

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

Tesi di Laurea Magistrale

Sistemi SMC (Soft Magnetic Composites) con ossido di ferro: alternative di processo e caratterizzazione.



Relatori

Prof. Marco Actis Grande

Prof. Luca Ferraris

Ing. Dott. Emir Poskovic

Ing. Fausto Franchini

Candidato

Mirko Trovato

TORINO, 14.07.2020

Sommario

INTRODUZIONE	2
1. ELETTROMAGNETISMO E MATERIA.....	4
1.1. GRANDEZZE MAGNETICHE	4
1.2. CLASSIFICAZIONE MAGNETICA DEI MATERIALI	6
1.3. PERDITE NEI MATERIALI FERROMAGNETICI.....	12
2. MATERIALI FERROMAGNETICI SOFT	16
2.1. ASPETTI INTRODUTTIVI.....	16
2.2. STORIA DEI MATERIALI FERROMAGNETICI SOFT.....	17
2.3. LAMIERINI MAGNETICI	21
3. SOFT MAGNETIC COMPOSITES (SMC).....	27
3.1. ELEMENTI CARATTERIZZANTI.....	28
3.1.1. <i>Polvere metallica ferromagnetica</i>	28
3.1.2. <i>Layer isolante</i>	32
3.1.3 <i>Processo produttivo</i>	33
3.2. VANTAGGI E SVANTAGGI.....	33
3.3. APPLICAZIONI E STATO DELL'ARTE	37
4. MATERIALI E METODI.....	43
4.1. STUDIO DI UN LAYER ISOLANTE FERRIMAGNETICO	43
4.1.1. <i>Materiali costituenti</i>	44
4.1.1.1. Ferro ABC100.30	44
4.1.1.2. Ferrite Fe ₂ O ₃	47
4.1.1.3. Lubrificante polveri.....	48
4.1.2. <i>Realizzazione SMC</i>	49
4.1.2.1. Composizione miscela.....	49
4.1.2.2. Miscelazione.....	51
4.1.2.3. Ibridizzazione: due ulteriori approcci	54
4.1.2.4. Formatura del green	56
4.1.2.5. Nomenclatura	58
4.2. STUDIO DI UN NUOVO SISTEMA CON LAYER ISOLANTE ORGANICO	59

4.2.1. <i>Materiali costituenti</i>	60
4.2.1.1. Lega Ferro-Fosforo: PASC60	60
4.2.1.2. Resine termoindurenti	64
4.2.2. <i>Realizzazione SMC</i>	66
4.2.2.1. Composizione miscele	67
4.2.2.2. Miscelazione	69
4.2.2.3. Formatura del green	69
4.2.2.4. Trattamento termico	70
4.2.2.5. Fresatura campioni	75
4.3. PROVE SVOLTE	77
4.3.1. <i>Misura coercitività</i>	78
4.3.2. <i>Misura resistenza elettrica</i>	79
4.3.3. <i>Caratterizzazione magnetica</i>	80
4.3.3.1. Principio e strumentazione	80
4.3.3.2. Preparazione dei provini	81
4.3.3.3. Metodologia e risultati	84
5. CONSIDERAZIONI E ANALISI DEI RISULTATI	86
5.1. SMC CON LAYER ISOLANTE INORGANICO	86
5.1.1. <i>Miscelazione normale</i>	86
5.1.2. <i>Ibridizzazione</i>	90
5.1.3. <i>Ibridizzazione con setacciatura</i>	93
5.1.4. <i>Ibridizzazione con trattamento termico in vuoto</i>	97
5.1.5. <i>Ibridizzazione con trattamento termico in aria</i>	102
5.1.6. <i>Confronto degli approcci produttivi</i>	107
5.1.7. <i>Ibridizzazione: ulteriori considerazioni</i>	113
5.2. SMC CON LAYER ISOLANTE ORGANICO	116
5.2.1. <i>SMC PASC60 - Resina fenolica</i>	116
5.2.2. <i>SMC PASC60 – Resina epossidica</i>	119
CONCLUSIONI E SVILUPPI FUTURI	122
BIBLIOGRAFIA	125

Ringraziamenti

Desidero rivolgere dei sentiti ringraziamenti ai co-relatori, l'Ing. Dott. Emir Poskovic e l'Ing. Fausto Franchini, figure di indiscutibile sapienza, esperienza ed umanità, che con i loro insegnamenti e suggerimenti mi hanno supportato e guidato, in modo incondizionato, durante tutto il periodo di attività sperimentale.

Ringrazio, inoltre, tutte le figure professionali che animano i laboratori del Politecnico di Torino nella sede di Alessandria, per la loro disponibilità.

Infine, doverosi ringraziamenti vanno a mia madre, mio fratello e all'amico fraterno Alberto, colonne portanti dell'intero mio percorso universitario, senza le quali non avrei raggiunto questo primo traguardo importante della mia vita. Grazie!

Introduzione

Le necessità di innovazione e di efficienze sempre maggiori, in taluni casi facce della stessa medaglia, spiegano la costante evoluzione che si è avuta, e che tuttora si ha, nel mondo elettrico. Tale evoluzione, specie nel contesto delle macchine elettriche e dell'elettronica di potenza, è strettamente connessa con la ricerca e la messa a punto di nuove soluzioni di materiali ferromagnetici soft, il cui scenario è in continuo sviluppo sin dalle prime sperimentazioni condotte da Faraday.

I Soft Magnetic Composites (SMC) sono l'ultima classe, in ordine cronologico, ad arricchire il panorama dei materiali ferromagnetici soft. Si tratta di materiali compositi costituiti da polveri ferromagnetiche rivestite con un layer isolante elettrico, di natura organica o inorganica, compattate a formare il nucleo magnetico. Proprio la presenza di tale layer isolante, permette di limitarne le perdite di potenza per correnti parassite, rendendoli particolarmente indicati per applicazioni ad alta frequenza. Tuttavia, il loro impiego si sta progressivamente estendendo anche in range di frequenze operative più basse, in quanto offrono la possibilità, estremamente vantaggiosa, di avere una isotropia tridimensionale del flusso magnetico, e in generale di tutte le proprietà del composito.

Le principali peculiarità appena discusse, in combinazione con le potenzialità di formatura offerte dalla metallurgia delle polveri, rendono gli SMC una possibile e valida alternativa ai lamierini magnetici, ancora largamente impiegati nel mondo delle macchine elettriche, specialmente nel contesto di dispositivi più complessi, come le macchine a flusso assiale e trasversale, nelle quali l'approccio della laminazione del nucleo ferromagnetico comporta tutta una serie di importanti criticità.

L'attività di tesi svolta presso i laboratori del Politecnico di Torino nella sede di Alessandria, guidata e supervisionata da un team di ricerca con esperienza pluriennale nell'ambito dei materiali magnetici, si è posta come obiettivo quello di studiare nuove soluzioni di SMC. Nello specifico si sono indagati separatamente due sistemi: uno in cui si è impiegato un materiale inorganico ferrimagnetico per il layer isolante delle polveri metalliche e un secondo, invece, nel quale si è indagata una matrice ferromagnetica alternativa, in combinazione con un layer isolante organico. Lo studio è culminato con la caratterizzazione magnetica dei campioni SMC

realizzati, così da discutere ed analizzare l'influenza di diversi aspetti sulle proprietà finali del composito, quali ad esempio il tenore di materiale isolante o la strategia produttiva.

1. Elettromagnetismo e materia

Il magnetismo e i suoi effetti sono noti all'uomo sin dall'antichità: si è nel secolo VII a.C. nella città greca di Magnesia, quando furono scoperti i primi giacimenti di magnetite (Fe_3O_4), un ossido di ferro in grado di attirare a se la limatura di ferro, il cui nome deriva proprio dalla suddetta città.

Nel corso dei secoli, importanti furono le applicazioni dei materiali magnetici, come ad esempio la bussola, dispositivo costituito da un ago magnetico che, interagendo con il campo magnetico terrestre, ha permesso all'uomo di trovare la rotta e la cui invenzione risale al secolo XII d.C. [1].

Bisogna attendere il XVI secolo per avere un'evidenza scientifica circa le caratteristiche del magnetismo, mostrate da Gilbert grazie a degli esperimenti svolti con i magneti.

Solo in tempi più recenti, nel XIX secolo, si ebbe una visione più completa circa la teoria del magnetismo, mediante una serie di sperimentazioni che misero in luce la stretta correlazione tra fenomeni elettrici e magnetici. Dapprima, Oersted mostrò come un filo percorso da corrente produca un campo magnetico, evidenziandone le linee di campo con l'ausilio della limatura di ferro posta su un piano perpendicolare al filo. In seguito, Ampère evidenziò che le azioni magnetiche sono l'effetto dell'interazione di cariche elettriche in movimento. Successivamente a queste esperienze, Faraday provò che un campo magnetico variabile nel tempo è sorgente di un campo elettrico non conservativo. Infine, Maxwell dimostrò il risultato simmetrico, ovvero che un campo elettrico variabile nel tempo è sorgente di un campo magnetico, andando quindi a unificare i fenomeni elettrici e magnetici nell'unico concetto di campo elettromagnetico, di cui fornì anche una sistemazione formale con quattro equazioni differenziali che correlano tra loro le grandezze elettriche e magnetiche [2].

1.1. Grandezze magnetiche

Per operare una descrizione spaziale dei fenomeni magnetici oltre che per discutere il comportamento della materia in presenza di un campo magnetico prodotto da correnti elettriche, due sono le grandezze fondamentali, entrambe vettoriali: il campo magnetico H (A/m) e

l'induzione magnetica B (T). Al fine di una più agevole interpretazione del loro ruolo nelle applicazioni dell'elettromagnetismo, può essere utile il seguente schema concettuale [3]:

1. La corrente elettrica I produce il campo magnetico H (*Legge della circuitazione magnetica*);
2. Il campo magnetico H produce l'induzione magnetica B (*Caratteristica costitutiva del mezzo*);
3. L'induzione magnetica B a sua volta produce effetti elettrici e meccanici (*Leggi di Lenz e Lorentz*).

Contestualizzando la legge della circuitazione magnetica al caso di un solenoide rettilineo di lunghezza unitaria, il campo magnetico prodotto dalla corrente di intensità I sarà:

$$H = NI \quad (1.1)$$

con il parametro N che identifica il numero di spire.

Se all'interno del solenoide vi è il vuoto (immagine a sinistra in Figura 1.1), la corrispondente induzione magnetica risulta essere:

$$\mathbf{B}_0 = \mu_0 \mathbf{H} \quad (1.2)$$

I due vettori sono tra loro paralleli e la costante di proporzionalità μ_0 , detta permeabilità magnetica del vuoto, vale:

$$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{H}{m} \quad (1.3)$$

Ponendo invece un mezzo omogeneo all'interno del solenoide (immagine a destra in Figura 1.1), la nuova induzione magnetica risulterà:

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mu_r \mathbf{H} = \mu \mathbf{H} \quad (1.4)$$

e le grandezze μ_r e μ definite rispettivamente permeabilità magnetica relativa del mezzo e permeabilità magnetica (assoluta).

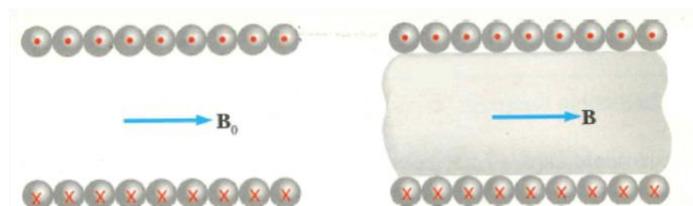


Figura 1.1 Rappresentazione schematica di un solenoide vuoto (sinistra), e contenente un mezzo omogeneo (destra) (Figura tratta da [2]).

La (1.4) è la caratteristica costitutiva del mezzo ed esplicita il legame tra l'induzione magnetica e le proprietà del materiale costituente il mezzo omogeneo.

In chiave di variazione di induzione magnetica, è possibile scrivere:

$$\mathbf{B}_m = \mathbf{B} - \mathbf{B}_0 = (\mu_r - 1)\mu_0\mathbf{H} = \mu_0\chi_m\mathbf{H} \quad (1.5)$$

in cui, la χ_m è la suscettività magnetica e rappresenta la variazione relativa di induzione magnetica, dovuta alla presenza del materiale.

Al fine di descrivere in modo diretto le proprietà magnetiche del materiale sotto l'azione delle correnti, è possibile definire il vettore magnetizzazione \mathbf{M} come segue:

$$\mathbf{M} = \chi_m\mathbf{H} = (\mu_r - 1)\mathbf{H} \quad (1.6)$$

L'induzione magnetica \mathbf{B} può quindi essere riscritta nel modo seguente:

$$\mathbf{B} = \mathbf{B}_0 + \mathbf{B}_m = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad (1.7)$$

La relazione (1.7) può essere interpretata considerando l'induzione magnetica \mathbf{B} costituita da due contributi: il primo è dovuto alle correnti di conduzione che circolano nelle spire costituenti il solenoide; il secondo contributo, che rappresenta l'effetto del mezzo magnetizzato, è invece dovuto ad una corrente generata sulla superficie dello stesso, che è la risultante di correnti di origine atomica, dette anche correnti amperiane, le quali si hanno per effetto del campo magnetico dato dalla corrente di conduzione [2].

1.2. Classificazione magnetica dei materiali

La fenomenologia esposta, suggerisce una classificazione dei materiali secondo le loro proprietà magnetiche. Essi, vengono suddivisi in dia-, para-, e ferromagnetici.

I materiali diamagnetici, per i quali la permeabilità relativa è costante al variare del campo, presentano valori:

$$\mu_r < 1 (\approx 1) \Rightarrow \chi_m < 0$$

Le correnti amperiane circolano nel verso opposto a quelle di conduzione quindi il vettore magnetizzazione \mathbf{M} è opposto al vettore \mathbf{H} . La suscettività magnetica ha ordine di grandezza 10^{-5} , come mostrato in Tabella 1.1, e dipende dalla densità del materiale.

Tabella 1.1 Valori di suscettività magnetica χ_m di alcune sostanze diamagnetiche (Dati tratti da [2]).

Materiale	χ_m
Oro	$-3,46 \cdot 10^{-5}$
Rame	$-0,98 \cdot 10^{-5}$
Silicio	$-0,42 \cdot 10^{-5}$
Acqua	$0,90 \cdot 10^{-5}$
Mercurio	$-2,80 \cdot 10^{-5}$
Argon	$-1,10 \cdot 10^{-8}$
Azoto	$-1,35 \cdot 10^{-8}$

Anche per i materiali paramagnetici, la permeabilità relativa è indipendente dal campo magnetico, ma presenta valori:

$$\mu_r > 1 (\approx 1) \Rightarrow \chi_m > 0$$

In questo caso, le correnti amperiane sono equiverse con le correnti di conduzione pertanto il vettore magnetizzazione \mathbf{M} ha verso concorde al campo magnetico, e i due contributi si sommano. In Tabella 1.2 si riportano alcuni esempi numerici di suscettività magnetica: analogamente al caso precedente, l'ordine di grandezza è 10^{-5} , pertanto gli effetti sono contenuti.

Tabella 1.2 Valori di suscettività magnetica χ_m di alcune sostanze paramagnetiche [2]).

Materiale	χ_m
Alluminio	$2,08 \cdot 10^{-5}$
Calcio	$1,94 \cdot 10^{-5}$
Magnesio	$1,17 \cdot 10^{-5}$
Platino	$27,91 \cdot 10^{-5}$
Sodio	$0,85 \cdot 10^{-5}$
Titanio	$18,22 \cdot 10^{-5}$
Ossigeno	$387,4 \cdot 10^{-8}$

Si sottolinea, tuttavia, come la suscettività magnetica sia anche dipendente dalla temperatura secondo la prima legge di Curie:

$$\chi_m = \frac{C\rho}{T} \quad (1.8)$$

dove C è la costante di Curie, ρ è la densità e T la temperatura.

Il paradigma varia considerando i materiali ferromagnetici. Sostanze quali ad esempio ferro, nichel, cobalto e numerose leghe metalliche, principalmente a base ferro, presentano suscettività magnetica e permeabilità relativa dipendenti sia dal valore del campo magnetico che da come questo viene raggiunto. Inoltre, la permeabilità relativa è nell'ordine di $10^3 \div 10^4$ ed assume valori positivi: le correnti amperiane saranno equiverse alle correnti di conduzione, fornendo un contributo rilevante, dati gli elevati valori di permeabilità.

Al fine di individuare la relazione tra l'induzione \mathbf{B} e il campo magnetico \mathbf{H} , è possibile procedere sperimentalmente, ponendo il materiale all'interno di un solenoide: per un dato valore di campo magnetico si misura l'induzione rispettiva, mentre la magnetizzazione viene calcolata da (1.7). In Figura 1.2 sono riportate le funzioni $B(H)$, a destra, e $M(H)$ a sinistra.

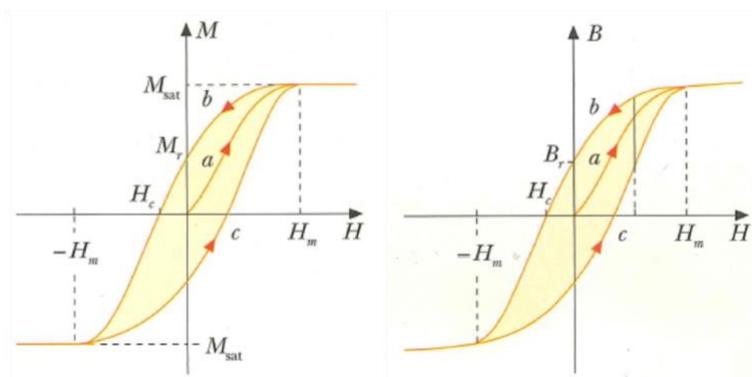


Figura 1.2 Magnetizzazione di un materiale ferromagnetico in funzione del campo magnetico esterno H (sinistra) e ciclo di isteresi (destra) (Figura tratta da [2]).

Si supponga che all'istante iniziale, il materiale non abbia mai subito magnetizzazione. Al crescere del campo magnetico H , M e B assumeranno valori costituenti la curva a, detta anche curva di prima magnetizzazione; la pendenza di tale curva rappresenta la permeabilità del materiale. Per valori di campo magnetico $H > H_m$, il materiale raggiunge la saturazione: la magnetizzazione raggiunge un valore massimo costante detto magnetizzazione di saturazione M_{sat} , e l'induzione crescerà linearmente con H , ma con pendenza modestissima, solo per effetto di un aumento delle correnti di conduzione. Facendo quindi decrescere il campo magnetico, magnetizzazione e induzione diminuiranno seguendo la curva b, fino a raggiungere

i valori M_r e B_r per campo magnetico nullo $H = 0$. Si parla rispettivamente di magnetizzazione residua e induzione magnetica residua e indicano che il materiale è magnetizzato anche in assenza di un campo esterno, diventando quindi, un magnete permanente.

Invertendo il senso della corrente di conduzione, e facendo aumentare negativamente il campo magnetico fino al valore $H = H_c$, detto campo coercitivo (o coercitività), il materiale viene smagnetizzato. Proseguendo ulteriormente fino al valore $H = -H_m$, si osserva una condizione di saturazione analoga a quanto illustrato in precedenza, ma replicata nel terzo quadrante. Riportando a questo punto il campo al valore H_m , viene percorsa la curva c fino al ricongiungimento con la curva a, andando a completare il cosiddetto ciclo di isteresi del materiale.

È possibile inoltre definire la curva di normale magnetizzazione del materiale, mostrata in Figura 1.3, che rappresenta il luogo dei punti individuato dai vertici dei cicli di isteresi di ampiezza crescente.

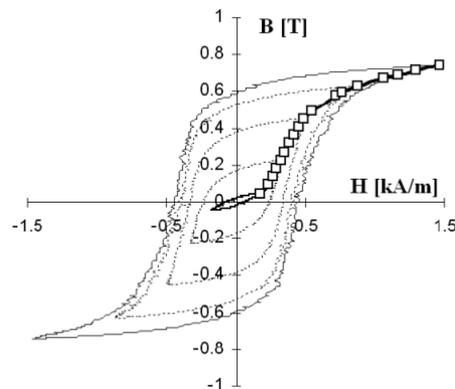


Figura 1.3 Curva di normale magnetizzazione di un materiale ferromagnetico (Figura tratta da [3]).

Anche nel caso dei materiali ferromagnetici, la suscettività magnetica è dipendente dalla temperatura seguendo la seconda legge di Curie:

$$\chi_m = \frac{C\rho}{T - T_c} \quad (1.9)$$

dove C è la costante di Curie, ρ è la densità, T la temperatura e T_c la temperatura critica, tipica di ogni materiale ferromagnetico, oltre la quale esso diviene paramagnetico.

Per comprendere meglio il fenomeno del ferromagnetismo, è necessario indagare cosa avviene su scala atomica. Nel caso di materiali ferromagnetici infatti, il momento magnetico è dovuto allo spin degli elettroni e a differenza delle altre classi di materiali, non avviene una compensazione degli spin, bensì si ha un'interazione quantistica.

In ogni cristallo di ferro, o di qualsiasi altro materiale ferromagnetico, sono presenti delle regioni di volume variabile tra $10^{-12} \div 10^{-18} m^3$, all'interno delle quali si ha una magnetizzazione spontanea, dovuta ad un'interazione quantistica, non magnetica, che tende ad allineare gli spin. Tali regioni prendono il nome di domini di Weiss, ognuno dei quali è delimitato dalle pareti di Bloch, zone di confine dove l'orientazione degli spin varia, con continuità, da quella di un dominio a quella del suo primo adiacente. Nonostante i singoli cristalli presentino una magnetizzazione locale, un solido ferromagnetico policristallino può non mostrare magnetizzazione a livello macroscopico per via del disordine che governa l'orientazione spaziale delle regioni cristalline.

In Figura 1.4a, si ha una rappresentazione schematica di un cristallo ferromagnetico che evidenzia l'orientazione spontanea preferenziale dei domini: nel caso del ferro, il quale possiede un reticolo cubico centrato, essa è tale per cui la magnetizzazione sia parallela ai lati del cubo. Viene anche mostrato (b, c) lo spostamento delle pareti di Bloch a seguito dell'applicazione di un campo magnetico: i domini orientati favorevolmente alla sollecitazione esterna, tendono progressivamente ad ingrandirsi a scapito di quelli in cui l'orientazione non è concorde, i quali, tendono a loro volta, ad orientarsi più favorevolmente. Per campi intensi è possibile raggiungere la saturazione del materiale (d), condizione per la quale tutti i domini hanno magnetizzazione concorde al campo magnetico.

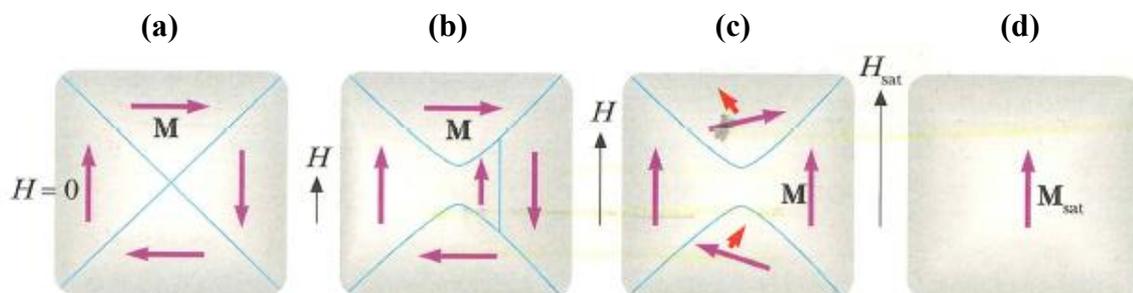


Figura 1.4 Rappresentazione dei domini di Weiss (viola) delimitati dalle pareti di Bloch (azzurro), all'interno di un cristallo ferromagnetico, e di come essi evolvono dalla situazione di campo magnetico nullo (a) fino a raggiungere la condizione di saturazione (Figura tratta da [2]).

A causa di imperfezioni e impurezze presenti nei cristalli, i processi che coinvolgono lo spostamento delle pareti di Bloch e l'orientazione dei domini, sono irreversibili. Tale irreversibilità giustifica la magnetizzazione residua quando cessa l'azione del campo magnetico, come anche l'aumento di temperatura del materiale ferromagnetico quando il ciclo di isteresi viene percorso più volte.

L'area delimitata dal ciclo di isteresi può essere interpretata come il lavoro necessario affinché un'unità di volume di materiale possa compiere un ciclo completo di magnetizzazione. Tale dissipazione di energia, dovuta agli attriti connessi allo spostamento delle pareti di Bloch, ha una forma del tipo:

$$E_i = K_i \cdot B^\eta \quad (1.10)$$

dove K_i e η variano a seconda del materiale (tipicamente $\eta = 1,6 \div 2,2$) [3].

Il ciclo di isteresi va anche inteso come un diagramma di stato del materiale e permette una classificazione all'interno dei materiali ferromagnetici. Come mostrato in Figura 1.5, si distinguono materiali ferromagnetici duri (o "hard") e ferromagnetici dolci (o "soft").

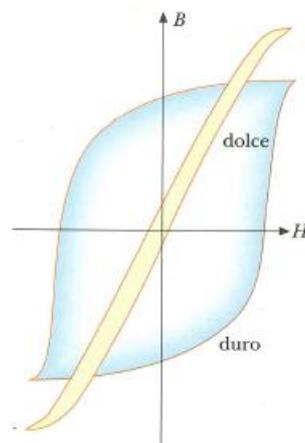


Figura 1.5 Classificazione dei materiali ferromagnetici secondo il ciclo di isteresi (immagine tratta da [2]).

I parametri caratterizzanti questa classificazione sono la magnetizzazione residua e il valore di campo coercitivo: i materiali cosiddetti dolci, mostrano un ciclo molto stretto, poiché tali parametri sono contenuti, e pendente, per via delle più elevate permeabilità. Essendo facilmente magnetizzabili e smagnetizzabili, vengono impiegati nella realizzazione dei circuiti magnetici delle macchine elettriche.

Il caso opposto è rappresentato dai materiali cosiddetti duri, i quali mostrano valori elevati sia di magnetizzazione residua che di campo coercitivo: questo si traduce in un ciclo di isteresi ampio. Il loro impiego principe è come magneti permanenti, essendo anche difficilmente smagnetizzabili, in quanto, applicazioni che prevedono eccitazioni con campi alternativi andrebbero a comportare elevate perdite per isteresi.

1.3. Perdite nei materiali ferromagnetici

Quando sottoposti ad un campo magnetico alternato, originato da correnti di conduzione alternate, nei materiali ferromagnetici si verificano delle dissipazioni energetiche dovute alle irreversibilità che coinvolgono i domini magnetici del materiale, secondo quanto già esposto nel paragrafo precedente. I due principali fenomeni che sovrintendono a tale perdita di potenza sono:

- l'isteresi magnetica;
- le correnti parassite.

Le perdite di potenza causate dall'isteresi magnetica sono direttamente correlate all'energia spesa nell'unità di volume di materiale, affinché essa compia un ciclo completo di magnetizzazione. Data la (1.10), relazione che descrive tale energia dissipata, le perdite specifiche per isteresi magnetica P_i (W/kg) sono espresse come segue:

$$P_i = K_i \cdot B^\eta \cdot f \quad (1.11)$$

Si evidenzia la diretta proporzionalità con la frequenza della corrente di eccitazione, generatrice del campo magnetico variabile nel tempo.

L'approccio per limitare tale contributo di perdita, è sostanzialmente quello di optare per un materiale che presenti il ciclo di isteresi quanto più stretto possibile: si parla quindi di un materiale che presenti una struttura omogenea, purezza molto elevata e modeste tensioni interne. Elementi quali ad esempio silicio, fosforo, alluminio, vengono comunemente aggiunti in lega al ferro per soddisfare i suddetti prerequisiti [4].

Il secondo contributo, le perdite di potenza per correnti parassite, è dovuto al fatto che, in un materiale ferromagnetico, un flusso variabile nel tempo induce, per la legge di Lenz, una forza elettromotrice (f.e.m.). Quest'ultima tende, istante per istante, a contrastare la variazione di flusso magnetico, e in regime sinusoidale risulta essere proporzionale alla pulsazione ω del

flusso magnetico variabile, quindi alla frequenza, e all'ampiezza di oscillazione, quindi l'induzione magnetica B .

$$f.e.m. \propto \omega \cdot B \quad (1.12)$$

In Figura 1.6, vi è una rappresentazione schematica del fenomeno. Il materiale ferromagnetico, essendo elettricamente conduttivo, è sede di correnti di circolazione, generate dalla f.e.m. indotta, le quali hanno i loro cammini chiusi su piani perpendicolari al flusso magnetico.

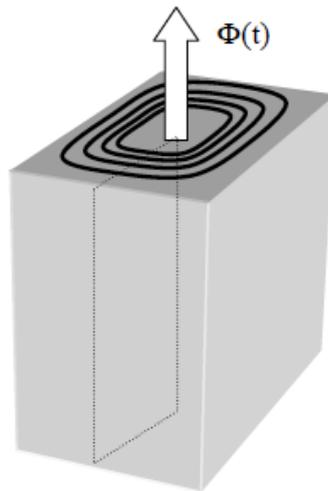


Figura 1.6 Circuiti delle correnti parassite (linee nere) all'interno di un materiale ferromagnetico massivo (Figura tratta da [3]).

Tali correnti parassite, che risultano limitate dalla resistenza ohmica offerta dal materiale, causano un contributo di perdita di potenza per effetto Joule, il quale può essere espresso come segue:

$$P_{cp} = \frac{f.e.m.^2}{R_{eq}} \propto \frac{\omega^2 \cdot B^2}{R_{eq}} \quad (1.13)$$

in cui, R_{eq} rappresenta la resistenza equivalente del materiale.

Due sono le strategie principe per limitare questo contributo di perdita:

- incremento della resistività del materiale ferromagnetico: una pratica comune di esempio è l'aggiunta di Si, in tenori fino al 6% in peso, al ferro;

- laminazione del nucleo ferromagnetico in direzione parallela alla direzione del flusso magnetico, come mostrato in Figura 1.7, allo scopo di ridurre la sezione di passaggio delle correnti parassite.

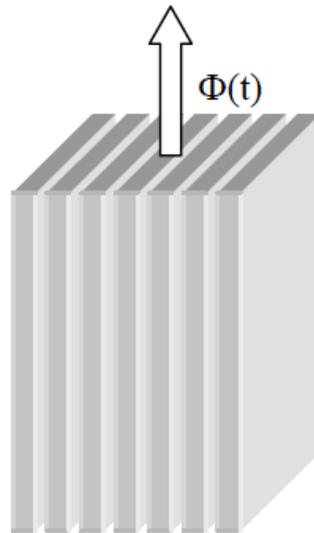


Figura 1.7 Nucleo ferromagnetico laminato, con direzione di laminazione parallela alla direzione del campo magnetico (Figura tratta da [3]).

Tuttavia, come esplicitato nella “*Statistical Theory of Losses*” (STL), sviluppata da Bertotti, vi è un terzo contributo di perdita di potenza: le cosiddette *perdite eccedenti* [5]. Esse sono correlate al moto delle pareti di Bloch sotto effetto di un campo magnetico: nell’intorno di tali regioni, si hanno aumenti localizzati di correnti parassite, come mostrato in Figura 1.8.

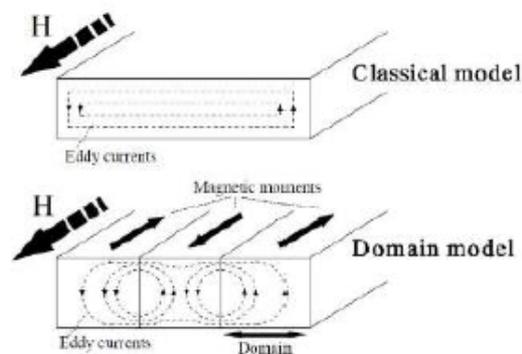


Figura 1.8 Rappresentazione di un nucleo ferromagnetico secondo il modello classico (in alto) e il modello a domini magnetici (in basso) (Figura tratta da [6]).

Essendo di difficile modellizzazione, spesso vengono inglobate nelle perdite per correnti parassite, tuttavia, sperimentalmente, la dipendenza dall'induzione e dalla frequenza è del tipo:

$$P_{ecc} \propto B^{\frac{3}{2}} \cdot f^{\frac{3}{2}} \quad (1.14)$$

Complessivamente, le perdite di potenza che si hanno in un chilogrammo di materiale a seguito di una magnetizzazione alternata, trascurando il contributo dato dalle eccedenti, saranno:

$$P_{sp} = K_i \cdot B^\eta \cdot f + h \cdot B^2 \cdot f^2 \quad (1.15)$$

in cui f è la frequenza e B è l'ampiezza dell'oscillazione dell'induzione. Le perdite specifiche P_{sp} vengono comunemente espresse in W/kg .

Considerando la diversa dipendenza dalla frequenza dei due contributi di perdita, è bene evidenziare come il contributo dovuto alle correnti parassite sia preponderante alle alte frequenze, data la proporzionalità quadratica.

Nel mondo ingegneristico, si fa spesso riferimento alle *cifre di perdita*, grandezza che rappresenta la potenza persa in chilogrammo di materiale sottoposto ad una magnetizzazione sinusoidale di ampiezza $B = 1 T$ ($1,5 T$ nel caso di materiali con spiccate proprietà magnetiche) e frequenza $f = 50 Hz$. È possibile estendere tale definizione anche ad altre frequenze di utilizzo del materiale, così da avere una caratterizzazione più ampia dello stesso.

2. Materiali ferromagnetici soft

La grande importanza che i materiali ferromagnetici soft hanno, è racchiusa nel ruolo chiave che questi ricoprono nell'ambito della conversione di energia: sia in termini di elettronica di potenza, la quale sovrintende alla conversione di potenza elettrica tra le sorgenti, gli accumulatori e l'intera rete di distribuzione, sia in termini di macchine elettriche, le quali operano la conversione di energia elettrica in meccanica e viceversa.

2.1. Aspetti introduttivi

Aumento di efficienza e densità di potenza dei dispositivi elettrici equipaggiati con materiali ferromagnetici soft, sono le driving force che hanno portato all'ampliamento dello scenario di tali materiali. Si consideri, ad esempio, i sistemi guidati da motori elettrici: essi consumano circa il 40% della totalità di energia elettrica prodotta. Se tutte le realtà industriali a livello globale aggiornassero tali sistemi alle soluzioni più all'avanguardia, si stima che il risparmio energetico sarebbe maggiore di $300 \cdot 10^9 \text{ kWh}$, oltre che si avrebbe una riduzione in termini di riduzione di emissioni di CO₂ dell'ordine di $200 \cdot 10^9 \text{ kg}$ annui [7].

L'incremento di densità di potenza può essere ottenuto mediante una riduzione delle perdite che si hanno nella macchina elettrica; inoltre, questo limita il surriscaldamento della macchina, con conseguente aumento della vita utile e possibilità di adozione di sistemi di raffreddamento più contenuti, andandone quindi ad ottimizzare anche le dimensioni e il peso. Anche l'incremento della velocità operativa della macchina a giri più elevati comporta un incremento in termini di densità di potenza o la possibilità di ridurre le dimensioni della macchina elettrica [5].

Durante lo step di progettazione della macchina, i parametri dei materiali ferromagnetici soft che vengono tenuti in considerazione sono [8]:

- saturazione magnetica;
- coercitività;
- permeabilità magnetica;
- perdite energetiche;
- magnetostrizione;

- fornitura (forme, prodotto finito, semilavorati);
- disponibilità di mercato;
- costi.

La saturazione magnetica del materiale è il parametro principe incidente sulla densità di potenza della macchina: data una potenza in uscita, maggiore è la saturazione magnetica, minore sarà la quantità di materiale che costituirà il nucleo ferromagnetico della macchina. La coercitività, invece, determina l'isteresi del materiale, quindi il campo magnetico necessario ad avere un dato flusso nel nucleo, ma anche le perdite di potenza per isteresi e il numero di avvolgimenti necessari. La riduzione delle perdite di potenza nel materiale ferromagnetico, indicate nel capitolo precedente, è di fondamentale importanza per incrementare l'efficienza della macchina, limitandone contemporaneamente il surriscaldamento, secondo quanto già discusso. La magnetostrizione del materiale, influenza l'entità delle vibrazioni che si hanno nel nucleo ferromagnetico, le quali si traducono in rumore e oscillazioni: la tendenza generale è che la magnetostrizione è più contenuta nel caso di materiali con una minore saturazione magnetica [8].

2.2 Storia dei materiali ferromagnetici soft

Lo scenario dei materiali ferromagnetici soft è in continua evoluzione sin dagli studi sull'induzione elettromagnetica effettuati da Faraday. Il ferro rappresenta il capostipite di tale classe di materiali: la scelta fu naturale data l'elevata saturazione magnetica e permeabilità, associate ad una relativamente contenuta coercitività, come mostrato in Tabella 2.1. Successivamente, si scoprì che sottoponendo il ferro ad un trattamento termico di distensione, oltre ad un miglioramento in termini di proprietà meccaniche, si aveva una riduzione della coercitività, per via del rilascio delle tensioni interne al materiale.

Tabella 2.1 Proprietà magnetiche principali del ferro chimicamente puro (Dati tratti da [9]).

B_{sat}	2,15 T
H_c	3 ÷ 12 A/m
μ_{max}	280.000

Le eccellenti proprietà magnetiche del ferro, sono tuttavia correlate al grado di purezza: come è possibile apprezzare in Figura 2.1, la presenza di impurezze, seppur in modestissime quantità, ne causa un drastico peggioramento.

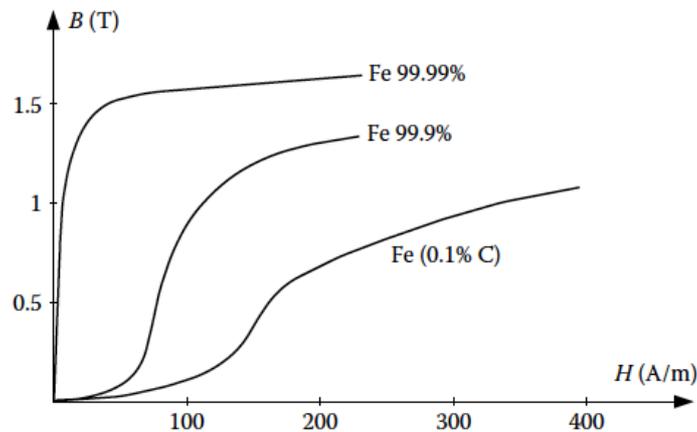


Figura 2.1 Effetto dell'impurezze sulla caratteristica $B - H$ del ferro (Figura tratta da [9]).

Tali livelli di purezza sono particolarmente dispendiosi o, addirittura, ottenibili solo in laboratorio pertanto il ferro commercialmente puro avrà una più contenuta permeabilità magnetica $\mu_{max} = 10.000 - 20.000$ e maggiore coercitività $H_c = 20 - 100$ A/m [9].

In aggiunta a ciò, il ferro puro presenta modesta resistività ($\rho = 10\mu\Omega \cdot cm$), il che si traduce in elevate perdite di potenza per correnti parassite.

In Figura 2.2, è graficamente schematizzata la cronistoria delle maggiori innovazioni tecnologiche successive al ferro.

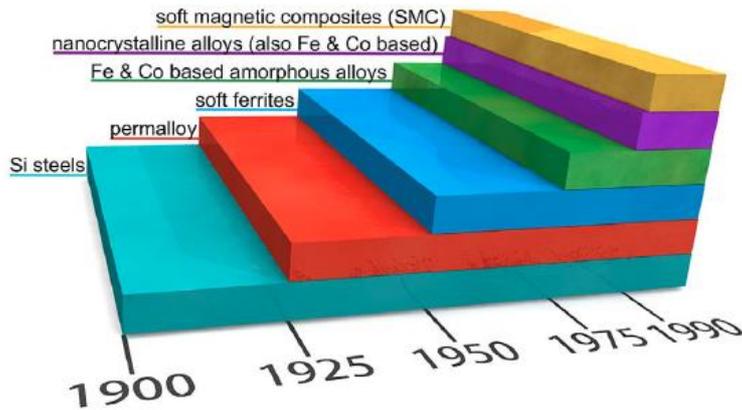


Figura 2.2 Schermatizzazione delle principali innovazioni introdotte nell'ambito dei materiali ferromagnetici soft (Figura tratta da [5]).

Si è nel 1900 quando Robert Hadfield inventò gli acciai al silicio a grani non orientati: aggiungendo silicio al ferro, in tenori fino al 3% in peso, si migliorano sia la resistività elettrica che la permeabilità magnetica. Un trentennio dopo, il metallurgista Norman Goss introdusse gli acciai al silicio a grani orientati, i quali mostrano anisotropia delle proprietà associata a un ulteriore aumento della permeabilità magnetica. Ancora oggi, gli acciai al silicio, impiegati per la realizzazione dei lamierini magnetici, rappresentano la più grande fetta del mercato dei materiali magnetici soft, per via della elevata saturazione magnetica, associata ad un costo relativamente contenuto, il che rappresenta un aspetto non trascurabile. Mentre quelli a grani orientati sono comunemente impiegati nella realizzazione di nuclei ferromagnetici per trasformatori, quelli a grani non orientati, data l'isotropia delle proprietà, sono preferiti per le macchine elettriche, nello specifico rotanti. Più recentemente sono stati introdotti degli acciai con tenore di silicio fino a ~6,5% per ulteriore miglioramento della lega in termini di aumento della resistività, tuttavia presentano delle perdite di potenza relativamente elevate alle più alte frequenze.

Nel 1914, si ebbe l'invenzione delle leghe cosiddette permalloy. Messe a punto da Gustav Elmen, si tratta di leghe ferro-nichel con tenori di Ni molto elevati, circa all'80% in peso. Particolarmente interessanti per via della elevata permeabilità magnetica, non hanno trovato grande applicazione per via della ridotta saturazione magnetica, a causa della presenza del nichel, associata a elevate perdite per correnti parassite.

Nella seconda metà degli anni '40, J. L. Snoek inventò le ferriti soft. Sono materiali caratterizzati da modesta saturazione magnetica, circa un quarto degli acciai al silicio, tuttavia

mostrano elevata resistività, fino a $10^8 \mu\Omega \cdot m$, risultando particolarmente efficaci nel limitare le perdite per correnti parassite. Se a questo aspetto si associa il modesto costo di produzione, in quanto gli approcci produttivi sono quelli tipici dei materiali ceramici, risulta chiaro il perché dell'ampia imposizione sul mercato dei materiali magnetici soft. Più nello specifico, le ferriti soft sono i materiali di predilezione per applicazioni in alta frequenza (fino a valori nell'ordine delle migliaia di MHz).

A cavallo degli anni '70, le leghe amorfe si aggiunsero allo scenario dei materiali ferromagnetici soft: si tratta di sistemi base ferro e cobalto, ottenute mediante rapida solidificazione ($\sim 10^6 \text{ }^\circ\text{C/s}$), le quali mostrano una sensibile riduzione della coercitività per via dell'assenza di ordine atomico a lungo raggio, tipica della struttura amorfa. Le suddette inoltre, rappresentano l'input per i materiali nanocristallini, sperimentati nel 1988. Aggiungendo opportuni elementi additivi e sottoponendo la lega amorfa ad un successivo trattamento termico, è possibile operare una devettrificazione controllata così da ottenere una fine dispersione di cristalliti ($\sim 10 \text{ nm}$) di ferro e cobalto, all'interno di una matrice amorfa. Tutto ciò comporta una riduzione delle perdite per correnti parassite. Entrambe le classi di materiali, trovano impiego in applicazioni in alta frequenza. Sebbene presentino un investimento iniziale maggiore rispetto agli acciai al silicio, sono competitivi in termini di costi relativi alla vita utile dei dispositivi elettrici.

Infine, negli anni '90, videro la luce gli SMC - *Soft Magnetic Composites*, materiali compositi con comportamento magnetico soft, costituiti da particelle ferromagnetiche (tipicamente ferro, ma anche le leghe Fe-P, Fe-Si, Fe-Co) di dimensioni $d \sim 1 \div 500 \mu\text{m}$, rivestite con un materiale elettricamente isolante, il quale costituirà la matrice del composito. I nuclei ferromagnetici vengono ottenuti per consolidamento mediante l'ausilio della pressione ($p \sim 10^3 - 10^4 \text{ MPa}$). Durante tale fase, o anche successivamente, può essere prevista l'azione del calore, al fine di ottenere un miglioramento delle proprietà magnetiche. In merito a quest'ultime, data la natura isolante e non magnetica della matrice, la permeabilità magnetica è limitata nell'intervallo $\mu_r \sim 100 \div 500$, tuttavia si hanno importanti benefici in termini di riduzione delle perdite per correnti parassite. Tra le altre peculiarità si evidenziano l'isotropia delle proprietà, e i costi di produzione competitivi, per via della possibilità di ottenere prodotti dello step di consolidamento cosiddetti net-shape, che non necessitano quindi di ulteriori lavorazioni. Si rimanda al Capitolo 3 per una necessaria analisi più dettagliata degli SMC, in quanto oggetto di questo elaborato di tesi finale.

Delle classi di materiali ferromagnetici soft appena discusse, in Figura 2.3 si riporta un confronto qualitativo generale, delle proprietà magnetiche in chiave di induzione magnetica di saturazione B_{sat} e coercitività H_c (Figura 2.3a), e delle cifre di perdita (Figura 2.3b).

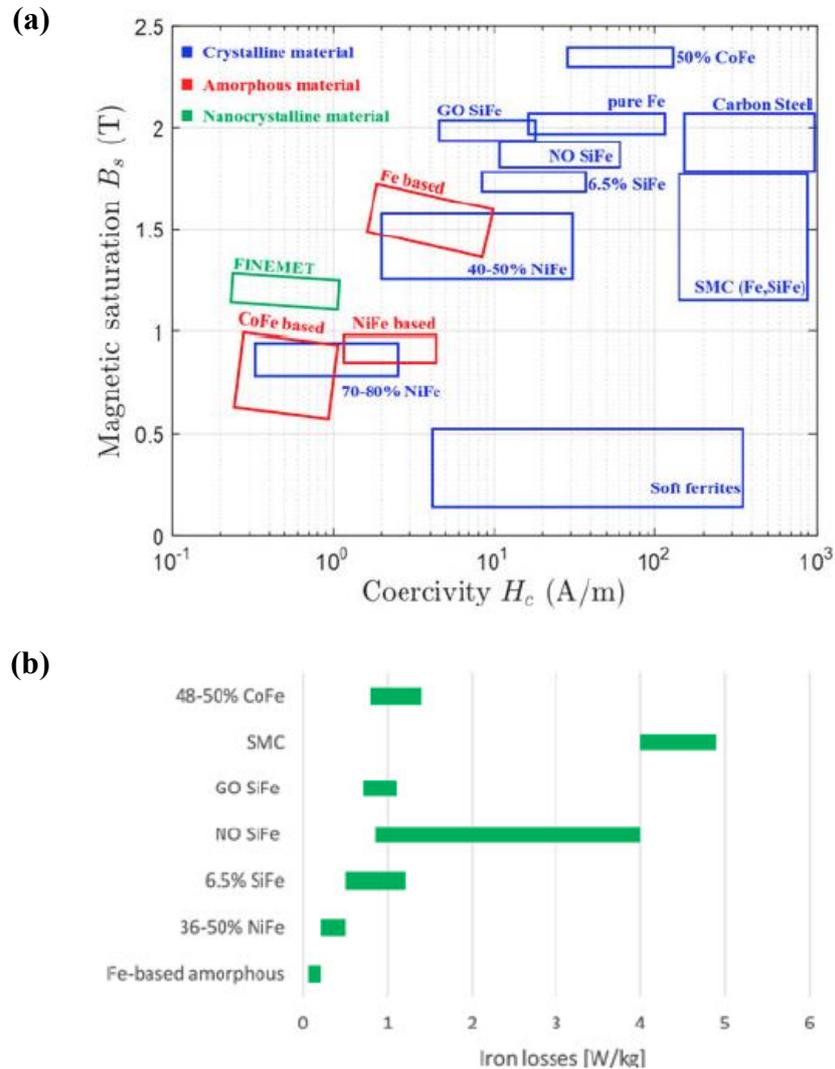


Figura 2.3 Tipici materiali ferromagnetici soft a confronto: induzione magnetica di saturazione in funzione della coercitività (a), cifre di perdita (b) (Figure tratte da [8]).

2.3 Lamierini magnetici

Come già discusso nel paragrafo relativo alle perdite di potenza che hanno sede nei materiali ferromagnetici, i nuclei ferromagnetici necessitano di essere laminati, con direzione di laminazione parallela alla direzione del flusso magnetico, al fine di contenere la voce di perdita relativa alle correnti parassite. Come mostrato in Figura 2.4, essi risultano essere costituiti da una serie di lamierini impacchettati, detti appunto lamierini magnetici, interponendo tra loro

delle sostanze isolanti: in passato si optava per la carta, sostituita in tempi più recenti dai materiali polimerici (resine termoindurenti) o ceramici (ossido di ferro) [10].

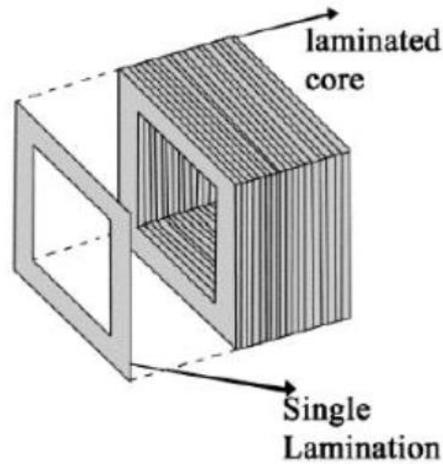


Figura 2.4 Rappresentazione dei lamirini magnetici, impaccati a formare un nucleo ferromagnetico laminato (Figura tratta da [6]).

I materiali di predilezione per i lamierini magnetici sono gli acciai al silicio, tipicamente con tenori di questo elemento fino al $\sim 3 - 4\%$. Il silicio, infatti, risulta essere particolarmente utile per migliorare la scarsa resistività del ferro, tuttavia per tenori maggiori a quelli indicati, si assiste ad un marcato indurimento e infragilimento della lega, aspetti particolarmente svantaggiosi in chiave di formatura del lamierino. Il suo effetto si estende anche alle proprietà magnetiche, come mostrato in Figura 2.5.

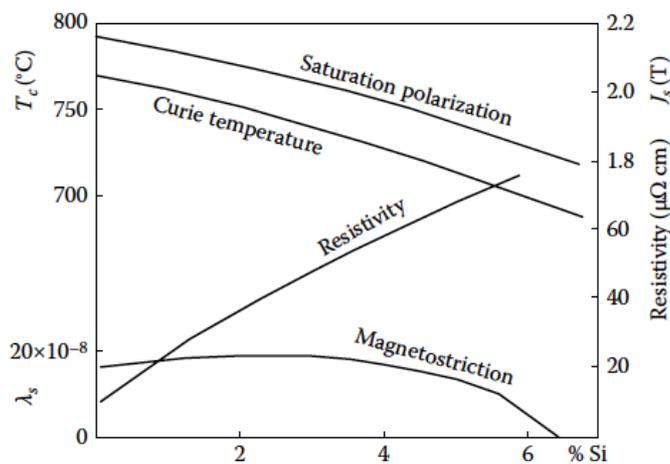


Figura 2.5 Andamento delle proprietà magnetiche di un acciaio al variare del tenore di silicio (Figura tratta da [9]).

Una classificazione dei lamierini magnetici può essere fatta a seconda che essi siano a grani orientati, preferiti in applicazioni dove il flusso magnetico è unidirezionale, o non orientati, laddove non sussiste l'unidirezionalità. I primi mostrano elevata permeabilità relativa $\mu_r \sim 10^4$, ma limitata alla sola direzione di laminazione, mentre i secondi presentano isotropia delle proprietà ma con permeabilità più contenuta $\mu_r \sim 10^3$ [10]. Per un confronto più chiaro tra le due soluzioni, in Figura 2.6 se ne riportano le caratteristiche magnetiche $B-H$ (a) e le perdite specifiche (b).

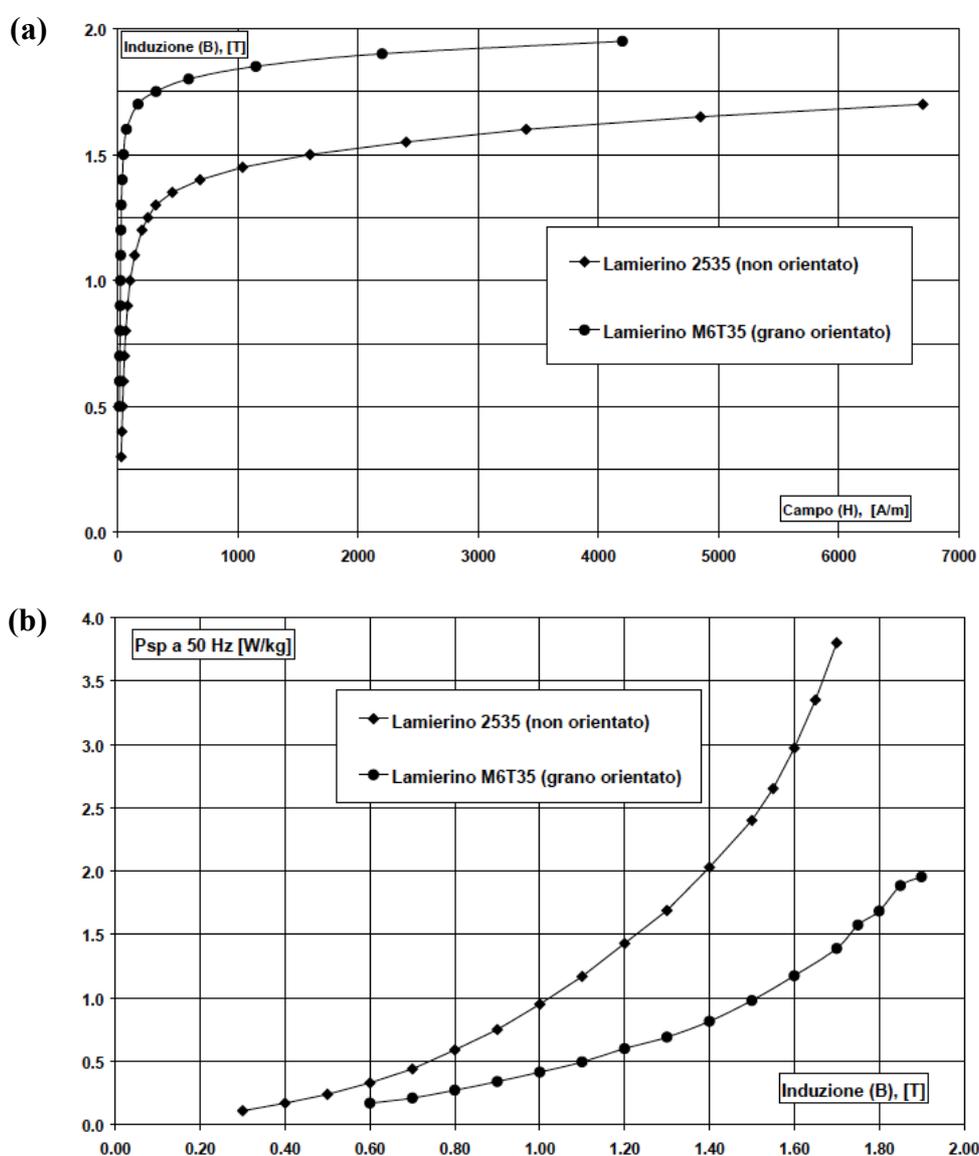


Figura 2.6 Confronto tra lamierini a grani orientati e non: caratteristica $B - H$ a 50Hz (a), perdite specifiche a 50Hz in funzione dell'induzione magnetica (b) (Figure tratte da [3]).

Nonostante i lamierini a grani orientati siano vantaggiosi sia in termini di proprietà magnetiche che in termini di perdite specifiche, la stragrande maggioranza dei nuclei ferromagnetici è realizzata con lamierini di acciaio al silicio a grani non orientati. Quest'ultimi, vengono comunemente ottenuti a partire da acciai laminati a freddo, i quali possono essere forniti dalle acciaierie allo stato finito o come semilavorato. Nel primo caso, i laminati sono stati già sottoposti a trattamento termico e di coating finali; un ulteriore trattamento termico di distensione delle tensioni interne può essere previsto, dopo lo stampaggio dei lamierini, per ripristinarne le proprietà magnetiche. I semilavorati invece, necessitano un trattamento termico finale successivo allo stampaggio dei lamierini, mediante il quale è possibile anche generare un film ossidico superficiale particolarmente utile in termini di isolamento elettrico [8].

Per migliorare ulteriormente la resistività, è possibile raggiungere tenori di silicio anche fino al 6,5%, a patto che si ricorra a processi dispendiosi, come ad esempio la tecnica CVD. In alternativa, per limitare le perdite per correnti parassite, è possibile ridurre lo spessore dei lamierini [8]. In Tabella 2.2, sono riportati gli standard internazionali IEC (International Electrotechnical Commission) [11] e ASTM [12] in merito ai '*Thin-Gauge Nonoriented SiFe*', lamierini con spessore nell'intervallo $0,1 \div 0,3 \text{ mm}$ in acciai al silicio a grani non orientati e con tenore di silicio $\sim 2\% \div 3\%$. Dagli stessi è possibile evincere come una riduzione delle perdite specifiche sia associata ad una riduzione di spessore.

Tabella 2.2 Standard internazionali per i ‘*Thin-Gauge Nonoriented SiFe*’.

IEC 60404-8-8 ed. 1 [11]			
Perdite specifiche totali massime a 1T e frequenze 400Hz e 1000Hz, valutate con test Epstein frame			
Spessore mm (in)	Grado -	P_{sp} @ 400Hz W/kg	P_{sp} @ 1000Hz W/kg
0,05 (0,002)	NO-5		45
0,10 (0,004)	NO-10	13	
0,15 (0,006)	NO-15	14	
0,20 (0,008)	NO-20	15	
ASTM A1086-13 [12]			
Perdite specifiche totali massime a 1T e frequenze 400Hz e 1000Hz, valutate con test Epstein frame			
Spessore in (mm)	Tipo -	P_{sp} @ 400Hz W/lb (W/kg)	P_{sp} @ 1000Hz W/lb (W/kg)
0,004 (0,10)	10T590	5,90 (13,0)	12,0 (26,4)
0,005 (0,12)	12T610	6,10 (13,5)	15,3 (33,7)
0,006 (0,15)	15T640	6,40 (14,0)	17,4 (38,3)
0,007 (0,18)	18T650	6,50 (14,4)	19,5 (43,0)
0,008 (0,20)	20T680	6,80 (15,0)	22,4 (49,4)
0,009 (0,22)	22T700	7,00 (15,4)	25,0 (55,1)
0,010 (0,25)	25T730	7,30 (16,0)	28,0 (61,7)
0,011 (0,27)	27T770	7,70 (17,0)	30,2 (66,6)
0,012 (0,30)	30T820	8,20 (18,0)	32,8 (72,3)

La riduzione dello spessore implica una limitazione della sezione ove giacciono i circuiti chiusi delle correnti indotte, e quindi delle dissipazioni ad esse dovute. Per un ulteriore contenimento di tale fattore di perdita, si può pensare, come mostrato in Figura 2.7, di scomporre idealmente il nucleo ferromagnetico in barrette isolate di dimensioni sempre più contenute. Proprio questo rappresenta l’input che ha portato alla nascita della classe dei *Soft Magnetic Composites* (SMC).

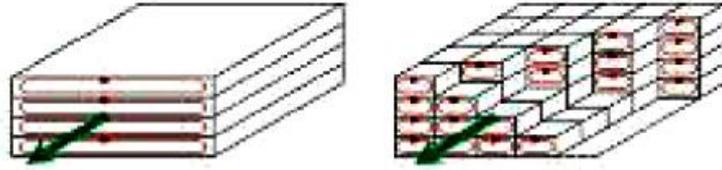


Figura 2.7 Schemattizzazione grafica dei circuiti chiusi delle correnti parassite (linee rosse) al variare della dimensione della sezione ove giacciono (Figura tratta da [10]).

3. Soft Magnetic Composites (SMC)

I *Soft Magnetic Composites* sono materiali compositi costituiti da particelle di polveri metalliche rivestite con un layer elettricamente isolante, come mostrato in Figura 3.1, le quali vengono consolidate a formare il nucleo ferromagnetico.

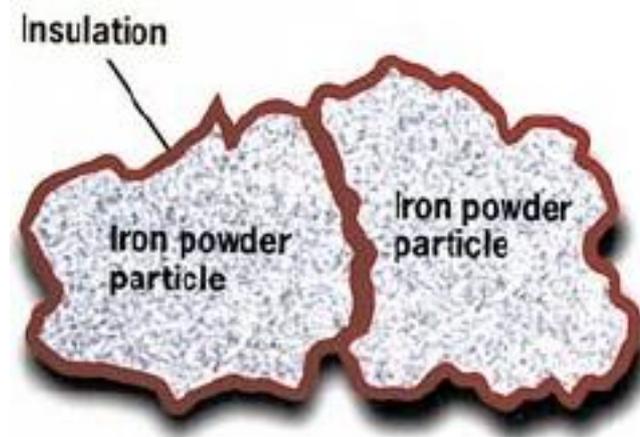


Figura 3.1 Rappresentazione delle particelle metalliche ferromagnetiche rivestite con layer elettricamente isolante, costituenti gli SMC (Figura tratta da [13]).

Le potenzialità di questi materiali, associate alle capacità di formatura della metallurgia delle polveri, hanno fornito approcci alternativi nella progettazione e realizzazione di dispositivi elettrici [14].

Largamente impiegati in applicazioni d'alta frequenza, recentemente l'utilizzo degli SMC si è esteso anche a dispositivi elettrici che lavorano in bassa/media frequenza, quali ad esempio macchine rotanti, sensori e solenoidi a rapida commutazione, rappresentando un'alternativa ai lamierini magnetici in acciaio al silicio [13].

L'approccio produttivo qui di seguito descritto, di cui se ne riporta una sintetica rappresentazione in Figura 3.2, rappresenta il processo più economico [14].

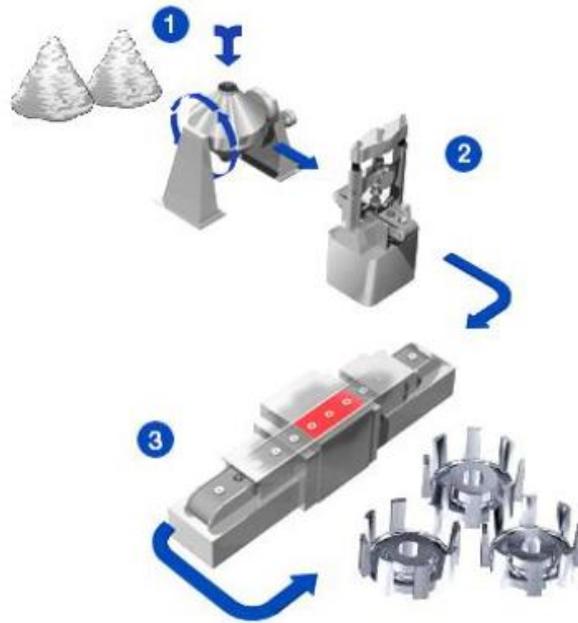


Figura 3.2 Schematizzazione degli step principali costituenti il processo produttivo degli SMC: in sequenza, step di miselazione (1), step di compattazione (2), trattamento termico (3) (Figura tratta da [10]).

Dapprima, viene operata la miselazione delle polveri ferromagnetiche con il materiale costituente il layer isolante e con eventuale lubrificante, il tutto nelle opportune proporzioni. Una volta ottenuto un mix omogeneo, questo verrà inviato al successivo stadio di compattazione, operato mediante l'ausilio della pressione. I green vengono quindi sottoposti al trattamento termico finale per consolidare il componente e ottenere le proprietà desiderate.

3.1. Elementi caratterizzanti

Le proprietà finali del componente, elettromagnetiche e meccaniche, dipenderanno dalla polvere ferromagnetica scelta, ma anche dal mix (ad esempio tipologia e quantità di lubrificante/materiale isolante aggiunta) e dal processo produttivo (compattazione a freddo o in temperatura, condizioni di trattamento termico, ...) [14].

3.1.1. *Polvere metallica ferromagnetica*

Le polveri metalliche impiegate, dovranno mostrare spiccato comportamento ferromagnetico soft: tipicamente si ricorre al ferro puro o sue leghe (Fe-P, Fe-Si, Fe-Co). È necessario, altresì,

considerare ulteriori caratteristiche delle polveri, particolarmente influenti sul processo di compattazione:

- Scorrevolezza: intesa come flow rate, il quale indica quanto rapido può essere il riempimento della camera di compattazione. Tipologia e quantità di lubrificante influenzano tale parametro;
- densità apparente: influenzata anch'essa dal tipo e dalla quantità di lubrificante impiegato, oltre che dal tempo di miscelazione come mostrato in Figura 3.3, governa l'altezza della camera di compattazione;

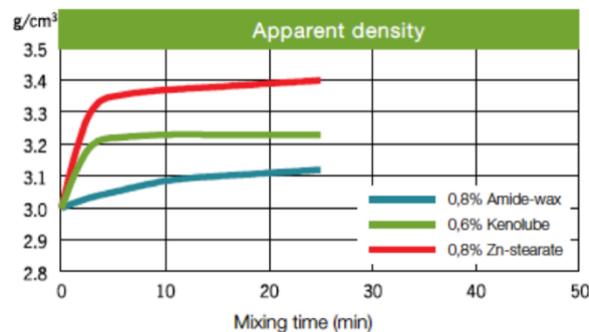


Figura 3.3 Influenza del tempo di miscelazione e della strategia di lubrificazione sulla densità apparente delle polveri di ferro ABC100.30, prodotte da Höganäs AB (Figura tratta da [15]).

- comprimibilità: è un indice del livello massimo di pressione necessaria per ottenere una desiderata densità, ovvero la massima densità raggiungibile per una data pressione di compattazione, come mostrato rispettivamente in Figura 3.4a e Figura 3.4b. Tale densità, è definita, in gergo, densità del green o crudo. Anche qui si ha l'influenza del fattore lubrificazione.

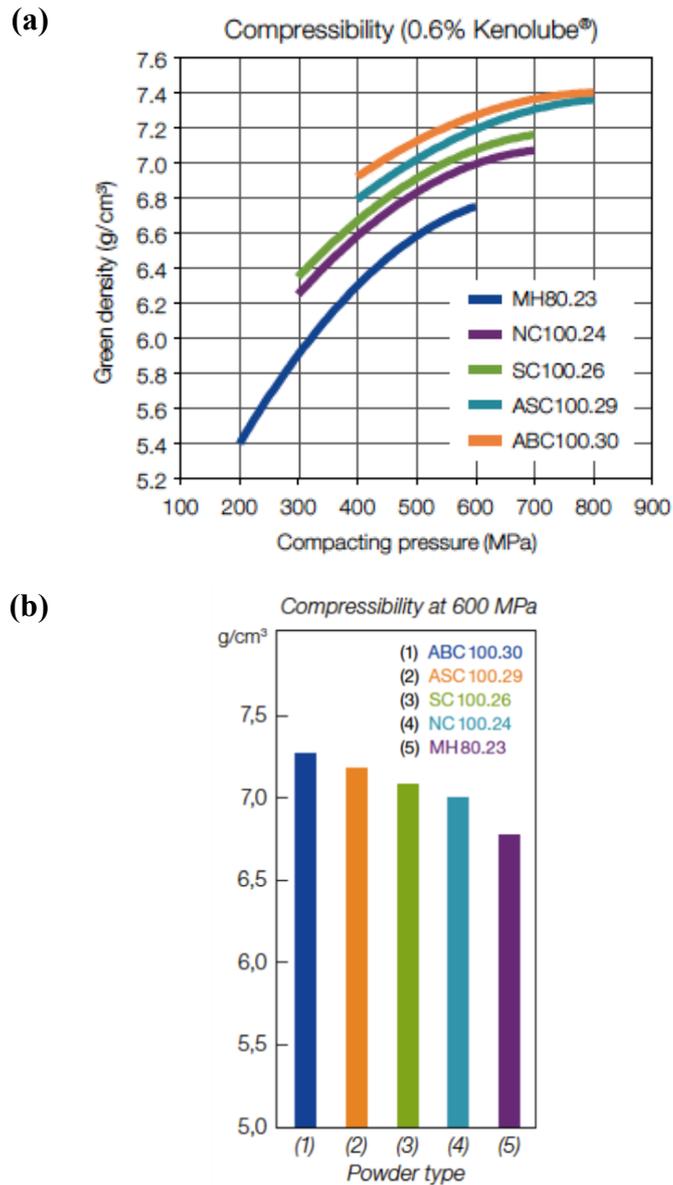


Figura 3.4 Comprimità di cinque differenti tipologie di polveri metalliche (prodotte da Höganäs AB) in funzione della pressione di compattazione (a) e densità dei green ottenibili ad una pressione $p = 600\text{MPa}$ (b) (Figure tratte, rispettivamente, da [15] e [16]).

- resistenza del green: dovrà essere sufficiente affinché il compatto di polveri non vada in contro a criccatura durante la fase di estrazione dallo stampo e affinché mantenga la sua integrità durante la manipolazioni successive. La resistenza del compatto aumenta all'aumentare della sua densità, ed è anch'essa correlata alla lubrificazione e alla pressione di compattazione, come mostrato in Figura 3.5.

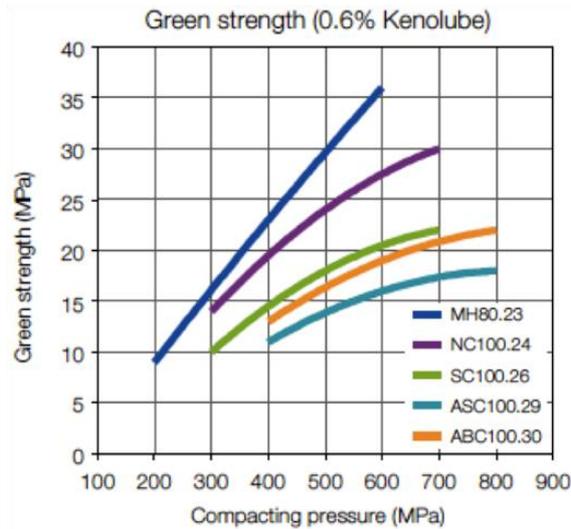


Figura 3.5 Effetto della pressione di compattazione sulla resistenza del green, per cinque tipologie di polveri metalliche differenti, prodotte da Höganäs AB (Figura tratta da [15]).

- ritorno elastico: rappresenta l'espansione elastica che il compatto di polveri presenta, una volta che viene meno il vincolo delle pareti dello stampo. È un parametro estremamente importante per un esatto dimensionamento dello stampo, cosicché il compatto possa avere le dimensioni e le tolleranze desiderate, considerando anche che può trattarsi di un processo net-shape. Come mostrato in Figura 3.6, il ritorno elastico aumenta all'aumentare della pressione di compattazione ed è influenzato dalla lubrificazione come anche dalla rigidità dello stampo.

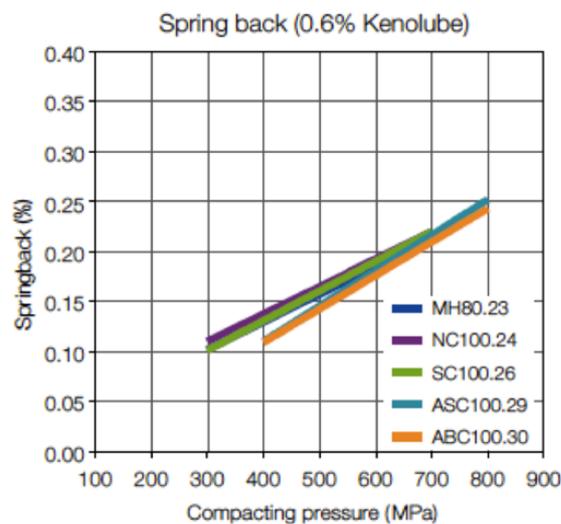


Figura 3.6 Effetto della pressione di compattazione sul ritorno elastico di cinque diverse tipologie di polveri metalliche, prodotte da Höganäs AB (Figura tratta da [15]).

3.1.2. Layer isolante

Il materiale isolante ha lo scopo principe di costituire il layer di rivestimento elettrico delle singole particelle ferromagnetiche, al fine di contenere le perdite di potenza per correnti parassite. Lo spessore del layer isolante, variabile nel range tra i nanometri e i micrometri, è funzione del processo adottato, oltre che delle proprietà desiderate. Inoltre, preventivamente al processo di coating, è possibile svolgere un trattamento termico atto alla formazione di un sottile strato ossidico superficiale, che migliora ulteriormente l'aspetto della resistività elettrica [14]. È altresì desiderabile che il materiale isolante non alteri negativamente le caratteristiche di processo della polvere.

Una classificazione degli isolanti può essere fatta in layer organici e inorganici.

I layer di natura organici sono ulteriormente classificabili in polimeri termoplastici e termoindurenti. Entrambi appartenenti alla classe dei materiali dielettrici, i primi si presentano allo stato solido allo step di miscelazione. Successivamente alla compattazione, durante il trattamento termico passano allo stato fuso quindi si consolidano, solidificando nuovamente una volta aver rivestito omogeneamente le particelle ferromagnetiche. Nel caso invece dei polimeri termoindurenti, esempio tipico sono le resine fenoliche e epossidiche, vengono miscelate alle polveri ferromagnetiche allo stato solido o pastoso. Durante il trattamento termico post compattazione, con temperature fino a $\sim 200^{\circ}\text{C}$ [5], vengono fatte reticolare, consolidando il composito [6]. Per via della presenza di legami chimici tra le catene polimeriche dovuti proprio alla reticolazione, i layer organici termoindurenti mostrano migliori proprietà meccaniche, migliore stabilità alla temperatura e all'invecchiamento. Inoltre, rappresentano, probabilmente, la scelta più economica su produzioni di larga scala [14].

I layer di natura inorganica, sono sostanzialmente rappresentati da composti ceramici. Tipicamente mostrano comportamento dia- e anti-ferromagnetico, ma anche ferro- e ferrimagnetico, come nel caso delle ferriti soft [17]. Possono essere miscelati meccanicamente alle polveri metalliche [17] oppure ottenuti sottoponendo le stesse a pretrattamenti [18], quindi vengono consolidati attraverso il trattamento termico finale, il quale può essere svolto in diverse atmosfere e con temperature nell'ordine dei 500°C , o anche superiori [5]. Si tratta principalmente di ossidi metallici e composti dei sistemi Ferro-Nichel, Ferro-Fosforo, Ferro-Cobalto, Ferro-Silicio [6].

3.1.3 Processo produttivo

Se si dispone di uno stampo con un apposito sistema scaldante, è possibile svolgere il processo di compattazione con modesto riscaldamento, il che è utile da un punto di vista di incremento della densità del compatto e di rilascio, seppur contenuto, delle tensioni interne dovute all'incrudimento delle particelle metalliche durante compattazione.

Per quanto concerne il trattamento termico, è bene evidenziare innanzitutto, come esso non sia atto a sinterizzare il compatto. Nel caso degli SMC infatti, il trattamento termico ha lo scopo principale di operare una distensione del materiale, il quale risulta più o meno fortemente incrudito a seguito della sollecitazione di pressione: questo implica un miglioramento in termini di proprietà magnetiche e di perdite energetiche per isteresi. Ulteriore finalità del trattamento, è quella di consolidare il layer isolante, non solo in chiave di isolamento elettrico ma anche di un più elevato contributo alle proprietà meccaniche del composito, altrimenti rimandate esclusivamente all'interlocking meccanico delle particelle a seguito dell'azione del più o meno elevato livello di pressione. Sarà proprio la tipologia del layer isolante a imporre la temperatura massima di trattamento termico.

3.2. Vantaggi e svantaggi

Tra gli aspetti vantaggiosi caratteristici degli SMC, sicuramente il principale è la capacità di avere una isotropia 3D del flusso magnetico, come mostra la Figura 3.7, nella quale è anche rappresentata l'isotropia 2D tipica dei lamierini.

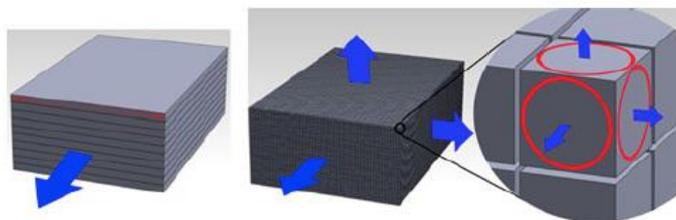


Figura 3.7 Rappresentazione della isotropia spaziale del campo magnetico: tipicamente 2D per i lamierini magnetici, isotropia 3D invece per gli SMC (Figura tratta da [19]).

Questo si traduce in nuovi approcci progettuali, specialmente in termini di forme e geometrie, i quali possono comportare benefici in termini di prestazioni, riduzione di dimensioni e peso complessivi, come riportato nell'esempio di Figura 3.8, riduzione del numero di parti costituenti e dei costi [13]. L'isotropia 3D è estesa anche alle proprietà magnetiche, elettriche, meccaniche e termiche del composito [14].

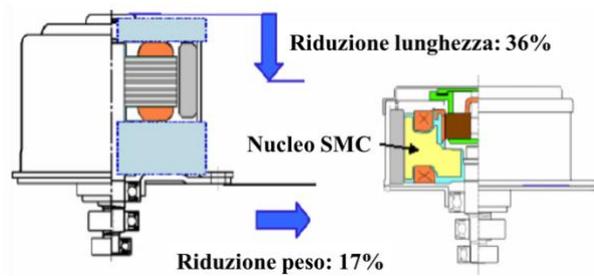


Figura 3.8 Riduzione di dimensioni e peso di un motore a corrente continua con magneti permanenti e spazzole, impiegato per un sistema frenante di tipo ABS, dovute all'impiego di nuclei ferromagnetici costituiti da SMC (Figura tratta da [14]).

Non bisogna tuttavia trascurare, il ruolo del processo produttivo. La metallurgia delle polveri permette di ottenere le suddette forme e geometrie, altrimenti non ottenibili, e comporta degli ulteriori benefici dati dalla possibilità di realizzare prodotti di compattazione net-shape, con ottime tolleranze e finiture superficiali senza la necessità di ulteriori step quali la lavorazione all'utensile [5]. Tutto ciò implica una facilitazione del processo produttivo e una elevata utilizzazione del materiale, aspetti affatto marginali anche da un punto di vista economico.

Potendo realizzare nuclei con geometrie arrotondate dalle buone finiture superficiali, si ha la possibilità di minimizzare lo strato di isolante elettrico che è presente tra gli stessi e gli avvolgimenti di rame, il quale altrimenti dovrebbe svolgere anche azione di protezione meccanica [13].

Altra peculiarità particolarmente interessante è la combinazione di prestazioni magnetiche e modeste perdite per correnti parassite, che offre la possibilità di poter operare a frequenze operative maggiori, come schematizzato nel grafico di Figura 3.9. Vi è, inoltre, l'opportunità vera e propria, di poter operare una messa a punto della permeabilità magnetica del composito così da controllarne il comportamento alla saturazione, fenomeno, quasi sempre, fortemente indesiderato [5].

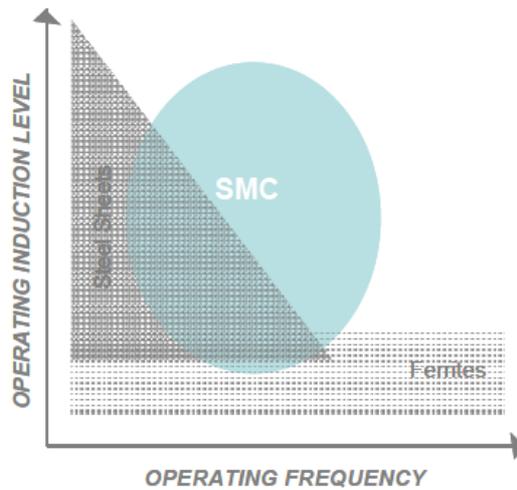


Figura 3.9 Confronto qualitativo delle condizioni operative degli SMC comparate a quelle di soluzioni tradizionali (Figura tratta da [13]).

A differenza delle soluzioni convenzionali, come ad esempio i lamierini in acciaio al silicio, nel caso degli SMC le perdite specifiche P_{sp} sono principalmente dovute all'isteresi magnetica, quindi approssimabili dal solo termine lineare.

$$P_{sp} = K_i \cdot B^\eta \cdot f + h \cdot B^2 \cdot f^2 \cong K_i \cdot B^\eta \cdot f \quad (3.1)$$

Esiste una frequenza f_{cross} (frequenza di taglio) oltre la quale gli SMC mostrano perdite di potenza più contenute, come riportato in Figura 3.10.

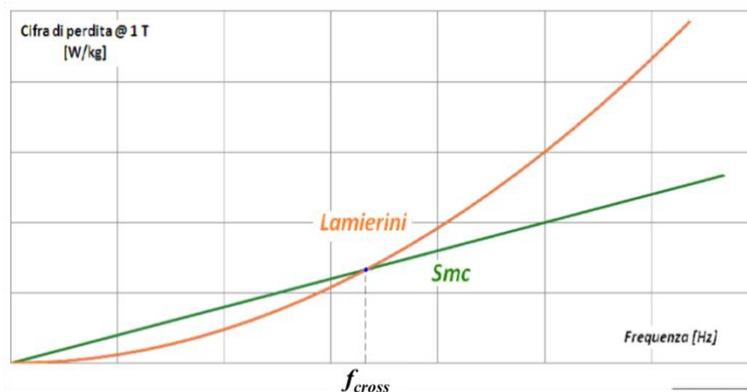


Figura 3.10 Confronto degli andamenti delle cifre di perdita, in funzione della frequenza, per i lamierini e gli SMC (Figura tratta da [10]).

Un ulteriore aspetto degli SMC non sottovalutabile si cela nella possibilità di riciclo offerta da questi materiali. Rispetto ad un dispositivo elettrico realizzato con i lamierini magnetici, come mostrato in Figura 3.11, si ha maggior facilità ed efficienza nel recupero dei diversi materiali, ad esempio semplice macinazione e separazione magnetica per separare il rame degli avvolgimenti dalla componente ferromagnetica [14].

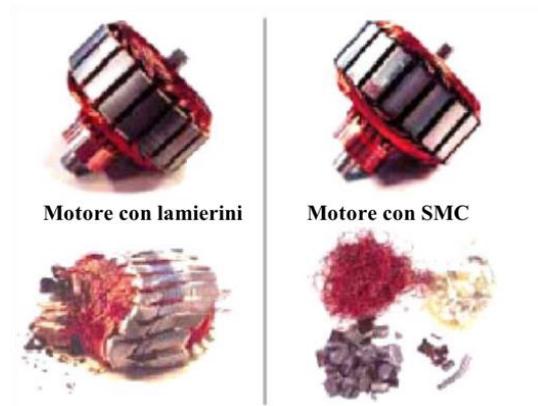


Figura 3.11 Armatura di una ventola di raffreddamento frontale prodotta da Faureccia Co.: sulla destra, si evidenzia la riciclabilità dei materiali costituenti il dispositivo, derivante dall'adozione degli SMC (Figura tratta da [14]).

Vi sono, tuttavia, delle criticità limitanti i materiali SMC non indifferenti. Per via del layer di isolamento elettrico su ogni granulo di polvere metallica, non è possibile operare la sinterizzazione, e inoltre, proprio la tipologia di layer limita la temperatura del trattamento termico finale. Di conseguenza, gli SMC mostrano modeste resistenze meccaniche laddove si hanno stati di tensione di trazione, mentre migliorano il comportamento in termini di resistenza a compressione. In aggiunta, all'interno del materiale ferromagnetico persiste uno stato tensionale residuo, la cui entità decresce all'aumentare della temperatura e del tempo di trattamento termico, a seguito dell'incrudimento dovuto alla forte deformazione plastica durante lo step di compattazione: per via di ciò, si hanno delle maggiori perdite per isteresi magnetica.

Un ulteriore gap rilevante degli SMC, sempre correlato alla presenza del layer isolante, è la ridotta permeabilità magnetica, la quale può essere anche solo il 10% – 20% di quella mostrata dai lamierini magnetici o da componenti sinterizzati, nel caso ad esempio si utilizzi un layer di natura diamagnetica [14].

3.3 Applicazioni e stato dell'arte

In quanto segue, vengono sinteticamente presentate le principali applicazioni degli SMC [13]. Inoltre, per ognuna di esse si riportano delle soluzioni di materiali, prodotte dalla azienda svedese Höganäs AB, leader del settore, le quali delineano lo stato dell'arte.

MOTORI ELETTRICI

Tra i principali impieghi degli SMC in questo ambito, si evidenziano le macchine a flusso assiale, di cui si riporta un esempio in Figura 3.12: in questo caso specifico, si tratta di un motore doppio stadio, in quanto dotato di due rotori periferici con all'interno lo statore, per applicazioni motrici.

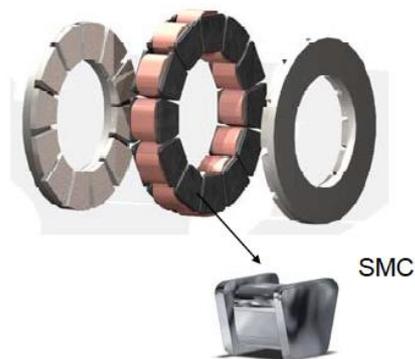


Figura 3.12 Illustrazione di un motore elettrico a flusso assiale doppio stadio, progettato e realizzato dalla Oxford University (Figura tratta da [13]).

Tuttavia, le topologie più interessanti per l'impiego degli SMC risultano essere le macchine a flusso trasversale, delle quali, in Figura 3.13, se ne riportano un esempio monofase (a sinistra) e trifase (a destra).

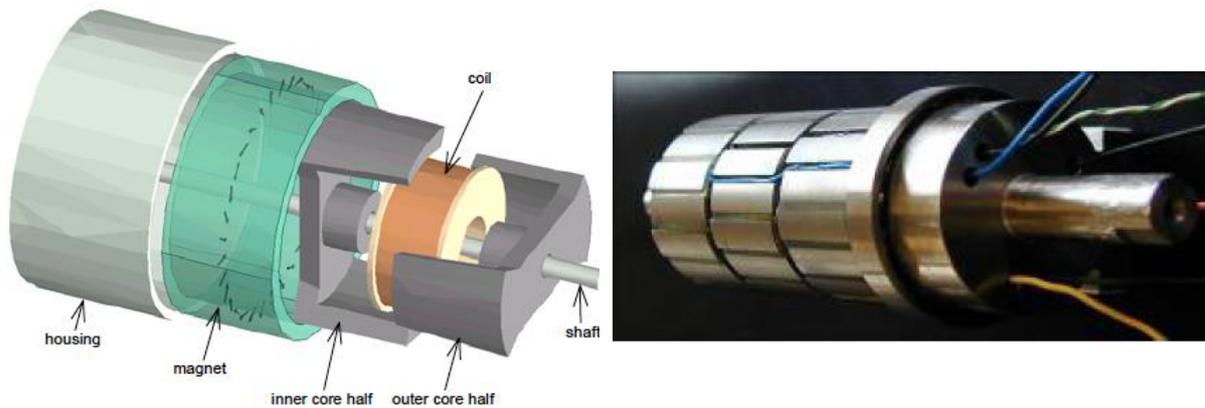


Figura 3.13 Motore elettrico a flusso trasversale: monofase, a sinistra, progettato dalla Lund University, e trifase, a destra, realizzato alla University of Newcastle (Figure tratte da [13]).

L'adozione degli SMC infatti, comporta un marcata riduzione del numero di parti costituenti l'assieme, come mostrato in Figura 3.14, e di conseguenza ne semplifica l'assemblaggio.



Figura 3.14 Numero di parti costituenti una macchina a flusso trasversale, nel caso di una soluzione con lamirini magnetici (a sinistra) o con gli SMC (a destra) (Figura tratta da [13]).

Si evidenzia infine, l'impiego degli SMC anche in macchine a flusso radiale, laddove si impieghino magneti permanenti in grado di mitigare la ridotta permeabilità magnetica, come nel caso di motori brushless a corrente continua [13].

Nell'ambito dei materiali SMC per motori elettrici, i Somaloy® della serie 700 mostrano interessanti proprietà, riportate nella Tabella 3.1. Somaloy® è il nome commerciale di un mix di polveri SMC cosiddetto "ready to press" prodotto dalla Höganäs AB.

Tabella 3.1 Materiali impiegabili nella costruzione di motori elettrici con frequenze operative fino al range dei *kHz* (Dati tratti da [13]).

Materiale	Resistività ($\mu\Omega m$)	TRS (MPa)	B@10kA/m (T)	μ_{max}	Core loss @1T (W/Kg)		
					100 Hz	400 Hz	1 kHz
Somaloy 700 1P	400	40	1,56	540	10	44	131
Somaloy 700 3P	200	125	1,61	750	10	46	137
Latest develop.	700	60	1,57	600	6	32	104

In Figura 3.15, si riportano anche due grafici nei quali è possibile apprezzare il miglior comportamento di questi materiali rispetto a una soluzione tradizionale di SMC ottenuta con miscelazione di polvere ferromagnetica e materiale polimerico allo 0,6% in peso, in termini di perdite (a) e di caratteristica B-H (b).

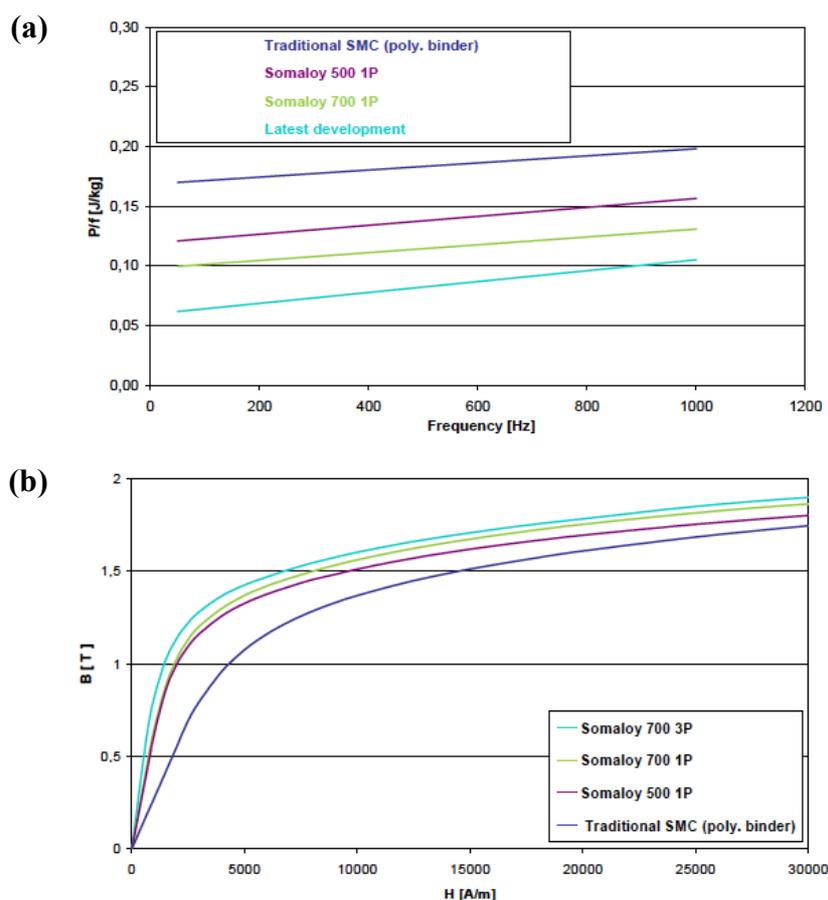


Figura 3.15 Confronto dei materiali della Tabella 3.1 con una soluzione di SMC tradizionale, in termini di: perdite/frequenza al variare della frequenza (a), caratteristica $B - H$ (b) (Figure tratte da [13]).

ATTUATORI A COMMUTAZIONE RAPIDA e TRASFORMATORI D'IMPULSI

Entrambe le tecnologie, dotate di nuclei in SMC, trovano largo impiego nel settore automotive, nello specifico nei sistemi di iniezione, di cui è riportato un esempio in Figura 3.16.



Figura 3.16 Iniettore di un motore diesel e relativi nuclei realizzati con gli SMC (Figura tratta da [14]).

La necessità è avere SMC che presentino elevata saturazione magnetica e buona caratteristica B-H: in Tabella 3.2, si riassumono le proprietà di alcune soluzioni impiegate.

Tabella 3.2 Materiali impiegabili nella realizzazione dei nuclei ferromagnetici di attuatori a commutazione rapida e di trasformatori d'impulsi (Dati tratti da [13]).

Materiale	Resistività ($\mu\Omega m$)	TRS (MPa)	B@4kA/m (T)	B@10kA/m (T)	μ_{max}
Somaloy 500 1P	70	50	1,26	1,51	500
Somaloy 700 1P	400	40	1,31	1,56	540
Somaloy 700 3P	200	125	1,37	1,61	750
Somaloy 1000 3P	70	140	1,42	1,63	850

Sebbene tutt'oggi si utilizzino ancora delle soluzioni di SMC tradizionali, dal grafico di Figura 3.17 è possibile notare come i Somaloy mostrino migliori proprietà magnetiche.

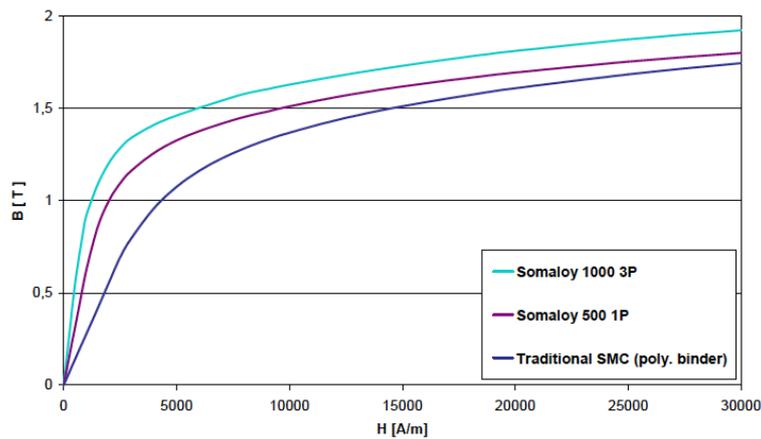


Figura 3.17 Confronto della caratteristica $B - H$ di due delle soluzioni innovative mostrate in Tabella 3.2 e di una soluzione SMC tradizionale (Figura tratta da [13]).

Inoltre, nell'ambito degli attuatori a commutazione rapida, l'impiego degli SMC, date le loro potenzialità, si sta estendendo ad altre applicazioni quali smorzatori, cuscinetti magnetici, valvole ad attuazione elettromagnetica, sospensioni elettromagnetiche.

FILTRI PER ELETTRONICA DI POTENZA

È un mercato in crescita, per via dell'incremento di utilizzo dell'elettronica di potenza in svariate applicazioni. In questo settore, gli SMC vengono preferiti laddove la frequenza sia nel range $kHz \div MHz$, poiché le più contenute perdite di potenza per correnti parassite li rendono particolarmente performanti.

La Tabella 3.3 riassume le principali proprietà di due soluzioni utilizzate nell'ambito dell'elettronica di potenza, le quali mostrano una riduzione del 20% delle perdite di potenza rispetto a SMC tradizionali, come mostrano i grafici in Figura 3.18.

Tabella 3.3 Materiali impiegabili per la costruzione dei nuclei ferromagnetici di componenti induttivi che operano nel campo dell'elettronica di potenza (Dati tratti da [13]).

Materiale	Resistività ($\mu\Omega m$)	$B@10kA/m$ (T)	Core loss (W/kg)		
			1T/100Hz	0,1T/10kHz	0,1T/30kHz
Somaloy 110i 1P	7600	1,33	15	26	85
Somaloy 130i 1P	8000	1,43	12	27	110

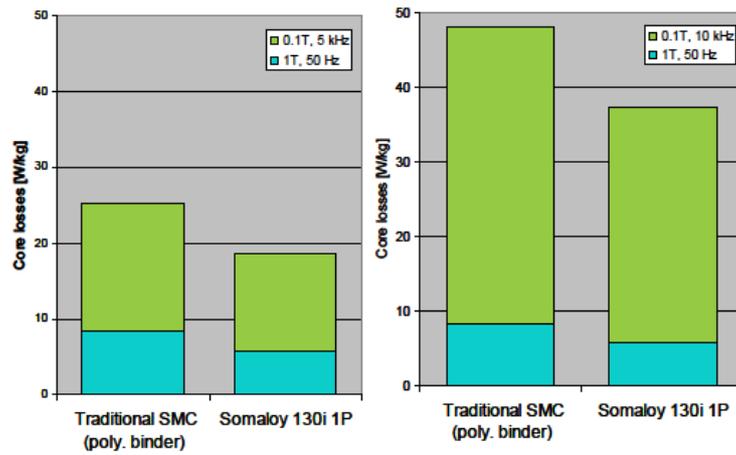


Figura 3.18 Confronto delle perdite specifiche di potenza tra i materiali di Tabella 3.3 e una soluzione SMC tradizionale: a sinistra P_{sp} @ 1T/50Hz & @ 1T/5kHz, mentre a destra P_{sp} @ 1T/50Hz & @ 1T/10kHz (Figura tratta da [13]).

4. Materiali e metodi

In questo capitolo, si dettagliano i due diversi sistemi SMC sviluppati durante l'attività sperimentale. Essi differiscono principalmente per la natura del layer isolante, ma anche per la tipologia di polvere ferromagnetica impiegata.

4.1. Studio di un layer isolante ferrimagnetico

Il motivo principale dell'interesse verso i layer isolanti di natura inorganica è la possibilità di operare il trattamento termico finale a temperature più elevate, rispetto a quelle adottate nel caso si adoperi un layer organico. Il raggiungimento di temperature di 500°C o superiori [5] [17], come già detto in precedenza, comporta una più marcata distensione dello stato tensionale interno al materiale derivante dalla elevata sollecitazione durante lo step di compattazione. Questo si traduce in un miglioramento delle proprietà magnetiche oltre che in una sensibile riduzione delle perdite per isteresi magnetica poiché il suddetto stato tensionale rappresenta un ostacolo alla dinamica dei domini magnetici. Quanto appena affermato, assume un'importanza cruciale se si considera che gli SMC sono materiali compositi non sinterizzati.

Oltre al vantaggio principale appena discusso, ulteriori aspetti particolarmente positivi dei layer inorganici sono rappresentati da elevate resistività elettriche, stabilità termica e maggiori temperature massime di utilizzo. Inoltre, è possibile avere un materiale di rivestimento che mostri ferri- o ferromagnetismo, il che è vantaggioso in termini di proprietà magnetiche del composito.

Di non trascurabile importanza è la possibilità di rivestire le particelle metalliche ferromagnetiche mediante una semplice miscelazione meccanica.

Nei paragrafi che seguono viene dettagliato un innovativo sistema SMC messo a punto in laboratorio, utilizzando un materiale inorganico ferrimagnetico per il layer isolante. Non disponendo di dati sperimentali, precedentemente sviluppati, circa il sistema oggetto dello studio, si è fatta particolare attenzione all'influenza del layer isolante sulle proprietà del composito, realizzando campioni a diverso tenore di materiale inorganico. Parallelamente a questo aspetto, ci si è inoltre focalizzati sul processo produttivo, introducendo variazioni in

termini di tecnologie impiegate e parametri e condizioni di processo, e valutandone gli effetti delle stesse sulle proprietà elettromagnetiche ed energetiche.

4.1.1. Materiali costituenti

Per la fase metallica ferromagnetica si è scelta una polvere di ferro commercialmente puro prodotta dalla Höganäs AB, azienda svedese leader nella produzione di polveri per applicazioni magnetiche ed SMC, denominata ABC100.30. Il layer isolante è invece costituito da ferrite Fe_2O_3 , ossido metallico base delle ferriti soft.

4.1.1.1. Ferro ABC100.30

Si tratta di una polvere di ferro prodotta per atomizzazione ad acqua, contraddistinta da elevata purezza e comprimibilità. In Figura 4.1 si riporta la micrografia SEM di un granulo dalla quale è chiaramente apprezzabile la geometria irregolare tipica del processo di produzione, di cui se ne ha una dettagliata descrizione nel manuale “*Material and powder properties*” [16].

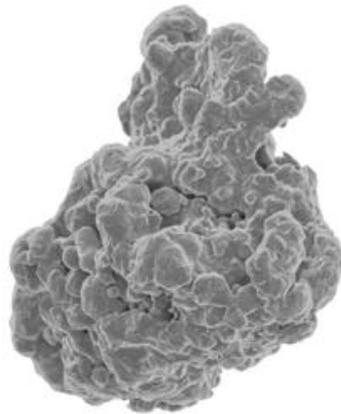


Figura 4.1 Micrografia SEM particella di ferro ABC100.30 (Figura tratta da [15]).

Una scheda tecnica della polvere è invece contenuta in “*Iron and steel powders for sintered components*” [15], da cui sono state estratte le proprietà di seguito riportate.

Dato il modestissimo tenore di impurezze, come mostra la Tabella 4.1, il grado ABC100.30 è particolarmente indicato per applicazioni ove sono richieste spiccate proprietà magnetiche soft.

Tabella 4.1 Tipologia e tenore % in peso delle impurezze nel ferro ABC100.30 (Dati tratti da [15]).

C (%)	O-tot (%)	H ₂ -loss (%)
0,003	0,04	0,06

La polvere presenta scorrevolezza di 25 sec/50g e densità apparente pari a 3,00 g/cm³, la quale però, è influenzata sia dalla lubrificazione che dal tempo di miscelazione, come è possibile apprezzare nel grafico di Figura 4.2.

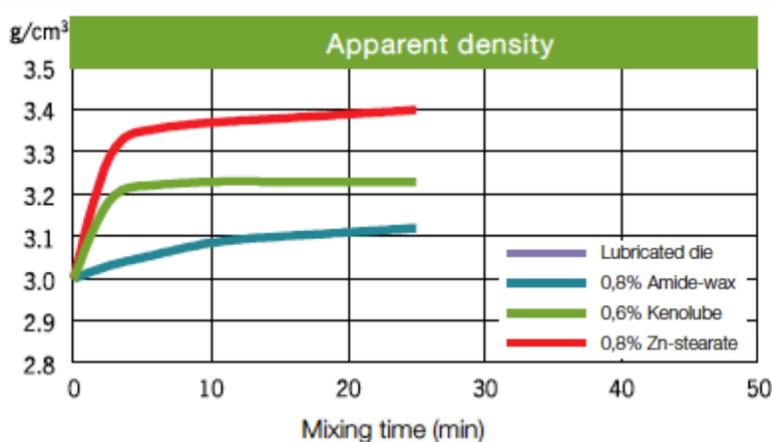


Figura 4.2 Variazione della densità apparente della polvere di ferro ABC100.30, funzione del tipo e quantitativo di lubrificante e del tempo di miscelazione (Figura tratta da [15]).

Da un punto di vista della distribuzione granulometrica, si identificano tre intervalli dimensionali, denominati S1, S2 ed S3, i cui dettagli sono presentati in Tabella 4.2.

Tabella 4.2 Distribuzione granulometrica originale della polvere di ferro ABC100.30: range dimensionali e frazioni in peso percentuali.

Denominazione	Range dimensionale (μm)	Frazione in peso (%)
S1	> 125	25
S2	125 ÷ 63	43
S3	< 63	32

Come già detto precedentemente, altra peculiarità caratterizzante è la spiccata comprimibilità. La polvere ABC100.30 è ricercata laddove si vogliono produrre componenti strutturali ad elevata densità, per via della possibilità di ottenere densità del green fino a $7,4 \text{ g/cm}^3$. In Tabella 4.3, si evidenzia come questo parametro sia influenzato dalla strategia di lubrificazione e dalla pressione di compattazione, e in Figura 4.3 viene mostrato un grafico con gli andamenti in funzioni di tali parametri.

Tabella 4.3 Comprimibilità polvere metallica ferro ABC100.30: valori densità del green in g/cm^3 in funzione di pressione di compattazione e strategia lubrificazione (Dati tratto da [15]).

Pressione di compattazione (MPa)	Stampo lubrificato	0,6% Kenolube	0,8% Zn-st
400	6,87	6,91	6,92
600	7,27	7,26	7,24
800	7,52	7,39	7,35

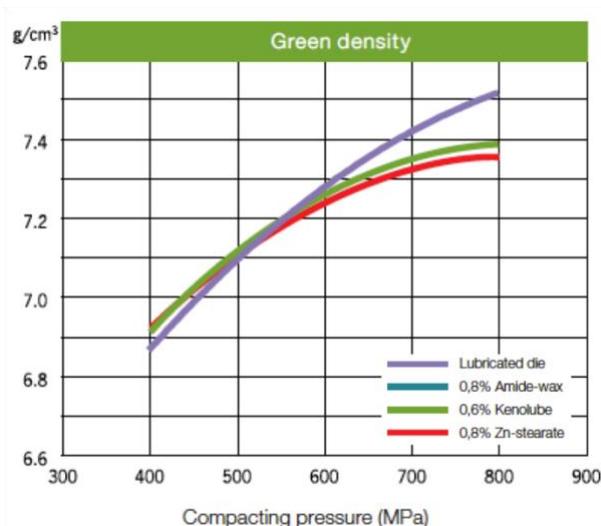


Figura 4.3 Andamento della densità del green della polvere di ferro ABC100.30, in funzione della pressione di compattazione, per diverse soluzioni di lubrificazione (Figura tratta da [15]).

Si riportano infine, in Tabella 4.4 e in Figura 4.4 rispettivamente, l'entità di resistenza del compatto di polveri e di ritorno elastico.

Tabella 4.4 Resistenza, in *MPa*, del compatto di polveri di ferro ABC100.30, in funzione di pressione di compattazione e strategia di lubrificazione (Dati tratti da [15]).

Pressione di compattazione (MPa)	Stampo lubrificato	0,6% Kenolube	0,8% Zn-st
400	23	13	10
600	39	19	12
800	52	23	15

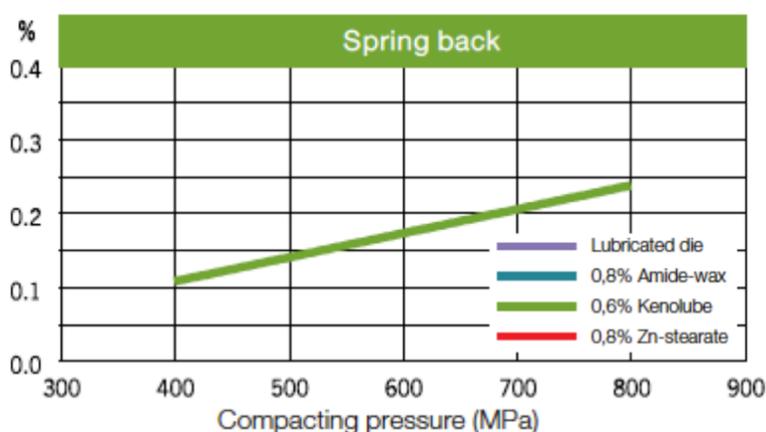


Figura 4.4 Ritorno elastico della polvere di ferro ABC100.30, in funzione della pressione di compattazione, fissati tipologia e quantitativo di lubrificante (Figura tratta da [15]).

4.1.1.2. Ferrite Fe_2O_3

La ferrite utilizzata per la realizzazione del rivestimento delle particelle ferromagnetiche, rappresenta l'ossido base della classe delle ferriti soft, le quali hanno formula chimica $(MO) \cdot Fe_2O_3$ [5]. Essa, si presenta sotto forma di polvere finissima di colorazione rosso, come mostrato dalla micrografia riportata in Figura 4.5.

Si tratta di un materiale ferrimagnetico, caratterizzato da spiccata resistività elettrica.

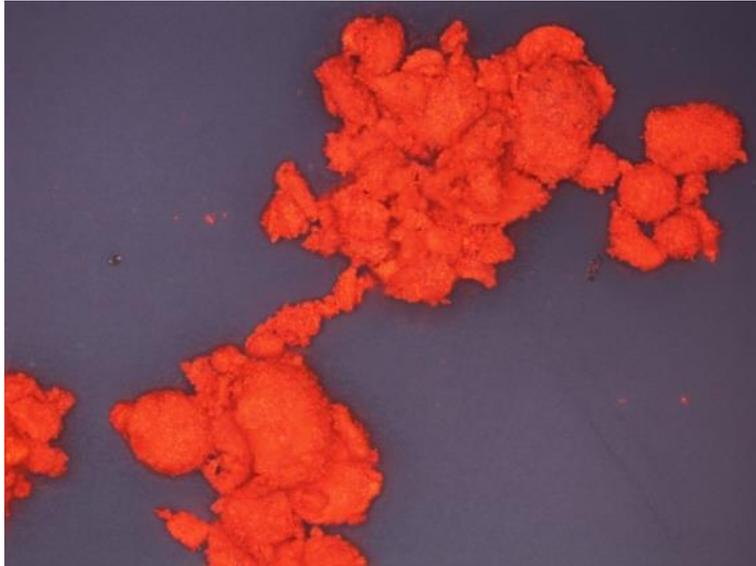


Figura 4.5 Micrografia ottica ferrite Fe₂O₃.

4.1.1.3. Lubrificante polveri

Il Kenolube, di cui si riporta una micrografia in Figura 4.6, è la soluzione di lubrificazione adottata per avere un'adeguata processabilità della miscela di polveri, ma anche benefici circa la densità del compatto di polveri.

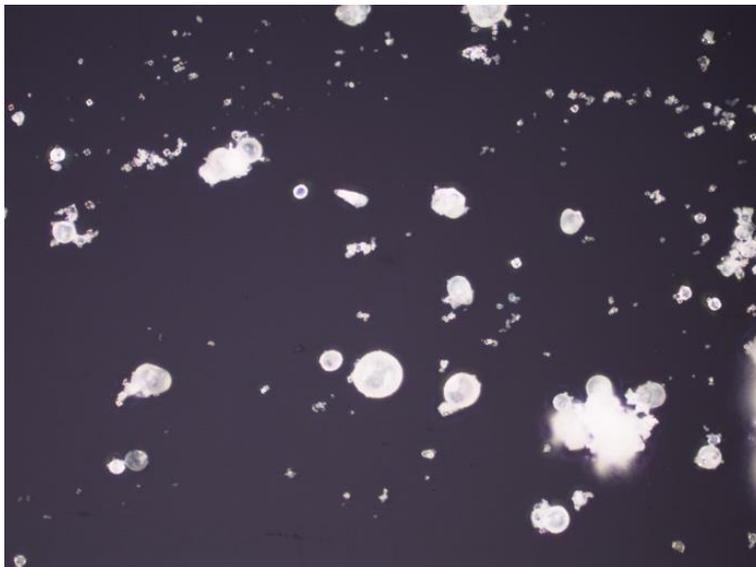


Figura 4.6 Micrografia ottica lubrificante Kenolube.

Si tratta di un lubrificante organico, brevettato dalla Höganäs AB, largamente impiegato nella metallurgia delle polveri. Alla vista si presenta in forma di polvere finissima di colore bianco, con dimensione dei singoli granuli nell'ordine di qualche unità di μm .

È costituito da stearato di zinco, in tenore del 20%wt, e dalla cera EBS (N,N'-ethylenebisstearamide) per il restante 80%wt. Il primo degrada nell'intervallo $T = 145 - 265^{\circ}C$, mentre la componente cerosa per temperature $T = 265 - 580^{\circ}C$; come prodotti di degradazione si hanno alcani a catena lunga insieme a CO_2 , CO , CH_4 e C_2H_4 . Residui di ossido di zinco possono permanere all'interno di compatti di polvere lubrificati con Kenolube [20].

4.1.2. Realizzazione SMC

Il processo produttivo dei campioni SMC con layer inorganico, è schematizzato graficamente nel flow chart di Figura 4.7, il quale riporta i principali step costituenti. Di ognuno di essi, si ha una descrizione più dettagliata nei paragrafi che seguono.

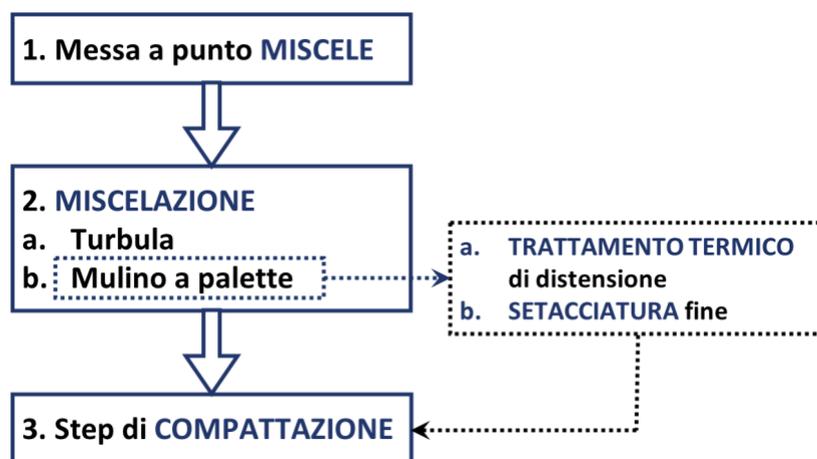


Figura 4.7 Schematizzazione grafica dell'iter realizzativo dei campioni (green) SMC con layer inorganico.

4.1.2.1. Composizione miscele

A seconda del tenore di materiale isolante, è possibile classificare tre sottosistemi realizzati in laboratorio, di cui si riportano denominazione e composizione in peso in Tabella 4.5.

Tabella 4.5 Denominazione e composizione in peso delle miscele di polvere di ferro ABC100.30 con tenore variabile di ferrite.

DENOMINAZIONE	COMPOSIZIONE (% wt)		
	Ferro ABC100.30	Fe ₂ O ₃	Kenolube
FR3	98,7	1,0	0,3
FR5	99,2	0,5	0,3
FR8	99,5	0,2	0,3

È bene evidenziare un aspetto relativo la distribuzione granulometrica della polvere di ferro. Le suddette miscele sono state realizzate impiegando sia la distribuzione granulometrica originale della polvere tal quale, già dettagliata in Tabella 4.2, sia una distribuzione granulometrica alternativa, denominata “Standard”. Mediante l’ausilio di appositi setacci disposti in serie, raffigurati in Figura 4.8, sono stati separati i tre intervalli granulometrici e rimescolati successivamente a costituire la nuova distribuzione, in tenori differenti rispetto a quelli di partenza e suggeriti da lavori di altri tesisti svolti in precedenza, nei quali si evidenzia come tale distribuzione granulometrica mostri minori perdite a frequenze più elevate [6]. Di entrambe le distribuzioni, si riportano i dettagli in Tabella 4.6.



Figura 4.8 Setacci disposti in serie, con maglie di 125 μm e 63 μm (Figura tratta da [6]).

Tabella 4.6 Denominazioni e composizioni percentuali in peso, delle due distribuzioni granulometriche della polvere di ferro ABC100.30 impiegate.

DENOMINAZIONE DISTRIBUZIONE	COMPOSIZIONE (% wt)		
	S1	S2	S3
	$> 125\mu m$	$(125 \div 63)\mu m$	$< 63\mu m$
Originale	25	43	32
Standard	50	30	20

4.1.2.2. Miscelazione

L'omogeneizzazione delle miscele dettagliate in Tabella 4.5, è stata svolta utilizzando due strategie di miscelazione differenti, entrambe di natura meccanica, denominate miscelazione normale e ibridizzazione.

Nel caso della miscelazione normale, l'insieme delle polveri costituenti la matrice ferromagnetica e di quelle inorganiche di rivestimento, unite al lubrificante, viene omogeneizzato processandolo in "Turbula", mostrata in Figura 4.9, per un tempo $t = 30 \text{ min}$. Il suddetto sistema di miscelazione risulta essere particolarmente efficiente, in termini di elevate uniformità in tempi relativamente contenuti, per via del movimento tridimensionale che viene garantito al recipiente contenente le polveri [4].



Figura 4.9 Sistema di miscelazione "Turbula".

L'ibridizzazione invece, prevede di rivestire le polveri ferromagnetiche con quelle di ferrite per mezzo dell'azione di un mulino a palette, mostrato in Figura 4.10. Il dispositivo, realizzato in laboratorio in occasione di attività di tesi passate, si compone di un cestello di geometria cilindrica all'interno del quale vengono alloggiati le polveri. La chiusura del cestello avviene mediante una flangia opportunamente sagomata, alla quale è reso solidale un piccolo motore elettrico c.c. alimentato a 230 V, il quale sviluppa circa 21000 rpm a vuoto e che sovrintende al moto rotatorio della paletta. Tutte le componenti costitutive del mulino sono in acciaio.



Figura 4.10 Mulino a palette impiegato per il rivestimento delle polveri ferromagnetiche.

Una volta azionato il motore, è necessario assicurare manualmente un moto tridimensionale del mulino, in modo tale da esporre periodicamente le polveri alla paletta in rotazione. Proprio gli urti con quest'ultima e con le pareti interne del cestello favoriscono una migliore adesione delle particelle di ferrite a quelle metalliche ferromagnetiche.

È bene precisare che nel mulino a palette sono state introdotte, oltre alla ferrite, solo le frazioni granulometriche S1 ed S2, al fine di evitare che le particelle ferromagnetiche più fini, appartenenti all'intervallo granulometrico S3, rivestano esse stesse le particelle più grandi. Questo infatti comporterebbe una distribuzione non uniforme del layer isolante con zone addirittura non isolate elettricamente. Pertanto, rifacendosi alla distribuzione granulometrica

“Standard”, si immettono nel mulino la ferrite e le frazioni ferromagnetiche *S1* ed *S2*, negli opportuni quantitativi. Queste vengono processate per un tempo totale $t = 1 \text{ min}$, suddiviso in 4 step da 15 secondi l’uno, così da evitare gli effetti indesiderati derivanti da un surriscaldamento eccessivo del dispositivo. Una volta ultimata questa fase, la miscela appena processata viene completata con la frazione granulometrica *S3* e il lubrificante, quindi omogeneizzata in “Turbula” per la durata di $t = 30 \text{ min}$.

Si evidenzia, tuttavia, come in quest’ultimo step di miscelazione non si abbia, in nessun caso, una uniforme omogeneizzazione della frazione granulometrica fine con la componente processata nel mulino a palette. Per ovviare a tale criticità, che si ripercuote sulle proprietà dei prodotti degli step successivi, si è ricorso all’utilizzo di un modestissimo quantitativo di gel elettrolitico, aggiunto in tenore $< 0,1\% \text{ wt}$, di cui si riporta un particolare in Figura 4.11. L’obiettivo è quello di omogeneizzare la miscela di polveri creando un effetto cosiddetto “sabbia bagnata”, così da renderla idonea per un corretto step di formatura del compatto di polveri.



Figura 4.11 Dettaglio gel elettrolitico aggiunto alla miscela, in tenore $< 0,1\% \text{ wt}$, per omogeneizzare la frazione granulometrica fine *S3* con la componente processata nel mulino a palette.

4.1.2.3. Ibridizzazione: due ulteriori approcci

L'azione meccanica del mulino a palette, necessaria per rivestire le polveri metalliche ferromagnetiche, introduce due fattori non trascurabili:

- Incrudimento delle particelle di polvere di ferro *ABC100.30*;
- Produzione frazione finissima ($d < 1\mu m$), derivante dalla stessa.

La deformazione plastica delle particelle ferromagnetiche, causata dagli urti delle stesse con la paletta e le pareti del mulino, risulta essere infatti, un impedimento al moto delle pareti dei domini magnetici, dando luogo quindi ad un incremento delle perdite per isteresi magnetica. Per quanto concerne la frazione finissima di polvere ferromagnetica, si è pensato che essa potesse andare a rivestire le particelle più grandi, generandone discontinuità del layer isolante. Inoltre, le perdite per isteresi nei materiali ferromagnetici soft tendono ad aumentare passando da dimensioni bulk, a quelle micrometriche e sub-micrometriche, poiché aumenta l'effetto negativo delle tensioni interne e dei difetti superficiali [5].

Al fine di indagare l'influenza dei suddetti aspetti sulle proprietà del composito, si sono introdotte delle modificazioni del processo produttivo.

Per ridurre l'incrudimento delle polveri metalliche, quindi l'entità delle tensioni interne, si è introdotto un trattamento termico di distensione delle polveri, successivo al processo di rivestimento operato nel mulino a palette, e di cui si riporta un dettaglio fotografico in Figura 4.12. Tale trattamento è stato svolto sia in aria che in vuoto: di entrambi, in Tabella 4.7 sono riportate le condizioni di processo.

Tabella 4.7 Condizioni di processo dei due trattamenti termici di distensione delle miscele di polveri ferromagnetiche (frazioni S1, S2) rivestite.

Atmosfera	Temperatura (°C)	Tempo (min)
ARIA	450	30
VUOTO	450	30

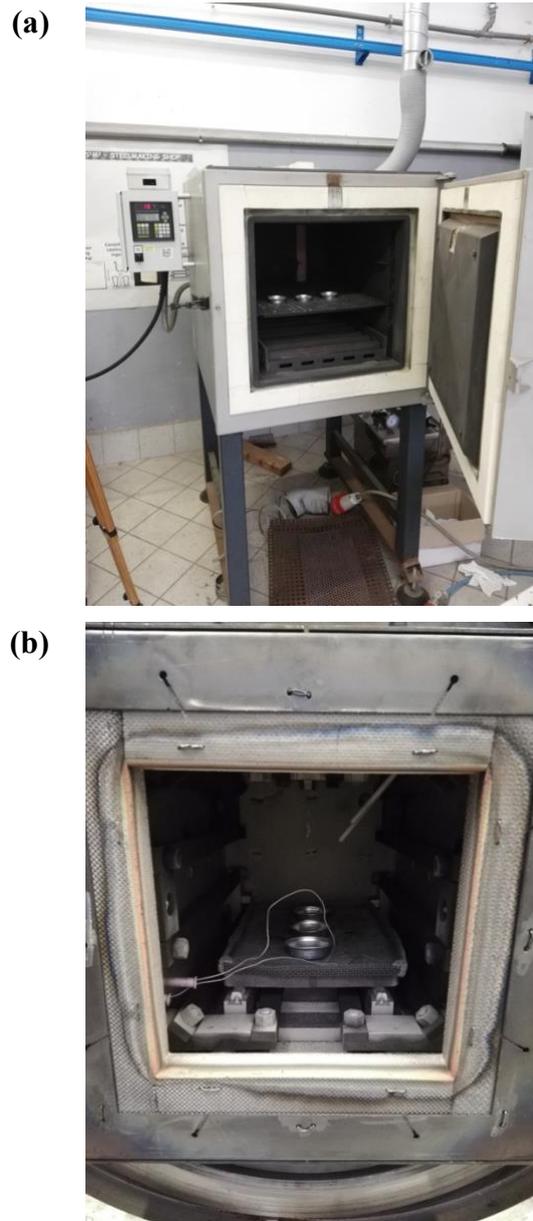


Figura 4.12 Dettaglio forni per il trattamento termico in aria (a) e in vuoto (b), delle polveri rivestite.

Le miscele trattate termicamente sono state completate con l'aggiunta della frazione granulometrica fine di polvere ferromagnetica e del lubrificante, quindi omogeneizzate in "Turbula", analogamente a quelle non trattate termicamente. Anche in questo caso si è raggiunta l'omogeneizzazione delle miscele previa aggiunta del gel elettrolitico.

Per quanto concerne la frazione finissima che si genera dalle particelle ferromagnetiche a seguito dell'azione della paletta si è pensato di operare come segue. Dapprima sono state immesse nel mulino solo le frazioni granulometriche S1 ed S2 della polvere di ferro, e processate per un tempo totale $t = 1 \text{ min}$, sempre suddiviso in 4 step da 15 secondi. Le stesse

sono quindi state setacciate per la rimozione della frazione finissima, utilizzando un setaccio con maglia $1\ \mu\text{m}$. A questo punto si è aggiunto l'opportuno tenore di polvere di ferrite e si è operato il rivestimento delle particelle ferromagnetiche setacciate, nel medesimo mulino per un tempo $t = 30\ \text{sec}$, in 2 step da 15 secondi. Le miscele sono quindi state completate e omogeneizzate come in precedenza, e sempre ricorrendo all'ausilio del gel elettrolitico.

4.1.2.4. Formatura del green

La compattazione dei campioni avviene mediante pressatura uniassiale a freddo. La pressa impiegata, mostrata in Figura 4.13, è di tipo idraulico a doppia azione. Quest'ultima è garantita dalla mobilità della tavola oltre che del punzone superiore, mentre il punzone inferiore è fisso, ed è un aspetto fondamentale in termini di uniformità della densità del green.



Figura 4.13 Pressa idraulica, e relativo pannello di comando, impiegata per la formatura dei green (Figura tratta da [6]).

L'azionamento della pressa avviene mediante un'interfaccia di comando sviluppata su ambiente LabView, la quale permette all'utente di inserire in input la pressione di compattazione (in *bar*), la pressione di mantenimento (in *bar*) e l'altezza della camera (in *mm*) in cui vengono caricate le polveri. La pressione di compattazione, generalmente espressa in *MPa*, viene convertita in *bar* mediante l'ausilio di una specifica tabella di conversione, la quale tiene conto della geometria dello stampo. L'altezza della camera è un parametro fondamentale, poiché da esso dipende lo spessore finale del campione. Essendo influenzato da diversi fattori,

quali ad esempio, il livello di pressione di compattazione, la geometria dello stampo, le proprietà della miscela e della polvere metallica, per la scelta del valore più idoneo si è rivelata fondamentale l'esperienza maturata dai componenti del team negli anni di ricerca.

I campioni SMC con layer inorganico, di cui si riporta un'immagine a titolo di esempio in Figura 4.14, sono stati tutti formati con geometria a parallelepipedo di dimensioni $(55 \times 10 \times 5) \text{ mm}$, mediante l'utilizzo dello stampo idoneo alla realizzazione dei provini per la prova Charpy. In Tabella 4.8 vengono riassunti i parametri di processo adottati.



Figura 4.14 Geometria green campioni SMC con layer inorganico.

Tabella 4.8 Parametri processo di compattazione campioni SMC con layer inorganico.

Pressione di compattazione	800 <i>MPa</i>
conversione geometria Charpy	66 <i>bar</i>
Pressione di mantenimento	10 <i>bar</i>
Altezza camera	7 <i>mm</i>

Una volta impostati i parametri, si spruzza una sostanza lubrificante/distaccante nelle pareti interne dello stampo che delimitano la camera di carica delle polveri. Questa ha lo scopo di preservare lo stampo e facilitare l'estrazione del componente, senza indurre difettualità nello stesso. Si procede quindi con l'introduzione della miscela, di cui si riporta un dettaglio in Figura 4.15, e si avvia la pressa.

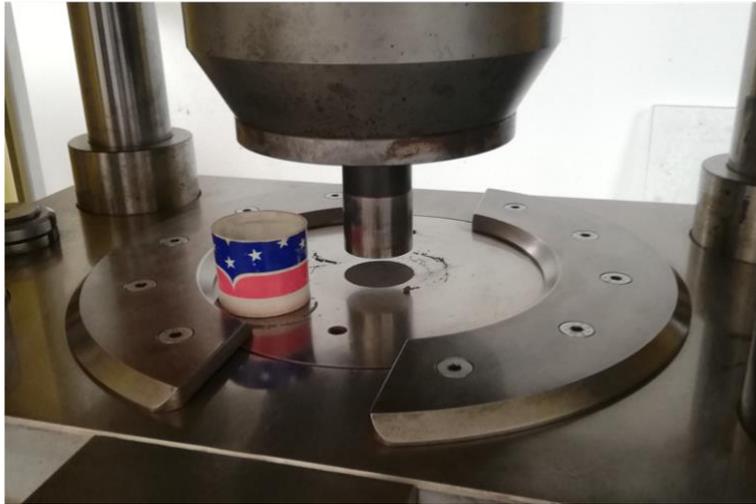


Figura 4.15 Dettaglio miscela di polveri pronta per la formatura (stampo geometria disco).

Ultimata la compattazione, i campioni sono stati carteggiati per rimuovere le bave di materiale, le quali, seppur minime, influenzano negativamente le prove di caratterizzazione magnetica. Quindi sono stati misurati con l'ausilio di un calibro decimale, pesati e classificati.

4.1.2.5. Nomenclatura

Ognuno dei campioni prodotti, è stato nominato utilizzando il codice alfanumerico $FRX Y.Z.N$ mediante il quale è possibile identificare il tenore di ferrite nel composito (X), la strategia di produzione ($Y.Z$), la pressione di compattazione (N). Consultando la Tabella 4.9, è possibile avere maggiori dettagli in merito.

Tabella 4.9 Nomenclatura campioni SMC con polvere di ferro *ABC100.30* e layer inorganico, prodotti in laboratorio.

FR → sistema SMC Ferro <i>ABC100.30</i> – Fe ₂ O ₃	
X → tenore di Fe ₂ O ₃	3 → 1,0%wt
	5 → 0,5%wt
	8 → 0,2%wt
Y → strategia di miscelazione/rivestimento	NM → in “Turbula”
	Hy → Ibridizzazione
	D.Hy → + Setacciatura
Z → trattamento termico (solo ibridizzazione)	V → in Vuoto
	A → in Aria
N → pressione di compattazione	5 → $p = 800MPa$

4.2. Studio di un nuovo sistema con layer isolante organico

Il lavoro di tesi si è anche concentrato sullo studio di un ulteriore sistema SMC che si differenzia dal primo sia per la tipologia di polvere ferromagnetica, sia per la natura del materiale isolante.

La matrice ferromagnetica, in questo caso, è costituita da una lega Ferro-Fosforo. Sebbene nella metallurgia tradizionale il fosforo sia un elemento fortemente indesiderato, in quanto causa di infragilimento per segregazione ai bordi di grano, il paradigma varia nell’ambito della metallurgia delle polveri, e più nello specifico per applicazioni ferromagnetiche soft. Tale elemento infatti, aggiunto in lega al ferro in tenori tipicamente 0,4 ÷ 1%, incrementa la saturazione magnetica e la resistività contemporaneamente ad una riduzione del campo coercitivo e delle cifre di perdita. L’aggiunta di fosforo alle polveri di ferro è tipicamente svolta ricorrendo alla lega FeP15 oppure ai fosfuri (Fe₃P, Fe₂P, FeP₃, FeP₂); in alternativa si possono impiegare delle miscele cosiddette “press-ready”, che presentano già il tenore di fosforo desiderato [4].

Riferendosi invece al materiale costituente il layer isolante delle polveri ferromagnetiche, si è optato per un materiale di natura organica appartenente alla classe dei polimeri termoindurenti. Questa strategia di isolamento è una delle più ampiamente adottate e, come già affermato in precedenza, rappresenta, probabilmente, la via più economica su produzioni di larga scala [14]. Il rivestimento delle polveri ferromagnetiche, infatti, viene svolto mediante miscelazione meccanica e ultimato con il trattamento termico finale, il quale mostra temperature contenute,

limitate alle condizioni di reticolazione della resina adottata, tipicamente nell'ordine dei 150 – 200°C [5]. L'aspetto della reticolazione, processo irreversibile, è parecchio positivo in termini di consolidamento del composito, quindi di relative proprietà meccaniche. Il gap principale è dato dal fatto che le resine termoindurenti sono materiali diamagnetici, pertanto impattano negativamente sulle proprietà magnetiche del composito, le quali, si ricorda, sono già limitate dal fatto che gli SMC sono compositi non sinterizzati. Per tale motivo, come si potrà apprezzare meglio più avanti nel capitolo, si è lavorato con tenori di fase organica termoindurente relativamente contenuti.

In analogia con quanto fatto per il sistema SMC discusso precedentemente, nei paragrafi che seguono vengono dettagliati degli SMC con layer isolante organico messi a punto in laboratorio, dalla miscelazione dei materiali di partenza fino al trattamento termico finale, e alla caratterizzazione magnetica dei componenti. Nello specifico, si sono indagate due resine termoindurenti diverse e in tenore variabile.

4.2.1. Materiali costituenti

La polvere di lega Ferro-Fosforo impiegata in questo studio, anch'essa prodotta dalla Höganäs AB, è commercialmente denominata *PASC60* ed è una miscela cosiddetta “press-ready”. Relativamente alla fase polimerica, si sono utilizzate una resina epossidica e una fenolica, la cui scelta è stata dettata da concetti già sviluppati e dimostrati in altri lavori.

4.2.1.1. Lega Ferro-Fosforo: PASC60

Il *PASC60* è una polvere di lega allo 0,6%wt di fosforo, prodotta mediante processo di atomizzazione ad acqua, ampiamente descritto nel manuale “*Material and powder properties*” [16]. Essendo stata messa a punto a partire dalla polvere di ferro *ASC100.29*, mostra anch'essa spiccata comprimibilità. In Figura 4.16, è rappresentato un granulo di polvere.

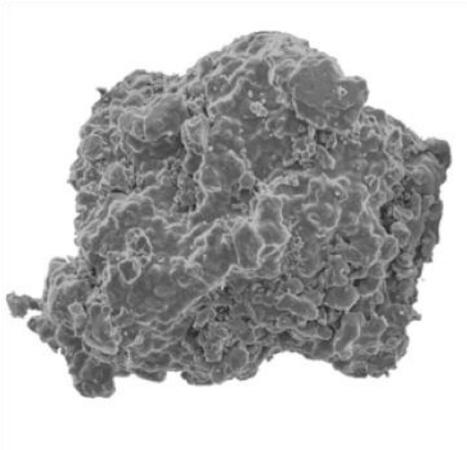


Figura 4.16 Particella di polvere PASC60 (Figura tratta da [15]).

È particolarmente indicata laddove si desiderano densità elevate e buone proprietà ferromagnetiche soft. Per le proprietà della polvere mostrate nel seguito, si è fatto riferimento alla scheda tecnica contenuta nel manuale “*Iron and steel powders for sintered components*” [15]. In Tabella 4.10 sono riportati gli elementi presenti oltre al ferro, e i rispettivi tenori percentuali.

Tabella 4.10 Composizione chimica polvere ferro-fosforo PASC60 (Dati tratti da [15]).

C (%)	O-tot (%)	P (%)
0,003	0,04	0,06

La polvere presenta scorrevolezza pari a $27 \text{ sec}/50\text{g}$ e densità apparente di $3,15 \text{ g}/\text{cm}^3$. Quest'ultima, come mostra il grafico in Figura 4.17, è influenzata dalla strategia di lubrificazione e dal tempo di miscelazione.

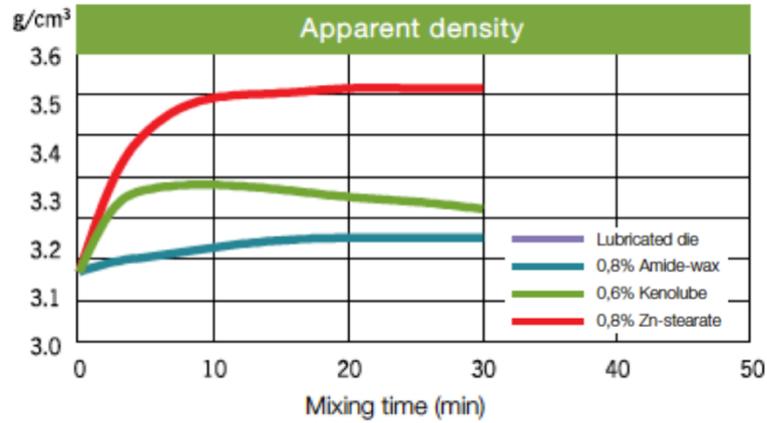


Figura 4.17 Andamento densità apparente della polvere *PASC60*, funzione della strategia di lubrificazione e del tempo di miscelazione (Figura tratta da [15]).

Le particelle di *PASC60* presentano dimensione massima di $212\mu m$, con distribuzione granulometrica dettagliata in Tabella 4.11.

Tabella 4.11 Distribuzione granulometrica polvere di lega ferro-fosforo *PASC60* (Dati tratti da [15]).

Range dimensionale (μm)	Frazione in peso (%)
212 ÷ 150	7
150 ÷ 45	66
< 45	27

La spiccata comprimibilità della polvere è appurabile dai valori di densità del green riportati in Tabella 4.12: anche in questo caso si evidenzia la dipendenza dalla lubrificazione e dalla pressione di compattazione, esplicitata anche dagli andamenti in Figura 4.18.

Tabella 4.12 Comprimitibilità polvere di lega ferro-fosforo *PASC60*: valori densità del green in g/cm^3 in funzione di pressione di compattazione e strategia lubrificazione (Dati tratti da [15]).

Pressione di compattazione (MPa)	Stampo lubrificato	0,6% Kenolube o 0,8% Zn-st
400	6,68	6,79
600	7,08	7,10
800	7,36	7,24

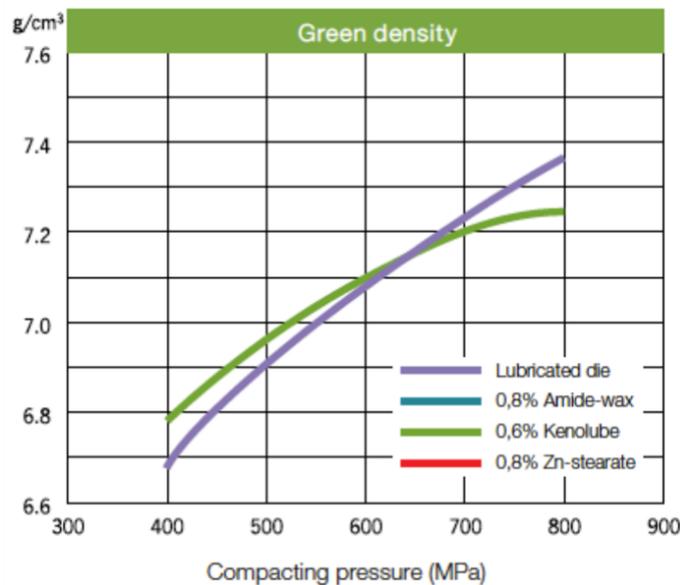


Figura 4.18 Andamento della densità del green della polvere di lega ferro-fosforo *PASC60*, in funzione della pressione di compattazione, per diverse soluzioni di lubrificazione (Figura tratta da [15]).

A completare, si riportano dei valori tipici di resistenza del green in Tabella 4.13, mentre in Figura 4.19 si ha un grafico relativo al ritorno elastico.

Tabella 4.13 Resistenza, in *MPa*, del compatto di polveri di lega ferro-fosforo *PASC60*, in funzione di pressione di compattazione e strategia di lubrificazione (Dati tratti da [15]).

Pressione di compattazione (MPa)	Stampo lubrificato	0,6% Kenolube	0,8% Zn-st
400	18	11	9
600	33	19	16
800	51	24	20

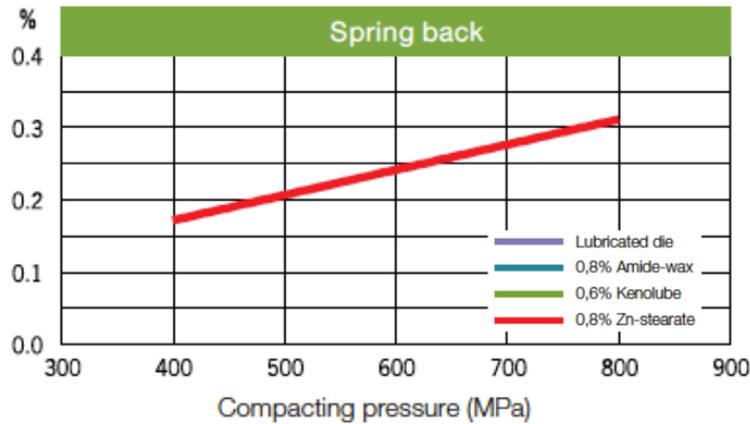


Figura 4.19 Ritorno elastico della polvere di lega ferro-fosforo *PASC60*, in funzione della pressione di compattazione, fissati tipologia e quantitativo di lubrificante (Figura tratta da [15]).

4.2.1.2. Resine termoindurenti

In merito alle resine utilizzate per costituire il layer isolante delle polveri ferromagnetiche, e al rispettivo tenore, oltre alle considerazioni precedentemente espresse, ha avuto un ruolo chiave la grande esperienza che il team di ricerca ha accumulato negli anni di studio degli SMC.

Si sono impiegate due tipologie differenti di resine, una fenolica e una epossidica, delle quali, tuttavia, si riportano solo alcune informazioni indispensabili, essendo il layer isolante uno dei più importanti gradi di libertà per la messa a punto di nuove soluzioni competitive.

Le resine epossidiche si distinguono per l'eccellente combinazione di proprietà meccaniche e di resistenza alla corrosione. In aggiunta a ciò, mostrano stabilità dimensionale e buone proprietà adesive e di isolamento elettrico, il tutto associato ad un costo relativamente basso [20]. Quella utilizzata in laboratorio, è una resina epossidica monocomponente, la quale si trova in forma di liquido ad elevatissima viscosità, di colore lattiginoso, come mostra la Figura 4.20. Al fine di evitare che la reticolazione avvenga durante lo stoccaggio, è necessario che questa resina venga conservata in un recipiente sigillato, ad una temperatura nell'intervallo $T = 2 \div 7^{\circ}\text{C}$.



Figura 4.20 Dettaglio resina epossidica aggiunta alle polveri ferromagnetiche (Figura tratta da [19]).

È opportuno evidenziare che per via della viscosità elevata e della temperatura di conservazione, l'aggiunta di tale resina alla polvere ferromagnetica nel tenore desiderato non è particolarmente agevole, specialmente laddove si hanno tenori molto contenuti di tale fase polimerica.

Grandi caratteristiche distintive delle resine fenoliche sono l'eccellente stabilità termica a temperature $T > 150^{\circ}\text{C}$, e il costo relativamente contenuto [20]. Mostrano inoltre stabilità dimensionale e elevata resistenza all'acqua, agli agenti chimici e alle scariche elettriche [10]. Per quanto la resina fenolica impiegata in laboratorio, di cui si mostra un dettaglio in Figura 4.21, questa si presenta alla vista in forma di polvere molto fine di colore giallastro. Durante lo stoccaggio, la resina deve trovarsi in recipienti sigillati, a temperatura ambiente, preferibilmente $T < 20^{\circ}\text{C}$, e in ambiente secco.

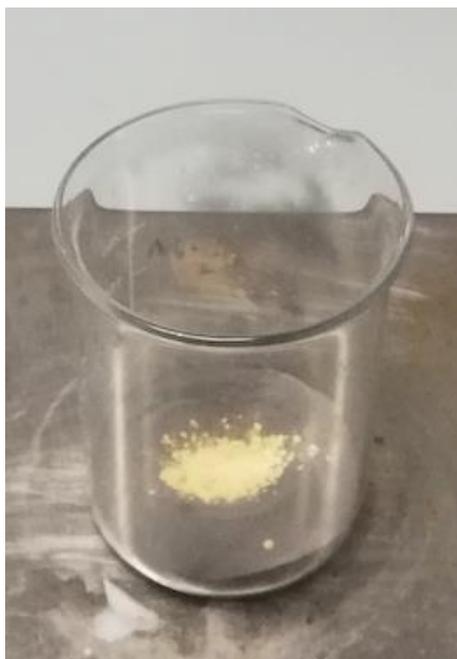


Figura 4.21 Dettaglio resina fenolica (polvere giallastra) aggiunta alle polveri ferromagnetiche.

Per via della presenza della formaldeide e del fenolo, la composizione delle miscele deve avvenire all'interno di una cappa chimica ed avendo indossato gli opportuni D.P.I. Altra peculiarità importante di tale resina, è la fase gel precedente alla reticolazione, la quale risulta avere una durata compresa nell'intervallo $25 \div 50$ secondi per una temperatura di trattamento pari a $T = 150^{\circ}\text{C}$.

4.2.2. Realizzazione SMC

Il flow chart riportato in Figura 4.22, schematizza graficamente il processo di produzione degli SMC con layer organico. Si precisa che in questo caso, si sono realizzati dei campioni di geometria toroidale, in accordo con quanto previsto dallo standard europeo IEC 60404-6:2003 [21], il quale norma, tra gli altri, la caratterizzazione magnetica di componenti prodotti con l'approccio della metallurgia delle polveri, quali sono gli SMC.



Figura 4.22 Schematizzazione grafica dell'iter realizzativo dei campioni SMC con layer organico.

4.2.2.1. Composizione miscele

Per entrambe le tipologie di resina impiegate, si sono realizzate miscele con tre diversi tenori in peso delle stesse, al fine di valutare l'eventuale influenza di un quantitativo variabile, entro un certo intervallo, di materiale di rivestimento sulle proprietà del composito. In Tabella 4.14 vengono mostrate le miscele realizzate, esplicitandone composizione chimica e nomenclatura.

Tabella 4.14 Nomenclatura e composizione campioni SMC con polvere di lega ferro-fosforo *PASC60* e layer organici, prodotti in laboratorio.

<i>PASC60 LV</i> → Sistema Ferro-Fosforo <i>PASC60</i> – Resina Epossidica		
DENOMINAZIONE	COMPOSIZIONE (% wt)	
	Ferro-Fosforo <i>PASC60</i>	Resina
<i>PASC60 LV8</i>	99,80	0,2
<i>PASC60 LV9</i>	99,90	0,1
<i>PASC60 LV11</i>	99,95	0,05
<i>PASC60 B</i> → Sistema Ferro-Fosforo <i>PASC60</i> – Resina Fenolica		
DENOMINAZIONE	COMPOSIZIONE (% wt)	
	Ferro-Fosforo <i>PASC60</i>	Resina
<i>PASC60 B8</i>	99,80	0,2

PASC60 B9	99,90	0,1
PASC60 B11	99,95	0,05

Una volta aggiunti i componenti nei tenori opportuni, si è operata una prima omogeneizzazione manuale della durata di qualche minuto.

Si evidenzia inoltre che l'utilizzo della cappa chimica per la composizione delle miscele è stato esteso anche ai sistemi con resina epossidica, sebbene solo quella fenolica necessiti di tale dispositivo in modo imprescindibile.

Oltre a alle miscele appena discusse, se ne è realizzata una ulteriore costituita dalla sola polvere ferromagnetica, di cui si riporta un dettaglio fotografico in Figura 4.23, al fine di avere un riferimento circa le proprietà magnetiche della polvere *PASC60*. In Tabella 4.15 si riportano maggiori dettagli circa la suddetta.

Tabella 4.15 Nomenclatura e composizione campione di polvere di lega ferro-fosforo *PASC60* di riferimento.

DENOMINAZIONE	COMPOSIZIONE (% wt)	
	Ferro-Fosforo <i>PASC60</i>	Kenolube
<i>PASC60 Rif</i>	99,7	0,3

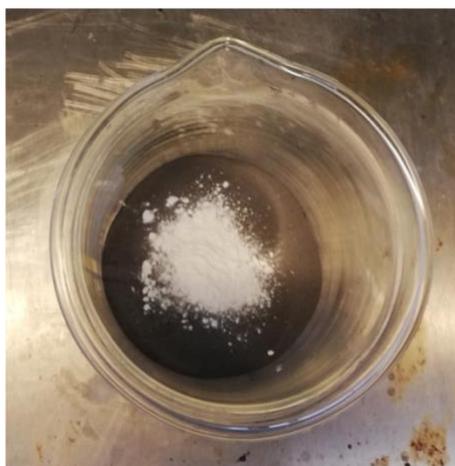


Figura 4.23 Dettaglio miscela *PASC60 Rif*.

A differenza delle precedenti, in questa miscela si ha la presenza di lubrificante Kenolube, necessaria per un corretto svolgimento dello step di compattazione. Questo per via del fatto che le resine mostrano proprietà lubrificanti, evitando quindi l'aggiunta di tale componente.

4.2.2.2. Miscelazione

L'omogeneizzazione delle miscele discusse al paragrafo precedente, è stata svolta mediante miscelatore "Turbula", di cui se ne è riportata una raffigurazione in Figura 4.9, per un tempo $t = 30 \text{ min}$.

4.2.2.3. Formatura del green

La compattazione dei campioni SMC con layer organico è avvenuta con la medesima tecnologia impiegata nel caso di quelli con layer inorganico.

La grande differenza è rappresentata dalla geometria dello stampo adottata. In questo caso infatti, si sono formate le polveri in forma di campioni discoidali, di cui si riporta un'immagine in Figura 4.24, con le seguenti dimensioni nominali:

- Diametro $D = 40 \text{ mm}$;
- Spessore $h = 5 \text{ mm}$.



Figura 4.24 Geometria green campioni SMC con layer organico.

In Tabella 4.16 si riportano i parametri di processo adottati.

Tabella 4.16 Parametri di processo compattazione campioni SMC con layer organico.

Pressione di compattazione	800 MPa
conversione geometria disco	152 bar
Pressione di mantenimento	10 bar
Altezza camera	12,5 mm

Anche in questa fase, si raccomanda l'utilizzo degli opportuni D.P.I.

4.2.2.4. Trattamento termico

In questa fase si è operato il consolidamento dei campioni SMC green, sottoponendo gli stessi ad un trattamento termico, di cui si riporta un dettaglio fotografico in Figura 4.25, atto fondamentalmente alla reticolazione della fase polimerica termoindurente.



Figura 4.25 Dettaglio campioni in forno per trattamento termico di reticolazione.

I parametri di trattamento variano a seconda della resina. Riferendosi agli SMC con resina fenolica, il trattamento di reticolazione viene operato in condizioni isoterme, come mostra il grafico di Figura 4.26, mantenendo i campioni alla temperatura $T = 150^{\circ}\text{C}$ per un tempo $t =$

30 min. Anche durante questa fase, si consiglia l'utilizzo degli opportuni D.P.I. per via di un possibile rilascio di sostanze volatili nocive.

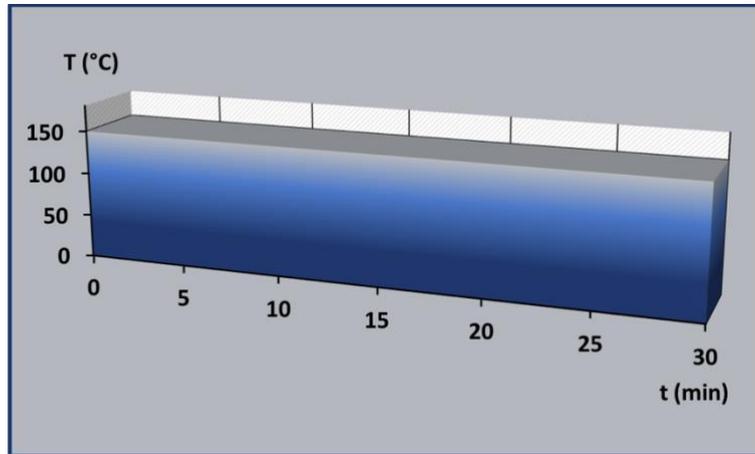


Figura 4.26 Trattamento termico di reticolazione campioni SMC con resina fenolica.

Considerando invece i campioni con resina epossidica, come indicato qui di seguito e rappresentato in Figura 4.27, il trattamento prevede, oltre al mantenimento in isoterma, anche le rampe di riscaldamento e raffreddamento:

- Riscaldamento $T_{amb} \rightarrow T = 150^{\circ}C$ (in 30 min $\Rightarrow \cong 5^{\circ}C/min$);
- Isoterma $T = 150^{\circ}C$ per $t = 6$ ore;
- Raffreddamento $T = 150^{\circ}C \rightarrow T_{amb}$ (in 30 min $\Rightarrow \cong 5^{\circ}C/min$).

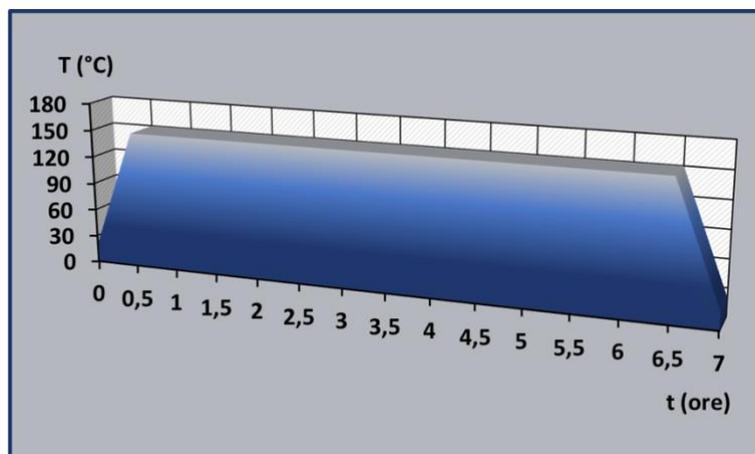


Figura 4.27 Trattamento termico di reticolazione campioni SMC con resina epossidica.

Per quanto concerne invece la miscela di riferimento *PASC60 Rif*, dettagliata in Tabella 4.15, questa è stata sottoposta al trattamento di debinding, quindi avviata alla sinterizzazione.

Il trattamento termico di rimozione del lubrificante, è stato svolto sistemando i campioni all'interno di una camera, come mostrato in Figura 4.28, posta a sua volta nello stesso forno impiegato per i trattamenti di reticolazione.



Figura 4.28 Sistema per il trattamento termico di debinding dei campioni di riferimento *PASC60 Rif*.

All'interno della camera, una volta sigillata, viene fatto fluire azoto N_2 mediante i canali di input e output individuabili nella parte superiore: la funzionalità è quella di creare un'atmosfera protettiva per i campioni avendo al contempo la possibilità di rimuovere i prodotti volatili di degradazione del lubrificante. I dati di processo adottati sono:

- Riscaldamento $T_{amb} \rightarrow T = 550^\circ C$ (in 3 ore $\Rightarrow \cong 3^\circ C/min$);
- Isoterma $T = 550^\circ C$ per $t = 1$ ora;
- Raffreddamento $T = 550^\circ C \rightarrow T_{amb}$ (in forno).

La fase di riscaldamento deve essere graduale, al fine di evitare difettualità nel campione green, derivanti da una repentina fuoriuscita dei prodotti volatili di degradazione. La temperatura di

550°C, mantenuta per il tempo indicato, è sufficiente a rimuovere ~99% in peso di Kenolube [22].

La Figura 4.29 mostra come appaiono i campioni una volta ultimato il processo di debinding. La colorazione bluastra delle regioni superficiali direttamente esposte dovrebbe essere indice di ossidazione superficiale.

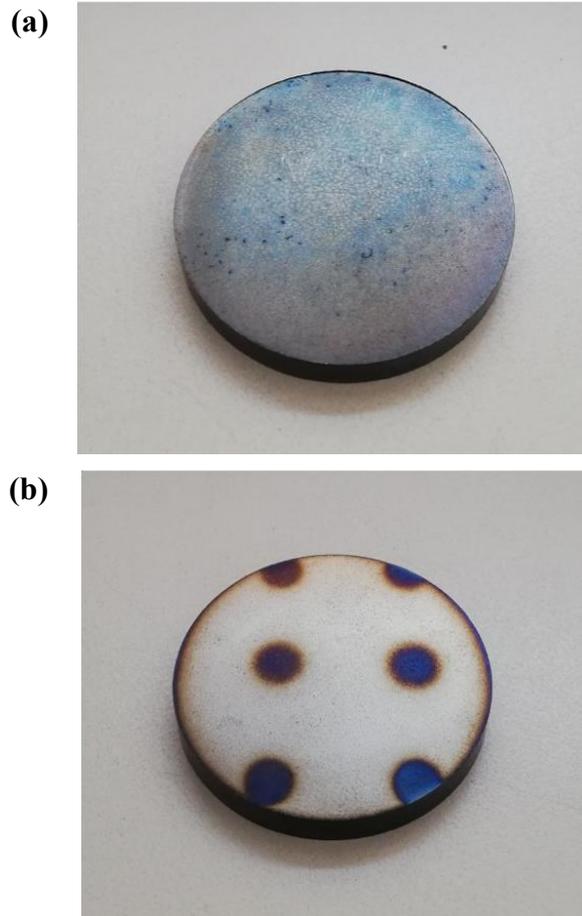


Figura 4.29 Campioni *PASC60 Rif* post-debinding: dettaglio superficie superiore (a) e superficie inferiore (b) a contatto con la griglia di supporto del forno.

Successivamente al debinding, si è proceduto con la sinterizzazione dei componenti. Questa è stata svolta in un forno, di cui si riporta un particolare fotografico in Figura 4.30, al cui interno è praticato il vuoto, mantenendo i campioni ad una temperatura $T = 1120^{\circ}\text{C}$ per un tempo $t = 60 \text{ min}$ [23]. Più dettagliatamente, i parametri di processo adottati sono i seguenti:

- Riscaldamento $T_{amb} \rightarrow T = 1220^{\circ}\text{C}$ (in 4 ore $\Rightarrow \cong 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$);
- Isoterma $T = 1220^{\circ}\text{C}$ per $t = 60 \text{ min}$;

- Raffreddamento $T = 1220^{\circ}\text{C} \rightarrow T_{amb}$ (in forno).



Figura 4.30 Forno per trattamenti termici in vuoto.

In Figura 4.31 si riporta l'immagine di un campione sinterizzato, in cui si può notare come la superficie non mostri più la colorazione bluastrea discussa in precedenza. Il potere disossidante del vuoto, seppur ridotto, è sufficiente a risolvere l'ossidazione superficiale verificatasi durante precedente trattamento di debinding.



Figura 4.31 Campione *PASC60 Rif* sinterizzato.

4.2.2.5. Fresatura campioni

Questo step di lavorazione all'utensile, rappresenta la conclusione del processo produttivo, mediante il quale si ottiene, per asportazione di truciolo, la geometria toroidale prevista dallo standard che sovrintende alla caratterizzazione elettromagnetica. A tal proposito, si è impiegata una fresatrice a controllo numerico, di cui si riporta un dettaglio fotografico della lavorazione in Figura 4.32.



Figura 4.32 Dettaglio operazione di fresatura per realizzazione geometria toroidale.

Per quanto concerne i campioni SMC, ovvero quelli nei quali la resistenza meccanica è sostanzialmente demandata alla fase polimerica reticolata, non si è resa necessaria la refrigerazione dell'utensile, la quale viene attuata spruzzando un'emulsione direttamente sulla regione di contatto utensile-campione, mediante l'ugello arancione visibile in figura. Nel caso invece dei campioni sinterizzati, si è dovuto refrigerare l'utensile durante la lavorazione, per via della resistenza meccanica sensibilmente più elevata rispetto ai campioni SMC. Questo ha comportato una leggera ossidazione del componente, come è possibile notare in Figura 4.33, nella quale vengono mostrati due campioni toroidali esemplificativi, uno SMC (Figura 4.33a) e uno sinterizzato (Figura 4.33b).

(a)



(b)



Figura 4.33 Campioni toroidali: SMC *PASC60 LV11* (a), sinterizzato *PASC60 Rif* (b).

In **Tabella 4.17** si riportano le dimensioni nominali dei campioni toroidali.

Tabella 4.17 Dimensioni nominali campioni toroidali.

Diametro esterno D	40 mm
Diametro interno d	30 mm
Spessore h	5 mm

In merito a ciò, è bene evidenziare che le dimensioni dei campioni toroidali previste dallo standard IEC 60404-6:2003 [21], riassunte in Tabella 4.18, sono diverse da quelle dei campioni realizzati in laboratorio, in termini di diametri.

Tabella 4.18 Dimensioni nominali campioni toridali previste dallo standard IEC 60404-6:2003 [21].

Diametro esterno D	45 mm
Diametro interno d	35 mm
Spessore h	5 mm

Tale differenza è data dalle dimensioni dello stampo che si ha disposizione in laboratorio, il quale ha diametro di 40 mm. Tuttavia, proprio per ovviare a tale problematica, la norma standardizza anche il rapporto tra il diametro esterno e quello interno, il quale non deve eccedere il valore di 1,4: codesta quantità rende conformi allo standard i campioni SMC realizzati in laboratorio.

Questa fase ultima con la seguente sequenza di azioni, iterate per ciascun campione:

- rimozione delle bave, carteggiando con cautela;
- misurazione delle dimensioni geometriche caratteristiche (diametri, spessore) con l'ausilio di un calibro decimale;
- pesatura, svolta con una bilancia da laboratorio con sensibilità di $10^{-4}g$.

4.3. Prove svolte

In questo paragrafo vengono dettagliate le prove a cui sono stati sottoposti i diversi sistemi SMC realizzati in laboratorio, così da indagarne le proprietà magnetiche di maggiore interesse e le cifre di perdita a diverse frequenze.

Nel caso dei campioni SMC con layer inorganico, si è svolta una caratterizzazione magnetica preliminare, necessaria così da poter svolgere delle valutazioni e delle considerazioni circa i diversi approcci produttivi, oltre che per avere dei riferimenti con i quali confrontare le performance dei campioni post-trattamento termico finale, al fine di individuare le condizioni di trattamento più idonee.

Per quanto concerne invece i campioni SMC con layer organico, questi sono stati sottoposti alla caratterizzazione magnetica in accordo con le specifiche previste dallo standard IEC 60404-6:2003 [21].

4.3.1. Misura coercitività

Il campo coercitivo è stato misurato mediante l'utilizzo del KOERZIMAT® 1.095, coercimetro prodotto dalla FOERSTER. Il sistema, mostrato in Figura 4.34, si compone sostanzialmente di due unità: la bobina di magnetizzazione, dotata di adeguata schermatura così da eliminare quasi totalmente gli effetti derivanti dal campo magnetico terrestre e/o da altre perturbazioni (Figura 4.34a), e l'unità elettronica di comando (Figura 4.34b) per l'impostazione della modalità e dei parametri di prova, oltre che utile alla lettura delle misure effettuate.

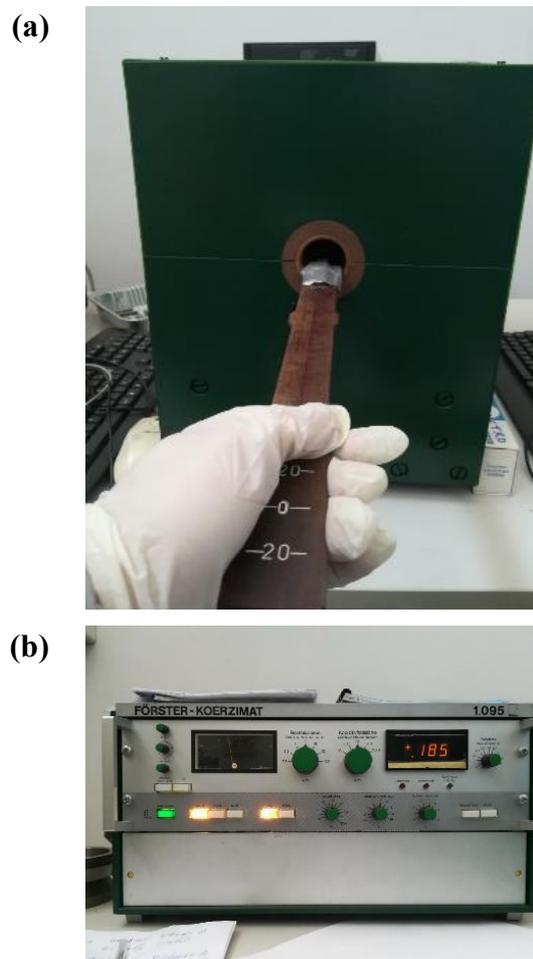


Figura 4.34 Coercimetro (a) impiegato per la misura del campo coercitivo, e relativa interfaccia utente di comando (b) (Figure tratte da [6]).

Utilizzando del nastro adesivo, il campione viene vincolato ad un'asta in legno di supporto e inserito all'interno del sistema, come mostrato in Figura 4.34a, posizionandolo all'interno della bobina di misura. A questo punto, il campione viene sottoposto a un campo magnetico fino ad

avere saturazione. Raggiunta questa condizione, il campo magnetico decresce gradualmente fino ad annullarsi, quindi torna a crescere in negativo fintanto che nel campione non si ha magnetizzazione residua nulla. Sia la magnetizzazione residua che l'esatto istante in cui si annulla vengono determinate mediante delle sonde Förster.

La procedura di prova risulta essere, nel complesso, abbastanza rapida ed estremamente precisa.

4.3.2. Misura resistenza elettrica

La misura della resistenza elettrica è stata svolta mediante un sistema messo a punto in laboratorio. Il campione viene sistemato all'interno di un supporto di materiale plastico, come mostrato in Figura 4.35, tra due superfici contrapposte, in corrispondenza delle connessioni al circuito di alimentazione in corrente continua. Un sistema a molla provvede a mantenere il campione in posizione, garantendo la chiusura del circuito elettrico. La tensione tra due punti del campione viene rilevata adagiando sulla sua superficie superiore, due elettrodi reciprocamente vincolati, così da mantenere fissa la loro distanza ($\cong 1\text{ cm}$). Il sistema quindi, in funzione dei parametri di misura impostati, restituisce in output i valori di resistenza registrati a diversi intervalli di tempo, di cui si effettuerà una media.

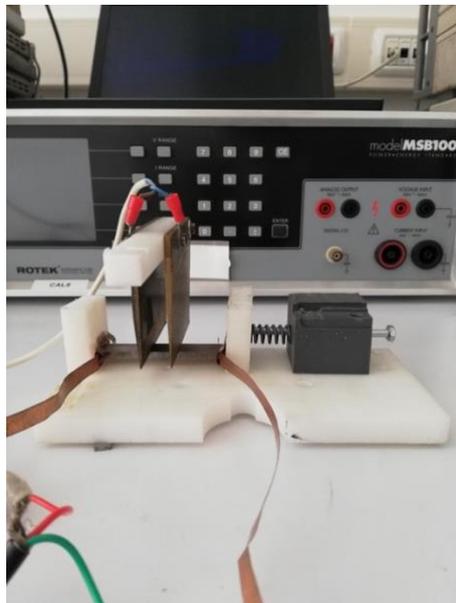


Figura 4.35 Dettaglio supporto per misura della resistenza elettrica dei campioni SMC di geometria parallelepipedica.

4.3.3. Caratterizzazione magnetica

La misura delle proprietà magnetiche e delle cifre di perdita dei campioni SMC con layer inorganico, viene svolta mediante Single Sheet Tester (SST), a differenza degli SMC con layer organico, i quali invece sono stati caratterizzati in accordo con quanto previsto dallo standard IEC 60404-6:2003 [22]. In entrambi i casi, si utilizza il medesimo sistema di misura ed elaborazione dei dati, interamente messo a punto in laboratorio, periodicamente implementato e ottimizzato nel corso degli anni, il quale semplifica la procedura.

È necessario fare qualche considerazione circa la metodologia di prova SST. Sebbene essa sia indicata per i lamierini magnetici, risulta particolarmente efficace laddove siano al vaglio dello studio, sistemi SMC innovativi, dei quali è necessario indagare non solo il comportamento dei materiali impiegati ma anche l'influenza del processo produttivo sulle proprietà del composito, al fine di individuarne quello più appropriato. Il grande vantaggio di questa metodologia di caratterizzazione magnetica preliminare, è l'estrema rapidità di prova. È possibile infatti, svincolarsi dalle specifiche geometriche dei provini SMC previste dalla rispettiva normativa di riferimento, le quali presuppongono una più onerosa preparazione dei provini, come dettagliato nei paragrafi che seguono, specie se si considera l'ampio ventaglio di campioni realizzati.

4.3.3.1. Principio e strumentazione

Il principio base è quello della “prova a vuoto del trasformatore”. Il trasformatore è costituito andando a realizzare due avvolgimenti, detti primario e secondario, intorno al nucleo ferromagnetico toroidale. L'avvolgimento primario, per cui si è impiegato un comune filo di rame rivestito in PVC, è responsabile della magnetizzazione, generando un campo magnetico H proporzionale alla corrente che in esso circola. Il secondario invece, il quale viene realizzato avvolgendo ad intimo contatto con il nucleo ferromagnetico un sottile cavo di rame smaltato di diametro $0,25\text{ mm}$, ha la funzionalità di rilevare la f.e.m. indotta, a sua volta proporzionale all'induzione magnetica.

In Figura 4.36, si riporta la rappresentazione schematica del sistema utilizzato per la caratterizzazione magnetica.

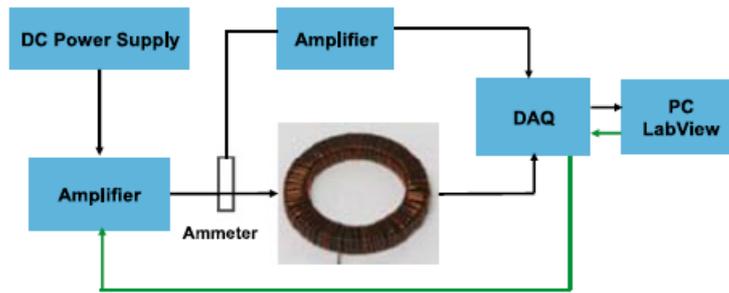


Figura 4.36 Schematizzazione sistema per la caratterizzazione magnetica degli SMC (Figura tratta da [19]).

Mediante un amplificatore lineare, il quale garantisce una distorsione armonica totale (THD) < 1 , si ottengono le forme d'onda sinusoidali richieste. La possibilità di avere un contenuto armonico molto limitato evita inoltre un eccessivo riscaldamento del campione, senza che si renda necessario l'impiego di un apposito sistema di refrigerazione.

La gestione della scheda di acquisizione è demandata ad un codice LabView, dedicato all'acquisizione automatica dei dati e alla successiva elaborazione degli stessi, atta ad ottenere le informazioni magnetiche di interesse.

4.3.3.2. Preparazione dei provini

Questo step, da contestualizzare ai soli campioni con layer isolante organico, comprende una serie di azioni manuali da svolgere con particolare cura e attenzione.

Dapprima, il nucleo ferromagnetico viene interamente rivestito con del nastro isolante, come mostrato in Figura 4.37. La funzionalità del nastro è quella di isolare elettricamente il nucleo e proteggerlo dall'azione di eventuali agenti esterni. Inoltre, preserva il rivestimento smaltato cavo costituente l'avvolgimento secondario.

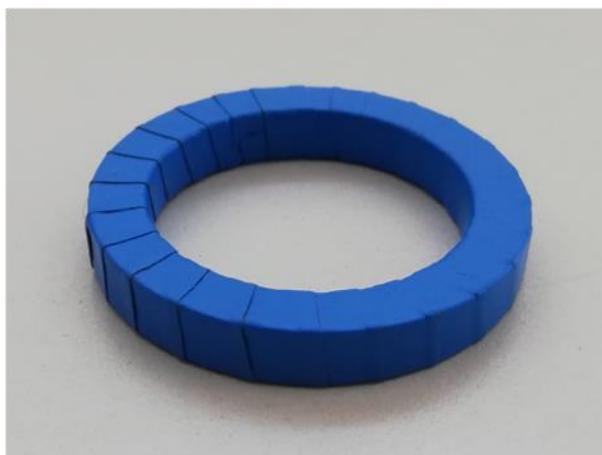


Figura 4.37 Nucleo ferromagnetico SMC rivestito con nastro isolante elettrico.

Si prosegue quindi con la realizzazione dell'avvolgimento secondario, mostrato in Figura 4.38, il quale dovrà essere ad intimo contatto con il nucleo rivestito così da ridurre al minimo le dispersioni di flusso. Questo avvolgimento dovrà avere numero di spire pari a $N_2 = 25$ spire, quanto più possibile equispaziate.



Figura 4.38 Dettaglio fotografico avvolgimento secondario.

Il campione per la caratterizzazione magnetica, viene ultimato con la realizzazione dell'avvolgimento primario, sovrastante il secondario, come è possibile apprezzare dalla Figura 4.39. In questo caso, il numero di spire non avrà un numero costante per tutti i campioni, bensì

sarà influenzato dalla sezione totale del cavo impiegato, tuttavia si raccomanda un numero di spire nell'ordine di 70 – 80 *spire*.



Figura 4.39 Dettaglio fotografico avvolgimento primario.

Per quanto concerne invece i campioni SMC con layer isolante inorganico, per i quali la caratterizzazione è stata svolta con la prova Single Sheet Tester (SST), in Figura 4.40 è mostrato il tester impiegato, realizzato in laboratorio durante le attività di precedenti tesisti.

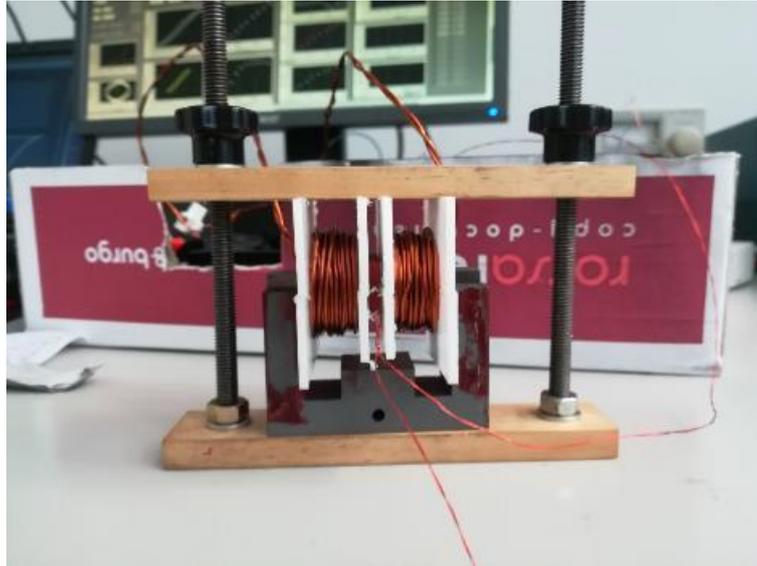


Figura 4.40 Single Sheet Tester (SST) utilizzato per la caratterizzazione magnetica preliminare degli SMC con layer isolante inorganico (Figura tratta da [6]).

Il campione viene inserito all'interno di un elemento in materiale plastico, su cui sono realizzati gli avvolgimenti primario e secondario, i quali contano rispettivamente $N_1 = 100$ spire e $N_2 = 20$ spire. La lunghezza del supporto è inferiore a quella del campione, cosicché le due estremità libere dello stesso possano poggiare su un nucleo ferromagnetico ad U di un trasformatore audio, a formare un circuito magnetico chiuso. L'intimo contatto tra le due unità ferromagnetiche viene garantito mediante il telaio esterno, costituito da due assi di legno disposte parallelamente e regolabili mediante un sistema vite-bullone.

Non appena si posiziona il campione all'interno del tester, questo viene collegato al sistema di misura ed elaborazione dati, così da valutarne le proprietà magnetiche.

4.3.3.3. Metodologia e risultati

Una volta collegato il campione ferromagnetico da caratterizzare, o il tester SST, all'apposito supporto mostrato in Figura 4.41, l'interfaccia utente del sistema di misura richiede all'operatore, l'inserimento di alcune caratteristiche del provino quali:

- Geometria (toroidale o lamierino);
- Dimensioni;
- Peso;
- Numero di spire al primario N_1 e al secondario N_2 .

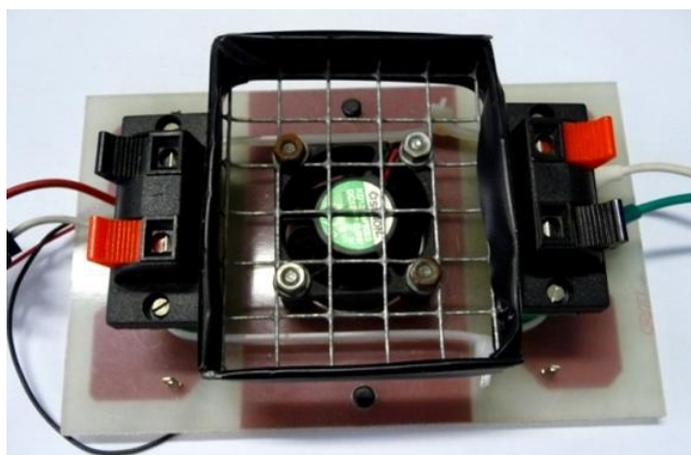


Figura 4.41 Supporto per il collegamento del provino da caratterizzare, al circuito di misura: a sinistra si hanno i morsetti di connessione del primario, a destra quelli del secondario (Figura tratta da [10]).

Completata questa operazione, è possibile scegliere diverse frequenze della corrente di eccitazione, alle quali svolgere le singole misure, al fine di avere una caratterizzazione del campione in analisi, quanto più completa possibile. A tal proposito si è optato di iterare il processo di misura per le seguenti frequenze: 10Hz, 20Hz, 50Hz, 100Hz, 200Hz, 400Hz, 500Hz, 1000Hz. Nonostante le diverse iterazioni, il processo nel complesso, è abbastanza rapido.

Le caratteristiche geometriche e dimensionali del campione, insieme al relativo peso, sono necessarie in quanto il sistema di prova è implementato anche per il calcolo della densità del campione.

I dati elaborati di maggiore interesse che si hanno in output, sia in forma numerica che grafica, alle diverse frequenze impostate, sono le caratteristiche di permeabilità magnetica, le caratteristiche magnetiche (curva $B - H$), i cicli di isteresi a 1 T e le cifre di perdita, sempre a 1 T.

5. Considerazioni e analisi dei risultati

Questo capitolo, è dedicato alla presentazione e valutazione dei risultati ottenuti dalle analisi svolte sui campioni SMC realizzati in laboratorio, separatamente per layer isolante inorganico e organico, elaborati secondo diverse chiavi di lettura al fine di avere differenti spunti di riflessione.

5.1. SMC con layer isolante inorganico

In merito ai sistemi polvere di ferro *ABC100.30* – ferrite Fe_2O_3 , è bene evidenziare un paio di aspetti non trascurabili. La caratterizzazione dei campioni, in termini di proprietà magnetiche e cifre di perdita alle diverse frequenze, non è stata svolta su provini di geometria toroidale secondo quanto previsto dallo standard IEC 60404-4:2003 [22], bensì su campioni parallelepipedi. Inoltre, gli stessi non sono stati sottoposti al trattamento termico finale, la cui importanza e utilità sono già state discusse in precedenza.

Tuttavia, i risultati della caratterizzazione preliminare con metodologia SST sono comunque abbastanza indicativi delle peculiarità di ciascun sistema in analisi.

5.1.1. Miscelazione normale

L'impiego del miscelatore "Turbula" per operare il rivestimento delle polveri ferromagnetiche e l'omogeneizzazione della miscela implica uno step di miscelazione particolarmente agevole. Osservando la micrografia riportata in Figura 5.1, è possibile evincere una certa efficacia e uniformità di rivestimento, sebbene si abbiano degli aggregati di ferrite, entità di colore rosso intenso, con lunghezza caratteristica fino a 200 – 300 μm circa.

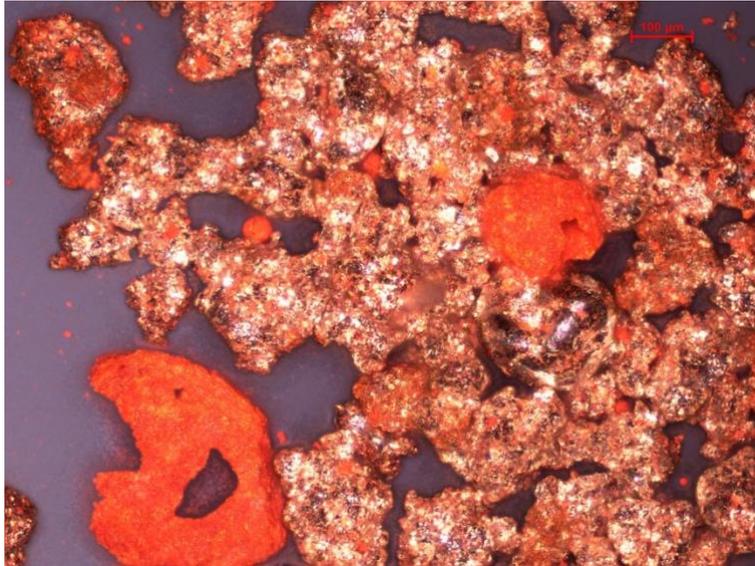


Figura 5.1 Micrografia ottica in luce polarizzata della miscela ferro ABC100.30 – Fe₂O₃ allo 0,5%wt, preparata mediante miscelatore “Turbula”.

In Tabella 5.1 si riportano le principali proprietà misurate, per i tre diversi tenori di materiale isolante impiegati.

Tabella 5.1 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , campo coercitivo H_c e resistenza R dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante miscelazione in “Turbula”.

Denominazione	Fe₂O₃ (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	μ_{max}(@10Hz) (-)	H_c (A/m)	R (mΩ)
FR3 NM.5	1,0%	1,165	265	-399	10,47
FR5 NM.5	0,5%	1,229	295	-392	10,13
FR8 NM.5	0,2%	1,306	347	-388	9,24

In chiave magnetica, è possibile desumere come si abbia un miglioramento delle proprietà al diminuire del tenore di materiale isolante, trend confermato anche dalla curva $B - H$ a 50 Hz riportata in Figura 5.2. Sempre in funzione del tenore di ferrite, per i tre sistemi non si osservano invece, particolari variazioni relative delle resistenze elettriche misurate.

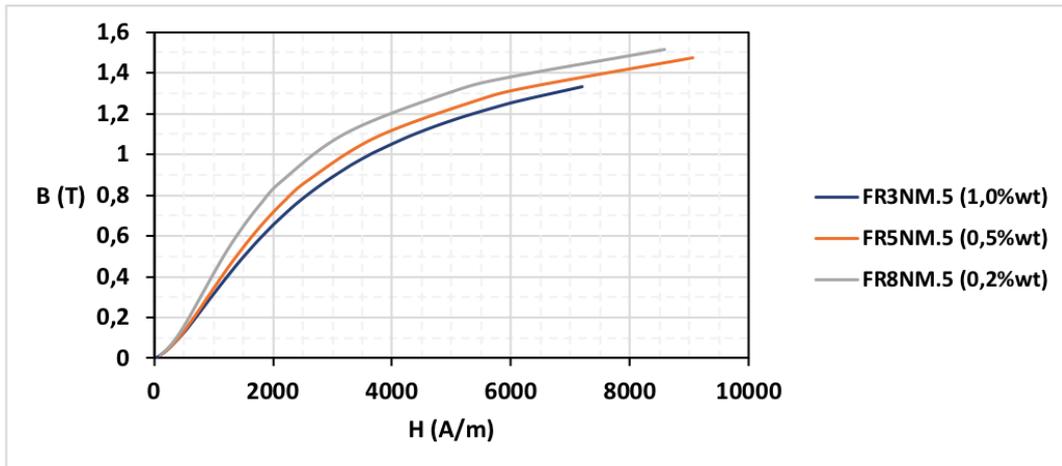
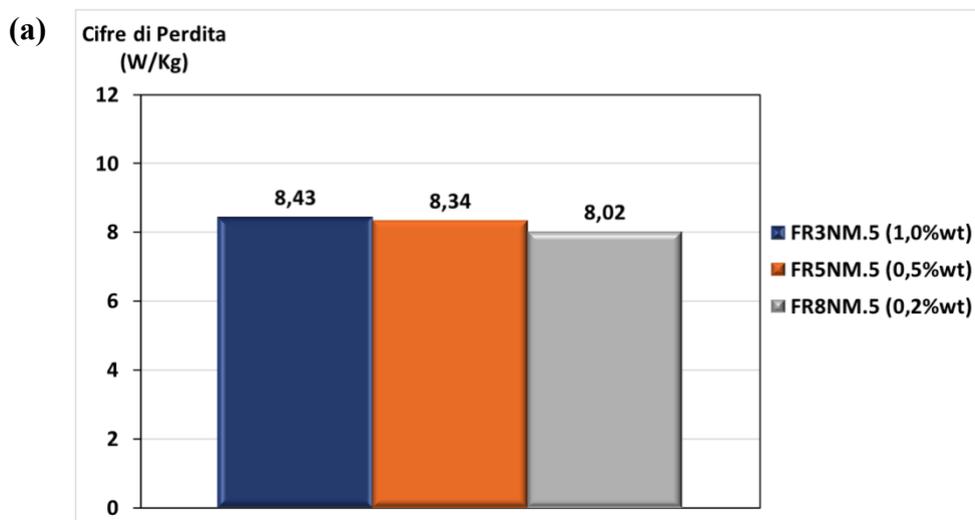


Figura 5.2 Curve $B - H$ a 50 Hz dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante miscelazione in “Turbula”.

Considerando adesso l’aspetto energetico, in Figura 5.3 si riportano, in forma grafica di istogramma, le cifre di perdita alle frequenze 50 – 200 – 500 – 1000 Hz. Da questi, è possibile notare che, a tutte le frequenze indicate, il sistema con tenore in peso di ferrite minimo (0,2%) mostri delle perdite più contenute. Un ulteriore aspetto che è possibile apprezzare riguarda invece il sistema SMC allo 0,5% in peso di ferrite, per il quale, alle frequenze elevate, si registrano le cifre di perdita maggiori. Alle frequenze più basse invece (50 – 200 Hz) si ha una tendenza generale delle cifre di perdita, seppur minima, a ridursi con il diminuire del tenore di materiale isolante.



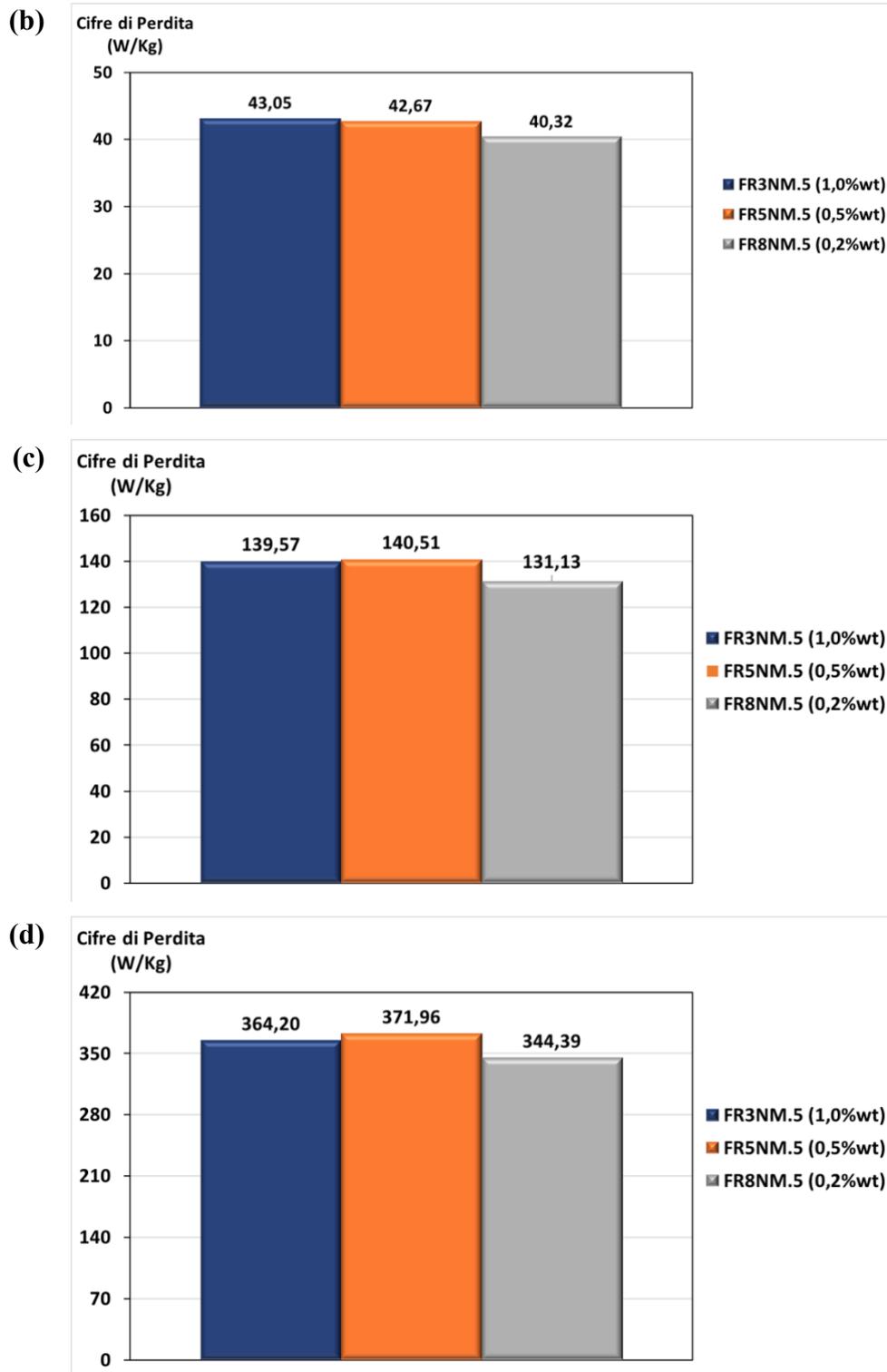


Figura 5.3 Cifre di perdita dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante miscelazione in “Turbula”, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

5.1.2. Ibridizzazione

Rispetto alla miscelazione normale, il processo di ibridizzazione risulta essere più complesso in quanto prevede, dapprima, il rivestimento con la ferrite delle due frazioni granulometriche di maggiori dimensioni della polvere ferromagnetica, operato in un mulino a palette. Solo successivamente si procede con l'aggiunta della frazione più fine e quindi, con l'omogeneizzazione in "Turbula". Inoltre, non si è impiegata la polvere di ferro ABC 100.30 tal quale, bensì si sono variate le quantità relative delle tre famiglie granulometriche.

In Figura 5.4 viene riportata la micrografia ottica di una miscela preparata mediante ibridizzazione. In essa è possibile notare nuovamente della ferrite, particelle sferoidali di colore rosso intenso, in forma isolata, che non ha quindi contribuito al rivestimento delle polveri ferromagnetiche. A differenza del caso precedente, tali particelle di ferrite hanno dimensioni più contenute, nell'ordine di qualche decina di μm . Inoltre, una ulteriore differenza si ha circa la geometria delle particelle ferromagnetiche, le quali risultano essere sensibilmente più tondeggianti, a causa dell'azione meccanica del mulino a palette, e con meno punti iridescenti.

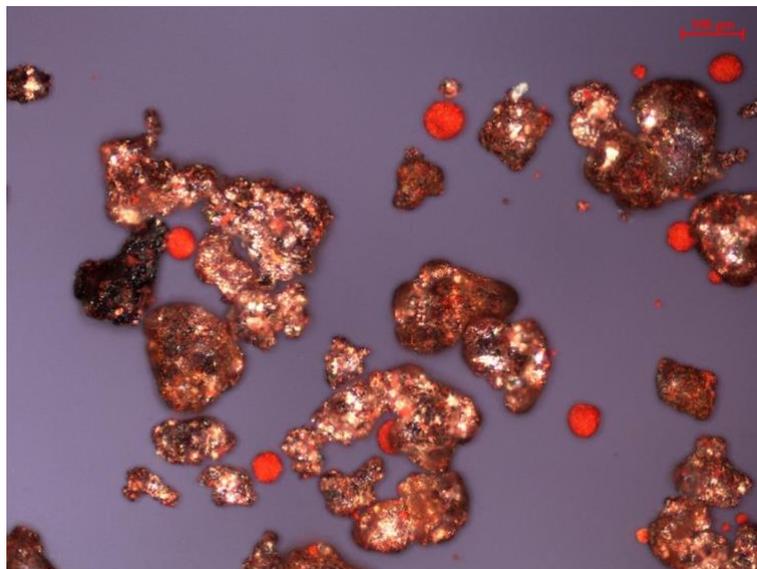


Figura 5.4 Micrografia ottica in luce polarizzata della miscela ferro ABC100.30 – Fe_2O_3 allo 0,5%wt, preparata mediante ibridizzazione.

Per i campioni ibridizzati, con diverso tenore di ferrite, si riportano in Tabella 5.2 le principali proprietà misurate.

Tabella 5.2 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , campo coercitivo H_c e resistenza R dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione.

Denominazione	Fe ₂ O ₃ (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	μ_{max} (@10Hz) (-)	H_c (A/m)	R (m Ω)
FR3 Hy.5	1,0%	1,206	267	-394	9,99
FR5 Hy.5	0,5%	1,252	305	-396	10,18
FR8 Hy.5	0,2%	1,253	299	-400	11,60

Nel caso di questo approccio produttivo, i campioni con lo 0,5% e lo 0,2% in peso di ferrite mostrano leggermente migliori proprietà magnetiche, con performance alquanto simili tra loro, come evidenziato anche dalla curva $B - H$ a 50 Hz, presentata in Figura 5.5.

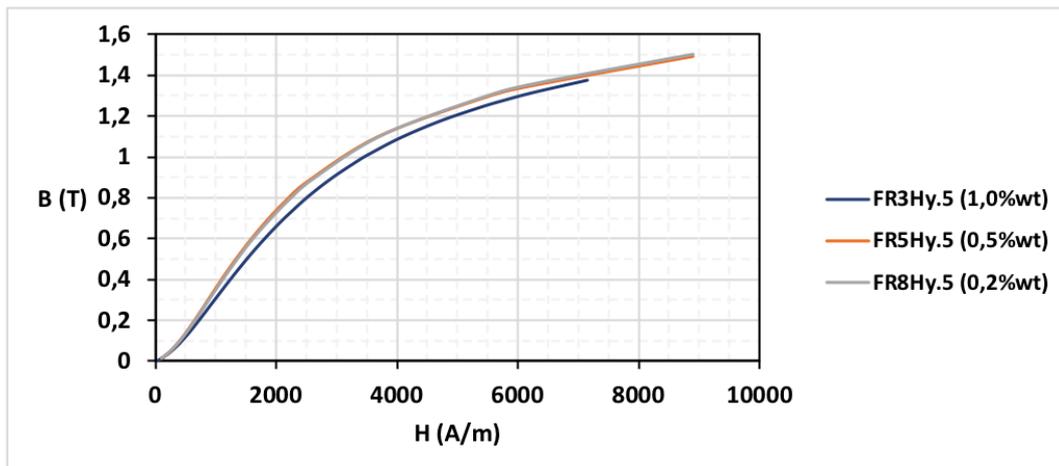
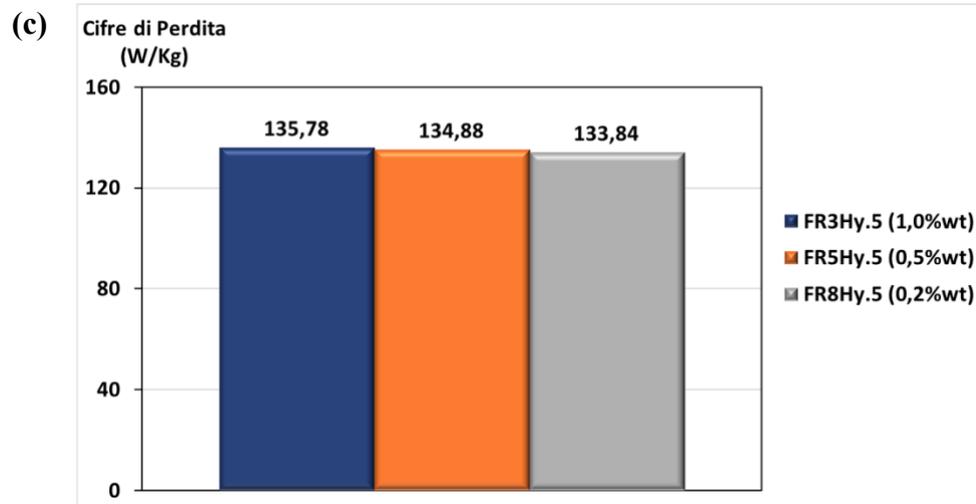
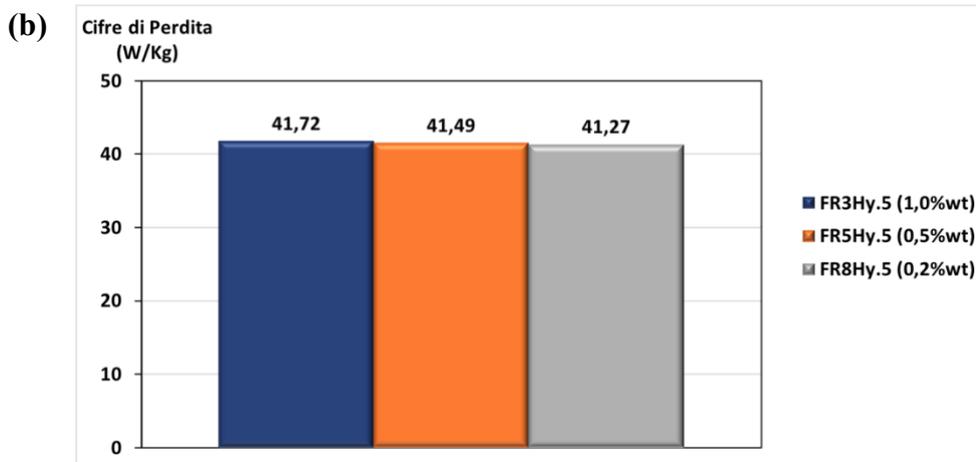
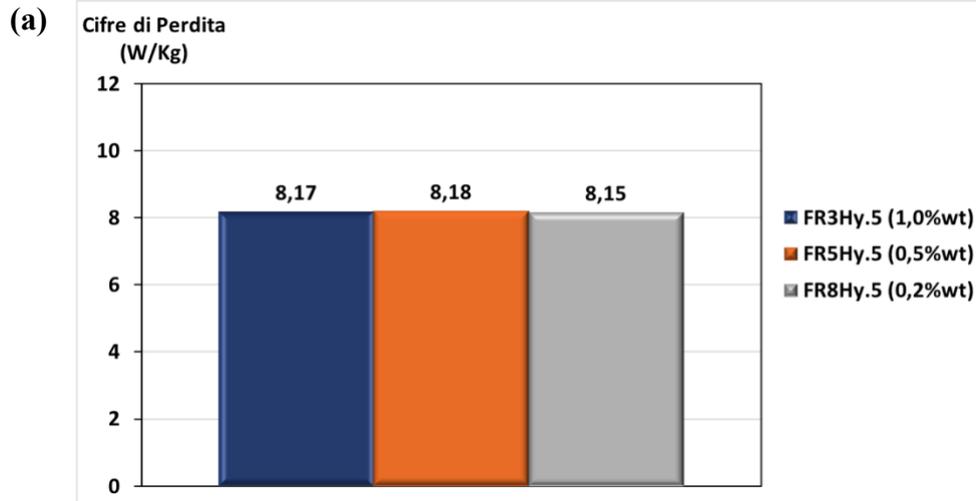


Figura 5.5 Curve $B - H$ a 50 Hz dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione.

Un aspetto particolarmente interessante, lo si può cogliere analizzando le cifre di perdita, sempre alle frequenze 50 – 200 – 500 – 1000 Hz, mostrate in forma grafica in Figura 5.6. Alle diverse frequenze infatti, i campioni mostrano valori di perdita pressoché uguali, nonostante il tenore differente di ferrite. Ciò induce a pensare che potrebbe essere sopraggiunta una condizione di saturazione del processo di ibridizzazione, e si sia quindi raggiunto un livello massimo di ricoprimento, il quale non è detto sia quello ottimale.



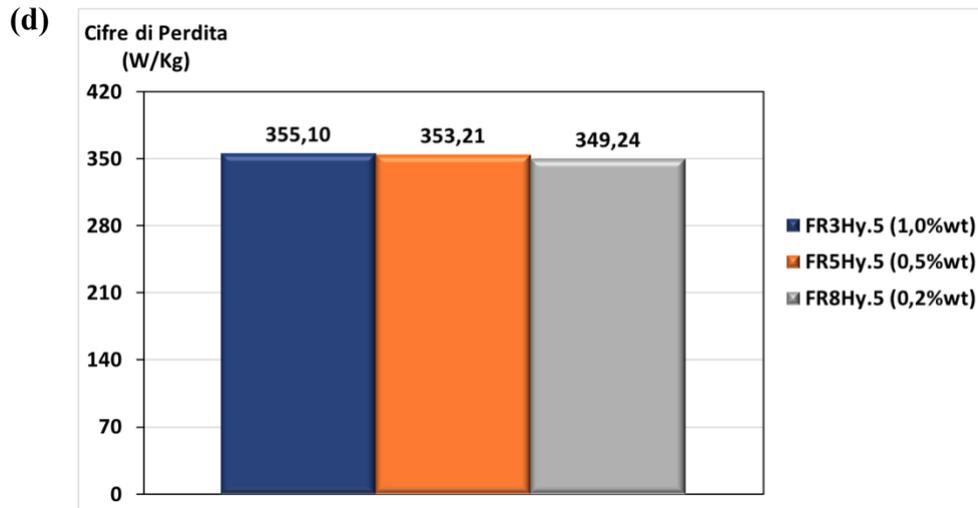


Figura 5.6 Cifre di perdita dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

5.1.3. Ibridizzazione con setacciatura

La rimozione della frazione finissima comporta una complicazione del processo di rivestimento, il quale dovrà essere svolto in due step: il primo esclusivamente dedicato alle sole polveri ferromagnetiche e il secondo in cui viene aggiunta la ferrite per il rivestimento. Tra i due, verrà svolta la setacciatura delle polveri ferromagnetiche.

Osservando la micrografia ottica di Figura 5.7, relativa ad una miscela così preparata, si nota come si abbia la quasi totale assenza di frazione finissima. Le particelle di dimensioni maggiori tendono ad avere geometria più o meno tondeggianti, per via degli urti subiti durante il processo nel mulino, in perfetta analogia al caso discusso in precedenza. Non si osservano invece, cluster isolati di ferrite, dispersi tra le particelle ferromagnetiche rivestite.



Figura 5.7 Micrografia ottica in luce polarizzata della miscela ferro ABC100.30 – Fe₂O₃ allo 0,5%wt, per cui è stata prevista la settacciatura della frazione ferromagnetica finissima.

Da un punto di vista delle proprietà magnetiche riportate in Tabella 5.3, il sistema SMC con lo 0,5%wt di ferrite presenta valori leggermente migliori rispetto agli altri due sistemi, e ciò lo si evince anche dalle caratteristiche magnetiche a 50 Hz di Figura 5.8.

Tabella 5.3 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , campo coercitivo H_c e resistenza R dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, per cui è stata prevista la settacciatura della frazione ferromagnetica finissima.

Denominazione	Fe ₂ O ₃ (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	$\mu_{max}(@10Hz)$ (-)	H_c (A/m)	R (mΩ)
FR3 D.Hy.5	1,0%	1,170	254	-408	17,02
FR5 D.Hy.5	0,5%	1,275	305	-401	6,95
FR8 D.Hy.5	0,2%	1,220	269	-419	13,08

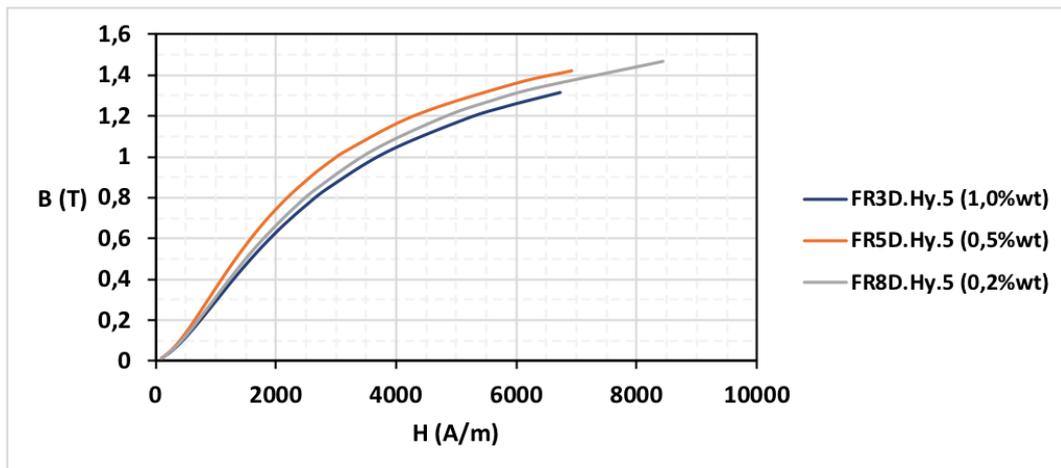
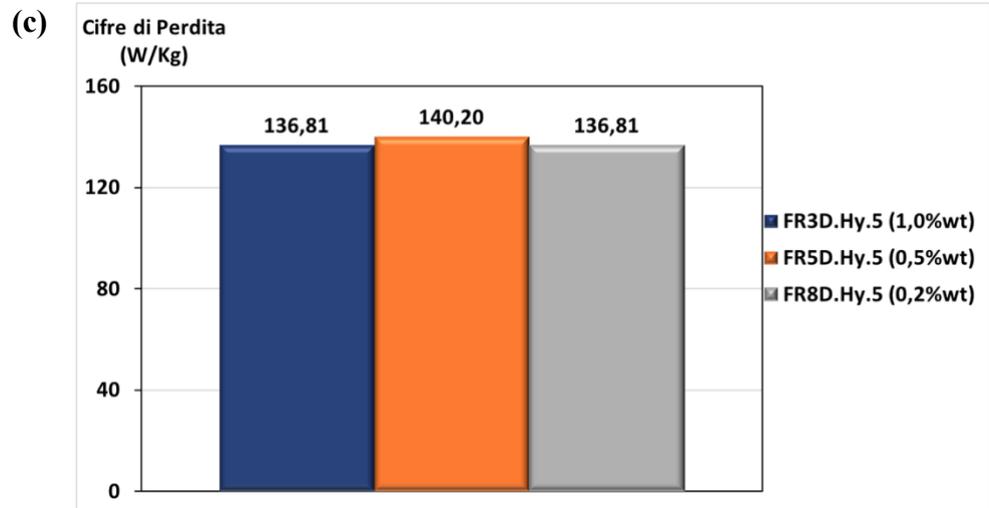
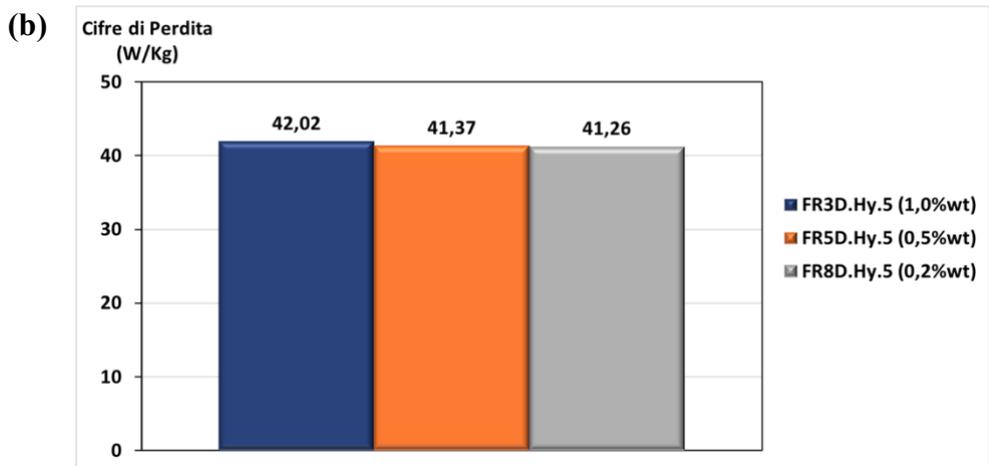
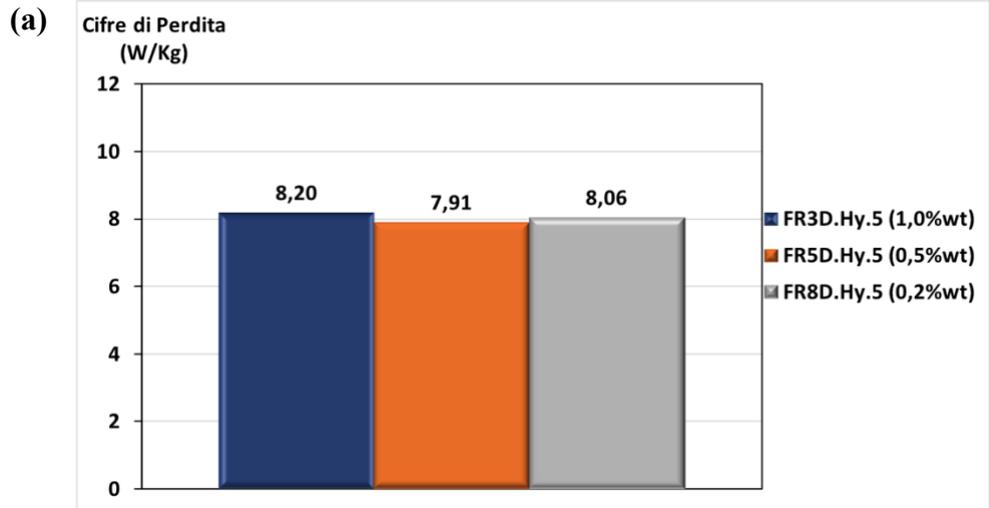


Figura 5.8 Curve $B - H$ a 50 Hz dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, per cui è stata prevista la settacciatura della frazione ferromagnetica finissima.

Tuttavia, lo stesso mostra modesta resistenza elettrica, molto minore rispetto ai valori registrati per gli altri due tenori.

Considerando adesso la Figura 5.9, ove si hanno in forma grafica le cifre di perdita alle frequenze 50 – 200 – 500 – 1000 Hz, si nota come alle basse frequenze si abbia un comportamento analogo a quanto visto per i campioni solo ibridizzati, discussi al paragrafo precedente. Alle alte frequenze invece, si apprezza nuovamente un picco di perdite di potenza per il campione SMC con tenore intermedio di ferrite. Data anche la resistenza elettrica contenuta, ciò ne suggerisce uno scarso isolamento delle polveri ferromagnetiche. Mostra comunque un comportamento anomalo, se si osserva il fatto che alla frequenza di 50 Hz, lo stesso mostri cifre più contenute, rispetto ai campioni con lo 0,2%wt e 1,0%wt di ferrite.



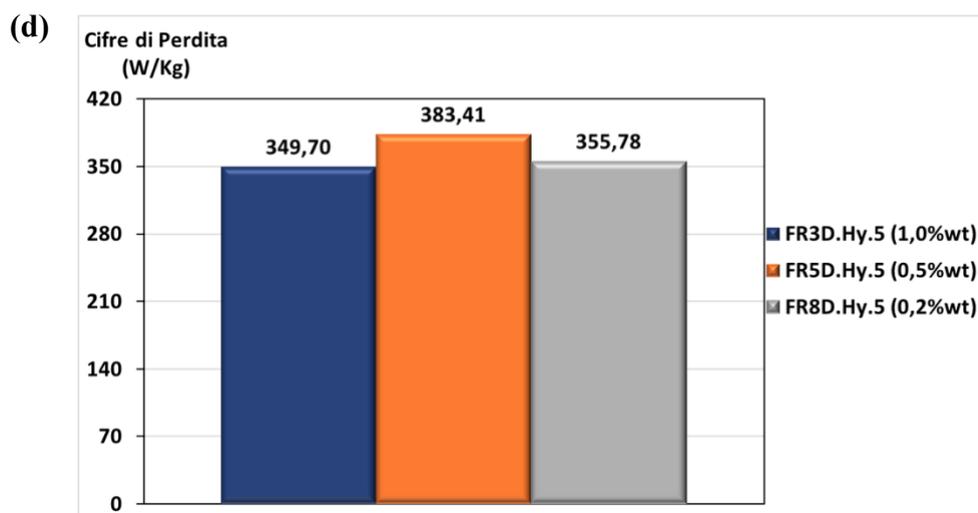


Figura 5.9 Cifre di perdita dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, per cui è stata prevista la settacciatura della frazione ferromagnetica finissima, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

5.1.4. Ibridizzazione con trattamento termico in vuoto

L'idea di introdurre uno step di trattamento termico successivo al rivestimento delle due frazioni granulometriche di dimensioni maggiori delle polveri ferromagnetiche svolto nel mulino a palette, deriva dalla volontà di operare una distensione delle stesse, le quali risultano essere più o meno incrudite a seguito dell'azione meccanica della paletta.

In Figura 5.10 vengono mostrate le miscele con i tre differenti tenori di ferrite, pre- e post-trattamento termico di distensione in vuoto, alla temperatura $T = 450^{\circ}\text{C}$ per la durata $t = 30 \text{ min}$. Visivamente, dopo il trattamento termico non si apprezzano più differenze in termini di diversa tonalità di rosso della miscela, dovuta al tenore variabile di materiale isolante. Le tre miscele presentano infatti, una colorazione simile, non risultando più distinguibili a colpo d'occhio come in precedenza.

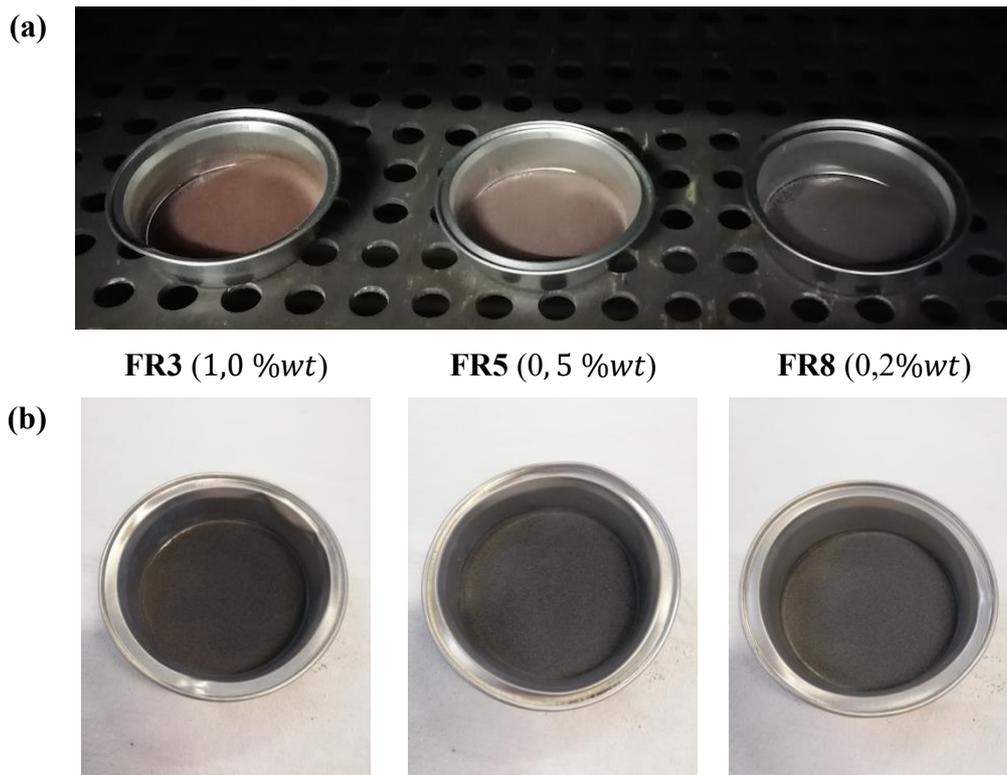


Figura 5.10 Aspetto delle frazioni granulometriche S1, S2 di polvere ferromagnetica rivestite, prima (a) e dopo (b) il trattamento termico di distensione in vuoto.

Analizzando le miscele al microscopio ottico, di cui si riporta una micrografia di esempio in Figura 5.11, le particelle mostrano geometrie più tondeggianti, per via dell'azione della paletta del mulino per il rivestimento. A differenza di quelle non trattate termicamente, le suddette regioni tondeggianti appaiono particolarmente scure, con una colorazione tendente al nero. Permangono dei punti iridescenti, derivanti dall'interazione del ferro con la fonte luminosa del microscopio, seppur sembrano essere quantitativamente più contenuti, e sono visibili dei piccoli spot rossi, sempre sulla superficie delle particelle, relativi alla ferrite. Di quest'ultima, non sembrano esserci cluster isolati, non impiegati nel rivestimento, come nei primi due casi discussi.

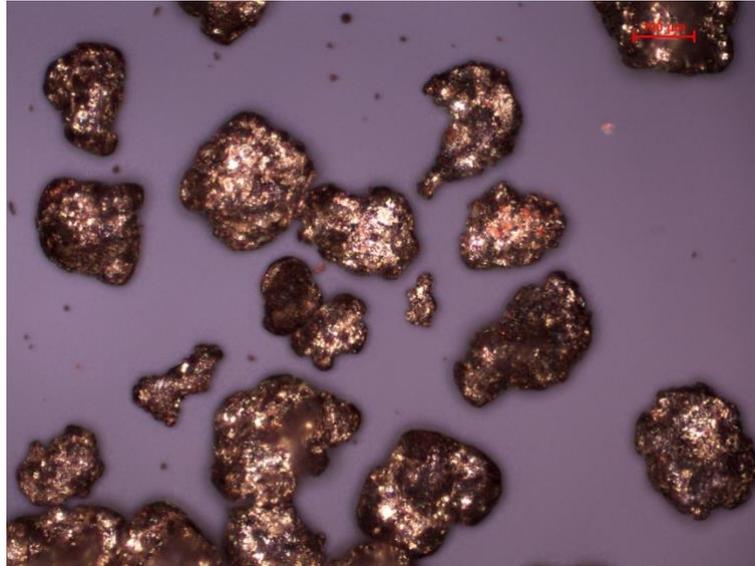


Figura 5.11 Micrografia ottica in luce polarizzata della miscela ferro ABC100.30 – Fe₂O₃ allo 0,5%wt, per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in vuoto delle polveri post-rivestimento.

In Tabella 5.4 sono riportate le proprietà dei campioni SMC realizzati secondo questa variante del processo produttivo.

Tabella 5.4 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , campo coercitivo H_c e resistenza R dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in vuoto delle polveri post-rivestimento.

Denominazione	Fe ₂ O ₃ (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	μ_{max} (@10Hz) (-)	H_c (A/m)	R (mΩ)
FR3 Hy.V.5	1,0%	1,198	276	-435	21,14
FR5 Hy.V.5	0,5%	1,286	318	-419	8,52
FR8 Hy.V.5	0,2%	1,319	329	-401	13,89

È possibile nuovamente apprezzare un trend delle proprietà magnetiche in funzione del tenore di isolante, le quali tendono a migliorare al diminuire del tenore di ferrite, in accordo alle curve $B - H$ a 50 Hz mostrate in Figura 5.12. Si sono inoltre misurati interessanti valori di resistenza elettrica del composito, ad eccezione dei sistemi allo 0,5%wt di ferrite.

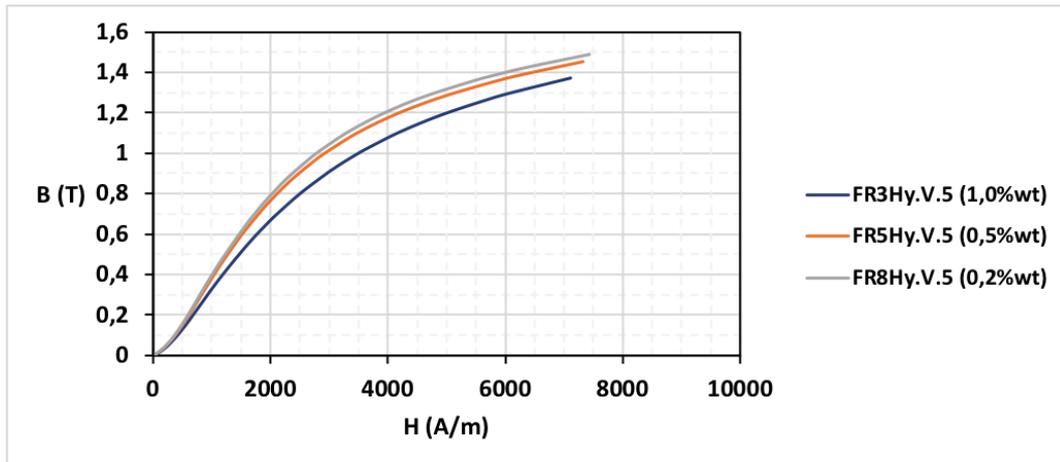
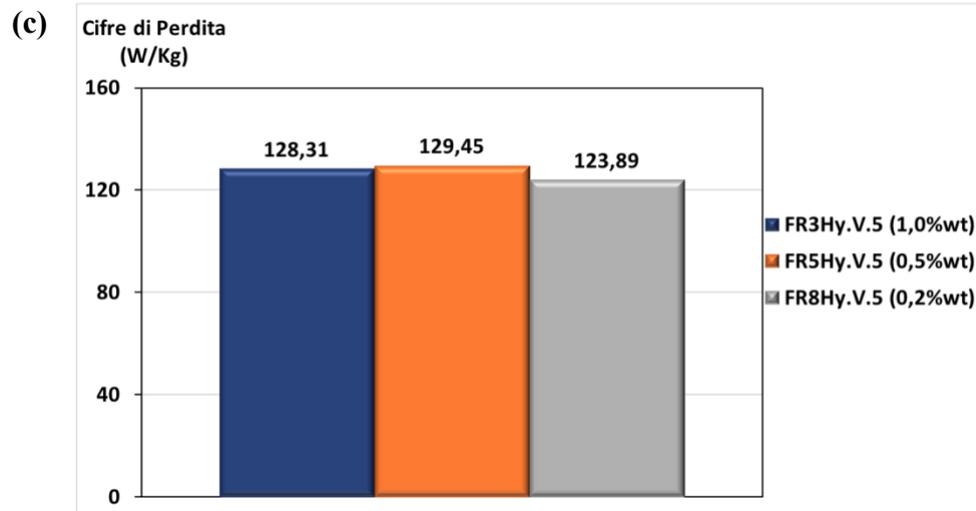
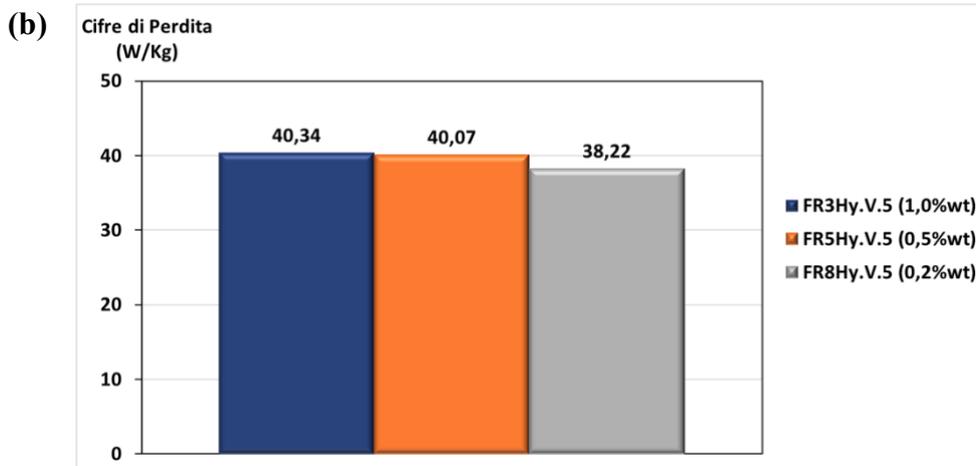
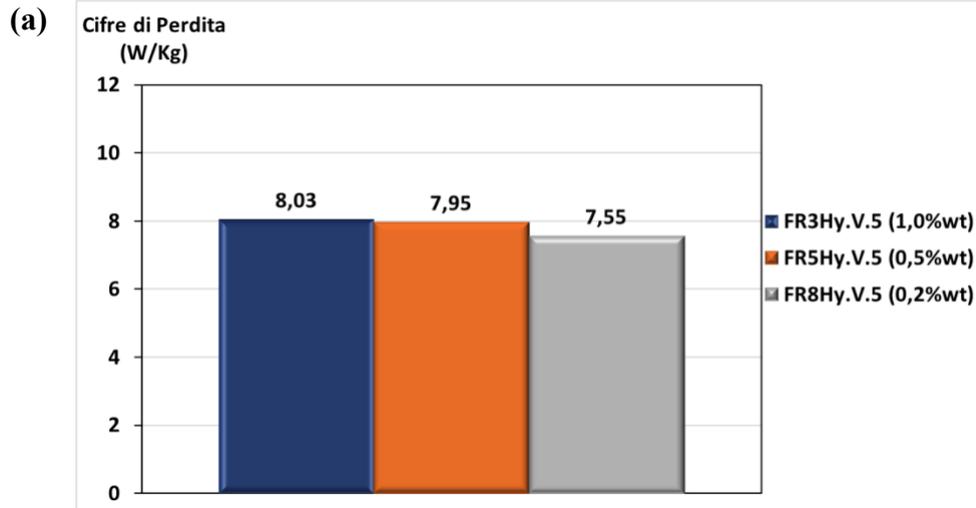


Figura 5.12 Curve $B - H$ a 50 Hz dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in vuoto delle polveri post-rivestimento.

Particolarmente interessanti, sono anche le cifre di perdita misurate alle frequenze 50 – 200 – 500 – 1000 Hz, presentate in forma grafica in Figura 5.13. Come si evince, il sistema con il tenore minore di ferrite (0,2%), risulta essere il migliore anche in termini di energetici. Si apprezza nuovamente un massimo delle cifre di perdita alle frequenze più alte (500 – 1000 Hz) per il sistema SMC con tenore di materiale isolante pari allo 0,5%wt, il che suggerisce, insieme al rispettivo valore di resistenza elettrica misurato, uno scarso isolamento elettrico, quindi un rivestimento non adeguato. Tuttavia, rispetto alle casistiche discusse in precedenza, nelle quali si apprezza un medesimo comportamento delle cifre di perdita alle frequenze più elevate dei campioni con tenore intermedio di ferrite, il picco massimo risulta essere più mitigato.



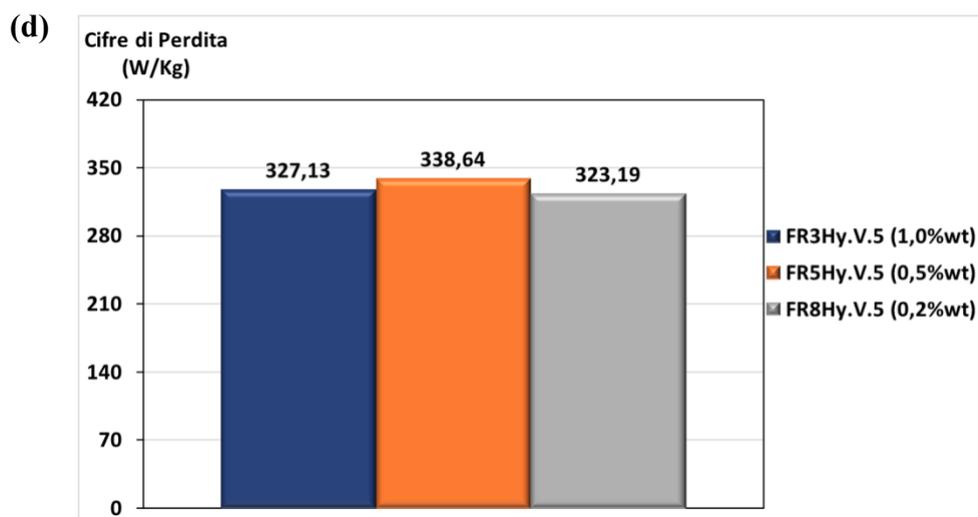


Figura 5.13 Cifre di perdita dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in vuoto delle polveri post-rivestimento, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

5.1.5. Ibridizzazione con trattamento termico in aria

Per quanto concerne invece, il trattamento termico di distensione svolto in aria, con medesime condizioni di tempo e temperatura di quello svolto in vuoto, non si è ottenuto quanto ipotizzato. Si è infatti avuta una marcata ossidazione delle miscele di polveri rivestite, derivante dall'interazione di queste con l'ossigeno presente nella miscela gassosa interna alla camera di trattamento. Inoltre, come è possibile apprezzare in Figura 5.14, a seguito del trattamento termico tutte le miscele hanno formato degli aggregati macroscopici, i quali sono stati disgregati, abbastanza agevolmente, processando ciascuna miscela nel miscelatore "Turbula", avendo preventivamente inserito nel recipiente una sferetta di metallo.

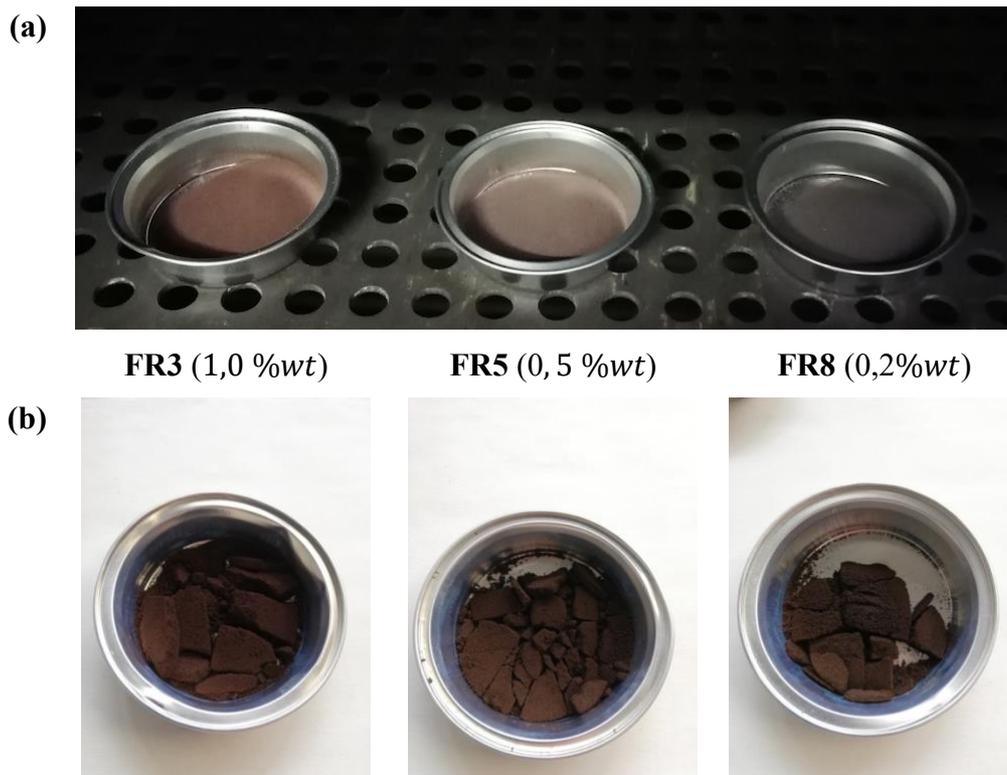


Figura 5.14 Aspetto delle frazioni granulometriche S1, S2 di polvere ferromagnetica rivestite, prima (a) e dopo (b) il trattamento termico di distensione in aria.

La micrografia ottica di una miscela pronta per lo step di formatura, viene mostrata in Figura 5.15. Si nota come le particelle di dimensioni maggiori (frazioni granulometriche ferromagnetiche S1, S2), sottoposte al trattamento di distensione, siano particolarmente scure e non presentino più i punti iridescenti, apprezzabili invece, nel caso di quelle trattate in vuoto. Sono inoltre visibili le particelle appartenenti alla frazione granulometrica più, le quali conservano la geometria irregolare tipica del processo produttivo per atomizzazione ad acqua, non essendo state processate nel mulino a palette. Infine si evidenziano delle entità sferiche, di dimensioni molto contenute, le quali dovrebbero essere costituite dall'insieme di ferrite, lubrificante e gel elettrolitico, quest'ultimo, si ricorda, necessariamente aggiunto per omogeneizzare la miscela, una volta aggiunta la frazione granulometrica fine S3.

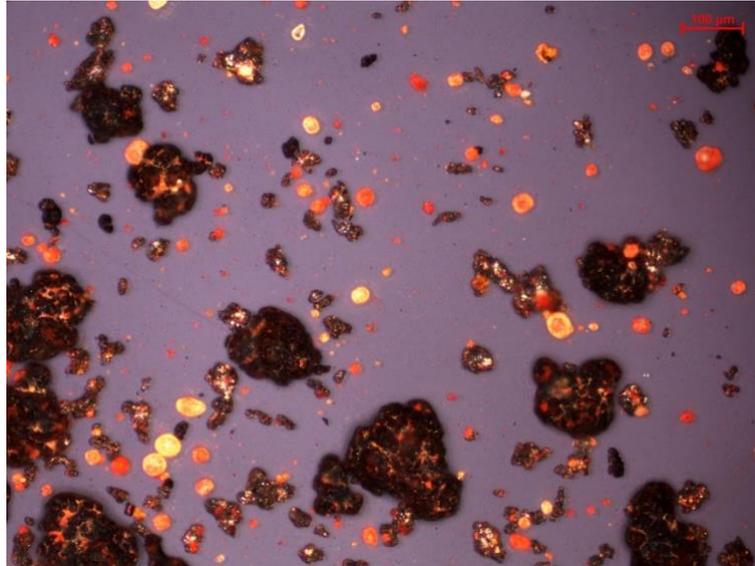


Figura 5.15 Micrografia ottica in luce polarizzata della miscela ferro ABC100.30 – Fe₂O₃ allo 0,5%wt, per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in aria delle polveri post-rivestimento.

Le proprietà magnetiche misurate, riportate in Tabella 5.5, supportano quanto detto a inizio paragrafo ed evidenziano la non efficacia di questo approccio produttivo per la realizzazione di SMC, per via della elevata coercitività associata a modeste induzione e permeabilità magnetica.

Tabella 5.5 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , campo coercitivo H_c e resistenza R dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in aria delle polveri post-rivestimento.

Denominazione	Fe ₂ O ₃ (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	$\mu_{max}(@10Hz)$ (-)	H_c (A/m)	R (mΩ)
FR3 Hy.A.5	1,0%	0,655	118	-896	518,13
FR5 Hy.A.5	0,5%	0,677	118	-934	647,71
FR8 Hy.A.5	0,2%	0,684	124	-862	548,53

Inoltre, nonostante il diverso tenore di ferrite nelle tre miscele, il comportamento magnetico è pressoché equivalente, come confermano le rispettive curve $B - H$ a 50 Hz riportate in Figura 5.16. Questo aspetto, associato alle resistenze elettriche misurate, suggerisce appunto, la marcata ossidazione che le polveri ferromagnetiche rivestite hanno subito durante il trattamento

termico di distensione in aria, la quale ha uniformato il comportamento dei campioni nonostante le differenti composizioni in peso delle miscele di partenza.

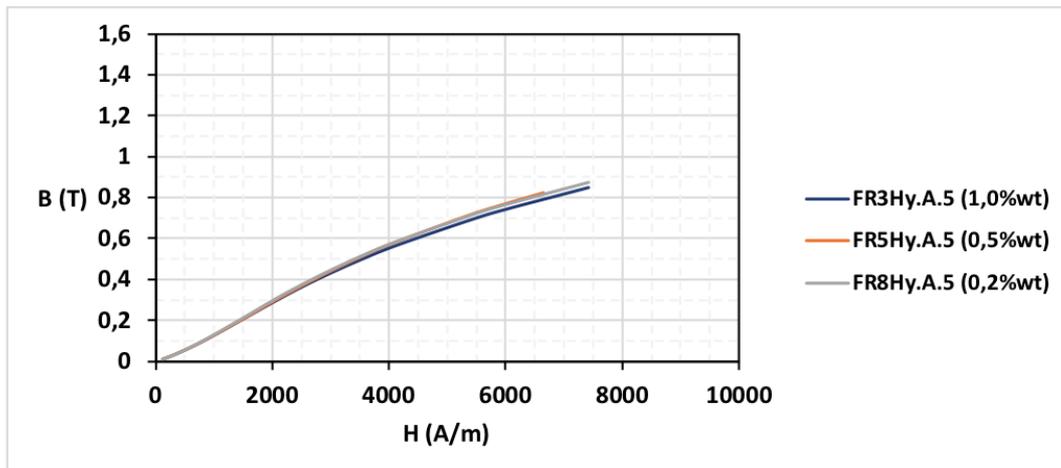
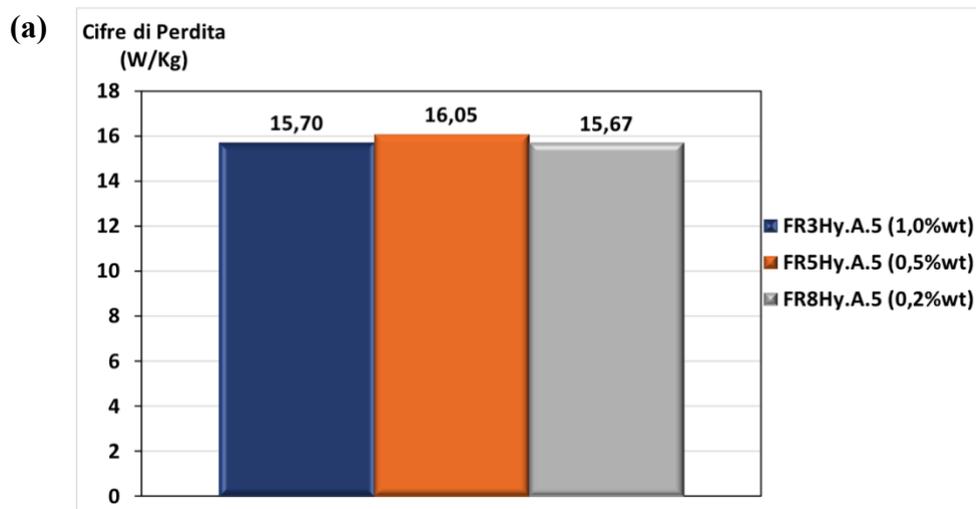


Figura 5.16 Curve $B - H$ a 50 Hz dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione, per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in aria delle polveri post-rivestimento.

In Figura 5.17 si mostrano infine, in analogia con i casi discussi in precedenza, le cifre di perdita alle frequenze 50 – 200 – 500 – 1000 Hz. Queste, oltre ad essere relativamente elevate, confermano una certa uniformità di comportamento dei campioni con diverso tenore di ferrite, anche da un punto di vista energetico.



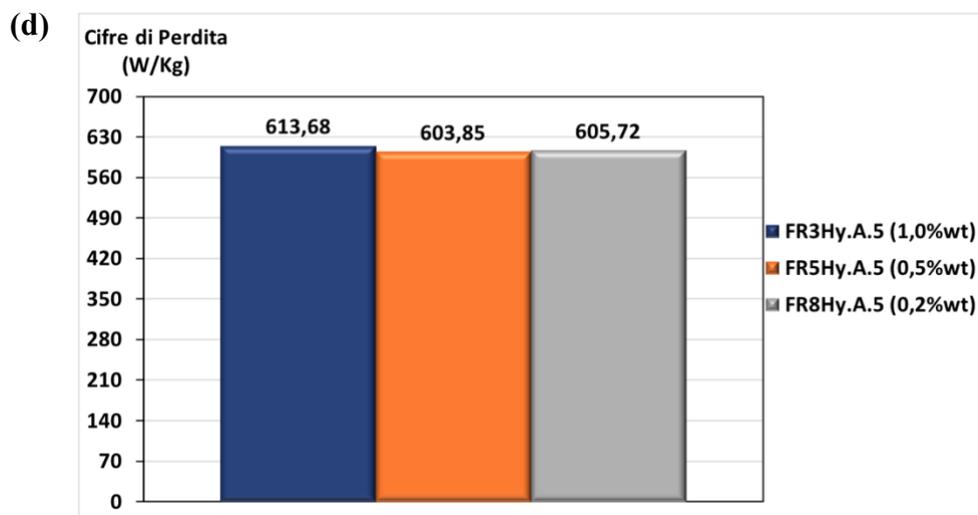
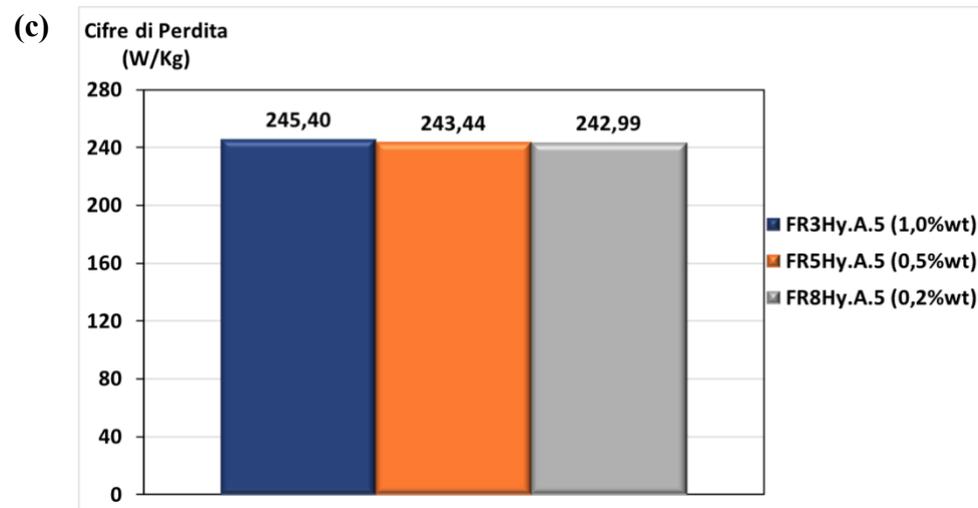
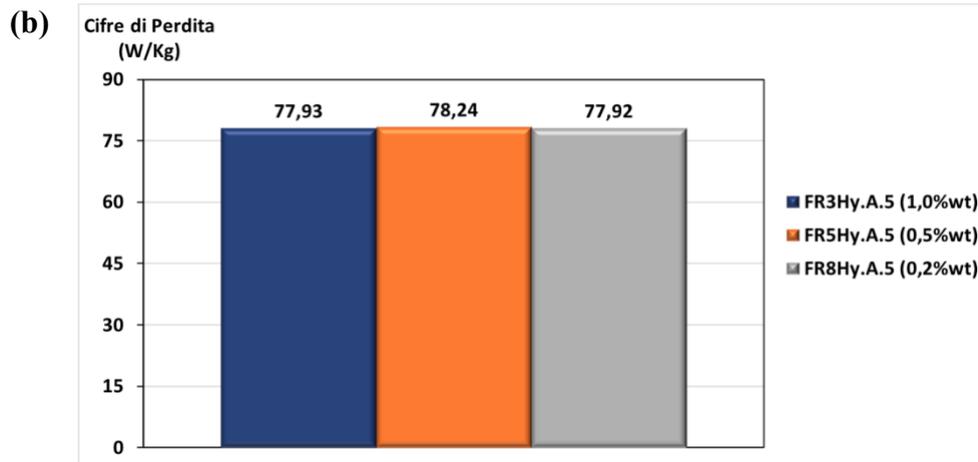
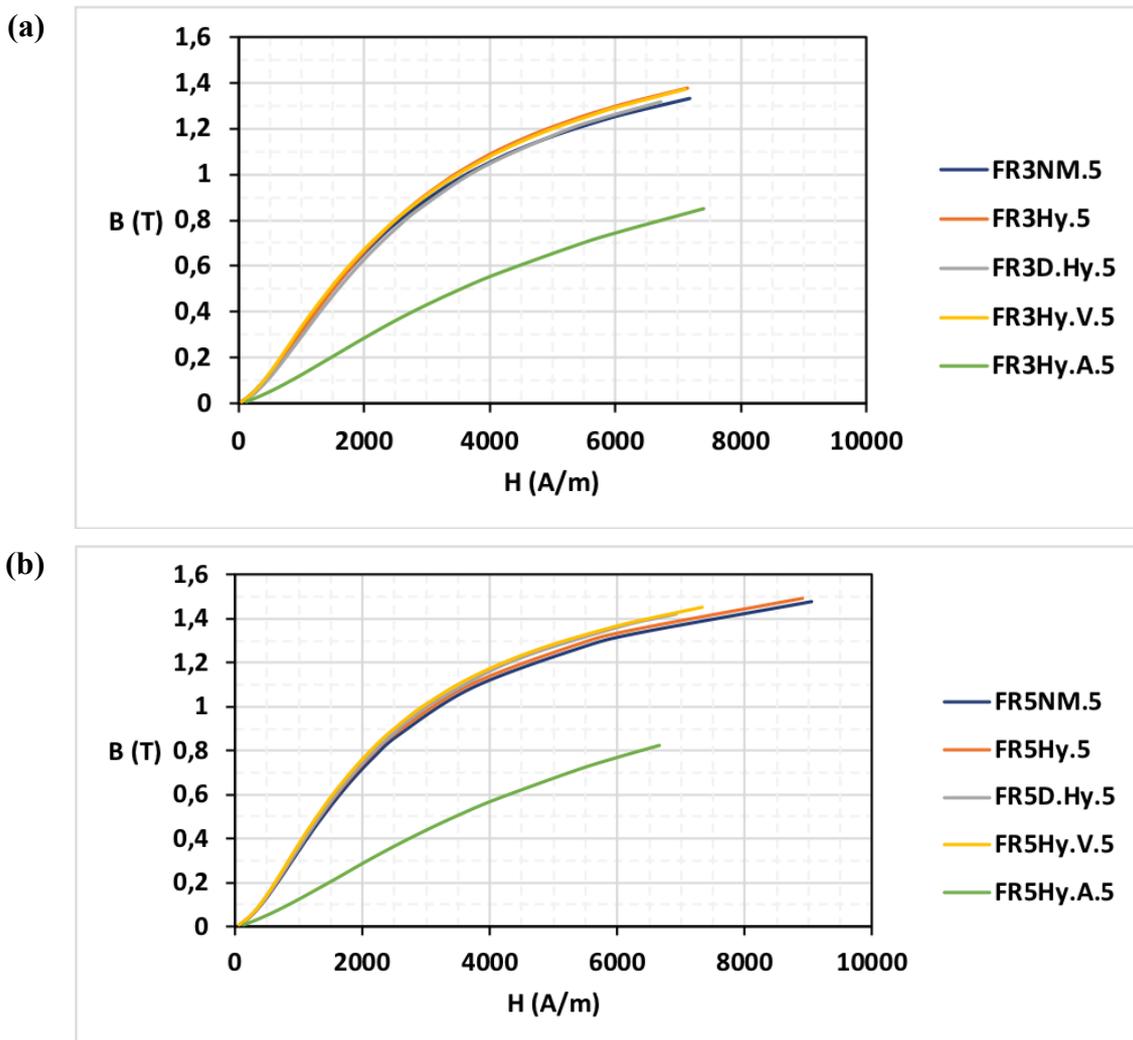


Figura 5.17 Cifre di perdita dei campioni SMC con layer inorganico realizzati mediante ibridizzazione per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in aria delle polveri post-rivestimento, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

5.1.6. Confronto degli approcci produttivi

Avendo dettagliato, nei paragrafi precedenti, le peculiarità di ogni singolo approccio produttivo e le performance, pur sempre preliminari, dei rispettivi campioni SMC realizzati, si vuole adesso operare un confronto più approfondito dei diversi approcci.

In Figura 5.18, vengono mostrate le curve $B - H$ a 50 Hz dei diversi provini, a pari tenore di ferrite.



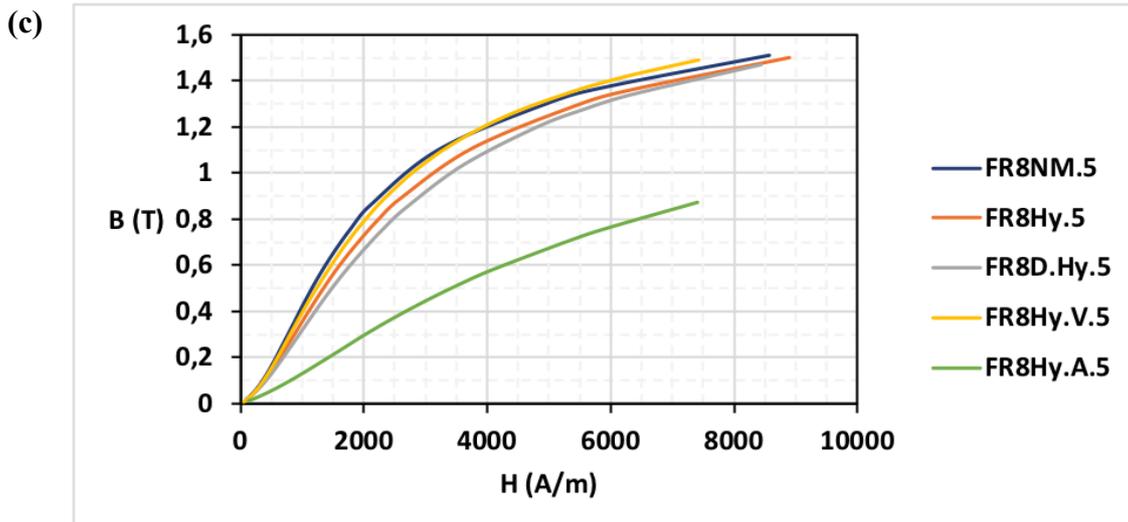


Figura 5.18 Curve $B - H$ a 50 Hz dei campioni SMC prodotti con i diversi approcci produttivi, fissato il tenore in peso di ferrite: 1,0% (a), 0,5% (b), 0,2% (c).

Dai grafici mostrati, si evidenzia, in primo luogo, come una riduzione del tenore di ferrite comporti un più o meno marcato miglioramento delle performance magnetiche. Le curve, infatti, mostrano via via un ginocchio più spiccato, indice di un miglioramento del comportamento ferromagnetico soft. Fanno eccezione, a quanto appena affermato, i campioni solo ibridizzati, in quanto si suppone si sia raggiunta una condizione di saturazione dello step di rivestimento nel mulino a palette, e quelli realizzati a partire dalle miscele trattate termicamente in aria, per via della marcata ossidazione verificatasi, la quale ha drasticamente ridotto le proprietà magnetiche.

Si nota inoltre, come per tenori in peso di ferrite maggiori (1,0%, 0,5%), i diversi approcci produttivi non sembrano dar luogo a un delta marcato delle proprietà magnetiche dei rispettivi campioni SMC. L'influenza delle diverse metodologie di produzione appare invece, più apprezzabile con i campioni allo 0,2%wt di ferrite (Figura 5.18c). Di questi, si distinguono in positivo quelli ottenuti per normale miscelazione e quelli ibridizzati, nei quali le polveri rivestite sono state trattate termicamente in vuoto. In merito a questi ultimi, si vuole evidenziare come la rispettiva caratteristica magnetica (voce legenda: *FR8 Hy.V.5*) sia leggermente diversa rispetto alle altre, il che suggerisce che possa essersi verificata una certa distensione delle tensioni interne alle particelle ferromagnetiche durante il trattamento termico.

Considerando adesso l'aspetto energetico, in Figura 5.19 si hanno i grafici delle cifre di perdita dei diversi provini in funzione della frequenza, fissato sempre il tenore di ferrite.

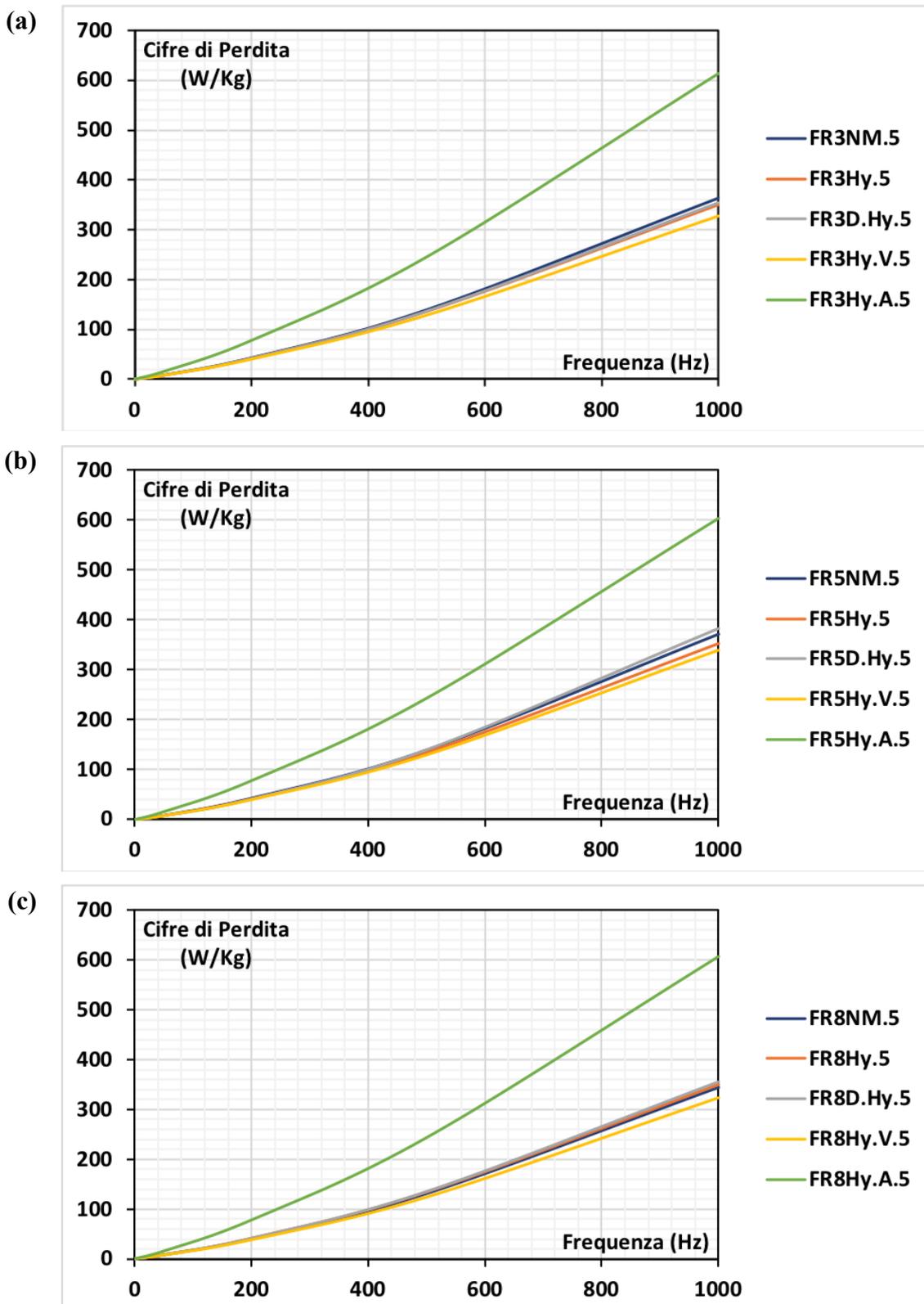


Figura 5.19 Cifre di perdita in funzione della frequenza, dei campioni SMC prodotti con i diversi approcci produttivi, fissato il tenore in peso di ferrite: 1,0% (a), 0,5% (b), 0,2% (c).

Si tralascino i sistemi ibridizzati per cui è stato previsto il trattamento termico di distensione in aria delle polveri ferromagnetiche post-rivestimento (voci legenda: *FRX Hy.A.5*), i quali mostrano cifre di perdita sensibilmente più elevate, quasi il 100% in più, per tutte le frequenze indagate. Per i restanti sistemi SMC, si nota che, a prescindere del tenore di materiale isolante in miscela, si hanno cifre di perdita alquanto simili fino a frequenze di 400 Hz circa. Oltre tale soglia, si amplia la forbice degli andamenti relativi a ciascun campione SMC, identificativo di un diverso approccio produttivo.

Nuovamente, i sistemi ibridizzati, con trattamento termico in vuoto post-rivestimento delle polveri (voci legenda: *FRX Hy.V.5*), mostrano migliori prestazioni per via delle cifre di perdita più contenute a tutte le frequenze di indagine e per tutti i tenori di ferrite impiegati.

Non si trascurino comunque, i sistemi a normale miscelazione (voci legenda: *FRX NM.5*) i quali sembrano mostrare un buon compromesso tra prestazioni e facilità di processo produttivo, in termini di rivestimento delle polveri e contemporanea omogeneizzazione della miscela in “Turbula”. Si ricorda inoltre, come essi siano gli unici sistemi per i quali non si è reso necessario l'utilizzo di gel elettrolitico per avere una miscela omogenea.

Di entrambi i suddetti sistemi, si desiderano evidenziare i rispettivi campioni SMC con minore tenore in peso di ferrite (0,2%), di cui si riassumono le proprietà in Tabella 5.6. Essi rappresentano infatti, alla luce dei dati a disposizione, i sistemi più validi sia da un punto di vista delle proprietà magnetiche, che delle cifre di perdita.

Tabella 5.6 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , campo coercitivo H_c e resistenza R dei campioni SMC *FR8 NM.5* e *FR8 Hy.V.5*.

Denominazione	Fe₂O₃ (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	$\mu_{max}(@10Hz)$ (-)	H_c (A/m)	R (mΩ)
FR8 NM.5	0,2%	1,306	347	-388	9,24
FR8 Hy.V.5	0,2%	1,319	329	-401	13,89

Sempre riferendosi agli stessi, nelle figure che seguono si riportano dei grafici riepilogativi riferiti a:

- Caratteristica di permeabilità magnetica massima μ_{max} @10Hz (Figura 5.20);
- Caratteristica magnetica @50Hz (Figura 5.21);

- Cifre di perdita @50 – 200 – 500 – 1000Hz (Figura 5.22).

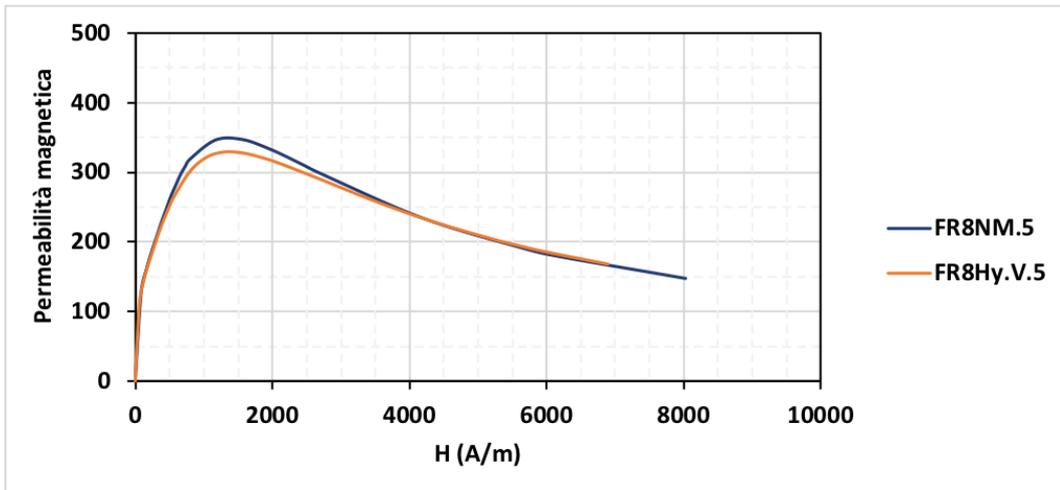


Figura 5.20 Caratteristiche permeabilità magnetica alla frequenza 10Hz, dei campioni SMC *FR8 NM.5* e *FR8 Hy.V.5*.

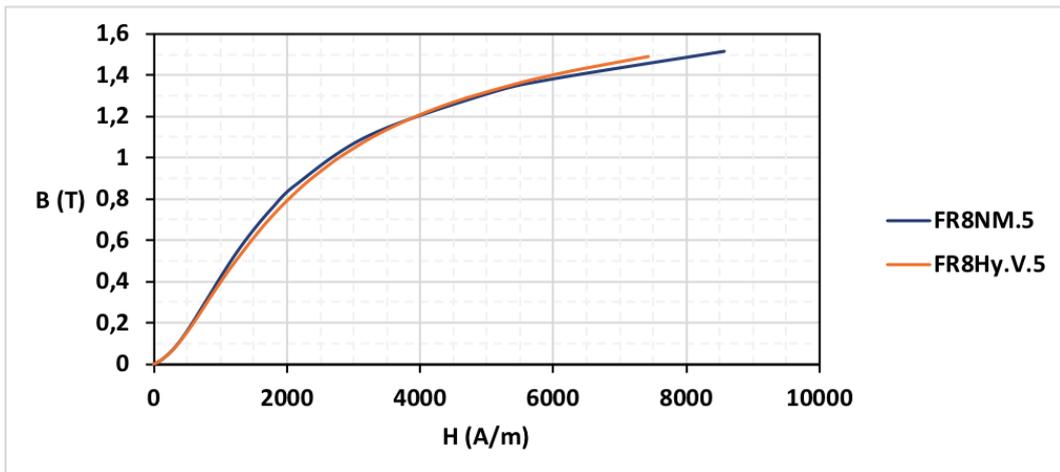
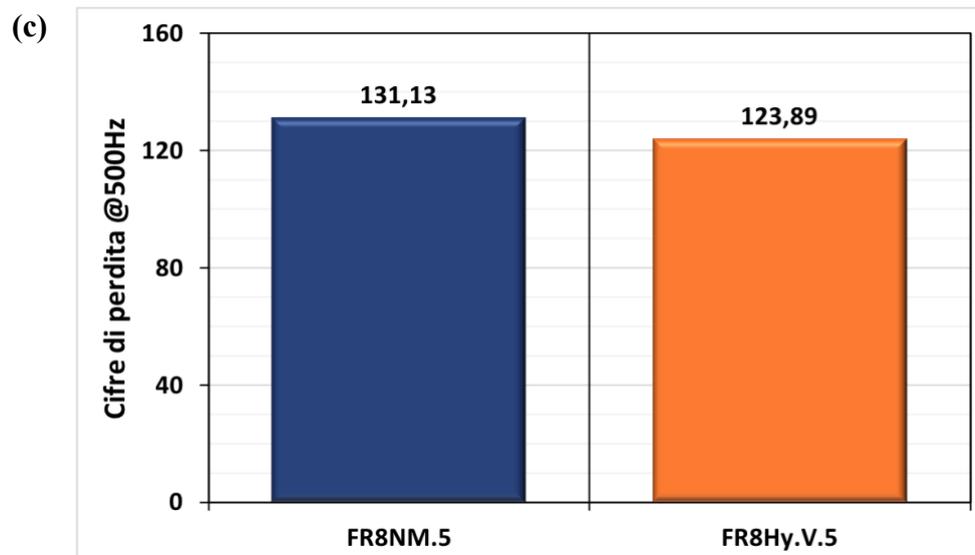
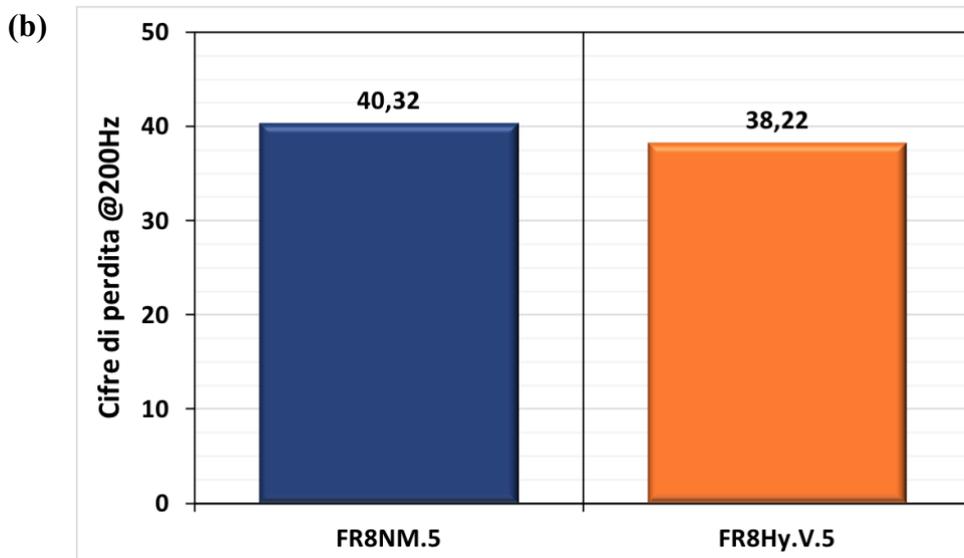
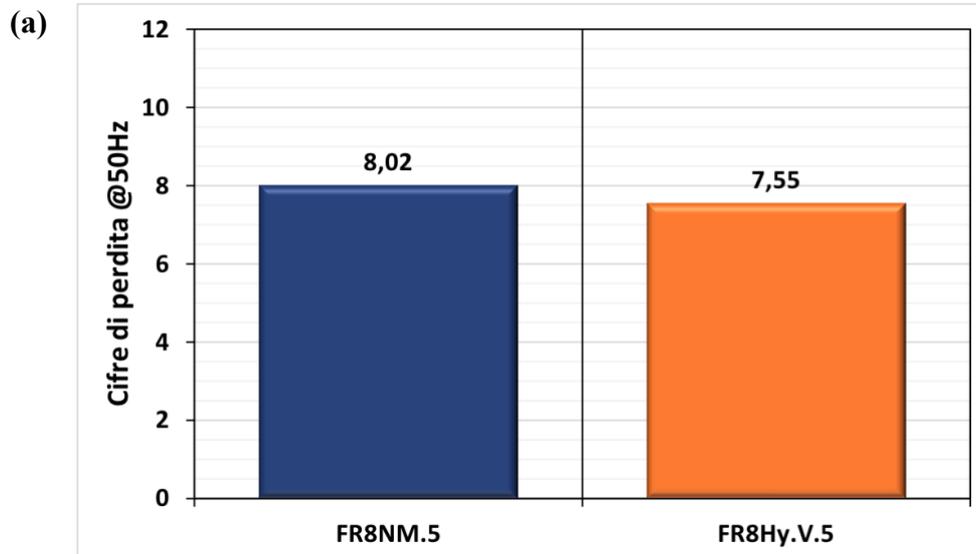


Figura 5.21 Caratteristica magnetica alla frequenza 50Hz, dei campioni SMC *FR8 NM.5* e *FR8 Hy.V.5*.



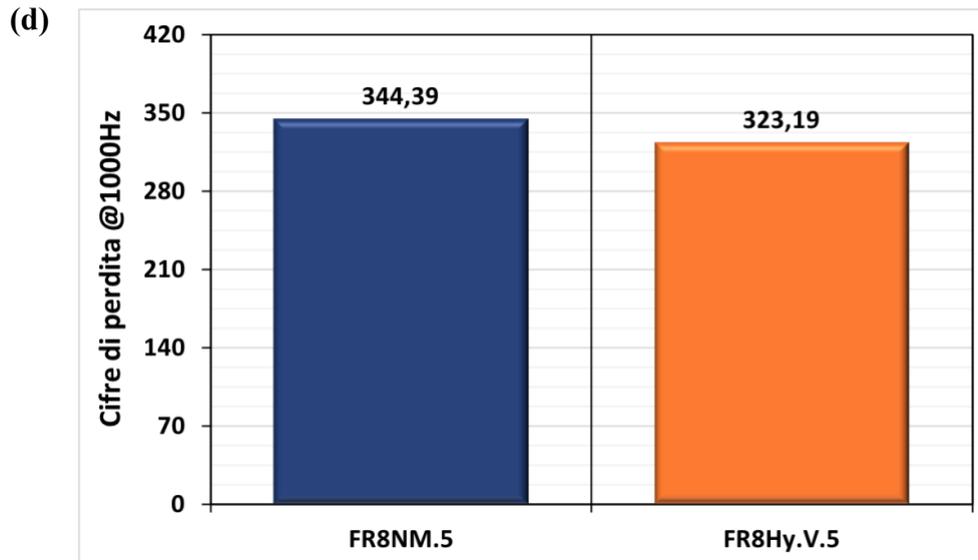


Figura 5.22 Cifre di perdita dei campioni SMC *FR8 NM.5* e *FR8 Hy.V.5*, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

5.1.7. Ibridizzazione: ulteriori considerazioni

Nel contesto dell'ibridizzazione, in merito alla fase di rivestimento delle polveri operata nel mulino a palette, si sono svolte delle valutazioni aggiuntive.

In principio, l'idea di base era quella di verificare la possibile ossidazione delle polveri ferromagnetiche che insorgerebbe durante il processo di rivestimento. Tuttavia, come si vedrà nel seguito del paragrafo, non si è riusciti in questo intento ma si sono comunque individuate delle variabili che hanno un'influenza più o meno marcata sul processo di ibridizzazione, nello specifico circa la fase del processo operata nel mulino a palette.

Si sono realizzate due miscele identiche, dettagliate in Tabella 5.7, di polvere di ferro *ABC100.30*, utilizzando esclusivamente le due frazioni granulometriche di dimensioni maggiori *S1* e *S2*, in quanto sono quelle per le quali il rivestimento con la ferrite viene svolto nel mulino a palette. Le proporzioni relative delle due frazioni, sono dettate dalla *distribuzione standard*, in accordo con quanto fatto nel processo di produzione dei campioni SMC.

Tabella 5.7 Composizione in peso della miscela di polvere di ferro ABC100.30, nella frazioni granulometriche S1 e S2.

PESO TOTALE (g)	COMPOSIZIONE (g)	
	S1	S2
	$> 125\mu m$	$(125 \div 63)\mu m$
20	12,5	7,5

Le stesse, sono quindi state processate in due diversi mulini a palette, dei quali uno è sempre quello impiegato per il rivestimento delle polveri ferromagnetiche con la ferrite. Il secondo invece, è un mulino analogo con la differenza che in esso è possibile operare il vuoto. Il dispositivo, mostrato in Figura 5.23, è stato realizzato in laboratorio in occasione di un'altra attività di tesi curata dallo stesso team di ricerca.

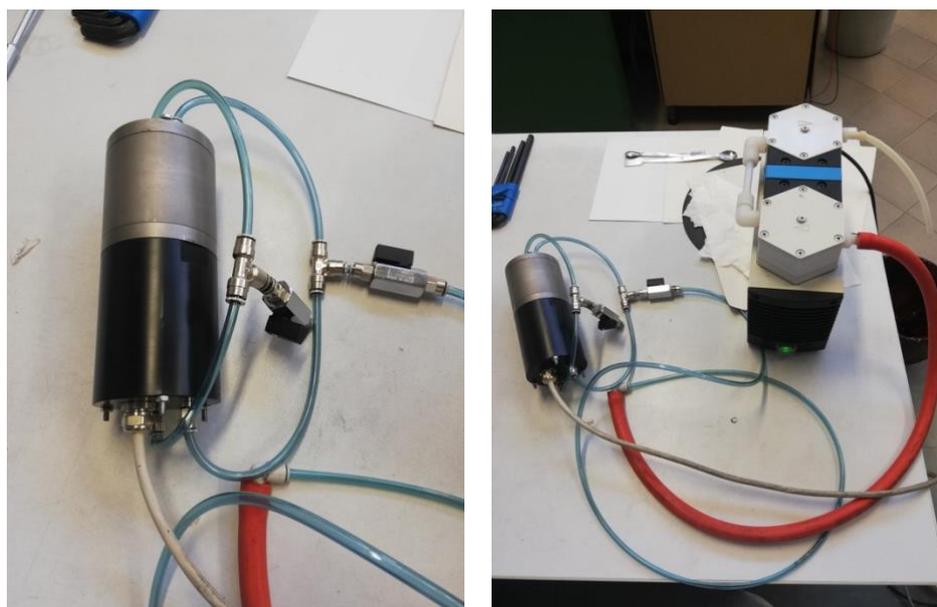


Figura 5.23 Dettaglio mulino a palette in vuoto (a sinistra) e sistema completo di pompa (a destra).

All'interno del vano cilindrico di colore nero, è alloggiato il motore che aziona la paletta. Il cestello, sempre di geometria cilindrica, è in questo caso vincolato alla flangia ove è posta la paletta. L'apertura e la chiusura, a tenuta stagna garantita da un o-ring, avviene mediante la flangia superiore, opportunamente progettata in quanto fa da connettore con il sistema che realizza il vuoto.

Sebbene le dimensioni della camera interna dei due mulini siano pressoché simili, lo stesso non si può dire dell'ingombro esterno dei medesimi, il quale risulta essere sensibilmente maggiore nel caso del mulino a palette in vuoto per ovvie ragioni.

Le due miscele sono state processate nei due mulini per un tempo totale $t = 1 \text{ min}$, suddiviso sempre in 4 step da 15 secondi ciascuno, quindi sono state osservate al microscopio ottico: le micrografie sono riportate in Figura 5.24, rispettivamente per il processo in aria (Figura 5.24a) e in vuoto (Figura 5.24b).

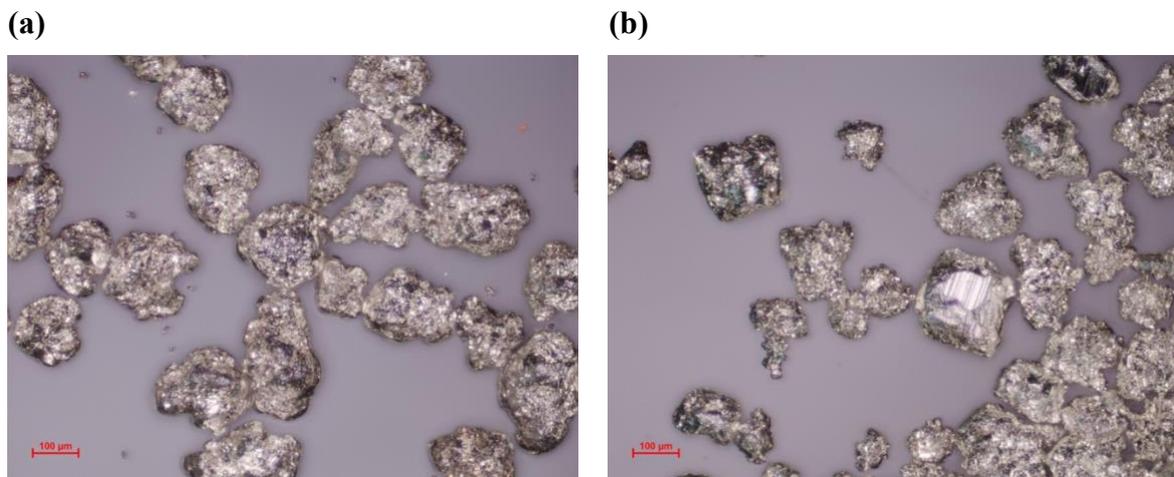


Figura 5.24 Micrografie ottiche in luce polarizzata delle miscele di ferro ABC100.30 (frazioni granulometriche S1 e S2) processate in aria (a) e in vuoto (b).

Si nota come le polveri in aria tendano ad avere una geometria più tondeggiate, sferoidale rispetto a quelle processate in vuoto, che invece risultano essere più spugnose, quasi tal quali alle polveri di partenza. La maggiore maneggevolezza del mulino in aria, per via di un ingombro esterno più contenuto, si traduce in una maggiore efficienza del moto oscillatorio manuale ad esso impartito, il quale fa sì che le polveri vengano periodicamente sottoposte all'azione della paletta.

Oltre alla movimentazione del mulino, altri parametri influenzanti il processo sono l'energia che le palette forniscono alle polveri e il quantitativo delle stesse all'interno della camera. Da tutto ciò, dipende principalmente il tempo di ibridizzazione nel mulino a palette.

5.2. SMC con layer isolante organico

Riferendosi adesso ai sistemi polvere di lega ferro-fosforo *PASC60* – resina termoindurente, la caratterizzazione magnetica dei relativi campioni SMC prodotti in laboratorio, è stata svolta in accordo con quanto previsto dallo standard IEC 60404-6:2003 [22], valido appunto per i componenti prodotti con la metallurgia delle polveri.

Il *PASC60* possiede interessanti proprietà magnetiche, come è possibile vedere in Tabella 5.8, in cui si riportano alcuni valori rappresentativi, direttamente misurati in laboratorio mediante il campione sinterizzato di riferimento.

Tabella 5.8 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} campione sinterizzato *PASC60 Rif.*

Denominazione	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	$\mu_{max}(@1Hz)$ (-)	$\mu_{max}(@10Hz)$ (-)
PASC60	1,482	3234	1753

Si è pensato quindi di indagarne un possibile utilizzo in ambito SMC, in combinazione con due diverse resine aggiunte in tenori parecchio contenuti, sulla base di esperienze pregresse, proprio per cercare di limitare l'effetto negativo che queste hanno sulle proprietà magnetiche finali del composito, già condizionate dall'assenza della sinterizzazione.

5.2.1. SMC *PASC60* - Resina fenolica

Osservando le proprietà misurate per i tre sistemi SMC con diverso tenore di resina fenolica, mostrate in Tabella 5.9, si nota come queste siano drasticamente più contenute, rispetto a quelle del campione sinterizzato. Al diminuire del tenore di resina si apprezza un leggerissimo miglioramento delle proprietà magnetiche del composito, ma comunque trascurabile come si evince dalle caratteristiche magnetiche a 50 Hz riportate in Figura 5.25.

Tabella 5.9 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , induzione residua B_r e campo coercitivo H_c dei campioni SMC PASC60 – resina fenolica, con diverso tenore materiale isolante.

Denominazione	Resina (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	μ_{max} (@10Hz) (-)	B_r (@50Hz) (T)	H_c (A/m)
PASC60 B8.5	0,2%	1,090	257	0,252	486
PASC60 B9.5	0,1%	1,103	265	0,255	481
PASC60 B11.5	0,05%	1,115	275	0,266	479

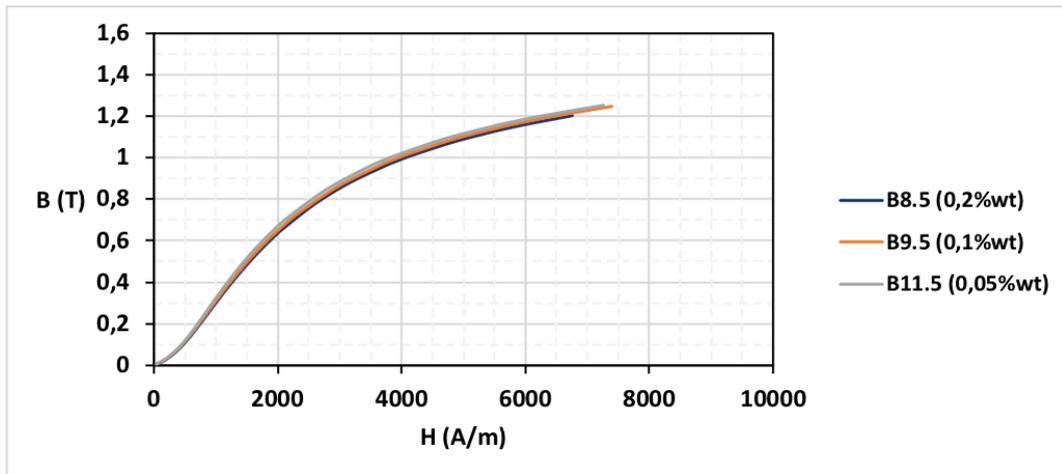
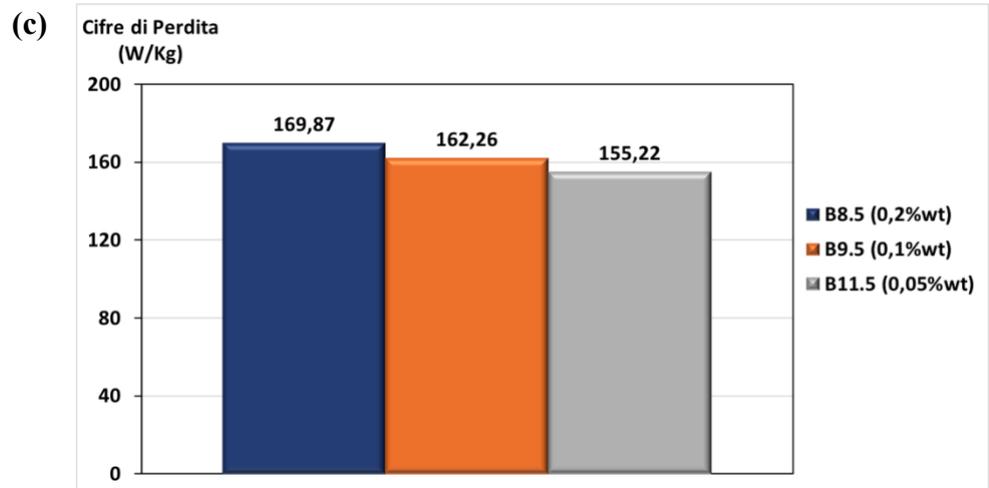
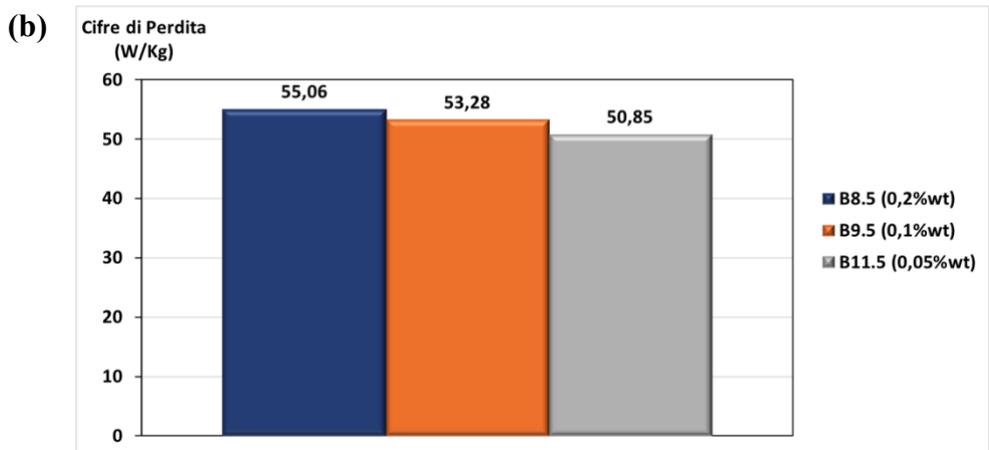
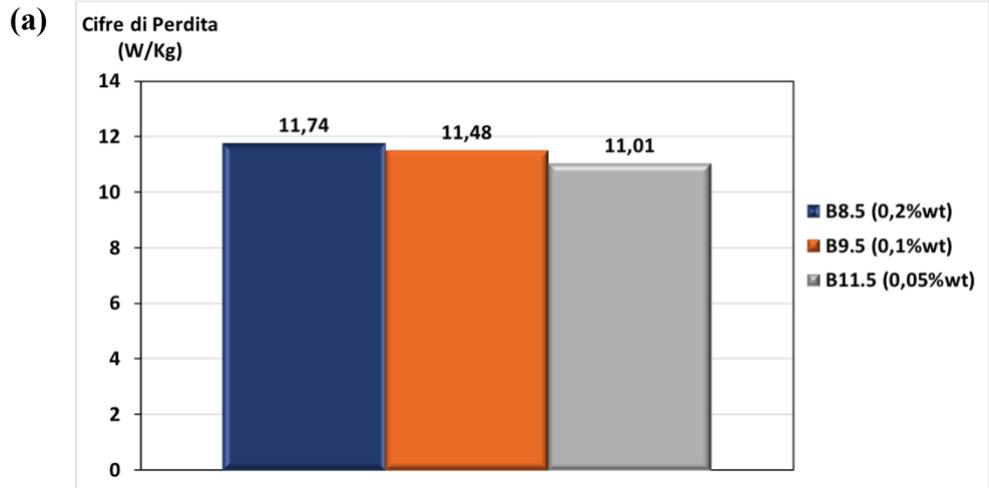


Figura 5.25 Curve $B - H$ a 50 Hz, dei campioni SMC PASC60 – resina fenolica, con diverso tenore di materiale isolante.

Anche da un punto di vista energetico si hanno prestazioni limitate, come si può apprezzare nei grafici di Figura 5.26, in cui si hanno le cifre di perdita alle frequenze 50 – 200 – 500 – 1000 Hz. In questo caso si ha un trend in funzione del tenore di resina, al diminuire del quale si apprezza una riduzione delle cifre di perdita a tutte le frequenze di indagine. Si tratta, in ogni caso, di valori di cifre di perdita elevati.



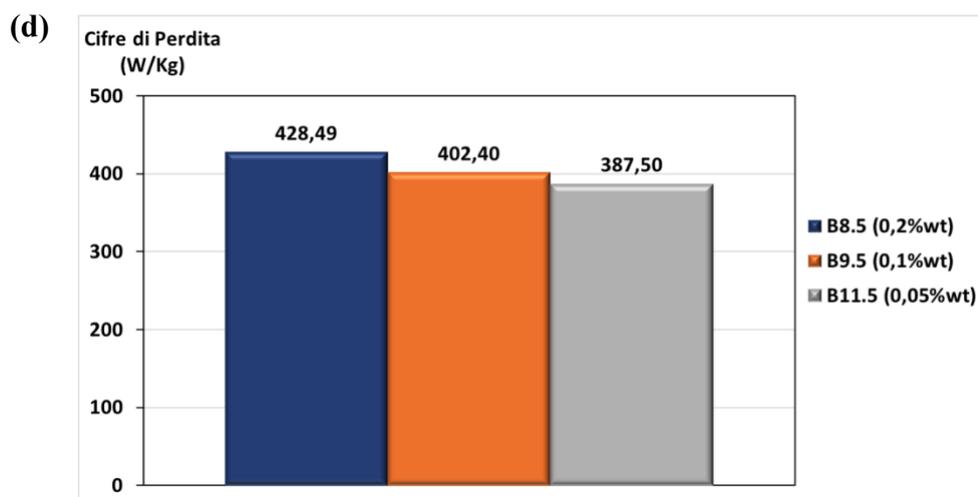


Figura 5.26 Cifre di perdita dei campioni SMC PASC60 – resina fenolica, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

5.2.2. SMC PASC60 – Resina epossidica

Per quanto concerne i sistemi SMC contenenti resina epossidica, si osserva nuovamente una forte riduzione delle proprietà magnetiche, come confermano i dati riportati in Tabella 5.10.

Tabella 5.10 Induzione magnetica B , permeabilità magnetica massima μ_{max} , induzione residua B_r e campo coercitivo H_c dei campioni SMC PASC60 – resina epossidica, con diverso tenore materiale isolante.

Denominazione	Resina (%wt)	$B_{@5000 A/m}$ (@50Hz) (T)	μ_{max} (@10Hz) (-)	B_r (@50Hz) (T)	H_c (A/m)
PASC60 LV8.5	0,2%	1,135	281	0,278	482
PASC60 LV9.5	0,1%	1,104	270	0,260	475
PASC60 LV11.5	0,05%	1,113	270	0,266	484

Anche in questo caso il differente tenore di resina non ha particolare influenza sulle proprietà magnetiche, le quali presentano valori molto simili al variare dello stesso. Si sottolineano delle performance leggermente migliori mostrate dal composito con lo 0,2%wt di materiale isolante, apprezzabili nella caratteristica magnetica a 50 Hz di Figura 5.27.

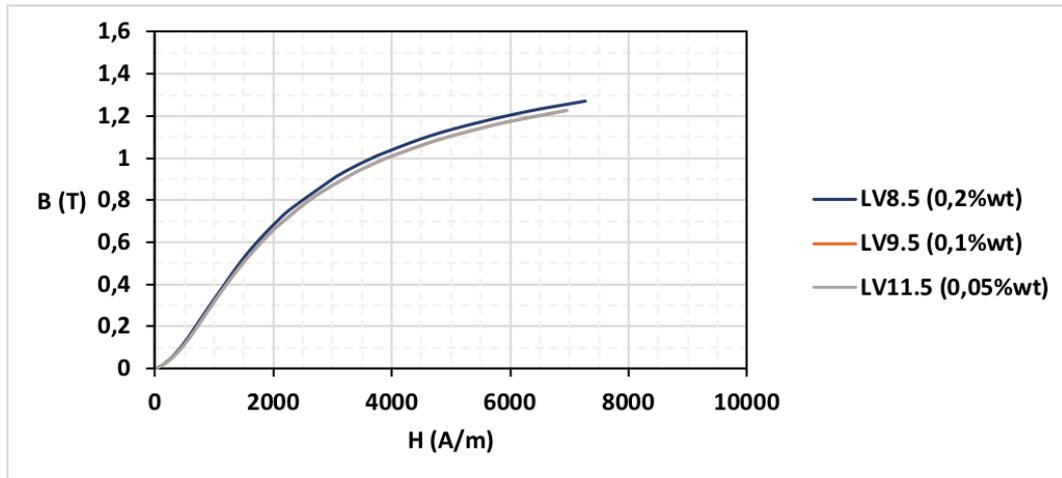
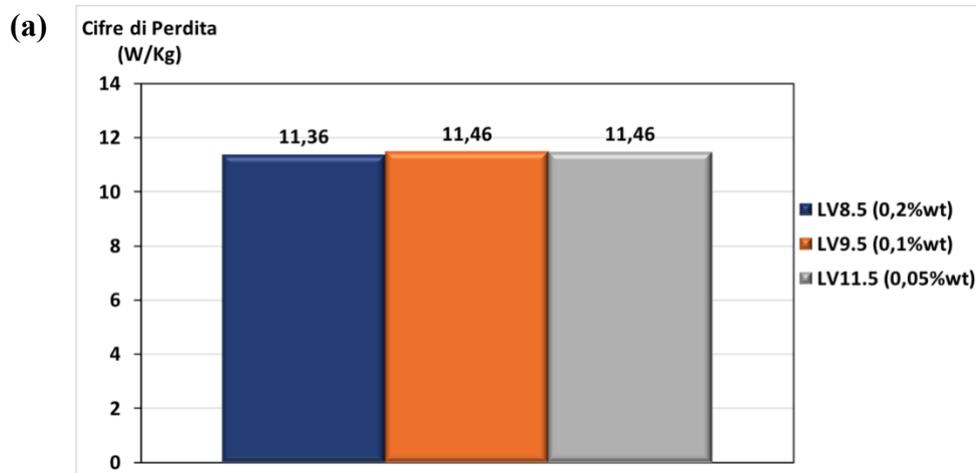


Figura 5.27 Curve $B - H$ a 50 Hz, dei campioni SMC PASC60 – resina epossidica, con diverso tenore di materiale isolante.

Quanto appena detto, vale anche per le cifre di perdita alle diverse frequenze di indagine, delle quali si riportano delle forme grafiche in Figura 5.28. Si nota infatti, come esse appaiano relativamente costanti al variare del tenore di resina. Anche da questo punto di vista, il sistema SMC a maggior quantitativo di materiale isolante (0,2%) si mostra leggermente migliore, ma nel complesso si hanno nuovamente delle performance modeste.



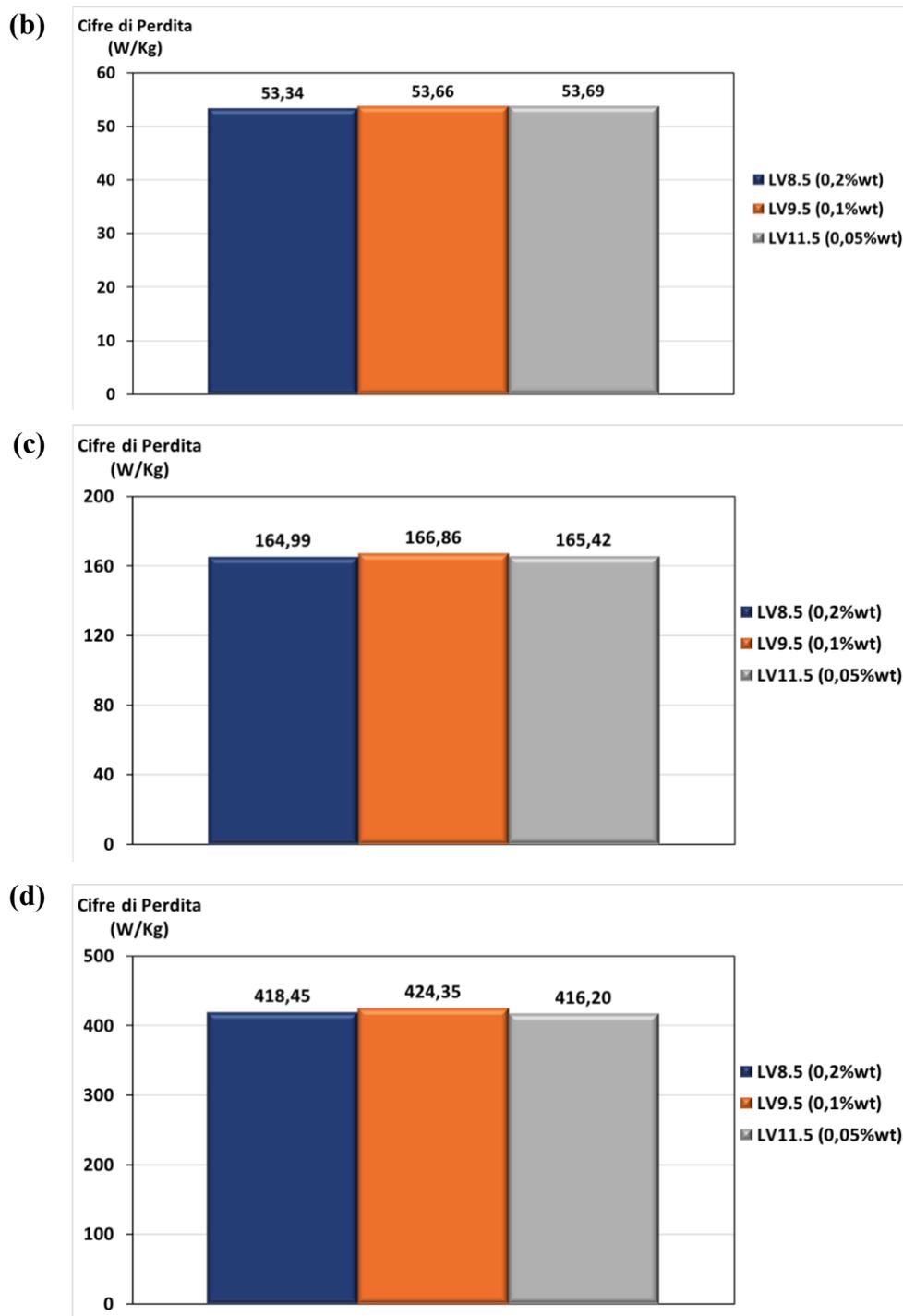


Figura 5.28 Cifre di perdita dei campioni SMC *PASC60* – resina epossidica, alle frequenze: 50 Hz (a), 200 Hz (b), 500 Hz (c), 1000 Hz (d).

In generale, il sistema SMC *PASC60* – resina termoindurente (sia fenolica che epossidica), non pare essere particolarmente promettente, anche alla luce dei risultati ottenuti nel caso degli SMC con layer isolante inorganico.

Conclusioni e sviluppi futuri

Sebbene la ricerca nel settore dei Soft Magnetic Composites (SMC) sia ancora apertissima, essi rappresentano già una possibile alternativa ai lamierini magnetici, risultando, addirittura, i candidati più idonei laddove si abbiano macchine elettriche più complesse, che necessitano nuclei ferromagnetici con isotropia magnetica nello spazio, quali ad esempio le macchine a flusso assiale e a flusso trasversale.

I due diversi sistemi SMC, separatamente studiati durante l'attività di tesi dettagliata nel presente elaborato, mostrano un comune aspetto vantaggioso, rappresentato dalla possibilità di realizzare il rivestimento delle polveri ferromagnetiche mediante una semplice miscelazione meccanica.

Nel contesto degli SMC con layer isolante inorganico, i campioni le cui polveri ferromagnetiche sono state miscelate alla ferrite in "Turbula", mostrano interessanti proprietà preliminari, specie se si prende atto dell'agevole processo di rivestimento e omogeneizzazione. Per quanto concerne i campioni realizzati a partire dalle polveri ibridizzate, il discorso è leggermente più complesso. L'impiego di un mulino a palette per rivestire le polveri ferromagnetiche dovrebbe presupporre una riduzione delle perdite per correnti parassite, per via di una migliore adesione del materiale isolante sulle superfici dei granuli di polvere metallica. Quest'ultime tuttavia, risultano essere deformate plasticamente, in modo più o meno marcato, e tale incrudimento comporta un incremento delle perdite per isteresi magnetica. Si è pertanto apprezzato un effettivo miglioramento in termini energetici, rispetto ai sistemi realizzati con la sola miscelazione in "Turbula", solo nel caso dei campioni per i quali si è operato un trattamento di distensione in vuoto delle polveri, immediatamente dopo lo step di rivestimento nel mulino. Da un punto di vista delle proprietà magnetiche, invece, non si hanno particolari miglioramenti. Si necessitano comunque ulteriori indagini circa il processo di ibridizzazione, anche per via del fatto che l'omogeneizzazione della miscela rivestita nel mulino a palette con la frazione granulometrica più fine della polvere ferromagnetica ha richiesto l'utilizzo di un quantitativo estremamente contenuto ($< 0,1\%wt$) di gel elettrolitico.

Riferendosi ai diversi tenori di ferrite indagati ($1,0\%wt$, $0,5\%wt$, $0,2\%wt$), in generale, minore è il contenuto di ferrite, minori sono le cifre di perdita registrate. Tuttavia, alle alte

frequenze, si sono misurati dei massimi di cifre di perdita per i campioni contenenti lo 0,5%wt di ferrite.

A proposito della classe di SMC appena discussa, si evince come vi siano una serie di aspetti che dovranno essere ulteriormente indagati. In primo luogo si dovrà necessariamente svolgere una caratterizzazione magnetica in accordo con quanto previsto dalla norma IEC 60404-6:2003 [22], la quale standardizza appunto, la caratterizzazione magnetica dei componenti realizzati con l'approccio della metallurgia delle polveri, a cui appartengono gli SMC. Questo presuppone che per tutti i sistemi indagati, dovranno essere realizzati dei campioni toroidali da caratterizzare, in analogia con quanto fatto in merito alla seconda classe di SMC oggetto di questo studio. Si dovrà pertanto, mettere a punto il trattamento termico finale post-formatura, necessario per distendere le tensioni interne al compatto, derivanti dalla forte azione di compressione, operandone al contempo un consolidamento. Per messa a punto si intende indagare diverse condizioni di trattamento in termini di atmosfera, temperatura e tempo, così da valutarne gli effetti sulle proprietà finali del composito, al fine di individuare la combinazione più efficace.

Si dovranno quindi svolgere ulteriori indagini e valutazioni circa i campioni con tenore in peso di ferrite pari a 0,5%, per i quali si hanno, a prescindere dalla strategia di produzione adottata, perdite maggiori rispetto agli altri tenori in peso, alle alte frequenze.

Altro aspetto da approfondire, anch'esso di fondamentale importanza, è il processo di ibridizzazione. Sarebbe particolarmente interessante, infatti, capire il perché si renda necessario l'impiego di gel elettrolitico, si ricorda in modestissima quantità, per omogeneizzare in "Turbula" la miscela di polveri rivestite, processata nel mulino a palette, con la frazione più fine della polvere ferromagnetica, la quale non viene inserita nel mulino per evitare che rivesta essa stessa le particelle ferromagnetiche più grandi. In aggiunta a ciò, va indagata la possibile saturazione del processo, suggerita dalle cifre di perdita mostrate dai campioni solo ibridizzati, oltre che la possibilità che si abbia ossidazione durante lo step di rivestimento nel mulino.

Inoltre, sarebbe interessante investigare le proprietà magnetiche ed energetiche dei sistemi SMC per i quali è stato predisposto il trattamento termico di distensione in aria delle polveri ferromagnetiche post-rivestimento nel mulino a palette. Sebbene, alla luce dei dati preliminari raccolti, tali campioni non siano performanti per applicazioni come SMC, andrebbe indagata una loro possibile applicazione in alta frequenza, da qualche unità di *kHz* a salire, visti gli eccezionali valori di resistenza misurati.

Infine, ma non di minor importanza, è necessario svolgere la caratterizzazione meccanica dei sistemi studiati, in quanto le proprietà meccaniche sono un indice di merito fondamentale per gli SMC, al pari delle proprietà magnetiche e delle perdite di potenza.

Per quanto riguarda l'altra classe di SMC studiata, quella in cui si è impiegata la polvere di lega ferro-fosforo *PASC60* per costituire la matrice ferromagnetica, in generale si sono ottenuti risultati meno confortanti per entrambe le tipologie di resine termoidurenti, epossidica e fenolica, adottate per costituire il layer isolante. Nonostante si siano realizzati campioni SMC con modestissimi quantitativi delle stesse (0,2%wt, 0,1%wt, 0,05%wt), si sono misurate scarse proprietà magnetiche associate a cifre di perdita, a diverse frequenze, non accettabili. Pertanto, la polvere *PASC60*, sebbene mostri interessantissime proprietà magnetiche soft una volta sinterizzata, non sembra invece essere idonea all'impiego per la realizzazione di SMC.

Anche in questo contesto, nonostante si siano ottenute scarse performance, il lavoro va ultimato svolgendo la caratterizzazione meccanica. Inoltre, si potrebbe pensare di impiegare la polvere *PASC60* in combinazione con quella di ferro *ABC100.30*, realizzando un composito SMC con matrice ferromagnetica bicomponente.

Bibliografia

- [1] J. S. Walker, *Fondamenti di fisica*, Milano-Torino: Pearson Italia, 2015.
- [2] P. Mazzoldi, M. Nigro e C. Voci, *Elementi di fisica: Elettromagnetismo e onde*, Napoli: EdiSES, 2012.
- [3] A. Cavagnino, *Macchine elettriche - Appunti delle lezioni*, Politecnico di Torino, 2005/06.
- [4] A. Salak, *Ferrous Powder Metallurgy*, Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 1995.
- [5] J. M. Silveyra, E. Ferrara, D. L. Huber e T. C. Monson, «Soft magnetic materials for a sustainable and electrified world», *Science*, vol. 362, n. 418, Ott. 2018.
- [6] S. Garofalo, *Studio dei materiali magnetici soft composite con layer in Silicio: composizione e processi - Tesi di laurea*, Politecnico di Torino, 2018/2019.
- [7] P. Waide e C. U. Brunner, «Energy-efficiency policy opportunities for electric motor-driven systems», International Energy Agency (IEA), Parigi, 2011.
- [8] A. Krings, A. Boglietti, A. Cavagnino e S. Sprague, «Soft Magnetic Material Status and Trends in Electric Machines», *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, vol. 64, n. 3, pp. 2405-2414, Mar. 2017.
- [9] S. Tumanski, «Magnetic Materials», in *Handbook of Magnetic Measurements*, CRC Press, 2011, pp. 117-158.
- [10] M. D. Caielli, *Studio e realizzazione di parti di macchine elettriche utilizzando materiali magnetici soft innovativi - Tesi di laurea*, Politecnico di Torino, 2011/2012.
- [11] IEC 60404-8-8:1991, *Magnetic Materials-Part 8: Specifications for Individual Materials-Section 8: Specification for Thin Magnetic Steel Strip for Use at Medium Frequencies*, 1991.

- [12] ASTM A1086-13, *Standard Specification for Thin-Gauge Nonoriented Electrical Steel Fully Processed Types*, 2013.
- [13] O. Anderson, «Advances in Soft Magnetic Composites - Materials and Applications», in *PowderMet2009*, Las Vegas, Lug. 2009.
- [14] I. Hemmati, H. R. Maddah. Hoseini, M. Nasserian e F. Irani, «Effect of Processing Parameters on Properties of Soft Magnetic Composites», in *International Congress on Powder Metallurgy for Automotive Parts*, Isfahan-Iran, Apr. 2005.
- [15] Höganäs AB, «Iron and steel powders for sintered components», in *Höganäs Handbook for Sintered Components*, Feb. 2017.
- [16] Höganäs AB, «Material and powder properties», in *Höganäs Handbook for Sintered Components*, Dic. 2013.
- [17] K. J. Sunday, F. G. Hanejko e M. L. Taheri, «Magnetic and microstructural properties of Fe₃O₄-coated Fe powder soft magnetic composites», *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, n. 423, pp. 164-170, 2017.
- [18] A. H. Taghvaei, H. Shokrollahi, K. Janghorban e H. Abiri, «Eddy current and total power loss separation in the iron-phosphate-polyepoxy soft magnetic composites», *Materials and Design*, n. 30, pp. 3989-3995, 2009.
- [19] M. Actis Grande, L. Ferraris, F. Franchini e E. Pošković, «New SMC Materials for Small Electrical Machine with Very Good Mechanical Properties», *IEEE Transaction on Industry Applications*, vol. 54, n. 1, pp. 195-203, Gen./Feb. 2018.
- [20] W. D. J. Callister, *Scienza e Ingegneria dei materiali (Una introduzione)*, EdiSES, 2002.
- [21] IEC 60404-6:2003, *Magnetic Materials-Part 6: Methods of measurement of the magnetic properties of magnetically soft metallic and powders materials at frequencies in the range 20Hz to 20kHz by the use of ring specimens*, 2003.
- [22] C. Pascal, A. Thomazic, A. Antoni-Zdziobek e J. M. Chaix, «Investigation on pressureless sintering behaviour of Hadfield steel/cemented carbide bimetals», *Powder Metallurgy*, vol. 55, n. 2, pp. 110-117, 2012.

[23] R. M. Larsen, «On phosphorus as additive in iron based PM magnets», *Powder Metallurgy*, vol. 47, n. 4, pp. 332-334, 2004.