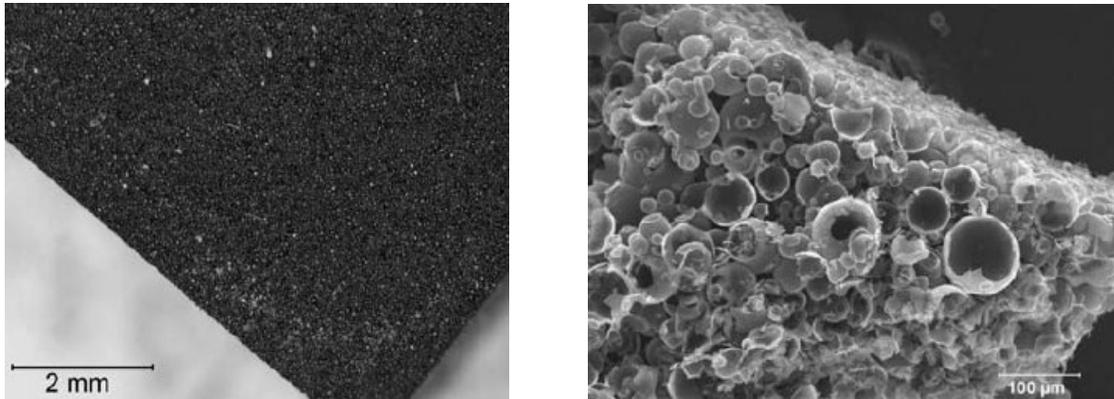


Figure H.4 ad H.5, fotografie ESEM di una schiuma sintattica costituita da microsferine in carbonio disperse in una matrice in resina (Ashby Meyers “Mechanical Behaviour of Materials”)

4.3.1 Vantaggi delle schiume sintattiche

Le schiume sintattiche, inizialmente sviluppate durante gli anni 60 per applicazioni sottomarine, hanno presto trovato impiego in applicazioni aeronautiche, navali ed aerospaziali. I fattori che caratterizzano una schiuma sintattica sono essenzialmente quattro:

- Materiale della matrice
- Materiale delle microsferine
- Frazione in volume delle microsferine
- Densità delle microsferine (correlata allo spessore delle pareti delle stesse)

La densità delle schiume sintattiche può essere variata, a parità di matrice in due modi:

- Variando la frazione volumetrica delle microsfere
- Variando la densita' delle microsfere

La densita' delle microsfere e' correlata al rapporto:

$$\eta = r_i/r_o \quad (H.1)$$

tra raggio interno e raggio esterno delle microsfere cave. La differenza tra raggio esterno e raggio interno della microsfera cava rappresenta, come e' chiaro, lo spessore della parete delle microsfere.

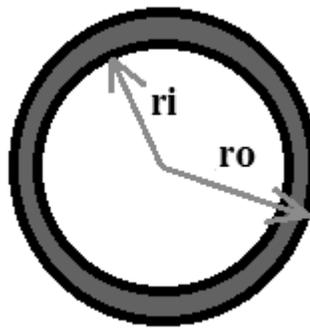


Figura H.6. Rappresentazione schematica di una microsfera

Le proprieta' delle schiume sintattiche' sono strettamente legate al rapporto η e, quindi allo spessore delle microsfere. Infatti, qualora il rapporto η diminuisce, la resistenza a compressione della schiuma e la densita' della stessa aumentano, essendo lo spessore della parete delle microsfere maggiore. La deformazione di frattura diminuisce invece al crescere del rapporto η . Di contro, uno spessore delle pareti delle microsfere minore conferisce alla schiuma in oggetto una minore densita' ed una minor resistenza.

Le schiume sintattiche sono usualmente strutture costituite da due fasi, ovvero matrice e microsfere. Le schiume sintattiche bi-fasiche sono classificate come schiume a cella chiusa, in quanto la porosita' e' presente solo per effetto delle microsfere. Tuttavia durante la produzione, aria, o microvuoti, possono rimanere intrappolati all'interno della

matrice. La presenza di aria o vuoti all'interno della matrice e' denominata porosità a cella aperta e conferisce alle schiume sintattiche una struttura composta da tre diverse fasi.

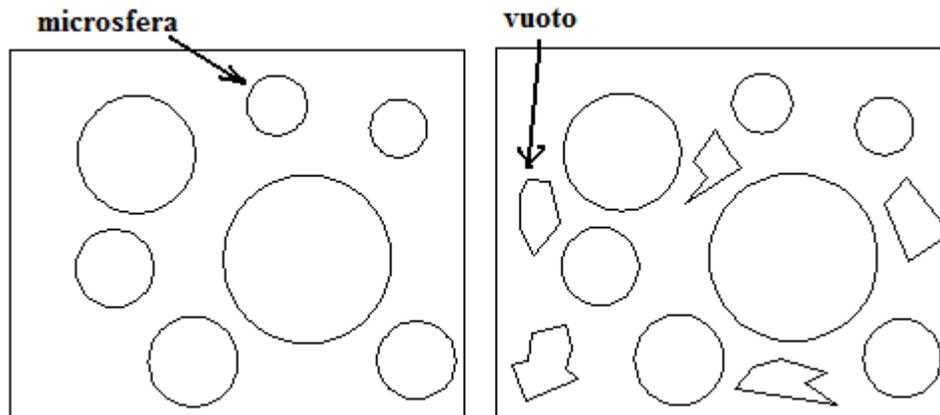


Figura H.7 – schiuma sintattica caratterizzata da due fasi, a sinistra e da tre fasi, a destra

Al fine di migliorarne le proprietà meccaniche di assorbimento dell'energia meccanica mantenendo invariata la resistenza del materiale e' possibile fornire la schiuma sintattica di proprietà variabili lungo una delle sue dimensioni. Cio' puo' essere ottenuto in due modi (Chittineni, 2009):

- Variando la densità delle microsfele attraverso lo spessore
- Variando il rapporto η tra il raggio interno ed il raggio esterno delle microsfele lungo lo spessore

Le proprietà delle schiume sintattiche possono essere inoltre migliorate aggiungendo ulteriori materiali quali argilla e/o fibre.

In via del tutto generale, le proprietà delle schiume sintattiche e come queste variano al variare delle caratteristiche delle schiume stesse possono essere così sintetizzate:

Effetto della frazione in volume, della densità e della misura delle microsfere

- La resistenza a compressione delle schiume sintattiche decresce, in genere, al crescere della frazione in volume delle microsfere
- Le schiume sintattiche costituite da microsfere di dimensioni minori presentano un carico di snervamento a compressione più basso e un modulo elastico più basso rispetto a schiume sintattiche di pari materiale ma costituite da microsfere di misura maggiore
- Al diminuire del rapporto η (microsfere più spesse) la resistenza a compressione ed il modulo elastico crescono. Inoltre le curve sforzo – deformazione delle schiume sintattiche mostrano tipicamente una zona di plateau simile a quella che si ha in materiali destinati ad un elevato assorbimento di energia meccanica. Le schiume sintattiche con una densità minore (e quindi con un rapporto η maggiore) mostrano una zona di plateau più ampia ma una resistenza a compressione più bassa se paragonate a schiume con densità più elevata. Al contrario le schiume sintattiche dotate di densità elevata mostrano una resistenza più elevata ma una regione di plateau ridotta.

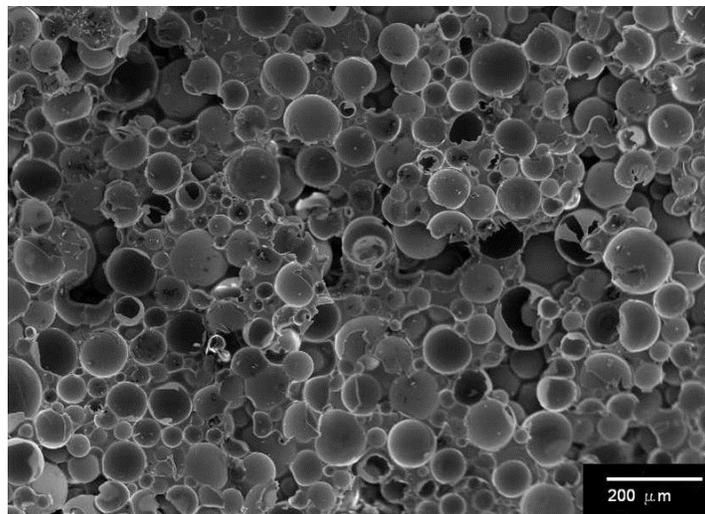


Figura H.8: micrografia di una schiuma sintattica avente microsfere in vetro su matrice epossidica

- Quando il rapporto η diminuisce (schiume sintattiche dotate di densità maggiore) la resistenza in trazione della schiuma sintattica aumenta così come il modulo elastico
- Quando la percentuale in volume delle microsfele cresce, la resistenza in trazione della schiuma diminuisce così' come il modulo elastico
- La resistenza a trazione ed il modulo elastico crescono linearmente al diminuire della frazione in volume delle microsfele disperse nella matrice

Effetto di temperatura ed umidità

- Il modulo elastico di una schiuma sintattica decresce al crescere della percentuale di umidità
- la resistenza a compressione decresce al crescere della temperatura

Assorbimento degli urti

In generale le proprietà' delle schiume sintattiche legate all'assorbimento degli impatti migliorano all'incrementarsi della frazione percentuale di microsfele:

- la capacità' di assorbimento dell'energia durante un impatto cresce al crescere della percentuale in volume di microsfele.
- Il massimo carico sostenibile durante un impatto cresce al crescere dello spessore delle microsfele
- Le schiume sintattiche prodotte scegliendo uno spessore delle microsfele ridotto sono dotate di una energia di impatto corrispondente alla massima forza di impatto minore.
- Le schiume sintattiche prodotte scegliendo uno spessore delle microsfele ridotto sono dotate di una energia di impatto corrispondente alla massima forza di impatto minore.

- La energia di propagazione, ovvero la differenza tra la massima energia di impatto e l'energia corrispondente alla massima forza di impatto, cresce al diminuire dello spessore delle microsfere.

Comportamento ad elevata velocita' di deformazione

- Il valore della tensione di picco, cosi' come quello del modulo elastico dipendono dalla velocita' di deformazione, manifestando un incremento di entrambi all'aumentare di quest'ultima.
- La tensione di picco ed il modulo crescono al crescere dello spessore delle microsfere
- Le proprieta' meccaniche ad elevato strain rate peggiorano al crescere della frazione in volume delle microsfere e/o del rapporto η (microsfere di spessore minore)
- La resistenza a frattura di una schiuma sintattica cresce al crescere della velocita' di deformazione

Comportamento a flessione

- La resistenza a flessione di una schiuma sintattica decresce al crescere della frazione in volume delle microsfere cosi' come il modulo a flessione.

4.4 Comportamento meccanico di schiume e materiali cellulari

Le caratteristiche tensione – deformazione delle schiume, e dei materiali cellulari in generale presentano tre zone caratteristiche:

- Regione elastica
- Zona di plateau (cedimento plastico)
- Regione di densificazione

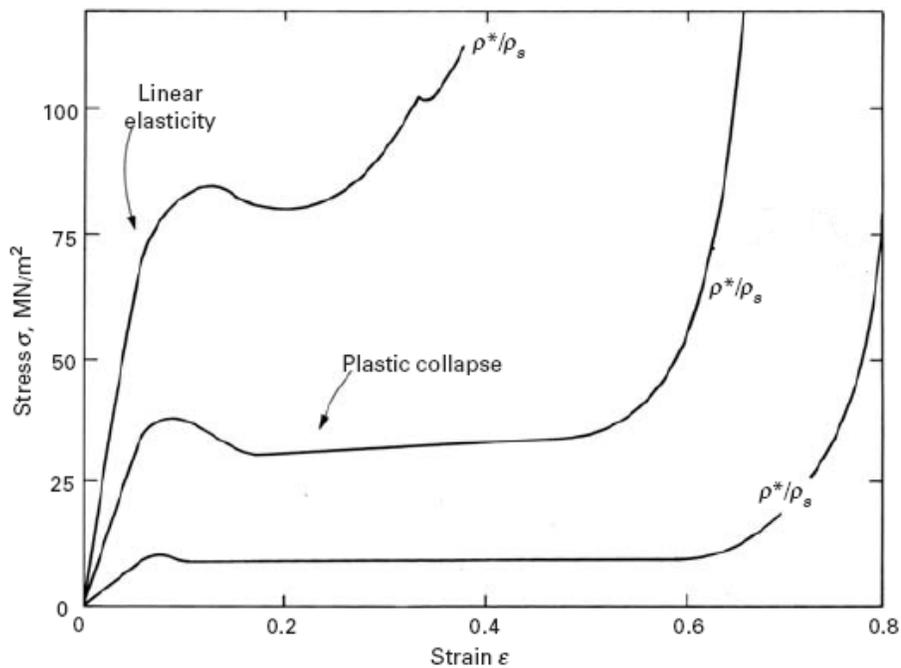


Figura H.9 : caratteristica tensione – deformazione di un materiale cellulare (da Meyers “Mechanical Behaviour of Materiale”)

Maggiore è la densità relativa iniziale, ovvero il rapporto $\frac{\rho}{\rho_s}$ tra la densità della schiuma e la densità del materiale costituente la schiuma in assenza di porosità, meno estesa, e ad una tensione più elevata si presenta la zona di plateau.

4.5 Caratterizzazione in regime quasi statico di una schiuma sintattica a matrice poliuretanicca con microsfere cave in vetro

La caratterizzazione quasi statica del materiale oggetto di studio è stata effettuata, come di consueto per i test in regime quasi statico, utilizzando una macchina servo idraulica. I test effettuati in questo regime di strain rate possono essere considerati non affetti da problemi riguardanti vibrazioni e trasmissione delle onde di tensione.

Trattandosi di un materiale a matrice poliuretanicca e quindi dotato di una resistenza sia in trazione che in compressione non elevata si è scelto di utilizzare una cella di carico opportuna, dotata di una capacità di carico tale da testare il materiale di interesse fino alla regione di densificazione ed allo stesso tempo dotato di sensibilità tale da registrare fedelmente la regione elastica e la zona di plateau. A tale scopo si è scelto di collegare alla macchina servo idraulica Zwick/Roell Z250 una cella di carico da 500 N (fig.H10)

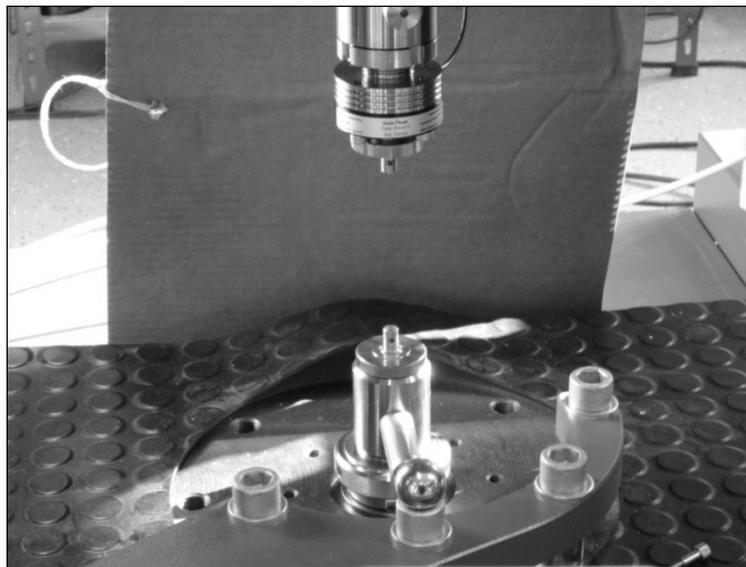


Figura H.10 – cella di carico da 500 N utilizzata per eseguire le prove sperimentali in regime quasi statico

4.5.1 Estensometro laser

Dopo molti anni dalla prima apparizione in un laboratorio sperimentale le tecniche di estensimetria ottica hanno oramai trovato importanti strade nel mondo della caratterizzazione meccanica dei materiali.

Laboratori di prova e dipartimenti universitari hanno a lungo ricercato metodi di misura affidabili delle deformazioni che non implicino un effettivo contatto tra lo strumento di misura ed il provino. In alcuni casi la necessità è dettata dalle limitazioni ambientali di utilizzo di dispositivi di misura che implicano il contatto con il provino da testare. Un'estensometro di tipo meccanico infatti potrebbe non effettuare misure accurate o, addirittura subire danni irreversibili al di sopra di una certa temperatura. La necessità di evitare il contatto può essere imposta anche dal materiale costituente il provino. Infatti, qualora si voglia testare un filamento di fibra per materiali compositi oppure pellicole particolarmente delicate o adesivi, anche un danneggiamento impercettibile dovuto al contatto tra i coltelli ed il materiale oggetto di interesse può influenzare, distorcendole, le misure effettuate. Inoltre lo stesso peso proprio dell'estensometro meccanico potrebbe condizionare le misure effettuate.

Il funzionamento di un estensometro laser si basa sullo scattering diffuso di una luce laser inviata su strisce adesive poste sul provino. Un estensometro laser utilizza uno specchio rotante a doppia faccia ed un trasmettitore di luce laser visibile generando una linea di scansione lungo l'asse del provino. La linea di scansione intercetta un paio di striscette riflettenti adesive, poste sul provino prima del tes. Le stricette adesive riflettenti definiscono la gage length iniziale. Quando il raggio laser trasmesso incontra una delle striscette riflettenti la sua energia viene riflessa indietro incontrando, prima lo specchio rotante e, successivamente un rivelatore montato coassialmente al trasmettitore laser. Gli impulsi generati dal rivelatore hanno un'ampiezza proporzionale all'energia riflessa dalle striscette riflettenti ed una durata proporzionale alla larghezza di queste ultime. L'ampiezza massima degli impulsi misurati dal rilevatore viene registrata così come l'istante in cui l'ampiezza degli impulsi stessi decade del 50 % dopo aver raggiunto il valore massimo. l'ampiezza della gage length e' definita a partire dalla

distanza temporale tra i punti in cui l'ampiezza degli impulsi decade del 50 %. Il tempo di rotazione richiesto per lo scanning del raggio laser, dall'estremità superiore della linea di scansione fino ad incontrare la prima striscetta riflettente viene registrato con precisione e definisce l'angolo A tra l'estremità superiore della linea di scansione e la prima striscetta riflettente. Alla stessa maniera viene determinato l'angolo B compreso tra le due strisce riflettenti. Noti gli angoli A e B e la distanza tra lo specchietto riflettente ed il provino, la distanza tra i due target riflettenti risulta determinata in tempo reale, per cui anche la elongazione della gauge length e la deformazione nominale.

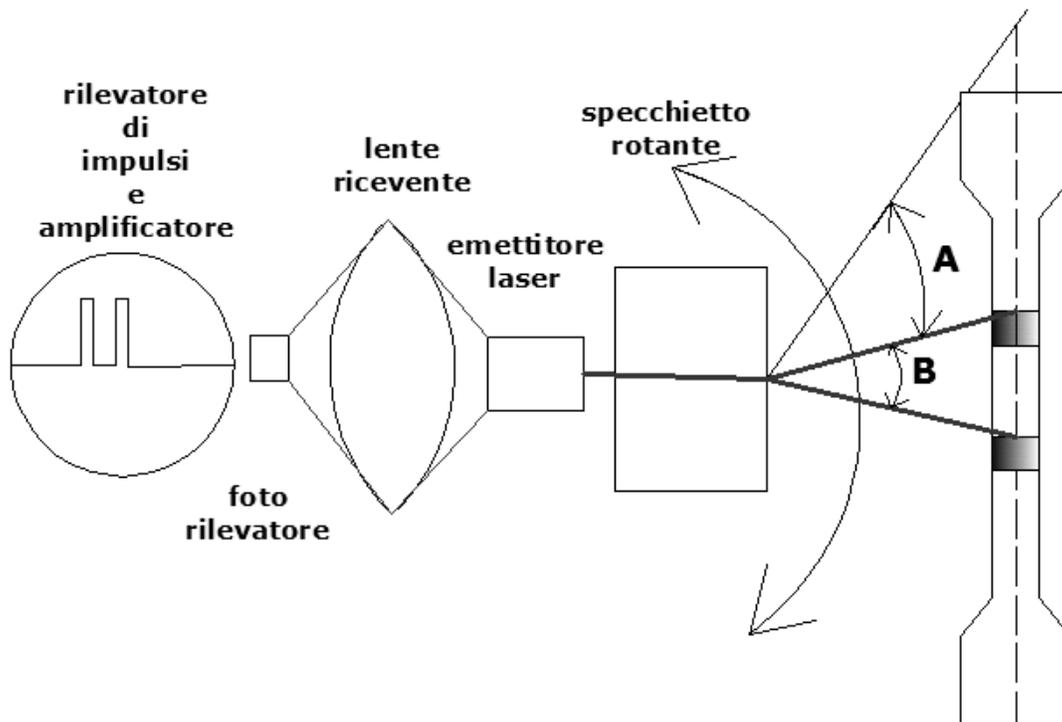


Figura H.11 funzionamento di un laser estensimetro

Il laser estensimetro utilizzato, il modello *LE - 05 della Electronic Instrument Research* permette di rilevare la distanza tra le strisce riflettenti con una precisione pari a 0.001

mm, risulta di relativamente facile utilizzo ed è, inoltre, dotato delle seguenti caratteristiche:

- Risoluzione: 0,001 mm
- Velocità di scansione: 100 scansioni al secondo
- Orientamento della linea di scansione: verticale
- Campo di misura: da 5 a 127 mm
- Distanza di target: 254 mm o 450 mm
- Peso: 5.9 kg
- Sorgente laser: diodo laser da 670 nm



Figura H.12 - Estensometro Laser Electronic Instrument Research LE - 05

4.5.2 Modalità di esecuzione dei test e risultati sperimentali

I test sperimentali sono stati effettuati impiegando una macchina servo idraulica Zwick/Roell Z250 alla quale è stato connesso, come trasduttore per la misura delle forze agenti, una cella di carico con capacità pari a 500 N.

Per i test di trazione si sono utilizzati provini filettati alle estremità di sezione circolare e diametro della sezione pari a 4 mm. Le filettature di estremità sono di tipo metrico M10 e la gauge length è pari a 8 mm. La gauge length è raccordata alle estremità filettate con raggi di raccordo pari a $R = 10$ mm.

Per i test di compressione di sono utilizzati provini cilindrici aventi sezione di diametro pari a 4 mm e lunghezza pari a 6 mm. Al fine di verificare la eventuale dipendenza delle caratteristiche del materiale dalle dimensioni del provino si sono ripetuti i test in compressione mantenendo inalterato lo strain rate ed utilizzando provini cilindrici di dimensioni di diametro pari a 6 mm e lunghezza pari a 5 mm e diametro pari a 9 mm e lunghezza pari a 4 mm.



Figura H.13 – Provino filettato utilizzato per test quasi statici in trazione

Allo scopo di trasmettere in maniera appropriata le forze applicate per effetto degli spostamenti imposti alla traversa della macchina di prova, evitando l'insorgere di momenti flettenti non desiderati sui provini di schiuma sintattica, si sono utilizzate le seguenti connessioni tra macchina e provini:

- *trasmissione delle forze test di compressione.* Le forze sono trasmesse al provino attraverso delle sfere di acciaio le quali trasmettono le forze di compressione applicate a cilindri di superficie speculare scorrevoli su un telaio di forma rettangolare. Le sfere in acciaio costituiscono un vincolo di tipo cerniera ed, essendo allineate lungo l'asse del provino, fanno sì che le sollecitazioni applicate su quest'ultimo siano puramente assiali. L'intelaiatura rettangolare non supporta nessuna delle forze applicate agendo esclusivamente da guida per i cilindri scorrevoli che insistono sui provini.

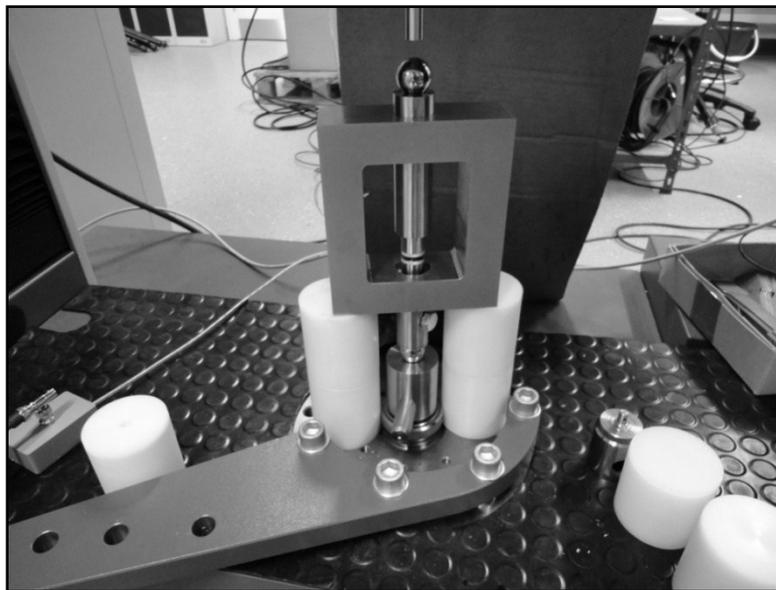


Figura H.14 – Trasmissione delle forze dalla macchina al provino durante test di compressione

- *trasmissione delle forze test di trazione.* In questo caso il provino viene avvitato alle due estremità ad una coppia di adattatori cilindrici, filettati internamente, per mezzo di opportuni perni calibrati, alla cella di carico da una parte, ed al telaio della macchina di prova dall'altra. Per la natura dei vincoli e delle forze applicate, la retta d'azione dei carichi risulta perfettamente assiale.

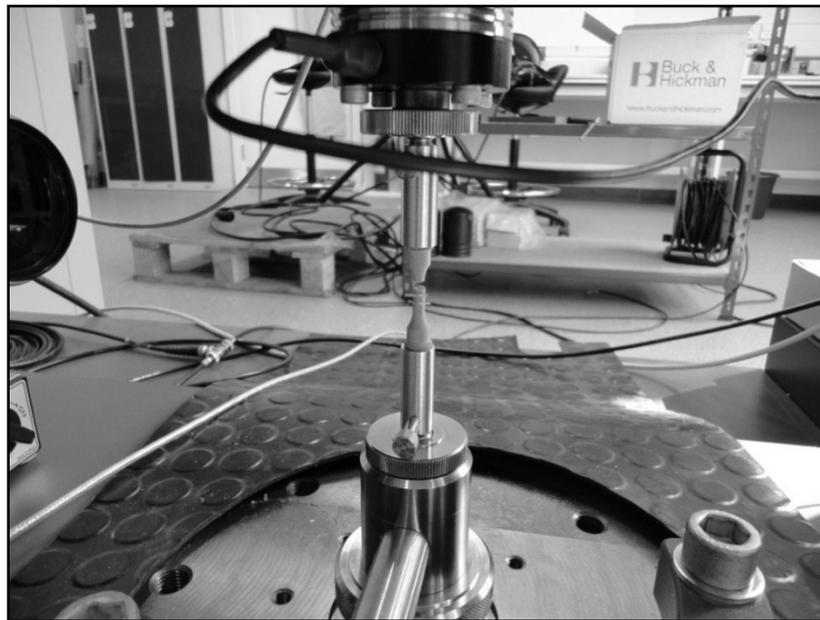


Figura H.15 – configurazione sperimentale test quasi statici in trazione su schiuma sintattica

Ognuno dei test quasi statici effettuati è stato eseguito ad una velocità di deformazione uguale a 10^{-3} s^{-1} impostando una velocità di movimento della traversa della macchina Zwick/Roell Z250 tale da effettuare un movimento pari alla gauge length dei differenti provini utilizzati in un tempo pari ad un secondo.

L'esecuzione dei vari test quasi statici effettuati è controllata tramite il software Test Xpert II asservito alla macchina di prova. Tale software permette di controllare tutti i parametri che definiscono un test di tipo quasi statico, quali: precarico, velocità di

precarico, modalità di test, velocità di esecuzione del test, carico limite di interruzione del test (per test di compressione), carico di interruzione del test dopo rottura in tensione, tipologia del provino impiegato, variabili da registrare, ecc.

Le strisce di materiale riflettenti, che sostituiscono i target da rilevare per l'estensometro laser sono state poste per i provini in trazione in maniera opportuna, direttamente sulla gage length, mentre per i test in compressione sono state poste alle estremità dei cilindri che trasmettono il carico ai provini. Tale posizionamento non induce nessun errore sperimentale in quanto, data la elevata deformabilità del materiale oggetto di interesse si può assumere che la deformazione avvenga soltanto nel provino senza che si abbia alcuna deformazione di cilindri di compressione e del telaio di guida.

I risultati sperimentali ottenuti dai test in compressione mostrano un'ottima ripetibilità dei test e zone elastiche, di plateau e di densificazione ben definite (figura H.16). Inoltre (figura H.19) è possibile notare come la dimensione del provino non influenzi le caratteristiche meccaniche del materiale. Tale verifica si è resa necessaria allo scopo di accertare l'importanza dell'effetto, in compressione, dell'eventuale porosità aggiuntiva dovuta alla formazione di anidride carbonica durante la produzione (nello specifico durante la fase di indurimento) della schiuma.

Durante lo svolgimento dei test si è notato come una corretta lubrificazione dell'area di contatto provino – cilindri metallici risulti decisiva nella riuscita del test. Una mancata lubrificazione della zona di contatto comporta infatti l'introduzione, al deformarsi del provino, di forze di attrito in direzione ortogonale alla direzione di applicazione delle forze. La presenza di forze di attrito fa sì che lo stato tensionale all'interno del provino passi da monoassiale a triassiale con conseguente frattura del provino in direzione longitudinale e caratteristica sforzo deformazione ottenuta non rappresentativa dell'effettivo comportamento meccanico della schiuma sintattica.

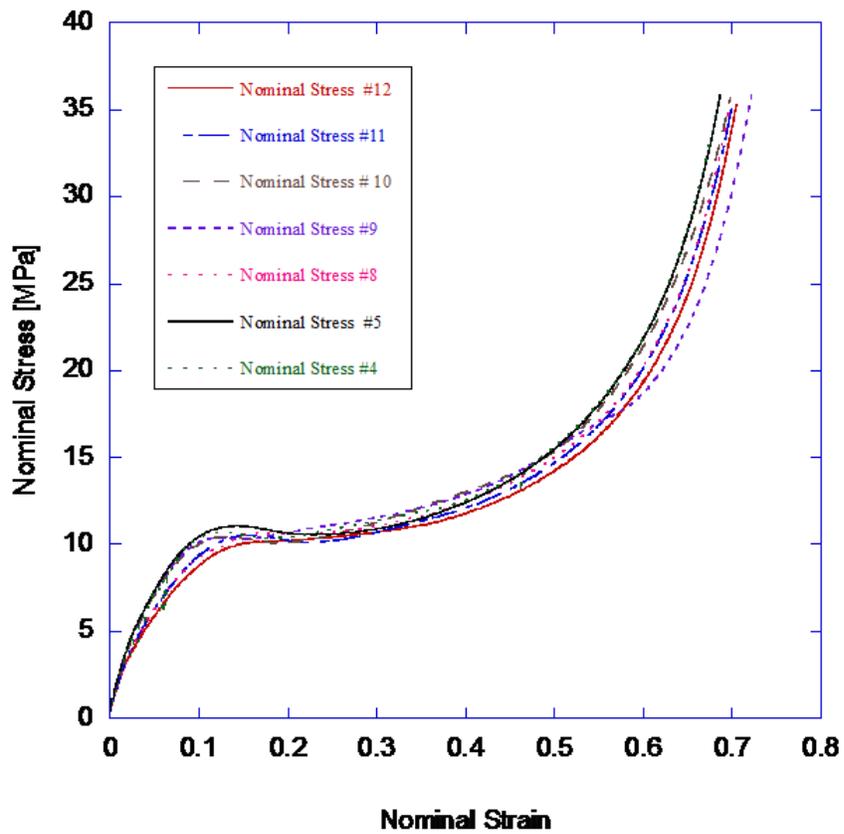


Figura H.16 : caratteristica tensione – deformazione nominale della schiuma sintattica a matrice poliuretanicca oggetto di studio (direzione di carico: compressione)

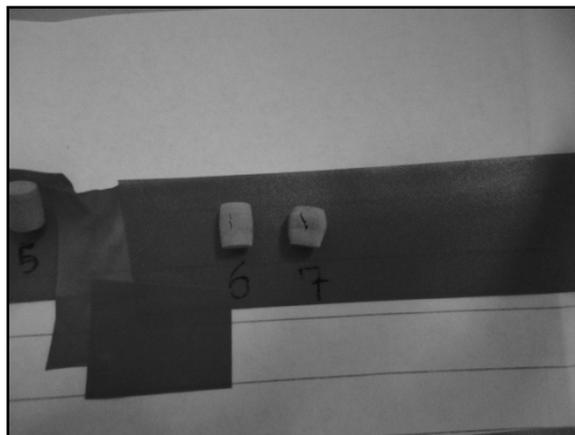


Figura H.17 : frattura longitudinale dei provini testati in compressione non lubrificati opportunamente

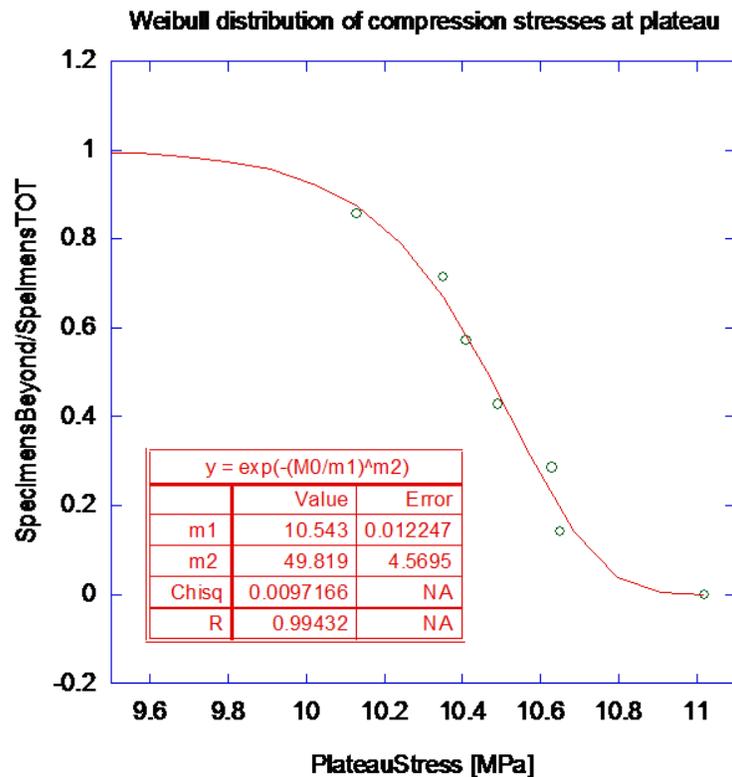


Figura H.18 : Schiuma sintattica poliuretanic: distribuzione di Weibull della tensione di Plateau (direzione di carico: compressione)

I risultati ottenuti dai test quasi statici in trazione mostrano una certa dispersione relativa alla tensione massima rilevata. Ciò è probabilmente dovuto al fatto che le microsfere cave in vetro sono dotate di diametro variabile tra i 10 ed i 130 micron possibilmente non equamente distribuite nei diversi provini utilizzati ed alla presenza di vuoti generati durante l'indurimento della schiuma per formazione di CO₂. Tale effetto probabilmente non si presenta nei test effettuati in compressione poiché, come si vedrà nei prossimi paragrafi, le microsfere cave in vetro vengono completamente schiacciate in compressione, uniformando eventuali differenze indotte dal diverso diametro di queste ultime. Inoltre i vuoti dovuti alla presenza di anidride carbonica vengono compattati in compressione. In trazione invece le microsfere rimangono completamente intatte per cui

una eventuale non uniformità nella distribuzione delle microsfele di diverso diametro influisce sulle caratteristiche meccaniche.

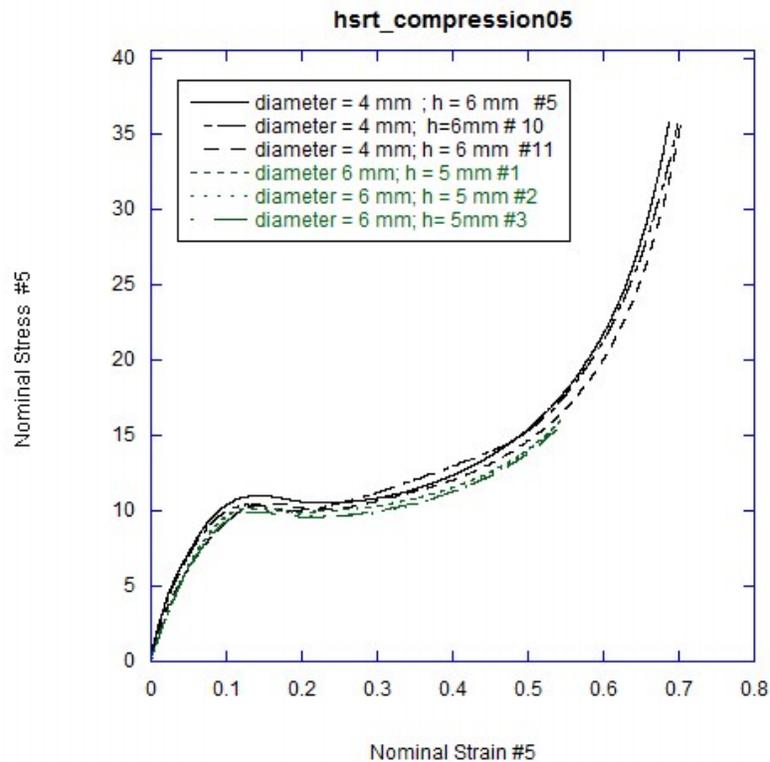


Figura H.19 : indipendenza della caratteristica nominale tensione – deformazione dalle dimensioni del provino

Durante l'esecuzione dei test si è notato come una disposizione delle strisce riflettenti in senso circonferenziale non favorisca la ripetibilità dei test effettuati. Ciò è probabilmente dovuto al fatto che tale disposizione, al progredire del test, finisce per costituire un vincolo alle deformazioni alterando la monoassialità dello stato tensionale. Una disposizione delle strisce riflettenti in senso trasversale alla gauge length accompagnata da una riduzione dello spessore delle stesse migliora la ripetibilità dei risultati e, quindi, la validità dei test effettuati.

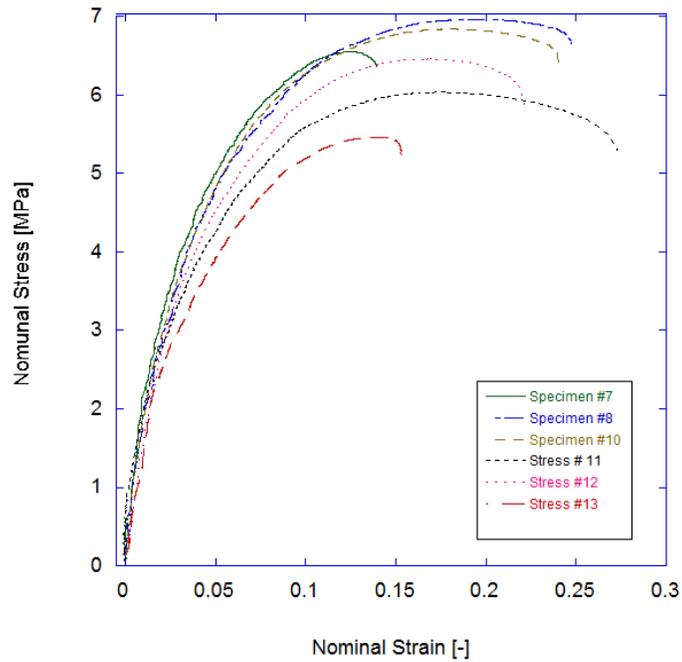


Figura H.20 : caratteristica tensione – deformazione nominale della schiuma sintattica a matrice poliuretanic oggetto di studio (direzione di carico: trazione)

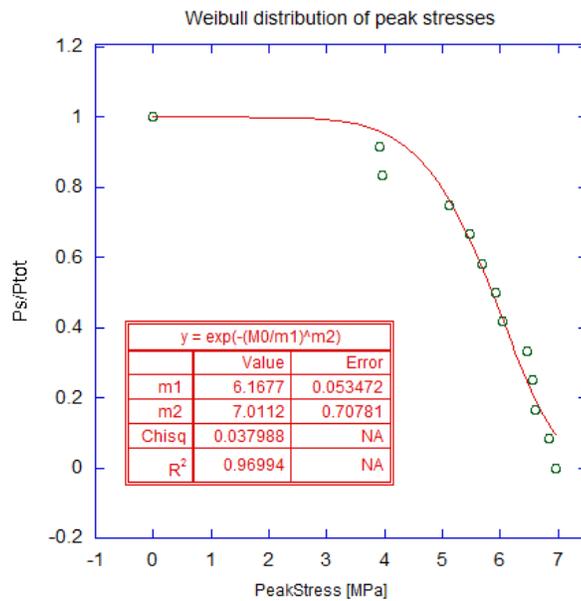


Figura H.21 : Schiuma sintattica poliuretanic: distribuzione di Weibull della tensione di Plateau (direzione di carico: trazione)



Figura H.22: materiale riflettente utilizzato come target per estensometro laser