

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali
Corso di Laurea Magistrale
in Ingegneria Chimica e dei Processi Sostenibili

Tesi di Laurea Magistrale
**Misura dei parametri deflagranti di polveri metalliche
per SMC**



Relatori

Prof. Luca Marmo

Dott. Enrico Danzi

Dott. Emir Poskovic

Candidato

Samuele Bottasso

Sommario

1.	Introduzione.....	5
1.1	Concetto di esplosione.....	6
1.1.1	Esplosioni di polveri.....	6
1.2.1	Esplosioni primarie e secondarie.....	8
1.2.3	Fonti di innesco e materiali che causano esplosioni	8
1.3	Fattori che influenzano le proprietà di accensione ed esplosione	9
1.3.1	Superficie specifica	10
1.3.2	Natura chimica delle polveri	11
1.3.3	Contenuto di umidità.....	12
1.3.4	Concentrazione della nube	13
1.3.5	Contenuto di Ossigeno	14
1.4	Polveri ricoperte	15
1.4.1	Introduzione ai SMC	15
1.4.2	Caratteristiche dei nuclei ferromagnetici	17
1.4.3	Coating isolante.....	18
1.4.4	Rivestimenti inorganici	18
1.4.5	Rivestimenti organici	18
1.4.5	Processo produttivo dei SMC.....	19
1.4.6	Vantaggi e Svantaggi nell'utilizzo dei SMC.....	23
1.4.7	Applicazioni finali dei SMC	25
2.	Materiali e metodi.....	29
2.1	Polveri ferromagnetiche	29
2.1.1	Polvere di Ferro puro FeABC	29
2.1.2	Polvere SMC LV5.....	31
2.1.3	Polvere SMC LV8.....	33
2.1.4	Polvere 'da fresa'	33
2.1.5	Polvere "polvere organica"	34
2.2	Test di screening.....	35
2.2.1	Granulometria.....	37
2.2.3	Umidità.....	39
2.2.4	Prova a 'freddo' con tubo di Hartmann e innesco mediante arco continuo	41
2.2.5	Prova a 'freddo' con tubo di Hartmann a filo caldo.....	43
2.2.6	Il forno G-G.....	44
2.2.7	Sfera di Siwek da 20l	46

3. Risultati sperimentali	51
3.1 Granulometria	51
3.2 Umidità	54
3.3 Test di screening al tubo di Hartmann con innesco ad arco elettrico e a filo caldo	55
3.6 Test al forno Gooldbert – Greenwald	57
4. Conclusioni	61
Lista simboli	63
5. Bibliografia	65
Ringraziamenti	67

1. Introduzione

Le polveri negli ambienti di lavoro, che siano sottoprodotti di lavorazione o usate come materia prima nei processi, rappresentano un rischio per la salute e la tutela dei lavoratori anche perchè, se poste nelle opportune condizioni, possono essere causa di violente esplosioni. Le polveri sottili finemente disperse in nube e in presenza di una fonte di innesco possono dare luogo a incendi ed esplosioni causando gravi danni. La storia dell'industria di processo annovera numerose esplosioni e gli eventi tragici che sono avvenuti proprio a causa dell'ignizione di particelle finemente disperse e confinate in nube continuano a ripetersi. Per questo motivo le polveri vengono caratterizzate in laboratorio mediante test standardizzati in modo da studiarne la tendenza di quest'ultime ad esplodere e ad innescarsi. Il rischio è ancora più elevato perchè in molti processi la presenza di polveri è inevitabile. Infatti, le polveri infiammabili sono presenti in tantissimi processi come materia prima o sottoprodotto, in particolare laddove vi siano organi in movimento o sfregamento tra parti o comunque movimentazione di materiale solido. Le norme tecniche definiscono diversi parametri che permettono di caratterizzare ogni tipo di polvere in base alla pericolosità rispetto alle proprietà di innesco ed esplosione. Una variabile importante che influenza l'innesco e la magnitudo dell'esplosione è la granulometria, ossia la distribuzione delle dimensioni delle particelle coinvolte nell'esplosione; più queste sono fini e più tendono ad esplodere con violenza. Le principali proprietà relative all'innesco sono: la temperatura di accensione in nube (MIT) e l'energia minima di innesco (MIE). Le caratteristiche esplosive sono descritte invece dai seguenti parametri: il massimo incremento di pressione nel tempo $(dP/dt)_{max}$, la massima pressione di esplosione (P_{max}), e l'indice di esplodibilità k_{st} , che rappresenta la velocità di crescita massima della pressione in un ambiente confinato. Ottenute le caratteristiche della polvere utilizzata nei vari processi è possibile adottare le misure di prevenzione e protezione atte a mitigare gli scenari incidentali. Lo svolgimento del lavoro sperimentale qui effettuato si basa sulla caratterizzazione dei parametri di infiammabilità ed esplosione di polveri metalliche ricoperte da strati organici, utilizzate per produrre i così detti Soft Magnetic Composites (SMC). Gli SMC sono materiali innovativi che portano molti vantaggi nell'utilizzo di macchine elettriche, nell'elettronica di segnale, di potenza e nei filtri EMI. Gli SMC sono costituiti da granuli di polvere metallica magnetica elettricamente isolati grazie al rivestimento, che rappresenta la parte più critica ed innovativa di questi composti di nuova generazione. In letteratura si ha una scarsa conoscenza del comportamento reattivo di questi nuovi materiali e per tanto lo scopo della tesi è di andare a caratterizzare le proprietà di infiammabilità ed esplodibilità di queste polveri e di apprenderne il comportamento di combustione.

1.1 Concetto di esplosione

Una esplosione consiste in una reazione di ossidazione estremamente esotermica che coinvolge un combustibile (solido, liquido o gassoso), un ossidante (di solito Ossigeno) e la presenza di una fonte di innesco. Come prodotto di reazione si ha il rilascio di una elevata quantità di energia e di una concomitante quantità di prodotti ad alta temperatura; nel caso in cui l'esplosione avvenga a volume costante si ha un rapido innalzamento della pressione che provoca un'onda d'urto. Una esplosione si può dunque caratterizzare in base alla velocità del fronte di pressione ottenendo dunque una deflagrazione o una detonazione. La deflagrazione si ha quando la velocità del fronte di fiamma è inferiore alla velocità del suono. Una detonazione invece è caratterizzata da una velocità del fronte di fiamma supersonica e causa danni maggiori. Per far sì che si verifichi una esplosione, in quanto si tratta di una reazione di combustione devono essere soddisfatte tre condizioni: la presenza di un combustibile, di un agente ossidante e la presenza di un innesco, il così detto triangolo del fuoco.

1.1.1 Esplosioni di polveri

Le particelle con una dimensione inferiore a $500\ \mu\text{m}$ sono definite 'polveri' e più del 70 % delle polveri che vengono prodotte o processate nelle attività industriali sono combustibili [1], di conseguenza la maggior parte degli impianti è potenzialmente a rischio esplosione. Nei processi industriali alcune fasi comportano movimentazione di materiali e quindi sfregamento, il taglio, la movimentazione di solidi possono provocare una dispersione di particelle fini che se disperse rischiano di innescare fenomeni esplosivi. Le esplosioni di polveri sono un fenomeno che inizia da una rapidissima combustione di particelle con diametro molto piccolo, sospese in aria. La velocità con la quale la polvere brucia è inversamente proporzionale alla dimensione delle particelle, in quanto più il grado di suddivisione del materiale è elevato e maggiore sarà la velocità con cui brucerà dando origine ad una esplosione [2] come rappresentato in **Figura 1**.

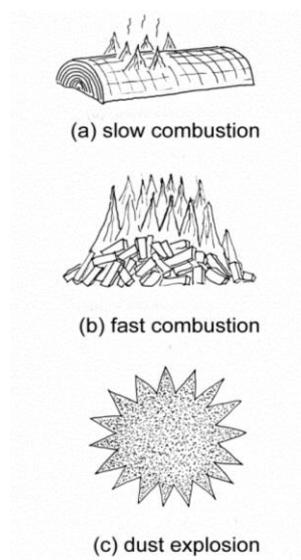


Figura 1 Illustrazione dell'aumento della velocità di combustione di una data massa di combustibile solido in funzione della superficie specifica esposta, tratto da [2]

La figura (1a) rappresenta un grosso pezzo di legno che brucia lentamente una volta acceso liberando una certa quantità di energia in un lungo periodo di tempo; man mano che viene suddiviso in più parti, quindi aumentando la superficie specifica (superficie/volume), aumenta la velocità con la quale la stessa quantità di materiale brucia; infine nell'immagine (1c) si può notare che suddividendo il materiale in una pezzatura molto fine sotto forma di polvere, la velocità di combustione diventa estremamente elevata; il fenomeno evolve come una esplosione liberando una grande quantità di energia in un brevissimo lasso di tempo.

Le polveri fini in determinate condizioni di dispersione e concentrazione possono quindi dare luogo a rapida combustione e se le condizioni lo permettono, generano una vera e propria esplosione, consentendo alla fiamma di propagarsi attraverso la nube, comportandosi in maniera simile alla propagazione della fiamma dei combustibili gassosi [3]. In generale una esplosione, e quindi anche una esplosione di polveri, comporta la formazione di ossidi secondo la reazione generale:



In questa relazione è stato considerato l'avvenimento dell'esplosione, ma più generalmente la condizione per cui si abbia la formazione di una fiamma sono necessari tre fattori: un combustibile, un ossidante e la presenza di una fonte di innesco: il così detto 'triangolo del fuoco'. Per quanto riguarda invece le polveri, affinché si verifichi un innesco che porti ad una esplosione sono necessarie altre due condizioni rispetto ad una esplosione di liquidi e gas combustibili. Le ulteriori condizioni sono che vi sia una corretta dispersione e miscelazione in aria delle polveri e che quest'ultime siano confinate. In conclusione per far sì che si verifichi una esplosione di polveri devono verificarsi contemporaneamente questi 5 fattori:

- Presenza di una polvere combustibile
- Disponibilità di un ossidante (di solito Ossigeno)
- Presenza di una fonte di innesco
- Miscelamento e corretta dispersione
- Ambiente confinato

che formano il 'pentagono delle esplosioni di polveri' [4] come mostrato in **Figura 2**

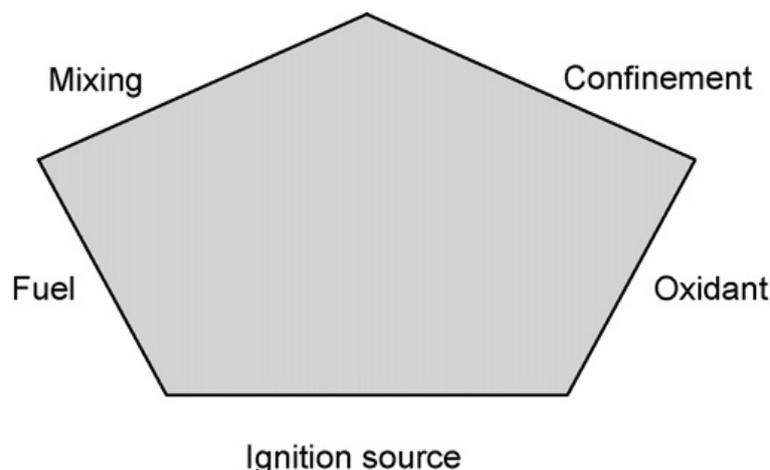


Figura 2 Pentagono delle esplosioni di polveri, tratto da [5]

1.2.1 Esplosioni primarie e secondarie

Per aver luogo un'esplosione deve essere presente nella nube una quantità adeguata di polvere in modo che la concentrazione rientri all'interno del campo di esplosività. Queste condizioni possono raggiungersi negli impianti di processo e principalmente in apparecchiature come mulini, essiccatori, miscelatori, filtri, nastri trasportatori, cicloni, silos, tramogge di stoccaggio [6] o più in generale in sistemi di aspirazione polveri o macchine per la movimentazione di materiale. Le polveri aerodisperse in caso di innesco possono reagire creando esplosioni primarie con danni di vaste dimensioni; l'ulteriore pericolosità delle polveri sta nel fatto che sono possibili esplosioni secondarie che spesso sono ancora più pericolose rispetto a quelle primarie. L'onda di pressione generata da una esplosione primaria può sollevare e disperdere in aria la polvere e i residui di lavorazione che si sono accumulati in strati nelle vicinanze. Questa nube esplosiva viene innescata e spesso provoca danni maggiori rispetto all'esplosione primaria. Quanto detto avviene siccome la polvere che viene depositata occupa un volume molto piccolo ma una volta disturbata e sollevata può facilmente disperdersi in aria e formare nubi pericolose che rientrano nel range di esplosione; infatti uno strato sottile di 1mm di spessore di polvere avente densità di 500 kg/m^3 può formare una nube di 5 m di lunghezza e di 100 g/m^3 di densità [1]. Nella **Figura 3** è rappresentato graficamente il meccanismo di formazione della nube e conseguente esplosione secondaria.

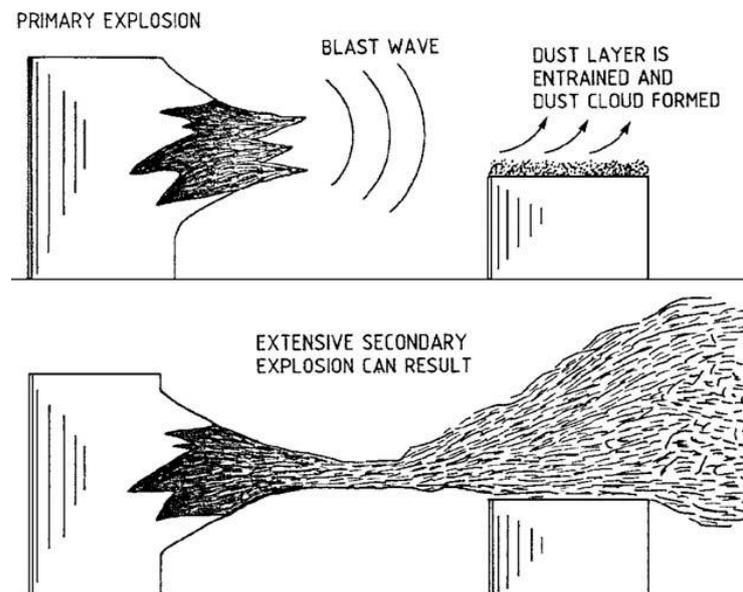


Figura 3 Meccanismo di esplosione di polveri secondarie, tratto da [5]

1.2.3 Fonti di innesco e materiali che causano esplosioni

Una nube combustibile in aria con una concentrazione di polveri che rientri nei limiti di infiammabilità ed esplosività, per essere innescata necessita della presenza di una fonte di innesco in grado da fornire una adeguata quantità di energia. Questa temperatura può essere valutata sperimentalmente in laboratorio utilizzando una procedura standardizzata dalla

normativa. Secondo invece la normativa europea EN 1127-1:2011 [8] vengono definiti 13 possibili fonti di innesco:

- Superfici calde;
- Fiamme e gas caldi;
- Scintille di origine meccanica;
- Materiale elettrico;
- Correnti elettriche vaganti, protezione contro la corrosione catodica;
- Elettricità statica;
- Fulmine;
- Onde elettromagnetiche a radiofrequenza da 10^4 a 3×10^{12} Hz;
- Onde elettromagnetiche da 3×10^{11} a 3×10^{15} Hz;
- Radiazioni ionizzanti;
- Ultrasuoni;
- Compressione adiabatica e onde d'urto;
- Reazioni esotermiche, inclusa l'autoaccensione delle polveri.

La temperatura di autoaccensione di una nuvola di polvere è definita come la temperatura di una superficie calda che può provocare l'accensione spontanea di una nuvola di polvere che viene a contatto con la superficie [7].

Le esplosioni di polveri rilasciano velocemente una grande quantità di calore dovuto alla reazione fortemente esotermica con la concomitante formazione di ossidi. Soltanto materiali che non sono degli ossidi stabili possono dare luogo ad esplosioni e questo quindi esclude sostanze come silicati, solfati, nitrati, carbonati, e fosfati le cui polveri non possono causare esplosioni, ma al contrario possono funzionare come deterrente [2]. I materiali che invece possono essere coinvolti nelle esplosioni se finemente dispersi sono:

- Materiali organici naturali (zucchero, grano, lino, ecc...);
- Materiali organici sintetici (pigmenti organici, plastiche, pesticidi, ecc...);
- Carbone;
- Metalli (ferro, magnesio, alluminio, zinco, ecc...).

1.3 Fattori che influenzano le proprietà di accensione ed esplosione

Le esplosioni di polveri rispetto alle esplosioni di gas e vapori sono caratterizzate da un meccanismo più complesso in quanto le variabili che influenzano l'infiammabilità della miscela sono molteplici. I parametri che entrano in gioco che modificano sensibilmente l'infiammabilità e l'entità dell'esplosione sono:

- Superficie specifica;
- Granulometria delle polveri;
- Natura chimica;
- Contenuto di umidità;
- Concentrazione della nube;
- Turbolenza;

1.3.1 Superficie specifica

La superficie specifica è definita come la superficie per unità di volume del solido (Superficie/Volume). Riducendo le dimensioni delle particelle questo rapporto tende ad aumentare e proporzionalmente anche la velocità di combustione della particella. Si può intuire facilmente che la dimensione delle polveri gioca un ruolo fondamentale sulla cinetica delle esplosioni. Il grado di suddivisione di un solido quindi è strettamente correlato alla superficie specifica. Come si può notare dalla Figura 4 suddividendo un cubo in otto cubetti (il volume totale è sempre lo stesso), l'area esposta aumenta. Si parte da un cubo di dimensione L per ottenere dopo la suddivisione otto cubi di dimensione L/2. L'area totale è aumentata di un fattore 2. Un ragionamento simile può essere fatto per particelle di dimensione sferica secondo la relazione 1.1:

$$S = \frac{\pi x^2}{\frac{\pi}{6}x^3} = \frac{6}{x} \quad 1.1$$

dove x è il diametro della particella sferica. Ragionando sulla relazione 1.1 si nota facilmente come l'area specifica sia inversamente proporzionale al diametro della particella e quindi suddividendo il materiale in parti sempre più fini si aumenta l'area a disposizione.

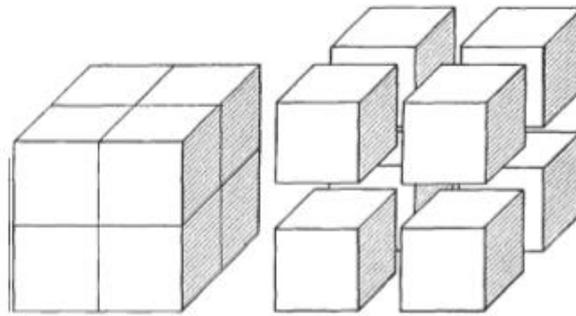


Figura 4 Illustrazione dell'aumento della superficie specifica di un solido con l'aumento della suddivisione, tratto da [2]

Particelle dello stesso materiale ma suddivise in dimensioni diverse danno luogo a esplosioni di entità e violenza differenti come mostrato dalla **Figura 5**.

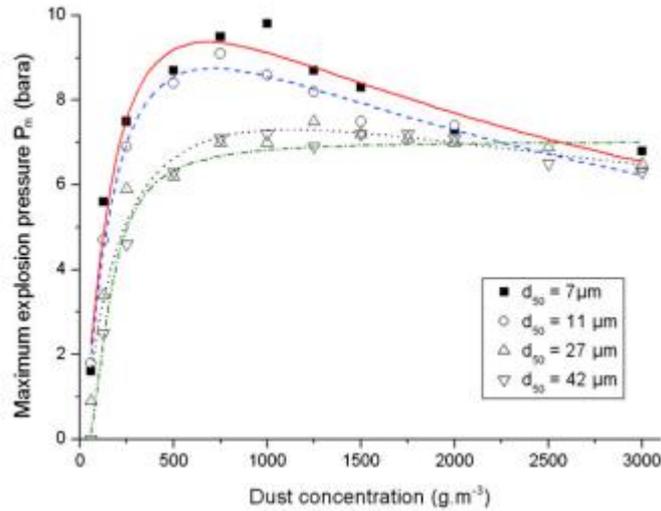


Figura 5 Pressione massima di esplosione di diverse granulometrie di particelle di alluminio, tratto da [9]

Come si può notare dalla Figura 5, con il diminuire della dimensione delle particelle, si registra un aumento della massima pressione di esplosione e soprattutto un aumento della pendenza della curva nel tratto di risalita della pressione. L'aumento della pendenza della curva si traduce in un aumento del valore di $(dP/dt)_{\max}$ che è direttamente collegato al k_{st} (indice di esplodibilità). Ciò sta ad indicare che ad una diminuzione del diametro delle particelle e quindi un aumento progressivo della superficie specifica disponibile, corrisponde un maggior valore di k_{st} e dunque una maggior violenza di esplosione.

1.3.2 Natura chimica delle polveri

Due aspetti da tenere in considerazione nel meccanismo delle esplosioni di polveri sono la termodinamica e la cinetica. La termodinamica da informazioni sulla quantità di calore liberato durante l'esplosione e la cinetica dice con quale velocità viene dissipata questa energia. La natura chimica delle particelle influenza entrambi questi aspetti. Nella **Tabella 1** si può notare come materiali diversi mostrino una quantità di energia sviluppata differente per mole di ossigeno consumata.

Substance	Oxidation product (s)	KJ/mole O ₂
Ca	CaO	1270
Mg	MgO	1240
Al	Al ₂ O ₃	1100
Si	SiO ₂	830
Cr	Cr ₂ O ₃	750
Zn	ZnO	700
Fe	Fe ₂ O ₃	530
Cu	CuO	300
Sucrose	CO ₂ and H ₂ O	470
Starch	CO ₂ and H ₂ O	470
Polyethylene	CO ₂ and H ₂ O	390
Carbon	CO ₂	400
Coal	CO ₂ and H ₂ O	400
Sulphur	SO ₂	300

Tabella 1 Calore di combustione di diverse sostanze per mole di ossigeno consumata, tratta da [2]

Si possono notare differenze sostanziali di calore sviluppato tra i vari materiali indicati in tabella 1, che dovranno poi essere correlate sperimentalmente alla cinetica di combustione per comprenderne l'effetto. Un esempio può essere quello della combustione di polvere di PVC e di Polietilene; i due materiali possiedono calori di combustione molto simili ma presentano una cinetica di esplosione sensibilmente differente.

1.3.3 Contenuto di umidità

Il contenuto di umidità nella polvere riduce sia i parametri di innesco che la magnitudo dell'esplosione. Più è presente umidità all'interno della polvere e più si ha un effetto inibitorio in quanto da una parte una certa quantità del calore prodotto dall'esplosione viene impiegato per vaporizzare l'acqua presente e quindi come conseguenza si ha una minor violenza di esplosione. Inoltre l'umidità favorisce l'agglomeramento di particelle fini riducendo la distanza inter-particellare e formando ponti liquidi tra particelle [10]. Per particelle fini questo comportamento può causare l'aumento delle dimensioni apparenti e riduzione della superficie specifica e della deperibilità in aria. Con l'aumento dell'umidità i parametri esplosivi come la massima pressione di esplosione (P_{max}) e la velocità di aumento della pressione $(dP/dt)_{max}$ diminuiscono linearmente. La massima Pressione di esplosione (P_{max}) rappresenta il massimo valore di pressione che si registra dopo l'innesco e l'evoluzione della reazione esotermica. Invece la massima velocità di aumento della pressione $(dP/dt)_{max}$, indica la violenza con la quale avviene l'esplosione in quanto direttamente correlato all'indice di esplodibilità k_{st} , che viene utilizzato come parametro chiave per la classificazione delle pericolosità esplosive di una polvere. Nella curva Pressione-tempo si ricava come la pendenza massima nel tratto di aumento della pressione. Come si può notare dalla **Figura 6** un aumento del contenuto di umidità comporta una diminuzione dei parametri esplosivi.

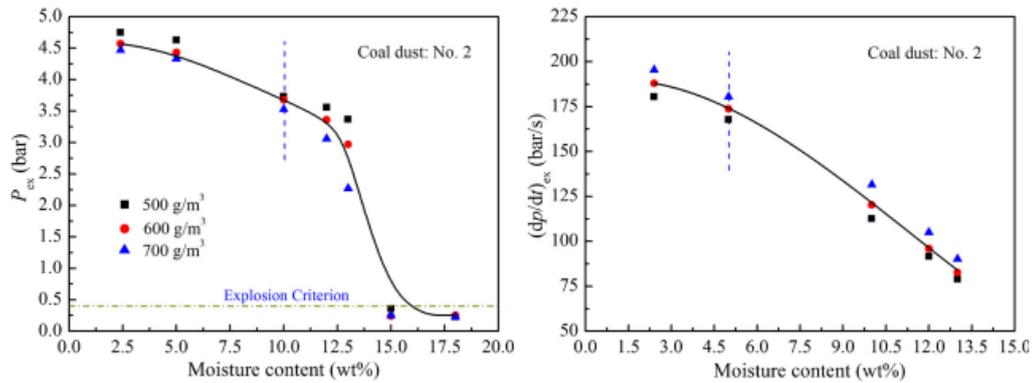


Figura 6 Parametri esplosivi P_{max} (immagine a sinistra) e $(dP/dt)_{max}$ (immagini a destra) di polvere di carbone al variare del contenuto di umidità, tratto da [10]

1.3.4 Concentrazione della nube

Per aver luogo un'esplosione è necessario che la concentrazione delle polveri rientri all'interno del range di infiammabilità di quella determinata polvere. Questo concetto è analogo alla combustione omogenea di gas e combustibili, per i quali vi sono presenti i limiti inferiori e superiori di infiammabilità. Il range di esplosione di polveri è abbastanza stretto come si può notare dalla **Figura 7**. Dall'immagine si nota inoltre che anche se le normative riguardanti l'igiene degli ambienti industriali richiedono una concentrazione di polveri molto inferiore al range di infiammabilità, condizioni pericolose possono comunque verificarsi in caso di accumulo di strati polverosi e successiva dispersione in aria. Come già trattato in precedenza in caso di esplosioni primarie, le polveri stratificate e non rimosse possono ridispersarsi creando nubi che presentano concentrazioni ben superiori al range di esplodibilità e causare vere e proprie esplosioni.

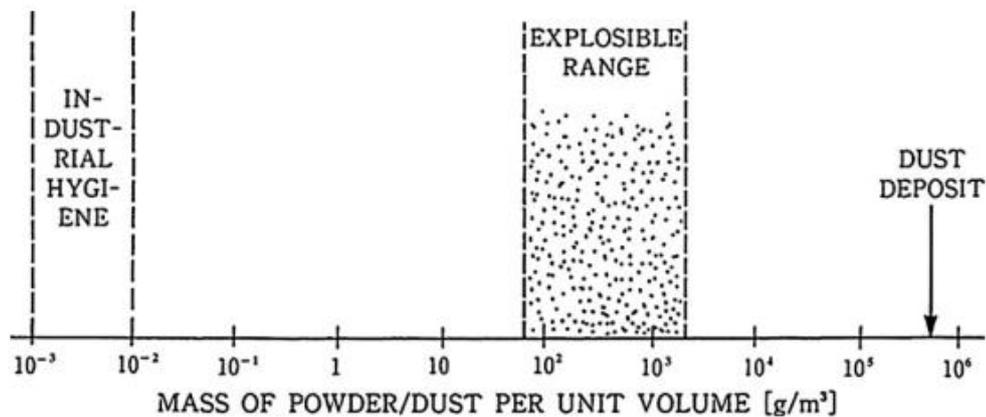


Figura 7 Range di esplodibilità di polvere di materiale organico (amido di mais), tratto da [11]

Un parametro significativo è la concentrazione minima che causa un'esplosione, in quanto il limite superiore non è di grande rilevanza siccome è difficile da studiare e non rappresenta comunque una condizione di sicurezza come dimostrato dalle esplosioni secondarie. Il parametro che viene determinato è il MEC, cioè la concentrazione minima di polvere in grado di sostenere la combustione e pertanto dare luogo ad una esplosione.

1.3.5 Contenuto di Ossigeno

Come ci si può immaginare, sia la sensibilità all'accensione che la violenza dell'esplosione sono correlate con la quantità di ossigeno presente nella miscela esplosiva di polveri. I risultati mostrati nella **Figura 8**, tratta da [2], mostrano che sia la massima pressione di esplosione che la velocità massima di aumento della pressione diminuiscono con il diminuire del contenuto di ossigeno.

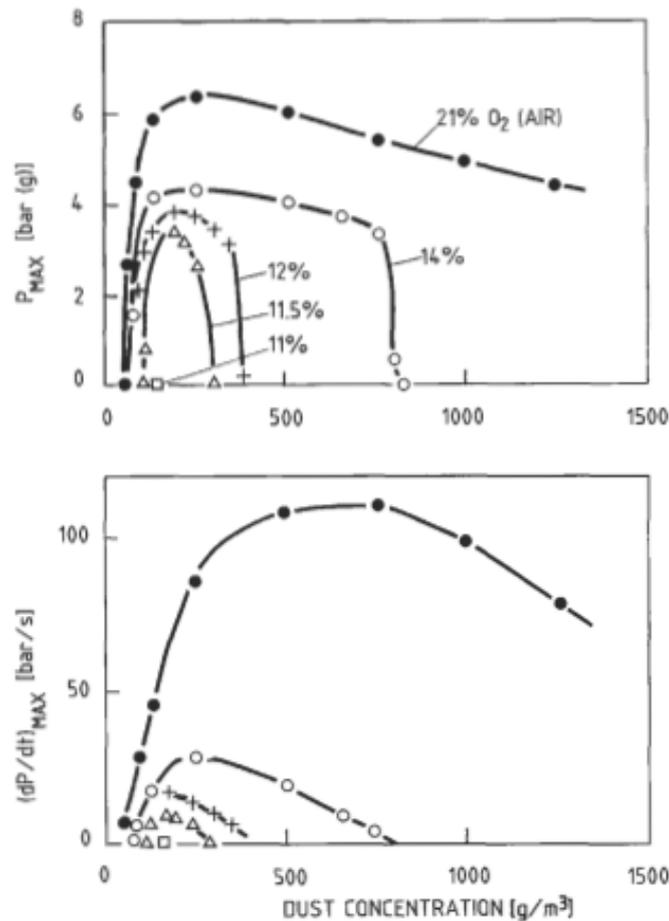


Figura 8 Variazione della massima pressione di esplosione e massima velocità di risalita della pressione al variare del contenuto di ossigeno di polvere di carbone, tratto da [2]

Si può notare immediatamente che variando la concentrazione di ossigeno dal 21% circa presente in aria nelle condizioni atmosferiche all'11,5% si ha una riduzione della $(dP/dt)_{MAX}$ di un ordine di grandezza, mentre una riduzione della massima pressione di esplosione di un fattore 2. Questo sta a dimostrare la grande influenza dell'ossigeno durante la cinetica della reazione di combustione. Per particelle molto fini l'influenza del contenuto di ossigeno nella nube non è molto marcato ma man mano che le dimensioni delle particelle aumentano, aumenta anche la quantità di ossigeno che è richiesta per ottenere una buona combustione.

1.4 Polveri ricoperte

Negli ultimi anni, con l'obiettivo di ottenere materiali compositi che permettano di ridurre al minimo le perdite per correnti parassite all'interno di nuclei magnetici, sono stati sviluppati nuovi materiali ferrosi. Questi materiali sono composti da una matrice ferrosa ricoperta da uno strato che le isola elettricamente con diversi involucri in modo da soddisfare diverse esigenze; questi nuovi materiali vengono definiti Soft Magnetic Composites (SMC). Lo stadio più critico della produzione è quello su cui verte la maggior parte della ricerca è la deposizione dello strato isolante e legante che determina le caratteristiche della polvere. Il materiale isolante può essere ottenuto da composti organici o inorganici e questo influenza il limite di temperatura ai quali i materiali possono resistere. Sono possibili numerosi utilizzi di questi materiali, ognuno con lo scopo di soddisfare una specifica applicazione, in quanto ogni materiale isolante presenta i propri limiti operativi [12]. Ad esempio utilizzando come strato isolante l'alluminio si ottengono elevate perdite di corrente e scarse proprietà meccaniche, mentre adottando invece rivestimenti in silicone, si possono migliorare le proprietà meccaniche. Rivestimenti ai fosfati per esempio garantiscono delle caratteristiche più omogenee.

1.4.1 Introduzione ai SMC

I primi tentativi di ottenere dei materiali compositi formati da un nucleo di ferro risalgono agli anni '60 ma lo sviluppo vero e proprio degli attuali SMC risale attorno agli anni '80. La metallurgia delle polveri ha reso possibile l'introduzione di nuovi materiali e prodotti sul mercato con molti vantaggi nel campo delle macchine elettriche, elettronica di segnale e filtri EMI, grazie alla drastica diminuzione delle perdite di correnti parassite. Questi materiali vengono utilizzati nell'industria dei computer, elettronica e nelle telecomunicazioni e presentano diversi vantaggi come la riduzione del peso e delle dimensioni delle apparecchiature. La struttura dei SMC è composta da granuli di polvere di ferro isolati elettricamente sfruttando il materiale magneticamente isotropo e la parte più critica di questi materiali innovativi risiede nella ricopertura della polvere metallica da parte del materiale isolante che spesso funge anche da legante. Le proprietà magnetiche del ferro sono strettamente dipendenti dalla percentuale del metallo, in quanto impurezze di vario tipo anche in quantità molto piccole, possono causare una drastica diminuzione delle proprietà come mostrato in Figura 9.

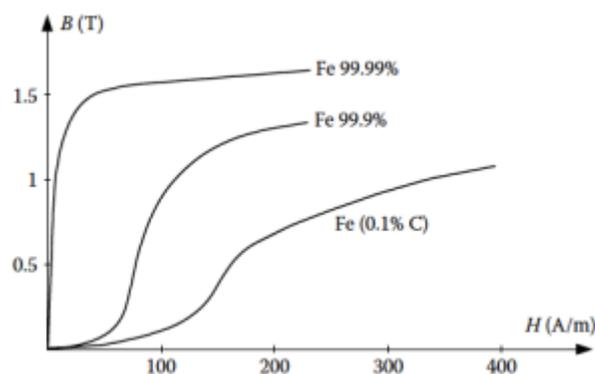


Figura 9 Variazione della caratteristica B-H del ferro al variare della percentuale di impurezze (tratta da [13])

Le due caratteristiche chiave del nucleo di ferro sono la permeabilità magnetica e le perdite in ferro che sono correlate alle tecniche di preparazione e produzione di questi materiali. Il processo di rivestimento delle polveri rappresenta un punto cruciale nella produzione dei SMC; tra le diverse tecnologie vi sono i rivestimenti nanocompositi che sono strutturati da una matrice polimerica miscelati con additivi e solventi per ottenere rivestimenti multifunzionali; altri rivestimenti come il Poliuretano con proprietà anticorrosive e resistenti alle alte temperature. Un altro processo di rivestimento adottato è il Processo di Ossidazione Elettrolitica al Plasma (PEO) con spiccate proprietà anticorrosive. Le proprietà magnetiche ed energetiche finali degli SMC sono proporzionali al rapporto in volume tra la polvere magnetica e il materiale isolante/legante. Lo spessore dello strato isolante risulta essere inversamente proporzionale all'effetto legante e all'isolamento elettrico, dunque deve essere massimizzato, riducendo il coating ad uno strato sottile attorno ad ogni particella metallica. I pori e la granulometria delle polveri sono parametri determinanti del componente finale; i pori fungono da iniziatori di crepe e riducono la sezione portante durante le sollecitazioni, e inoltre provocano maggiori perdite di ferro. Anche le proprietà magnetiche come la permeabilità e l'induzione magnetica sono affette negativamente dalla presenza dei pori. Per quanto riguarda la granulometria le particelle più piccole dissipano minori quantità di correnti parassite mentre le più grandi conducono rilevanti quantità di correnti a frequenza più elevate, vanificando l'effetto isolante del rivestimento. La dimensione della polvere risulta essere inoltre inversamente proporzionale al campo di smagnetizzazione interno, che è la causa principale delle perdite per isteresi. Le particelle con dimensioni inferiori presentano maggiori perdite per isteresi ed una saturazione anticipata, ovvero un aumento del campo magnetico esterno non provoca un aumento ulteriore dell'induzione magnetica. L'ultimo punto chiave nel processo di produzione degli SMC è il trattamento termico ad alta temperatura che risulta estremamente utile nel recuperare positivamente le sollecitazioni interne del materiale metallico e nel migliorare le proprietà meccaniche. Il trattamento termico finale risulta essere uno step delicato in quanto temperature troppo elevate possono andare a danneggiare irreversibilmente lo strato isolante con conseguente perdita del rivestimento e aumento repentino delle perdite di correnti parassite. In Figura 10 si può notare la rappresentazione schematica delle particelle SMC composte da una matrice ferromagnetica avvolte da uno strato isolante attorno alla superficie.

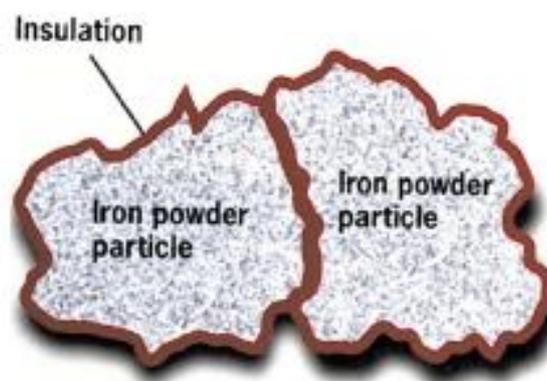


Figura 10 Illustrazione schematica di un SMC, composto da un nucleo ferromagnetico ricoperto da materiale isolante, tratto da[14]

I campi di utilizzo dei SMC sono molteplici quindi ogni rivestimento viene applicato ad hoc per ottenere determinate caratteristiche della polvere. Ad esempio i materiali utilizzati per la radiofrequenza come gli assorbitori EMI necessitano di polveri molto fini e ben isolate con uno spesso strato di coating. Per quanto riguarda invece gli SMC utilizzati nelle

macchine elettriche presentano una granulometria di dimensioni maggiori con uno strato sottile di isolante caratterizzati da un ampio ciclo di isteresi. Come si può intuire la scelta del materiale isolante gioca un ruolo cruciale nelle proprietà e caratteristiche finali dei SMC. Il materiale di coating può essere di natura inorganica, organica oppure formato da soluzioni ibride. Il materiale inorganico fornisce elevate resistenze meccaniche e buone resistenze ad elevate temperature. I rivestimenti in materiale organico garantiscono un buon isolamento elettrico in quanto riescono ad avvolgere completamente le particelle ferromagnetiche, ma soffrono i trattamenti termici ad elevate temperature e dunque non si possono scaldare al di sopra dei 400-500 °C. I processi di rivestimento delle particelle derivano dalle tecnologie di lavorazione dei polimeri come lo stampaggio a compressione, stampaggio a iniezione e polimerizzazione.

1.4.2 Caratteristiche dei nuclei ferromagnetici

Di solito sono usati 2 tipi di materiali, che dipendono dalle applicazioni e dalle esigenze. Questi materiali sono: materiali ferromagnetici, composti principalmente da ossidi ceramici di svariati metalli come per esempio le ferriti adatte ad un ampio range di frequenze da pochi kHz ad oltre 80 MHz; oppure si utilizzano materiali ferromagnetici di nichel e ferro che sono adatti per basse frequenze, inferiori a 2 kHz. Le proprietà caratteristiche dei SMC includono l'isotropia termica e magnetica, con basse perdite di correnti parassite e bassa perdita di nucleo ferromagnetico, alta permeabilità magnetica, alta magnetizzazione residua, alta resistività, e piccole dimensioni [14]. E' necessario che le polveri metalliche presentino proprietà ferromagnetiche, dunque vengono utilizzati metalli come il ferro puro e alcune sue leghe tra cui Ferro-Silicio, Ferro-Cobalto o Ferro-Fosforo. Vi sono inoltre altre caratteristiche da considerare per le polveri che sono determinanti nel processo di compattazione effettuato per la formazione dei manufatti finali. Tra queste vi sono la scorrevolezza, che indica la velocità con la quale viene riempita la camera utilizzata per la compattazione; la densità apparente che dipende dalla quantità e tipo di lubrificante utilizzato e dalla quantità di resina miscelata alla polvere, come si può vedere dalla **Figura 1**.

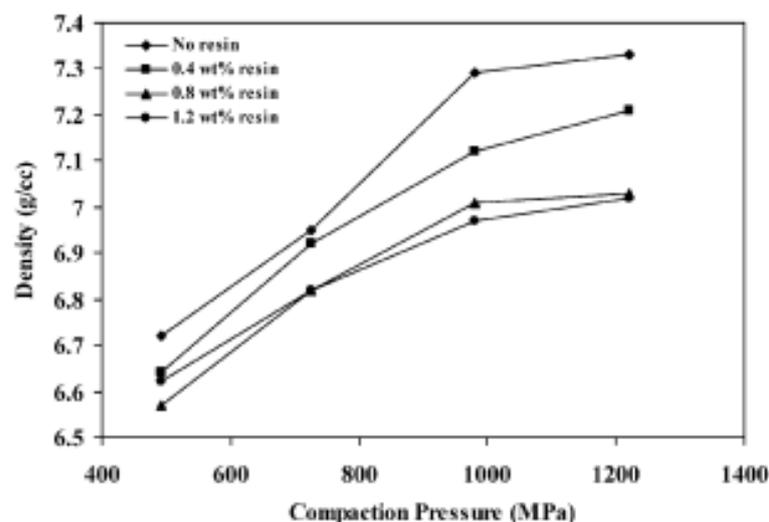


Figura 11 Densità del green in funzione della pressione della compattazione, tratto da [15]

La comprimibilità che indica il valore massimo di pressione che bisogna garantire per raggiungere una determinata densità del green. Il ritorno elastico che è un fattore molto importante in fase di progettazione e scelta dello stampo, in quanto si devono garantire le tolleranze richieste. Infine la resistenza del green o provino che è fondamentale in quanto la presenza di macro difetti quali cricche possono comportare la rottura dell'oggetto durante le lavorazioni successive.

1.4.3 Coating isolante

Lo strato che riveste le particelle di ferro è di solito composto da un materiale di natura organica o inorganica. Questo ha lo scopo principale di isolare elettricamente le particelle ferrose e ridurre il più possibile le perdite di potenza dovute alle correnti parassite. Prima di applicare attorno alla polvere lo strato di coating si può effettuare un trattamento termico in modo da formare attorno allo strato superficiale della particella uno strato di ossido con lo scopo di migliorare sensibilmente la resistività elettrica. Lo strato isolante dovrà avere uno spessore con dimensioni comprese tra i micrometri e i nanometri, in funzione delle caratteristiche finali del manufatto e delle proprietà desiderate.

1.4.4 Rivestimenti inorganici

I rivestimenti inorganici utilizzati per ricoprire particelle ferrose ed isolarle elettricamente includono diversi componenti come ossidi, fosfati, solfati, ferriti, leghe di alluminio, allumina e titanio. Spesso vengono anche utilizzati composti ceramici che mostrano un comportamento dia-magnetico. I materiali per il rivestimento vengono miscelati meccanicamente o ottenuti grazie a pretrattamenti. Per applicare il coating alle polveri esistono generalmente due metodi, metodi chimici ad umido e metodi chimici a secco [14]. Nei processi a secco viene ossidata in una fornace la polvere metallica alla temperatura e pressione adatta, mentre in quello ad umido uno strato di polvere inorganica viene fatta precipitare sulla superficie metallica. I metodi ad umido sono più complessi in quanto necessitano di un controllo di tempo di permanenza e composizione della soluzione precipitante adeguati.

1.4.5 Rivestimenti organici

I rivestimenti organici comunemente utilizzati nei SMC sono composti da resine epossidiche, resine siliconiche, resine fenoliche e resine termoplastiche. Vengono classificati in polimeri termoplastici e polimeri termoindurenti e presentano caratteristiche dielettriche.

I polimeri termoindurenti come le resine epossidiche e fenoliche si presentano allo stato liquido o pastoso e vengono miscelate con la polvere ferrosa; successivamente la miscela di ferro e polimero viene compattata e trattata termicamente ad una temperatura non troppo elevata per non danneggiare la resina. In questa fase avviene la reticolazione che solidifica e consolida il green. Grazie alla reticolazione che crea dei legami intra e inter catena, si ottengono una buona stabilità alla temperatura e ottime proprietà meccaniche.

I polimeri termoplastici si presentano come una sostanza solida nella prima fase di miscelazione con le polveri. Vengono compattati e poi su di essi viene effettuato il trattamento termico che va a fondere la parte polimerica e dopo successiva solidificazione vanno a formare il green delle dimensioni volute.

Per ottenere la massima permeabilità magnetica deve essere massimizzato il contenuto di ferro e minimizzato il più possibile lo strato di isolante organico che va però a ridurre la resistenza fisica del nucleo ferroso. Le particelle ferromagnetiche vengono ricoperte dai polimeri sfruttando diverse tecnologie come:

- polimerizzazione del polimero sulla superficie della particella;
- dispersione di particelle di ferro in una soluzione di polimero e successiva rimozione del solvente

Spesso polimeri resistenti ad alte temperature non vengono utilizzati in quanto non possiedono le caratteristiche ideali per ricoprire perfettamente le polveri non riuscendo a formare un sottile strato omogeneo attorno alla matrice ferrosa. Viene di solito preferito un polimero termoindurente al posto di uno termoplastico con lo scopo di minimizzare il più possibile l'effetto delle variazioni di temperatura sulle caratteristiche meccaniche e magnetiche del prodotto finale.

1.4.5 Processo produttivo dei SMC

Il processo di produzione dei Soft Magnetic Composites può essere sinteticamente rappresentato come in **Figura 12 2**:

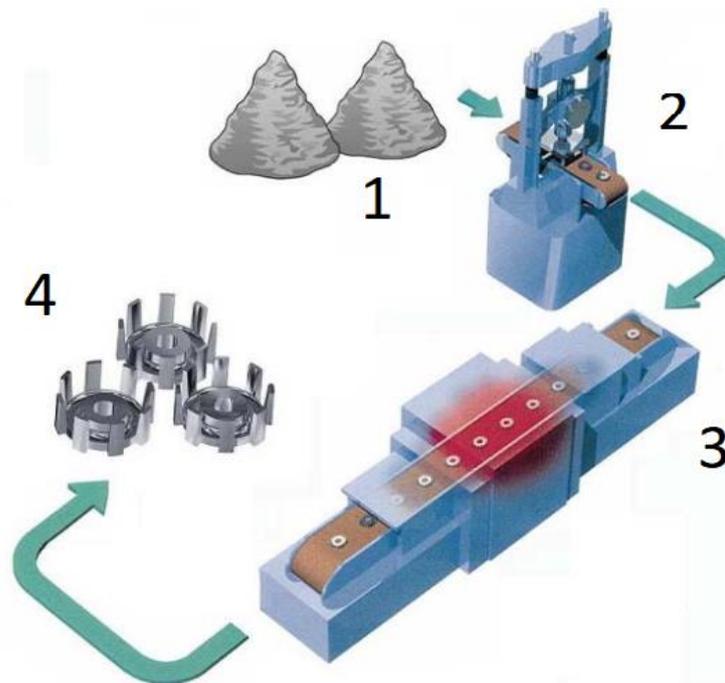


Figura 12 Rappresentazione schematica dei principali step di produzione dei SMC: (1) fase di miscelazione; (2) fase di compattazione; (3) trattamento termico del green; (4) manufatto finale; (tratto da [16])

La prima fase di produzione di un manufatto in SMC consta nella miscelazione dei componenti principali che compongono il prodotto finito: la polvere metallica ferromagnetica, il polimero isolante che comporrà il layer attorno alle particelle e il lubrificante. Il corretto mixing dei materiali costituenti può essere raggiunto usando diverse strategie meccaniche. Un esempio è rappresentato dal sistema di miscelazione denominato turbula mostrato in **Figura 13**.



Figura 13 Immagine del miscelatore denominato ‘turbula’, tratta da [17]

Questo sistema di miscelazione presenta elevate efficienze ed ottime prestazioni dovute al movimento tridimensionale che viene a crearsi favorendo la coalescenza e l’omogeneizzazione delle polveri all’interno del recipiente. Il tempo di mixing necessario per ottenere tali risultati è di 30 minuti. Le sollecitazioni meccaniche che vengono prodotte in questa fase del processo causano due principali effetti:

- formazione di particelle di piccolissime dimensioni inferiori al micron;
- incrudimento della polvere ferromagnetica

Conseguenze che possono portare ad un aumento di perdite magnetiche per isteresi, e per le particelle di piccolissime dimensioni si registra un aumento più marcato di perdite per isteresi che risultano aumentare notevolmente al diminuire della dimensione delle particelle. Il trattamento che verrà effettuato per mitigare l’incrudimento delle particelle di ferro, è quello termico che provocherà la distensione delle tensioni interne. Durante il trattamento termico avviene la fase di compattazione con incremento della densità e del ritorno elastico dovuto alle tensioni e forze interne che si manifestano durante la fase di compattazione. Un importante parametro da tenere in considerazione in questa fase è l’altezza della camera di compattazione del green perché determina lo spessore dell’oggetto finale e la pressione alla quale viene sottoposto. Nella **Figura 4** viene riportata una immagine di come si presenta un provino di materiale SMC dopo la fase di pressatura.



Figura 14 Immagine di un provino SMC dopo pressatura, tratto da [17]

Il terzo step prevede l'aumento di temperatura in modo da effettuare un trattamento termico che non deve essere troppo spinto in quanto nel sistema in esame vi è la presenza di materiale polimerico che quindi risulta essere labile alle elevate temperature. Questa fase non viene effettuata per portare a sinterizzazione il materiale, ma per apportare una distensione delle tensioni interne al provino. Il green dopo questa fase risulterà più fortemente incrudito andando quindi a ridurre le perdite per isteresi e a migliorare le proprietà magnetiche, oltre che a migliorare le proprietà meccaniche di resistenza. Si sfrutta dunque non solo la pressione come mezzo utilizzato nella compattazione del green ma anche la temperatura per ottenere determinate proprietà meccaniche, di isolamento elettrico e magnetiche. In base al polimero o in generale al materiale utilizzato come layer isolante verrà determinata la massima temperatura di trattamento per non andare incontro a fenomeni degradativi e indesiderati.

In questa fase si ha principalmente il consolidamento dei campioni SMC in modo da effettuare la reticolazione della parte di natura polimerica termoindurente. Le caratteristiche e i parametri adottati in questo processo dipendono strettamente dal tipo di resina utilizzata per ricoprire le particelle. Nel caso di utilizzo di una resina epossidica si adopera un riscaldamento iniziale dalla Temperatura ambiente alla Temperatura di 150°C nel corso di 30 minuti (quindi con una rampa di variazione di temperatura di circa 5°C/min); si rimane a questa Temperatura di 150°C per 6 ore per poi riportare il provino alla Temperatura ambiente in un tempo di 30 minuti.

Infine per ottenere il manufatto finale, i campioni vengono carteggiati e fresati in modo da rimuovere le imperfezioni sui bordi e ad apportare le forme geometriche ricercate e delle dimensioni opportune.



Figura 15 Esempio di provino a forma di disco, tratta da [17]

Successivamente i provini vengono fresati in modo da ottenere delle toroidi come mostrato nella Figura 15, di dimensioni indicate nella Tabella 2.

Tabella 2 Dimensioni geometriche toroide

Diametro esterno	45mm
Diametro interno	35mm
Spessore	5mm



Figura 16 Esempio di provino fresato di forma toroidale, tratta da [17]

Le ultime operazioni meccaniche che vengono effettuate sui provini sono il carteggio per la rimozione delle bave; mediante l'ausilio di un calibro vengono effettuate le misurazioni geometriche di diametro e spessore e infine vengono pesati utilizzando una bilancia con sensibilità opportuna.

Vengono poi realizzati due avvolgimenti in modo da consentirne una caratterizzazione magnetica completa con il metodo della prova a vuoto su trasformatore.

1.4.6 Vantaggi e Svantaggi nell'utilizzo dei SMC

Uno dei maggiori vantaggi che offrono gli SMC è il fatto di avere una isometria 3D, il che permette di sfruttare un flusso magnetico che sia isotropo in tutte e tre le dimensioni, cosa che non può essere sfruttata nel caso dell'utilizzo di lamierini che presentano una isometria 2D, con peggiori prestazioni. Questa proprietà si può ben notare nella Figura 7:

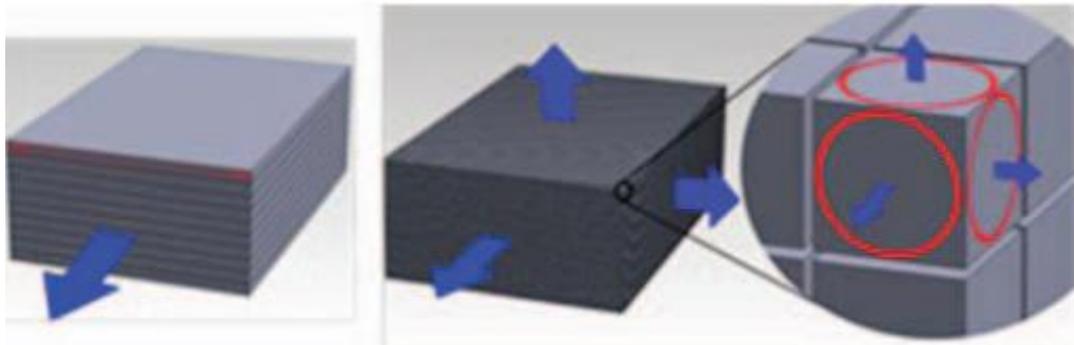


Figura 17 Comparazione di un lamierino 2D e un oggetto SMC con isometria 3D, tratto da [17]

Grazie all'utilizzo degli SMC si possono sostituire, con numerosi vantaggi, i tradizionali lamierini utilizzati nelle applicazioni dei materiali ferromagnetici, anche perché è possibile realizzare provini con geometria difficilmente ottenibile in altro modo. I SMC aprono le porte per l'ottenimento di materiali con forme e geometrie specifiche portando benefici nelle prestazioni, riduzione di costi di produzione, diminuzione delle parti che costituiscono il manufatto e in riduzione delle dimensioni. Permettono inoltre di ottenere delle ottime finiture superficiali senza andare ad effettuare diversi step di lavorazione.

Ulteriore vantaggio degli SMC risiede nelle prestazioni magnetiche con basse perdite per correnti parassite. In questo modo è possibile far lavorare gli SMC ad una frequenza elevata e controllarne la permeabilità magnetica come illustrato nella **Figura** .

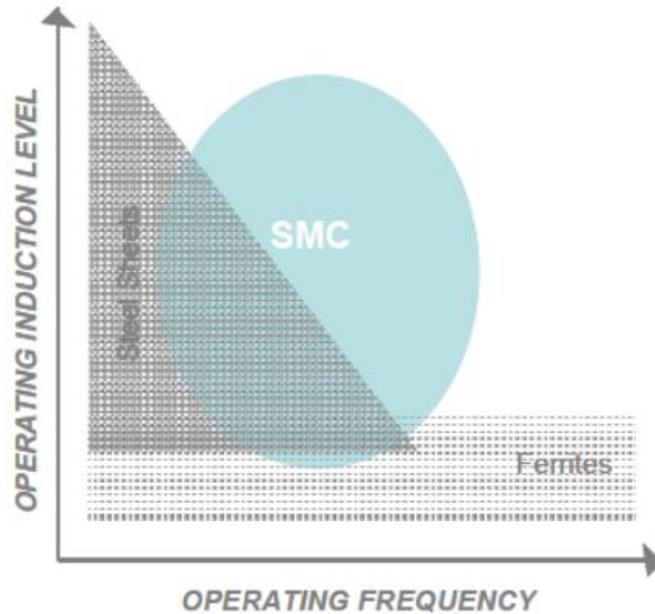


Figura 18 Grafico qualitativo di confronto delle proprietà di SMC rispetto a soluzioni tradizionali, tratto da [18]

Inoltre, dalla **Figura** si nota come i SMC presentano un aspetto di importanza rilevante in ambito ambientale in quanto sono facilmente riciclabili rispetto alle passate tecnologie basate sull'utilizzo di lamierini come componenti costituenti del manufatto finale.



Figura 19 Differenza di riciclabilità tra un oggetto ottenuto con soluzioni tradizionali (a sinistra) e lo stesso oggetto utilizzando i SMC (a destra), tratto da [19]

Vi sono comunque aspetti critici e limitanti che riguardano questi materiali innovativi principalmente dovuti all'utilizzo di materiali polimerici come strato isolante attorno alle particelle ferromagnetiche. Proprio a causa della presenza del materiale organico non è possibile effettuare la sinterizzazione in quanto porterebbe a degradazione delle catene polimeriche e perdita delle proprietà gradite. In base al tipo di materiale utilizzato per formare il coating, si sceglie la massima temperatura alla quale può effettuarsi il trattamento

in modo da non superare la resistenza meccanica del polimero. All'interno dei SMC vi è la presenza di stati tensionali residui che vanno a migliorare la resistenza a compressione del manufatto. Questa proprietà ricercata è però in contrapposizione con il trattamento termico che tende a rilassare il materiale e a scaricarlo dalle tensioni interne. All'aumentare del tempo e della temperatura del trattamento termico, diminuisce lo stato tensionale interno e come ultimo effetto si registrano delle perdite per isteresi più marcate.

1.4.7 Applicazioni finali dei SMC

I SMC fino ad adesso descritti con le loro proprietà vengono utilizzati con lo scopo di ottenere principalmente attuatori, motori elettrici, trasformatori di impulsi e filtri per elettronica di potenza. Di seguito verranno brevemente trattate le principali applicazioni che sono prodotte dalla Höganäs AB, la quale ha fornito la polvere metallica di ferro studiata nel seguente lavoro di ricerca:

- Attuatori a commutazione rapida e trasformatori di impulsi (Figura 20) sono esempi di manufatti che sfruttano soluzioni innovative come quelle dei SMC e trovano utilizzo nell'ambito automobilistico nei motori e nei sistemi di iniezione.



Figura 20 Iniettore e i suoi nuclei in materiali SMC di un motore Diesel, tratto da [19]

- Motori elettrici, tra cui possiamo distinguere motori a flusso assiale o motori a flusso trasversale. Un esempio di motore a flusso assiale si ha nella **Figura 21** dove sono presenti due rotori nella parte più esterna e uno statore centrale con gli avvolgimenti di rame.

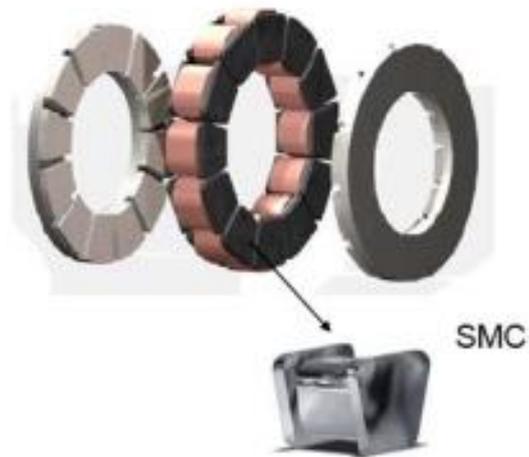


Figura 21 Immagine di un motore elettrico a flusso assiale, tratto da [18]

I motori elettrici più utilizzati adottando tecnologie SMC sono quelli a flusso trasversale, dove un esempio è tratto dalla Figura 22

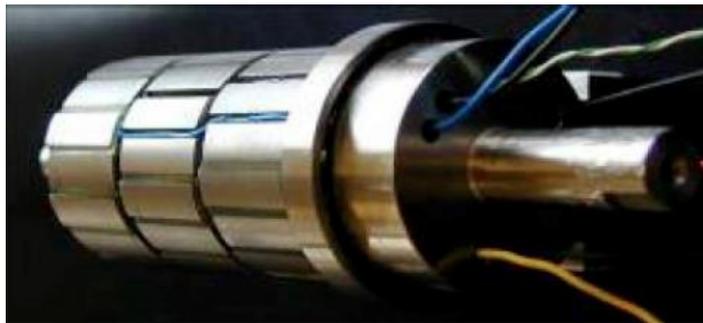


Figura 22 Immagine di un motore trifase elettrico dotato di flusso trasversale, tratto da [18]

Come si può notare invece dalla **Figura 23** 3, l'utilizzo delle tecnologie SMC comporta un notevole risparmio di parti meccaniche da assemblare favorendo la semplicità del sistema e le fasi di assemblaggio e manutenzione.



Figura 23 Differenza di parti meccaniche utilizzando due tecnologie differenti, usando soluzione tradizionale con i lamierini (a sinistra), oppure adottando tecnologie innovative SMC (a destra), tratto da [18]

- Filtri per l'elettronica di potenza. L'utilizzo dei materiali SMC in questo settore sta aumentando data la richiesta dell'elettronica in svariate applicazioni e dovuto al fatto che permettono di diminuire drasticamente le perdite di potenza causate da correnti parassite

2. Materiali e metodi

2.1 Polveri ferromagnetiche

I campioni utilizzati per effettuare i test di infiammabilità ed esplodibilità sono materiali ferrosi e non, di diversa composizione. Vengono effettuati questi test in quanto avendo le polveri un range dimensionale al di sotto dei 500 micron possono essere considerate potenzialmente pericolose se poste in condizioni che creino il presupposto di una esplosione, in particolare durante la lavorazione, trasporto e lo stoccaggio di questi materiali. Le polveri testate in laboratorio sono:

- Polvere di Ferro puro denominata FeABC
- Polvere ricoperta SMC denominata LV5
- Polvere ricoperta SMC denominata LV8
- Polvere definita 'da fresa' ovvero ottenuta fresando i manufatti finali per apportare le finiture superficiali desiderate
- Polvere definita per ragioni di segretezza "polvere organica"

2.1.1 Polvere di Ferro puro FeABC

La polvere in esame mostrata in **Figura 24** è stata prodotta da un'azienda con sede in Svezia, leader nel settore di produzione di polveri ferromagnetiche e per soluzioni SMC, la Höganäs AB. Questa polvere è composta da ferro per più del 99,9% in peso, ed è ottenuta per atomizzazione ad acqua, caratterizzata da un'ottima comprimibilità ed elevatissima purezza. È specialmente adatta qualora si vogliono ottenere dei manufatti caratterizzati da elevata densità e con spiccate proprietà magnetiche.

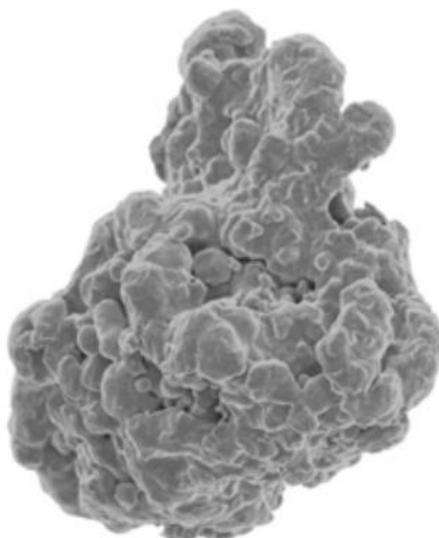


Figura 24 Immagine al Microscopio SEM di una particella di polvere di Ferro ABC, tratta da [20]

Le caratteristiche della polvere di Ferro ABC testata sono state ricavate da *'Iron and steel powders for sintered components'* tratto da [20]. La polvere presenta una densità apparente di 3 g/cm^3 e un'elevatissima purezza come si può notare dalla seguente **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** ricavata mediante analisi chimiche:

Tabella 3 Proprietà chimiche Polvere di Ferro FeABC

C %	O-tot [%]	Fe [%]
0,003	0,04	99,957

Di seguito la Figura 25 mostra come si presenta la polvere di Ferro ABC.



Figura 25 Polvere di Ferro ABC prodotta dalla Höganäs AB

Inoltre la polvere ha una scorrevolezza di 25s/50g, che però dipende direttamente, come anche la densità apparente, dal tipo di lubrificante utilizzato, come si può apprezzare dalla **Figura 6** dove si ottengono delle curve caratterizzate da un plateau a diverso valore di densità.

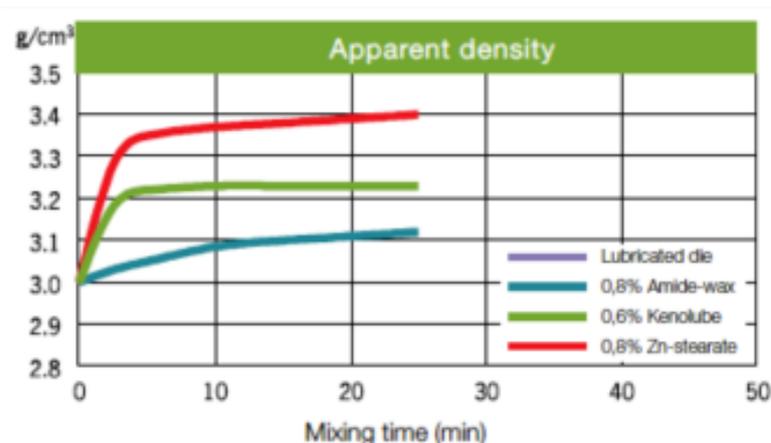


Figura 26 Valori di densità della polvere ABC al variare del lubrificante utilizzato, in funzione del tempo di miscelazione, tratto da [20]

Come anticipato sopra, un parametro molto importante che devono garantire queste polveri è la comprimibilità: si ricerca un valore di densità il più alto possibile. Come si può notare dalla **Figura 27** si ha una diretta correlazione tra il tipo di lubrificante usato, la pressione di compattazione esercitata e la densità del manufatto. La densità finale si aggira attorno a valori di 7.3 - 7.4 g/cm³.

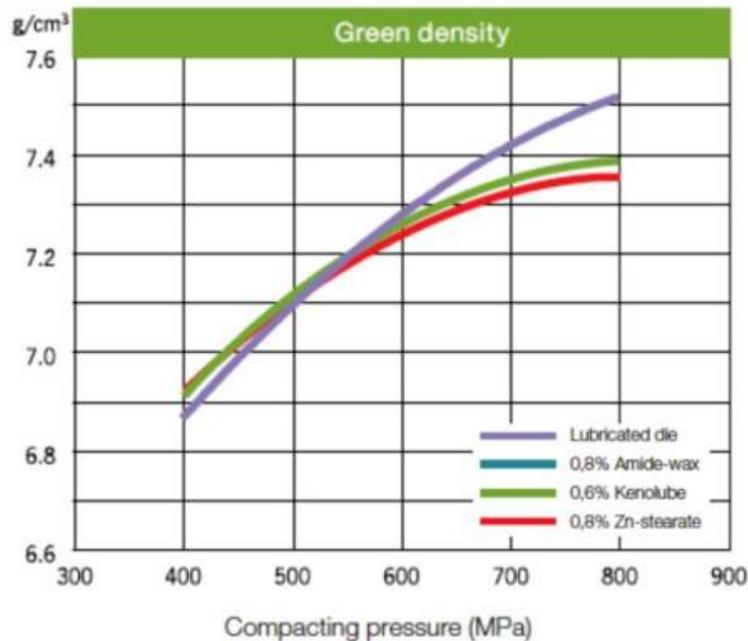


Figura 27 Variazione della densità apparente del manufatto finale al variare della pressione di compattazione e al tipo di lubrificante utilizzato, tratto da [20]

2.1.2 Polvere SMC LV5

La polvere denominata 'LV5' è costituita da particelle avente la matrice metallica composta dal Ferro puro FeABC miscelata con resina epossidica. Si ottengono quindi particelle rivestite, che andranno a costituire il materiale base dei Soft Magnetic Composites. La polvere LV5 è caratterizzata da un tenore di resina epossidica pari al 0.5% in peso, la restante parte è polvere di Ferro FeABC. Nella Figura 28 si può notare come si presenta la polvere SMC LV5.



Figura 28 Immagine della polvere SMC LV5

La resina utilizzata per effettuare il coating è una resina epossidica monocomponente; queste resine sono caratterizzate da ottime proprietà anticorrosive e resistenza meccanica. Garantiscono inoltre un buon isolamento elettrico, buona stabilità dimensionale e buone proprietà di adesione. Il polimero prima della miscelazione con il ferro si presenta come un liquido lattiginoso di colorazione bianca avente una elevatissima viscosità come si può apprezzare dalla **Figura 29**.



Figura 29 Immagine di come si presenta la resina epossidica in forma liquida, tratta da [17]

Una caratteristica di questo polimero è che per evitare che si verifichi la reticolazione durante lo stoccaggio prima dell'utilizzo vero e proprio, deve essere mantenuto in un contenitore sigillato e alla temperatura di 2 – 7 °C. Presenta inoltre una viscosità elevatissima e quindi necessita di particolare attenzione in fase di miscelazione con le polveri, dove bisogna applicare i corretti sforzi di taglio per ottenere un mixing omogeneo.

2.1.3 *Polvere SMC LV8*

La polvere denominata 'LV8' è analoga alla precedente ma è caratterizzata da un tenore minore di resina, pari al 0.2% in peso. Nella Figura 30 si nota come si presentano le particelle di polvere LV8:



Figura 30 Immagine della polvere SMC LV8

2.1.4 *Polvere 'da fresa'*

La polvere denominata '*da fresa*' è formata dai resti delle particelle che si ottengono dal provino nell'ultima fase del processo di produzione dei SMC. Dopo le fasi di compattazione con la formazione del green e successivamente al trattamento termico il provino viene modellato con una fresa come illustrato in **Figura 31**.



Figura 31 Esempio di macchina da fresa per l'ottenimento di un toroide da un disco originario

Come scarto di questa operazione meccanica si ottiene un truciolato metallico di piccole dimensioni che è rappresentato in Figura 32:



Figura 32 Immagine della polvere 'da fresa'

2.1.5 *Polvere "polvere organica"*

Per ragioni di segretezza la tipologia di materiale non può essere indicata se non come "polvere organica" questa è stata testata in quanto si ha l'intenzione di inserirla all'interno di miscele per la creazione di polveri SMC. Non è ancora utilizzata per la creazione di manufatti soft ma si è preferito comunque studiarne il comportamento reattivo in modo da

ottenere una caratterizzazione della pericolosità del materiale per gli studi futuri. Nella Figura 33 si può vedere come si presenta la polvere “polvere organica” in laboratorio:



Figura 33 Immagine della polvere “polvere organica”

2.2 Test di screening

Per comprendere la pericolosità e il comportamento delle polveri in situazioni potenzialmente pericolose viene studiato il comportamento in situazioni diverse e utilizzando diversi inneschi., secondo quanto indicato dalle normative di riferimento. A tale scopo si utilizza il c.d. “test di screening”, definito dalla ISO 80079-20-2:2016. Successivamente, dopo aver caratterizzato completamente la polvere dal punto di vista della sicurezza, si possono andare a determinare le misure preventive necessarie per mitigare eventi negativi e garantire la sicurezza del processo. Risulta quindi fondamentale prima di tutto studiare il comportamento della polvere mediante test standardizzati per poi adottare le eventuali misure preventive in caso di utilizzo del suddetto materiale.

Verranno quindi descritti successivamente i metodi con cui sono stati svolti i test di screening di infiammabilità dei campioni di polveri descritti brevemente nei paragrafi precedenti. Lo scopo principale dei test è di valutare se la polvere testata è in grado o meno di provocare una esplosione. Mediante i successivi test di caratterizzazione specifici si va successivamente a valutare anche l’eventuale entità dell’esplosione ricavandone la magnitudo e quindi classificare la polvere attraverso una scala di pericolosità normata.

Prima di effettuare le prove di innesco mediante i test di screening vengono caratterizzati i campioni mediante delle prove preliminari in modo da andare a determinare le caratteristiche della polvere che possono successivamente influenzare i parametri di innesco. Si vanno a studiare i seguenti parametri:

- Contenuto di umidità
- Distribuzione granulometrica

Successivamente si effettuano le prove di innesco che si possono classificare in due sezioni, le prove così dette a ‘freddo’ ovvero effettuate a temperatura ambiente e le prove a ‘caldo’ ovvero andando ad aumentare la temperatura e quindi sfruttando un’energia di innesco superiore alla precedente.

Le prove così dette a ‘freddo’ sono prove effettuate utilizzando il tubo di Hartmann e si dividono in due categorie:

- Prove di innesco utilizzando il tubo di Hartmann con innesco realizzato mediante arco elettrico continuo
- Prove di innesco utilizzando il tubo di Hartmann con innesco realizzato mediante filo caldo

Mentre per quanto riguarda le prove a ‘caldo’ si utilizza il forno Goldbert-Greenwald (Forno G-G). È anche possibile effettuare test utilizzando una piastra riscaldata, per caratterizzare i parametri della polvere depositata in strato. Questo tipo di prova non è stata effettuata in quanto trattandosi di polveri ricoperte da un a resina e quindi di un polimero, si rischia di fondere il polimero senza innescare la polvere e di formare uno strato fuso e coloso senza particolari interessi dal punto di vista della caratterizzazione dei parametri di innesco.

La pericolosità delle polveri che viene indagata nei test non è determinata solamente dai parametri di innesco che quindi favoriscono l’inizio della reazione di combustione, ma soprattutto dalle conseguenze che si hanno una volta iniziata la reazione esotermica. Per valutare le conseguenze e l’entità delle possibili esplosioni e classificarle in una scala di pericolosità, si effettuano delle prove specifiche in modo da determinarne alcuni parametri caratteristici: la P_{max} e il $(dP/dt)_{max}$, rispettivamente la massima pressione che si registra nell’esplosione e la massima velocità di incremento della pressione. Queste prove vengono effettuate in un’apparecchiatura denominata sfera ‘Siwek’, del volume di 20l, mediante procedure normate secondo la UNI EN 14034-1:2006 [24].

In base ai risultati che si ottengono da questo tipo di test può caratterizzare la pericolosità della polvere. I risultati sono statisticamente affidabili se il numero delle prove eseguite è sufficientemente elevato e il comportamento della polvere nelle condizioni di test sia riproducibile.

Nel caso in cui la polvere all’interno della sfera e soprattutto in tutti i test di screening effettuati precedentemente non si inneschi, questa è definita ‘non combustibile’. Nel caso contrario la polvere viene definita ‘combustibile’¹. Più precisamente se presenta innesco all’interno il tubo di Hartmann cioè direttamente nelle prove ‘a freddo’ si definisce una polvere ‘combustibile a temperatura ambiente’.

Se invece nel tubo di Hartmann la polvere risulta avere un comportamento inerte, ossia non presenta innesco, ma nelle prove così dette a ‘caldo’ cioè nel forno Goldbert-Greenwald si verifica un innesco con formazione di una fiamma, la suddetta polvere viene definita ‘combustibile ad alta temperatura’. Le successive prove che vengono effettuate nella sfera servono per indagare la violenza una volta innescata la polvere. in tal caso si misurano la velocità di aumento della pressione (dP/dt) e la pressione massima raggiunta (P_{max}), in base ai dati ottenuti si va a determinare il k_{st} cioè l’indice di esplodibilità che è una misura della pericolosità della polvere testata .

¹ ISO 80079-20-2, pt. 3.1 Combustible Dust

Finely divided solid particles, 500 μm or less in nominal size, which may form explosive mixtures with air at standard atmospheric pressure and temperatures.

2.2.1 Granulometria

E' ben chiaro e dimostrato come la distribuzione granulometrica delle particelle sia una variabile che va ad impattare direttamente sull'entità dell'esplosione. Si riscontra una proporzionalità inversa tra la dimensione delle particelle e la violenza dell'esplosione ovvero al diminuire delle dimensioni del materiale si osservano delle conseguenze più drastiche.

E' dunque necessario andare ad analizzare il più accuratamente possibile la distribuzione dimensionale delle particelle che compongono le polveri in esame. Un modo efficiente per fare questa analisi è dato dall'utilizzo del granulometro, che sfrutta il principio della diffrazione laser. Questa tecnica permette di ottenere la distribuzione delle dimensioni delle particelle ottenendo la distribuzione granulometrica della quale un esempio è mostrato nella **Figura 34**.

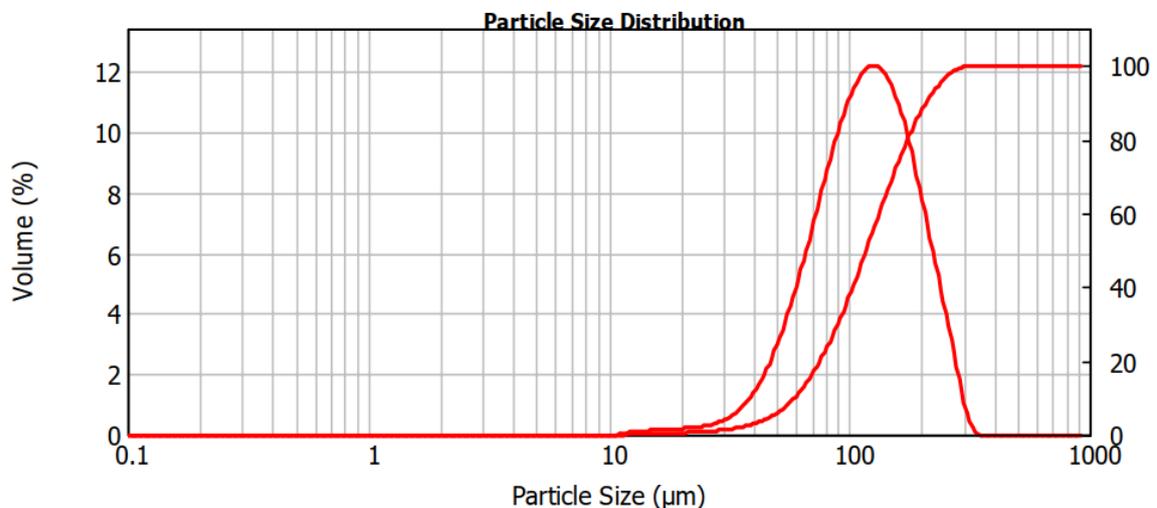


Figura 34 Esempio di curva di distribuzione granulometrica della polvere SMC LV5 *Fare clic o toccare qui per immettere il testo.*

Il grafico presenta due curve: la curva distributiva delle dimensioni delle particelle e la curva di distribuzione cumulativa (con andamento monotono crescente) delle dimensioni. Grazie a queste curve è possibile identificare la massa di particelle (in percentuale) che hanno dimensione minore o pari al valore indicato in ascissa.

Per ottenere questi tipi di curve è stato utilizzato il granulometro Malvern Mastersizer 2000M della Scirocco Mostrato in Figura 35. L'apparecchiatura è composta da:

- Un punto di alimentazione, formato da un contenitore del campione da testare che, grazie ad un vassoio vibrante e un sistema di trasporto pneumatico alimenta le particelle alla camera di misura.
- Un laser a lunghezza d'onda fissata che investe le particelle inviate nel granulometro
- Una serie di diodi rilevatori che rilevano la luce che viene diffratta in tutte le direzioni andando poi a determinare la dimensione particellare



Figura 35 Granulometro laser Malvern Mastersizer 2000M utilizzato in laboratorio

Per andare a determinare la dimensione effettiva delle particelle si sfrutta il fascio di luce che viene inviata lungo la camera di passaggio delle polveri e che investendo le particelle, viene diffratto e ne viene modificata la direzione. I dati ottenuti dai rilevatori vengono successivamente processati da un opportuno sistema di calcolo che restituisce la distribuzione granulometrica del campione. Importante è andare ad inviare all'interno del granulometro la portata corretta di polvere che può essere modificata agendo sull'intensità di vibrazione della piastra metallica del porta campione, e agendo sulla luce di passaggio disponibile all'ingresso del sistema. L'intervallo di misura del granulometro è compreso tra 1 e 1000 micron.

Dalla curva che si ottiene processando le polveri si vengono ad estrapolare tre importanti parametri che sono:

- d_{10}
- d_{50}
- d_{90}

Rispettivamente il decimo percentile, il cinquantesimo percentile e il novantesimo percentile della distribuzione dimensionale. Questi valori si riferiscono alla massa di particelle (in percentuale) che hanno dimensione minore o pari ad un certo valore: ad esempio, se considero il d_{10} e come valore ho:

$$d_{10} = 30 \mu\text{m}$$

Vuol dire che il 10% in massa della polvere testata è composto da particelle che hanno diametro inferiore ai $30\mu\text{m}$.

Analogamente:

$$d_{50} = 100 \mu\text{m}$$

indica che il 50% in massa della polvere testata è composto da particelle che hanno diametro inferiore ai 100 μm .

La procedura standard di analisi prevede di introdurre un quantitativo di circa 1.5 g di polvere all'interno del portacampione (la quantità è influenzata dal tipo di polvere e dalla sua densità, che possono farne variare notevolmente il volume). Quando si effettua il test è necessario prestare attenzione che il valore di attenuazione misurato sia compreso all'interno di un ben determinato range. Questo dipende dalla portata di polvere che viene inviata all'interno dell'apparecchiatura, e lo si può notare sul monitor del computer a cui è collegato il granulometro, tramite la visualizzazione di una barra che oscilla in funzione della portata di polvere rappresentato dalla percentuale di oscurazione della camera, il quale valore deve essere compreso tra 0.6 e 6 per la buona riuscita del test. Siccome nei test effettuati sono stati utilizzati dei materiali metallici o ricoperti da resine ma comunque con un certo grado di opacità non si sono riscontrati problemi; nel caso in cui si avesse a che fare con delle polveri cristalline trasparenti, potrebbe risultare alterata la diffrazione laser e dunque ottenere dei risultati imprecisi.

Nel caso invece si tratti una polvere di un materiale particolarmente fragile e sensibile a stress meccanici che possono frantumare le particelle può verificarsi frammentazione nel corso della misura, evidenziata da un allungamento della curva distributiva nella parte sinistra (corrispondente a piccoli valori), possibile sintomo di frammentazione delle particelle; in questo caso una strategia per superare il problema può consistere nel diminuire la pressione di alimentazione e diminuire la portata di alimentazione.

2.2.3 *Umidità*

Ulteriore parametro chiave nella valutazione della pericolosità di una polvere infiammabile è il contenuto di umidità. Per misurare la quantità di acqua nel campione è stato applicato il metodo ISTISAN 96/34 n° 500 Rev. n° 0 del 15/03/03. Il metodo prevede l'utilizzo di:

- Una bilancia analitica con precisione al centesimo di grammo,
- Stufa termostata
- Essiccatori a gel di silice

Il metodo prevede la stima della quantità di umidità presente nelle polveri mediante differenza di peso prima e dopo il passaggio nella stufa. È stato applicato il Metodo B utile nel caso in cui si trattino prodotti che non contengono sostanze termolabili.

Viene posto un portacampione sulla bilancia in modo da annotarne la tara. Successivamente si pesa una quantità di campione precisa al centesimo di grammo; precisamente si è scelta una massa di 10,00g per ogni prodotto da testare. Risulta molto importante maneggiare correttamente le polveri in queste fasi in modo da non perdere materiale. La polvere umida viene trasferita nella stufa (Figura 36) che è stata precedentemente portata alla temperatura di 105°C. Le vaschette con all'interno le polveri vengono mantenute a questa temperatura per una durata di 5 ore in modo da evaporare tutta l'umidità presente.



Figura 36 Stufa termostatica da laboratorio

Passato questo periodo i campioni vengono estratti dal forno e inseriti in appositi essiccatori a gel di silice, mostrati in Figura 37. Questa operazione ha lo scopo di far raffreddare le polveri mantenendo costante il grado di umidità ottenuto durante la fase di termostatazione; cosa che non sarebbe possibile se venissero fatte raffreddare all'aria aperta in quanto i campioni si porterebbero a valori di umidità in equilibrio con quella presente nell'aria ambiente.



Figura 37 Essiccatore a gel di silice utilizzato in laboratorio

Una volta raffreddati a temperatura ambiente i campioni vengono nuovamente pesati. Il processo è ripetuto fino a peso costante, così da ottenere il peso finale del prodotto secco senza tracce di umidità. Nella fase di pesatura, in quanto la bilancia si trova all'interno di una cappa aspirante, è opportuno interrompere temporaneamente il flusso di aria in quanto influisce notevolmente sul risultato della pesata che risulta non veritiero ed alterato.

La quantità di umidità relativa contenuta nella polvere è calcolata mediante la seguente relazione 2.1:

$$UR\% = \left[1 - \left(\frac{\text{Peso secco}}{\text{Peso umido}} \right) \right] \times 100 \quad 2.1$$

Nel caso in cui si ottengano dei valori di umidità eccessivamente elevati è possibile, prima di effettuare i test di infiammabilità, procedere al condizionamento. Il contenuto di umidità di una polvere va infatti ad impattare notevolmente sui risultati delle prove di innesco in quanto diminuisce la reattività delle particelle, rischiando di ottenere dei risultati negativi in termini di innesco quando magari la stessa polvere privata dell'umidità risulti infiammabile.

2.2.4 Prova a 'freddo' con tubo di Hartmann e innesco mediante arco continuo

Il test di screening utilizzando il tubo di Hartmann, mostrato in Figura 38 consente di determinare se una polvere aerodispersa in nube in condizioni di temperatura ambiente e sotto la presenza di una fonte di innesco, possa sostenere la combustione.



Figura 38 Tubo di Hartmann utilizzato in laboratorio

L'apparecchiatura che costituisce il sistema in esame è costituita da un cilindro di vetro dal diametro di 9 cm e di altezza 34.6 cm posto in posizione verticale. Il tubo di Hartmann è collocato all'interno di una struttura metallica posta all'interno di una cappa aspirante in modo tale da evitare la dispersione in ambiente di sostanze indesiderate e per garantire la

sicurezza nel laboratorio. Alla base della struttura metallica che ospita il tubo, vi è un settore toroidale che funge da contenitore delle polveri prima della dispersione, ottenuta mediante un getto d'aria in pressione tramite un ugello dispersore che permette la formazione della nube nel cilindro. A circa 1/3 della sua lunghezza, dalla base, vi sono due elettrodi coassiali in titanio, la cui punta dista 6 mm. Essi creano l'arco elettrico. Una volta che si viene a creare la nube si innesca l'arco e si valuta visivamente l'eventuale accensione. Il tubo viene mantenuto stabile e solidale nella sua posizione grazie alla base di una cavità che permette il perfetto alloggiamento, e dalla parte superiore da una morsa che viene abbassata una volta inserito nella posizione corretta.

Le prove vengono condotte indossando i necessari dispositivi per la protezione individuale quali camice, guanti, occhiali, scarpe antistatiche e mascherina con grado di filtrazione FFP2 o FFP3 in funzione della pericolosità della polvere. Le prove sono condotte all'interno della cappa aspirante in per evitare il contatto diretto e l'inalazione di sostanze volatili che possono formarsi dopo la reazione di combustione.

Per ottenere a scarica elettrica ad arco continuo è stato utilizzato un apposito controllore. L'aria in pressione utilizzata per la dispersione della nube all'interno della nube è ad una pressione di circa 8 bar.

Una delle variabili che condiziona la potenziale reattività delle polveri è la concentrazione delle stesse; dunque, per ogni materiale sono state effettuate prove a diversa concentrazione. Più precisamente le quantità testate per ogni polvere sono state 0.3g, 0.5g e 1g. Inoltre, per ogni concentrazione testata, sono state effettuate 3 ripetizioni per ogni carica del tubo.

Queste tipologie di test hanno un esito di tipo visivo, ciò vuol dire che il risultato lo si deduce dall'evolversi o meno della reazione. La norma afferma che si può distinguere un innesco da un mancato innesco semplicemente osservando la formazione e propagazione della fiamma all'interno dell'apparecchiatura. Sulla sommità aperta del cilindro viene collocato un foglio di carta in modo da simulare un luogo confinato. In caso di propagazione di fiamma si noterà in maniera concreta la rottura del foglio ad indicare l'aumento di pressione conseguenza della reazione avvenuta. Nel caso in cui non vi sia la formazione della fiamma ma soltanto di scintille, queste non si considerano come un innesco.

La procedura di prova prevede:

- Pesare la corretta quantità di polvere mediante la bilancia analitica;
- Inserire la polvere pesata alla base della struttura metallica che ospita il tubo nella zona cava toroidale. Questa geometria favorisce la corretta dispersione della polvere nella creazione della nube;
- Collocare il tubo di Hartmann nella sede e sistemare il foglio di carta sulla sommità;
- Bloccare con la morsa il tubo per garantire la stabilità strutturale dell'apparecchiatura;
- Collegare gli elettrodi al controllore;
- Accendere il controllore e selezionare il condensatore corrispondente ad una scarica di 525mJ;
- Azionare il pulsante presente sull'elettrovalvola inviando l'aria compressa tramite l'ugello posto nella parte inferiore del tubo;
- Si ha la formazione nella nube ed osservare visivamente l'esito del test, con la formazione o meno della fiamma.

Si può avere un fenomeno di innesco dove la polvere reagisce con la formazione di fiamma oppure non si ha reazione. Nel caso in cui una polvere presenti un innesco questa è ritenuta

combustibile ai sensi della ISO 80079-20-2:2016 e quindi capace di creare atmosfere esplosive. Nel caso in cui non si verifichi la fiamma o si osservino soltanto scintille la prova deve essere ripetuta almeno cinque volte per ogni concentrazione e successivamente si varierà la concentrazione come indicato in precedenza. Se in nessuna prova si è osservata formazione di fiamma, la polvere in esame deve essere testata nel tubo di Hartmann con innesco a filo caldo.

L'apparato appena descritto viene inoltre utilizzato per la determinazione della minima energia che provoca un innesco di una nube di polvere, la così detta MIE (Minimum Ignition Energy). L'analisi viene effettuata secondo la normativa Norma UNI EN 13821:2004 [22]. La procedura prevede il test di diversi quantitativi di polvere con diversi tempi di ritardo nella formazione della scintilla. Viene variata inoltre l'energia dell'arco elettrico nell'intervallo di 1-1000mJ. Il risultato che si vuole ottenere è il valore di energia più piccolo per il quale la nube di polvere si innesca, e il valore di energia più alto al quale la nube non reagisce.

2.2.5 Prova a 'freddo' con tubo di Hartmann a filo caldo

Questo tipo di test è molto simile al precedente, ma differisce nella fonte di innesco, infatti in questo caso si utilizza un filo di costantana, lega metallica bicomponente composta da rame e nichel, reso incandescente dal passaggio della corrente. La fonte di innesco utilizzata è rappresentata in Figura 39.



Figura 39 Filo in Costantana inserito all'interno del tubo di Hartmann ed utilizzato come fonte di innesco

Tutte le polveri che non hanno presentato innesco nella prova ad arco continuo devono essere testate con il filo incandescente. Si utilizza in realtà una treccia a 5 fili collocata perpendicolarmente all'asse del cilindro in modo da creare una serpentina all'interno della cavità. Facendo passare corrente con una differenza di potenziale di 11.7 V e un amperaggio di 13.2 A, il filo metallico si scalda fino a diventare incandescente raggiungendo temperature dell'ordine di 1000 °C. Si utilizza un alimentatore in corrente continua per alimentare il filo.

La procedura del test a filo caldo è analoga a quella presentata precedentemente:

- Pesatura della polvere da testare (0.3g, 0.5g, 1g);

- Caricamento della polvere nella zona cava toroidale alla base della struttura metallica di supporto;
- Allocazione del tubo di Hartmann nella sede;
- Chiusura con foglio di carta e bloccaggio con la morsa dalla parte superiore della struttura.
- Prima di aprire la valvola che collega l'ugello all'interno del tubo, chiudere il circuito elettrico;
- Inviare l'aria in pressione nella camera di test con la successiva formazione della nube;
- A test concluso, aprire il circuito in modo da interromper la corrente circolante e raffreddare il filo ed evitare di danneggiare la stabilità del sistema

Anche in questo caso può verificarsi o meno l'innesco. Come nel caso precedente la sola formazione di scintille non è da intendersi come un innesco vero e proprio. Le polveri che non presentano innesco per tutte le concentrazioni testate verranno successivamente sottoposte a test nel forno G-G.

2.2.6 Il forno G-G

Il forno G-G, acronimo di Gooldbert – Greenwald (Figura 40), è lo strumento che viene utilizzato per determinare la MIT in nube (Minimum Ignition Temperature) secondo la Norma CEI EN 50281-2-1:1999-11 [23] ovvero la temperatura minima che provoca un innesco di una nube di polvere.



Figura 40 Forno Gooldbert – Greenwald utilizzato in laboratorio

Il forno in esame è costituito da un cilindro cavo di materiale refrattario avente le seguenti dimensioni:

- Diametro interno: 36mm
- Altezza: 100mm

il riscaldamento è ottenuto mediante una resistenza elettrica. Il cilindro è collocato in posizione verticale e la polvere lo percorre dall'alto verso il basso. La caduta delle polveri risulta essere dunque verticale in direzione. Il forno G-G è aperto alla base, mentre l'estremo superiore è collegato al tubo in vetro che funge da iniettore delle polveri collegato a sua volta al portacampione, e alla linea ad aria compressa che consente l'iniezione della nube. La polvere viene inserita nel portacampione. La struttura che sostiene il forno è appoggiata su di una base in materiale riflettente a specchio metallico che permette di visualizzare dall'alto cosa avviene all'interno del forno una volta che transita la polvere. In questo modo è possibile visualizzare dalla postazione di lavoro se all'interno del forno si è verificata la formazione di una fiamma.

E' possibile settare il valore di temperatura all'interno del forno grazie all'ausilio di un controllore di tipo PID. La misura della temperatura interna è effettuata mediante due termocoppie situate nel forno.

Il forno G-G consente di verificare come si comporta una nube di polvere a contatto con un ambiente ad elevata temperatura. Per ogni polvere testata si sono osservati i comportamenti a varie temperature. E' stata variata anche la concentrazione delle polveri in quanto è ben noto che è un parametro che va a modificare la reattività delle particelle. Si sono testate per ogni polvere una quantità pari a 0.1g, 0.3g e 0.5g e si è partiti da una temperatura iniziale del forno di 500°C per arrivare a una temperatura massima di 900°C. La variazione di temperatura tra una prova e l'altra è stata di 50°C. Se la polvere non si innesca, si aumenta la temperatura riproducendo delle condizioni più drastiche. La pressione dell'aria di iniezione può variare da 0,1 a 0,3 atm.

I test sono condotti utilizzando i necessari dispositivi di protezione individuale come guanti adatti per la resistenza al calore siccome nella cavità del forno si raggiungono elevatissime temperature. I residui dei test non devono essere aspirati tra una prova e l'altra in quanto ancora caldi possono andare a danneggiare l'apparecchiatura di aspirazione o essere fonte di ustioni per l'operatore.

Come accennato precedentemente, il forno Gooldbert – Greenwald viene anche utilizzato per misurare la MIT di un campione. La temperatura minima di innesco indica la temperatura di una superficie in grado di innescare una nube di polvere. La conoscenza di questo valore permette di avere un'idea di quale sia la pericolosità della polvere in questione. La procedura da utilizzare per la misura della MIT è la seguente [23]:

1. Impostare la temperatura del forno G-G a 500°C;
2. Attendere cinque minuti una volta che all'interno dell'apparecchiatura si stata raggiunta la temperatura settata;
3. Pesare la quantità prefissata di campione sulla bilancia analitica;
4. Inserire tale quantità all'interno del portacampione;
5. Regolare la sovrappressione dell'aria a 0.3 atm;
6. Azionare l'elettrovalvola in modo da disperdere la polvere all'interno del forno;
7. Osservare la base in acciaio lucida per osservare se avviene l'innesco con la formazione di una fiamma. A tal fine deve formarsi una fiamma visibile,

- anche con un tempo di ritardo. Non si considera innesco la formazione di scintille senza la fiamma;
8. In caso di mancato innesco ripetere la prova aumentando la temperatura del forno di 50°C fino alla formazione di un innesco evidente;
 9. Massima temperatura raggiungibile: 900°C;
 10. Quando si verifica l'innesco variare la quantità di materiale e la pressione in modo da ottenere un innesco vigoroso;
 11. Definita questa temperatura, la massa di polvere e la pressione dell'aria da inviare si riduce la temperatura di 20°C fino a che, per 10 tentativi consecutivi non si ottiene innesco;

2.2.7 Sfera di Siwek da 20l

La valutazione delle possibili conseguenze di un'esplosione di polveri si effettua mediante i parametri P_{max} e $(dP/dt)_{max}$. Questi sono rispettivamente il massimo valore di pressione raggiunto dall'esplosione in ambiente totalmente confinato e la massima velocità di aumento di pressione. Per effettuare la determinazione di questi parametri si utilizza la sfera da 20l detta 'sfera di Siwek'. Le procedure adoperate per questo tipo di prove sono normate secondo la UNI EN 14034-1:2006 [24].



Figura 41 Sfera Siwek presente nel laboratorio

Il macchinario in questione è una sfera in acciaio inox come mostrato in Figura 41 e 42 con un volume interno di 20 l, dove all'esterno è presente una camicia di raffreddamento ad acqua per evitare il surriscaldamento provocato dalle esplosioni.

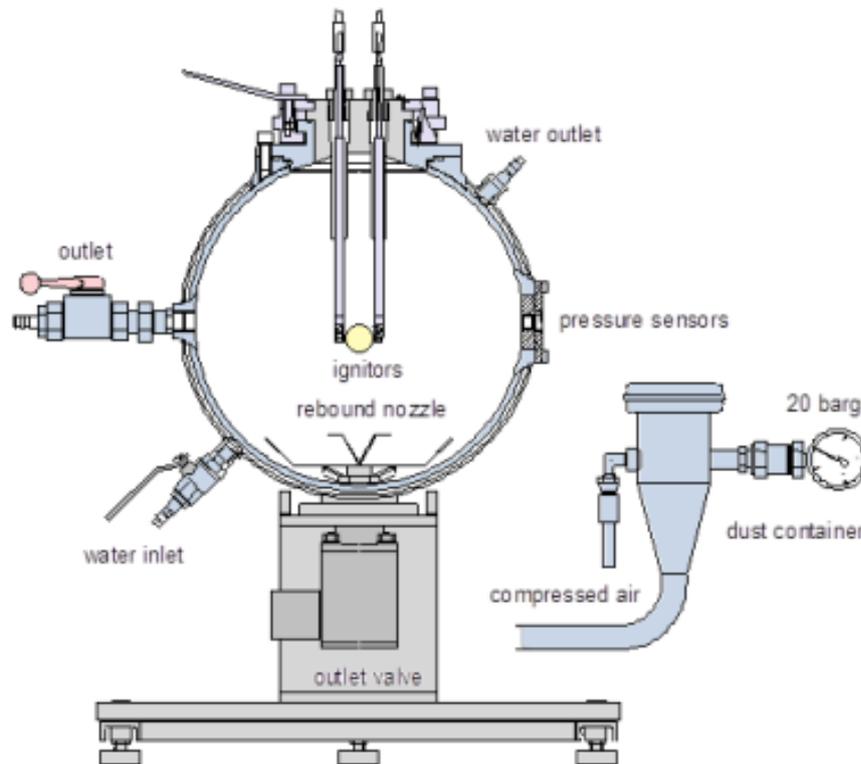


Figura 42 Rappresentazione schematica della sfera 'Siwek', tratta da [25]

L'innesco è ottenuto mediante due detonatori chimici situati al centro della sfera. Per effettuare il test è necessario:

- Pesare la corretta quantità di polvere utilizzando la bilancia analitica e avendo l'accortezza di spegnere la cappa aspirante in modo da ottenere un risultato preciso;
- Inserire la polvere all'interno del porta campione;
- Chiudere il portacampione;
- Pressurizzare al valore di 20 bar il portacampione per mezzo di un compressore direttamente collegato con la linea dell'aria compressa;
- Tramite la pompa da vuoto viene creata la depressione all'interno della sfera al valor di -0.6bar;
- Dare inizio al test dal PC collegato al controllore della sfera.

La polvere viene dispersa all'interno dell'apparato grazie all'apertura di un'elettrovalvola; successivamente dopo un ritardo di 60ms, vengono attivati i detonatori che servono da innesco alla polvere. Dalla parte superiore della sfera si ha la chiusura in acciaio, rimovibile per poter inserire i detonatori e pulire la sfera a test concluso; lateralmente ci sono due trasduttori di pressione (pressure sensors) per registrare la variazione di pressione durante la prova. La dispersione della polvere è ottenuta grazie ad un ugello dispersore a forma di V (rebound nozzle) che permette un'omogenea distribuzione della nube in tutto il volume della sfera.

Il sistema di controllo dell'apparecchiatura è visibile in Figura 43:

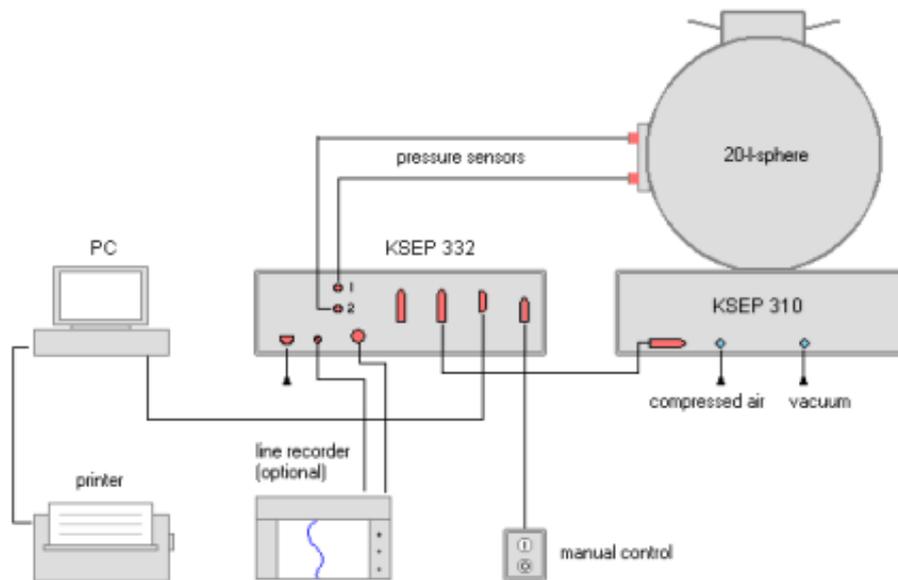


Figura 43 Sistema di controllo della sfera Siwek, tratto da [25]

Il sistema di controllo della sfera è composto innanzitutto dall'unità KESP332, dall'unità KSEP310 e dal computer mediante il quale possibile gestire le operazioni. I trasduttori che misurano la pressione all'interno della sfera durante le prove sono collegati direttamente all'unità KSEP332, la quale gestisce e comanda l'apertura/chiusura dell'elettrovalvola e il tempo di ritardo che intercorre prima dell'attivazione degli inneschi. I valori registrati dai trasduttori vengono inviati direttamente all'unità di controllo che successivamente li rende disponibili sul computer. L'acquisizione delle misure avviene alla frequenza di 1000 Hz

Il risultato che si ottiene dalla prova è una curva tempo – pressione dove si visualizza l'andamento della pressione nel tempo durante le fasi di test. Un esempio è mostrato in Figura 44, tratta da [25].

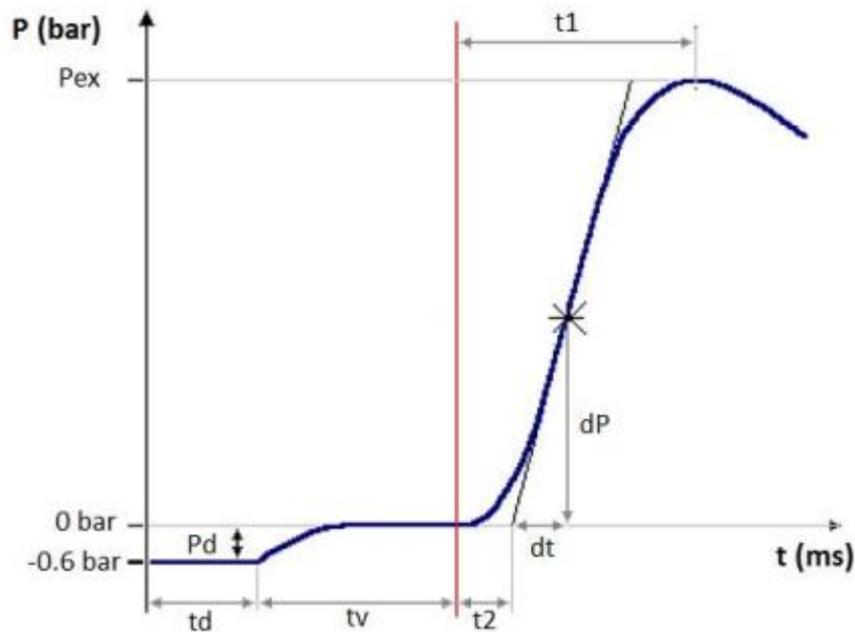


Figura 44 Esempio di curva tempo – Pressione che si ottiene come risultato dal test nella sfera da 20l, tratta da [25]

Nel grafico si può notare una prima parte di curva dove il valore della pressione è pari a -0.6 bar, ovvero la pressione della sfera prima che avvenga la dispersione della polvere. Nel momento in cui viene ad aprirsi l'elettrovalvola la curva presenta una risalita fino a raggiungere il valore 0 cioè riportando all'interno dell'apparecchiatura le condizioni atmosferiche e realizzando la dispersione della polvere nel volume. Il tempo che intercorre tra l'ingresso del materiale nella sfera e l'innescò è determinato dal controllore e settato a 60ms. Successivamente si ha l'innescò e la risalita della curva che presenta un flesso per poi raggiungere il massimo valore e infine diminuire.

La P_{ex} è il massimo valore che assume la curva. La pressione di esplosione viene corretta per correggere gli effetti dovuti agli inneschi secondo la relazione seguente :

$$P_{max} = P_{ex}^{1.15} * 0.775$$

Per quanto concerne la massima velocità di aumento della pressione, il $(dP/dt)_{max}$ si calcola come derivata della pressione nel tempo nel punto dove la curva cambia concavità, ovvero nel punto di flesso.

La prova è condotta utilizzando gli opportuni DPI. Per l'utilizzo corretto della sfera è necessario che si scarichino a terra eventuali cariche elettrostatiche residue durante tutta la fase di preparazione del test, fino a quando la sfera non sia chiusa correttamente.

La fase più critica della preparazione al test è quella di cablaggio degli inneschi. Nei test vengono utilizzati due detonatori da 5kJ ciascuno e vengono montati nella struttura che compone il coperchio della sfera che può essere montato e smontato per la preparazione. Una volta inseriti e collegati correttamente il coperchio viene chiuso sulla parte superiore della sfera e posti i connettori degli inneschi al controllore nell'unità KSEP310.

La classe di esplosibilità delle polveri discende dalla valutazione del k_{st} parametro che si determina come segue dalla relazione 2.2:

$$k_{st} = \sqrt[3]{V_{recipiente}} * \left(\frac{dP}{dt}\right)_{max}$$

2.2

Facendo riferimento alla seguente tabella è possibile classificare le polveri nelle rispettive classi di esplosività St come illustrato in Tabella 4:

Tabella 4 Classi di esplosività

Classe di esplosività	Valore del k_{st} [bar*m/s]	Tipo di esplosione
St0	0	Nessuna
St1	< 200	Moderata
St2	200 < k_{st} < 300	Forte
St3	k_{st} > 300	Molto Forte

3. Risultati sperimentali

3.1 Granulometria

Le analisi granulometriche sono riportate nel seguito:

- Polvere ricoperta SMC LV5

- d_{10} : 59.26 μm
- d_{50} : 117.813 μm
- d_{90} : 209.164 μm

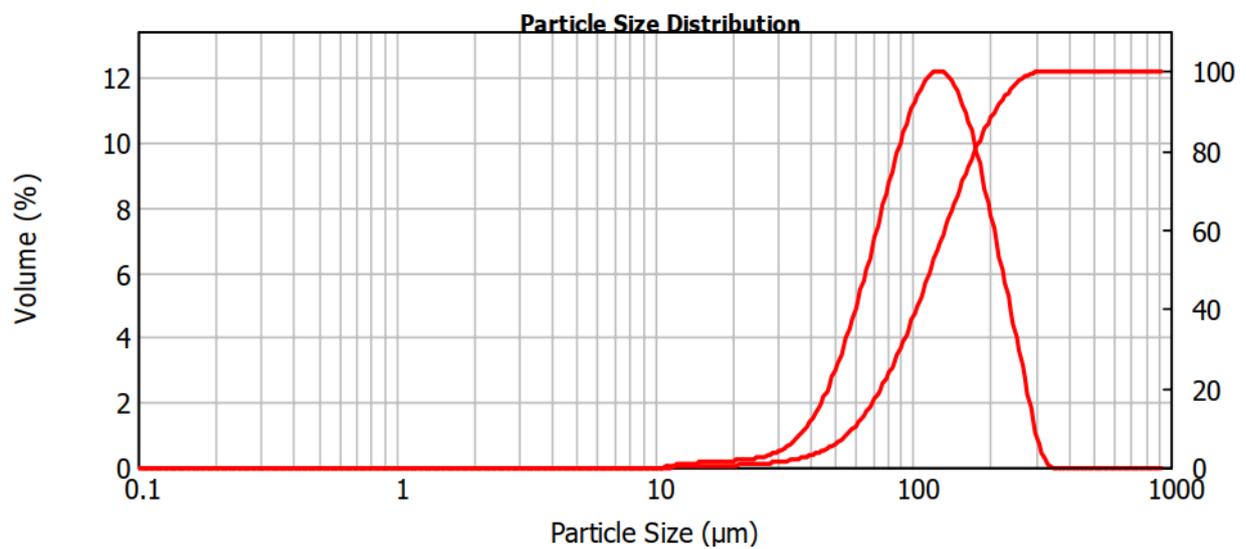


Figura 45 PSD Polvere SMC LV5

- Polvere ricoperta SMC LV8

- d_{10} : 57.492 μm
- d_{50} : 116.05 μm
- d_{90} : 207.93 μm

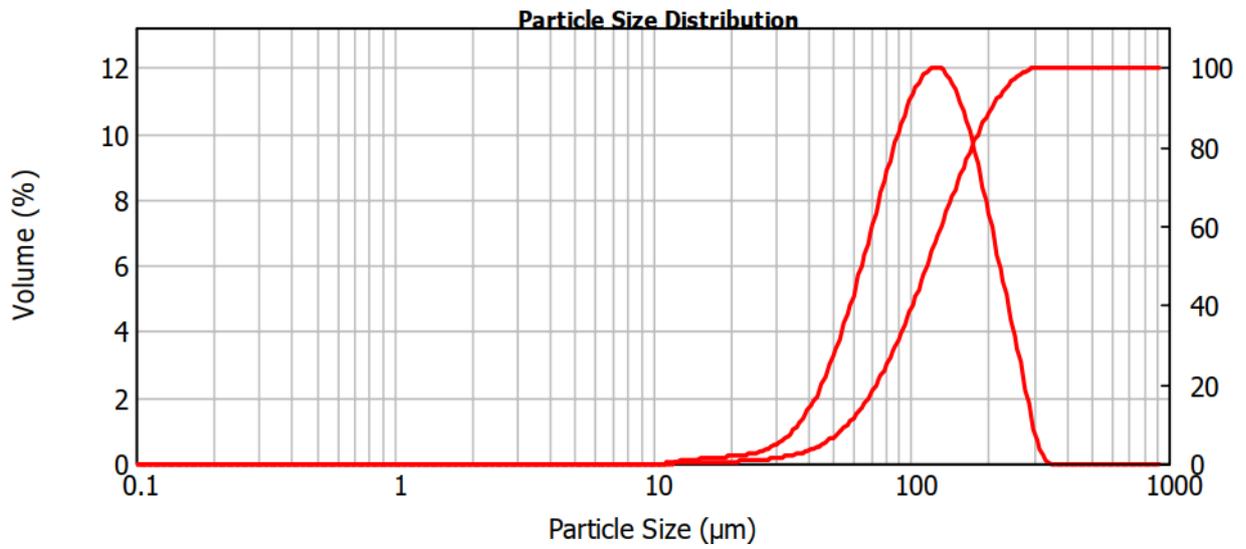


Figura 46 PSD Polvere SMC LV8

- Polvere di Ferro puro FeABC

- d_{10} : 55.42 μm
- d_{50} : 112.36 μm
- d_{90} : 202.09 μm

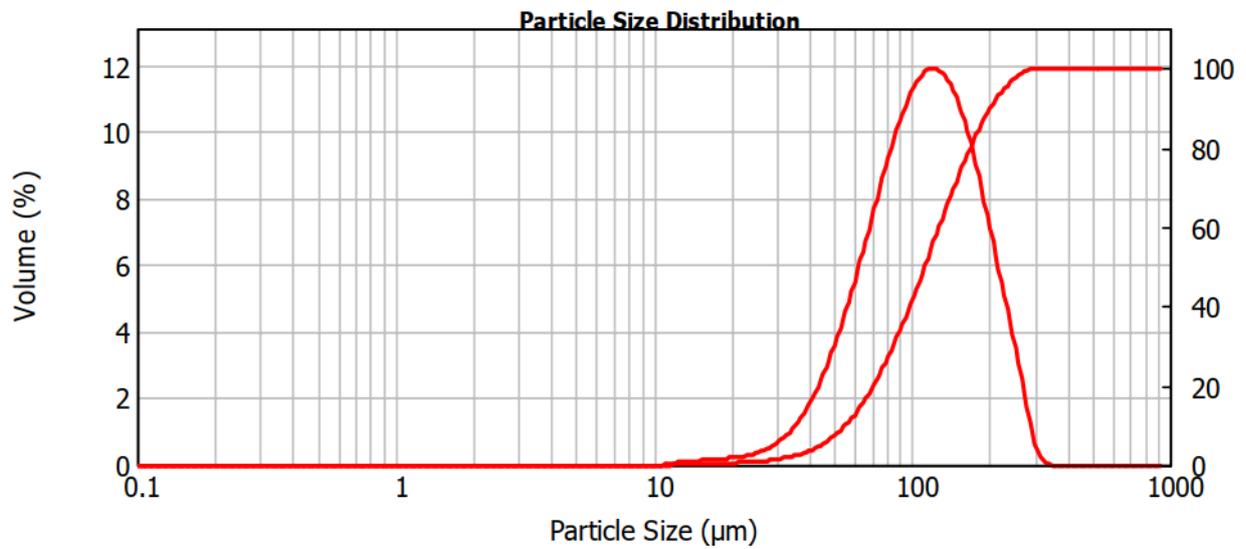


Figura 47 PSD Polvere di Ferro ABC

- Polvere 'da fresa'

- d_{10} : 57.76 μm
- d_{50} : 85.99 μm
- d_{90} : 167.45 μm

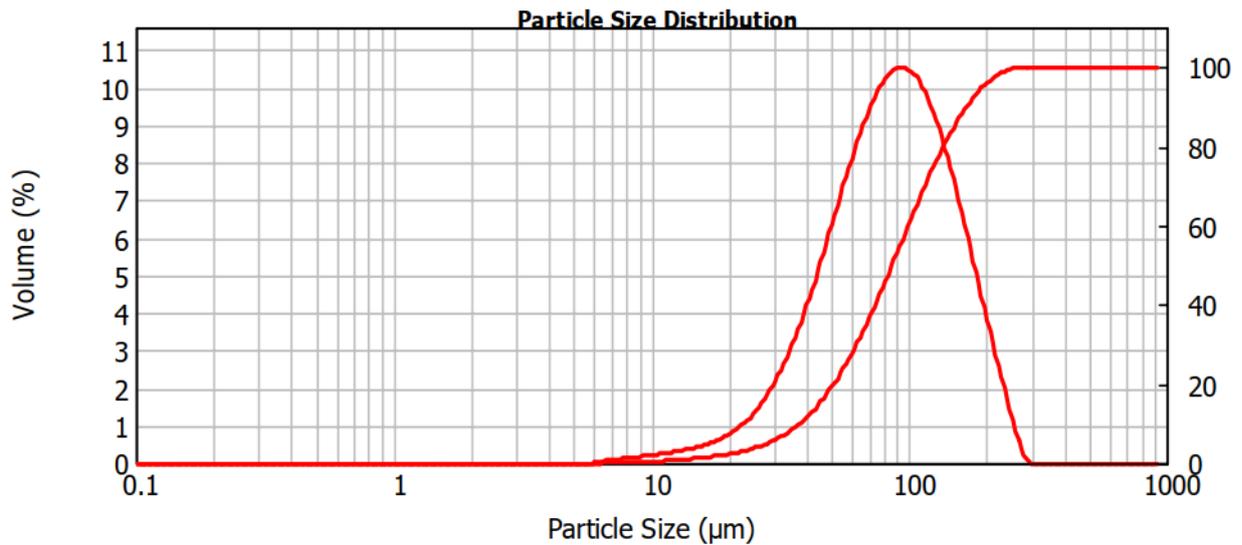


Figura 48 PSD Polvere ‘da fresa’

- Polvere “polvere organica”

- d_{10} : 25.65 µm
- d_{50} : 116.09 µm
- d_{90} : 390.09 µm

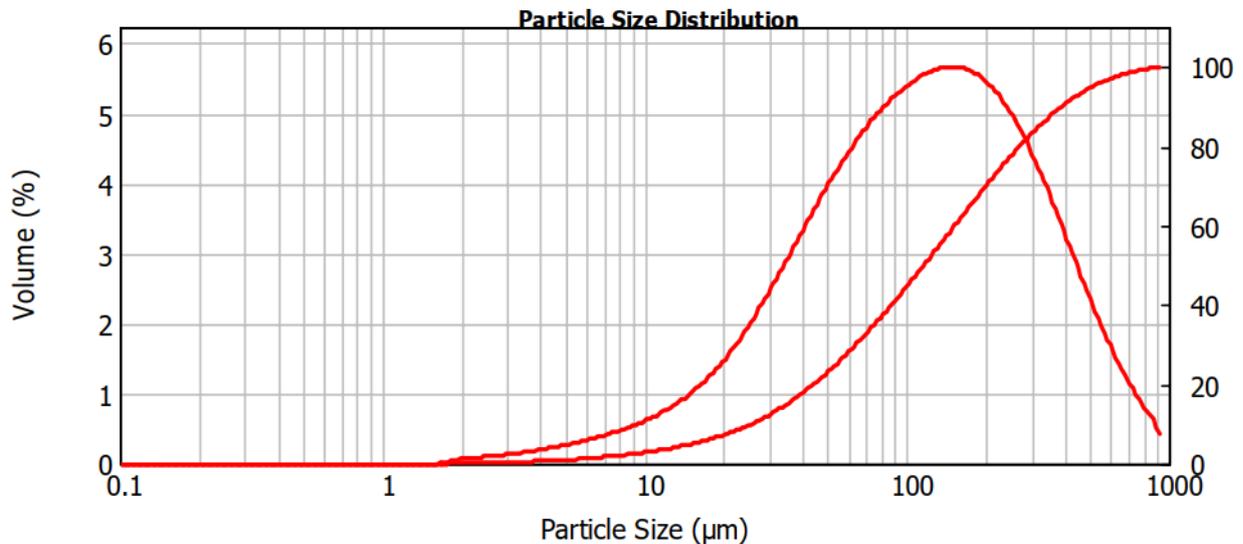


Figura 49 PSD Polvere “polvere organica”

Le curve granulometriche rappresentate sono la media ottenuta dai risultati di tre prove effettuate per ogni polvere, in modo da garantire la veridicità statistica della scansione laser effettuata al granulometro Mastersizer.

Le polveri testate contengono tutte frazioni inferiori a 500 µm e di conseguenza rientrano nel range dimensionale delle polveri potenzialmente pericolose. Tutti i campioni presentano una distribuzione dimensionale monodimensionale in un intervallo ristretto intorno ai 100 µm. Solamente per quanto riguarda la polvere “polvere organica” si ha un range dimensionale più elevato, dai micron al millimetro. Per quanto concerne le polveri

metalliche la distribuzione è pressochè monodimensionale in quanto non sono residui di lavorazione (ad eccezione della polvere da fresa) ma sono particelle di dimensione circa sferica che vengono create ad hoc per le applicazioni illustrate nei capitoli precedenti.

Data questa distribuzione omogenea delle particelle si è scelto di non effettuare una preselezione per setacciatura.

3.2 Umidità

I valori di umidità misurati secondo quanto descritto nel Paragrafo 2.2.3 sono riportati sotto

- Polvere ricoperta SMC LV5

Massa iniziale [g]	10,00
Massa finale [g]	10,00
Contenuto di umidità [%]	0

- Polvere ricoperta SMC LV8

Massa iniziale [g]	10,00
Massa finale [g]	9,99
Contenuto di umidità [%]	0,1

- Polvere di ferro puro FeABC

Massa iniziale [g]	10,00
Massa finale [g]	9,97
Contenuto di umidità [%]	0,3

- Polvere denominata da ‘fresa’

Massa iniziale [g]	10,00
Massa finale [g]	10,00
Contenuto di umidità [%]	0

- Polvere “polvere organica”

Massa iniziale [g]	10,00
Massa finale [g]	9,97

Contenuto di umidità [%]	0,3
--------------------------	-----

Per quanto riguarda le polveri testate, il contenuto di umidità è molto basso, sempre sotto l'unità percentuale e dunque nei casi considerati non è stata presa nessuna misura preventiva per a deumidificare i materiali.

3.3 Test di screening al tubo di Hartmann con innesco ad arco elettrico e a filo caldo

Le prove effettuate per le polveri metalliche effettuando il test di screening sia al tubo di Hartmann ad arco elettrico, sia utilizzando come fonte di innesco il filo caldo, hanno mostrato esito negativo come si può notare dalle tabelle seguenti. Per quanto riguarda invece la polvere "polvere organica" come ci si poteva aspettare, è stato subito riscontrato un innesco dovuta alla sua natura combustibile.

Di seguito i risultati ottenuti seguendo il procedimento mostrato nel capitolo 2.2.4.

- Polvere ricoperta SMC **LV5**

Polvere: LV5	
Prove tubo Hartmann ad arco elettrico	
Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

Polvere: LV5	
Prove tubo Hartmann a filo caldo	
Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

- Polvere ricoperta SMC **LV8**

Polvere: LV8	
Prove tubo Hartmann ad arco elettrico	
Massa polvere	Innesco

	[SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

Polvere: LV8	
Prove tubo Hartmann a filo caldo	
Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

- Polvere di Ferro puro **FeABC**

Polvere: FeABC	
Prove tubo Hartmann ad arco elettrico	
Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

Polvere: FeABC	
Prove tubo Hartmann a filo caldo	
Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

- Polvere denominata da '**fresa**'

Polvere: da 'fresa'	
Prove tubo Hartmann ad arco elettrico	

Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

Polvere: da 'fresa'	
Prove tubo Hartmann a filo caldo	
Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	NO
0,5g	NO
1g	NO

- Polvere “polvere organica”

Polvere organica	
Prove tubo Hartmann ad arco elettrico	
Massa polvere	Innesco [SI/NO]
0,3g	SI

Solamente per la polvere “polvere organica” si è riscontrato un innesco immediato come si poteva immaginare data la reattività delle particelle in questione. Coerentemente con la ‘procedura’ questa polvere non è stata sottoposta ad ulteriori test di screening, essendo risultata combustibile.

Per quanto riguarda le polveri metalliche non si sono registrate accensioni neanche con l’utilizzo del filo incandescente.

Anche in questo caso apparentemente le polveri in oggetto presentano una scarsa reattività all’innesco.

3.6 Test al forno Gooldbert – Greenwald

Nel seguito sono presentati gli esiti del test nel forno Gooldbert – Greenwald sia ai fini dello screening ISO 80079 che a fini della misura della MIT.

- Polvere ricoperta SMC LV5

T forno (°C)	Massa campione (g)	Pressione (bar)	Numero dispersione	Innesco [SI/NO]
500	0.1	0.3	1	NO
500	0.3	0.28	1	NO
550	0.1	0.3	1	NO
550	0.3	0.31	1	NO
600	0.1	0.29	1	NO
600	0.3	0.27	1	NO
650	0.1	0.3	1	NO
650	0.3	0.32	1	NO
700	0.1	0.3	1	NO
700	0.3	0.35	1	NO
750	0.1	0.3	1	SCINTILLE
750	0.3	0.31	1	SCINTILLE
800	0.1	0.3	1	SCINTILLE
800	0.3	0.29	1	SCINTILLE
850	0.1	0.3	1	SCINTILLE
850	0.3	0.26	1	SCINTILLE
900	0.1	0.31	1	SCINTILLE
900	0.3	0.3	1	SCINTILLE

- Polvere ricoperta SMC LV8

T forno (°C)	Massa campione (g)	Pressione (bar)	Numero dispersione	Innesco [SI/NO]
500	0.1	0.31	1	NO
500	0.3	0.29	1	NO
550	0.1	0.3	1	NO
550	0.3	0.3	1	NO
600	0.1	0.33	1	NO
600	0.3	0.31	1	NO
650	0.1	0.29	1	NO
650	0.3	0.3	1	NO
700	0.1	0.3	1	SCINTILLE
700	0.3	0.26	1	SCINTILLE
750	0.1	0.3	1	SCINTILLE
750	0.3	0.35	1	SCINTILLE
800	0.1	0.3	1	SCINTILLE
800	0.3	0.3	1	SCINTILLE
850	0.1	0.24	1	SCINTILLE
850	0.3	0.3	1	SCINTILLE
900	0.1	0.3	1	SCINTILLE
900	0.3	0.3	1	SCINTILLE

- Polvere di Ferro puro FeABC

T forno (°C)	Massa campione (g)	Pressione (bar)	Numero dispersione	Innesco [SI/NO]
500	0.1	0.3	1	NO
500	0.3	0.26	1	NO
550	0.1	0.31	1	NO
550	0.3	0.3	1	NO
600	0.1	0.3	1	NO
600	0.3	0.33	1	NO
650	0.1	0.3	1	SCINTILLE
650	0.3	0.3	1	SCINTILLE
700	0.1	0.26	1	SCINTILLE
700	0.3	0.3	1	SCINTILLE
750	0.1	0.3	1	SCINTILLE
750	0.3	0.29	1	SCINTILLE
800	0.1	0.3	1	SCINTILLE
800	0.3	0.3	1	SCINTILLE
850	0.1	0.32	1	SCINTILLE
850	0.3	0.3	1	SCINTILLE
900	0.1	0.31	1	SCINTILLE
900	0.3	0.3	1	SCINTILLE

- Polvere denominata da 'fresa'

T forno (°C)	Massa campione (g)	Pressione (bar)	Numero dispersione	Innesco [SI/NO]
500	0.1	0.3	1	NO
500	0.3	0.31	1	NO
550	0.1	0.3	1	NO
550	0.3	0.26	1	NO
600	0.1	0.3	1	NO
600	0.3	0.3	1	NO
650	0.1	0.3	1	NO
650	0.3	0.3	1	NO
700	0.1	0.3	1	NO
700	0.3	0.31	1	NO
750	0.1	0.3	1	SCINTILLE
750	0.3	0.28	1	SCINTILLE
800	0.1	0.3	1	SCINTILLE
800	0.3	0.27	1	SCINTILLE
850	0.1	0.31	1	SCINTILLE
850	0.3	0.3	1	SCINTILLE
900	0.1	0.32	1	SCINTILLE
900	0.3	0.28	1	SCINTILLE

- Polvere “polvere organica”

T forno (°C)	Massa campione (g)	Pressione (bar)	Numero dispersione	Innesco [SI/NO]
500	0.01	0.31	1	NO
500	0.03	0.32	1	NO
500	0.05	0.27	1	SI
480	0.05	0.33	1	NO
480	0.05	0.3	2	NO
480	0.05	0.28	3	NO
480	0.05	0.32	4	NO
480	0.05	0.3	5	NO
480	0.05	0.34	6	NO
480	0.05	0.3	7	NO
480	0.05	0.21	8	NO
480	0.05	0.3	9	NO
480	0.05	0.29	10	NO
La T minima di innesco (MIT) risulta essere quindi: 500-20 = 480°C	MIT= 460°C			

Anche nelle prove mediante forno G-G si è osservato un comportamento con esito negativo all’innesco delle polveri metalliche. Al massimo si è notata la formazione di scintille che però per norma non costituiscono un innesco vero e proprio e dunque non sono da considerarsi come innesco avvenuto. Si può dunque affermare che le polveri di natura metallica ed anche quelle che presentano un rivestimento polimerico (0.2% e 0.5% in peso) non sono particolarmente reattive ma risultano essere sicure e poco pericolose. Si può dire dopo queste prove che la temperatura minima di innesco per le polveri ricoperte Soft LV5, LV8, le particelle di Ferro puro FeABC e la polvere ricavata dalla fresatura dei green, hanno tutte una MIT superiore a 900 °C, cosa che le rende non particolarmente pericolose.

Per quanto concerne invece la polvere “polvere organica” si è testato un quantitativo inferiore di polvere siccome avendo una bassa densità, il volume risultante di polvere aumenta notevolmente. Per questa polvere è stato possibile determinare la MIT, corrispondente a 460°C.

4. Conclusioni

Le polveri testate nel lavoro sono utilizzate nella produzione di materiali innovativi composti da particelle SMC.

La prima caratterizzazione effettuata sulle polveri è stata la determinazione del contenuto di umidità mediante pesatura ante e post inserimento ad elevata temperatura nel forno termostato a 105°C. La quantità di umidità contenuta all'interno delle polveri è pressoché nulla, indice di un buon stato di conservazione in contenitori ermeticamente chiusi e con una bassissima esposizione delle polveri all'aria ambientale. Questo ha permesso di svolgere le prove successive di infiammabilità senza dover pretrattare le polveri in quanto un contenuto eccessivo di umidità potrebbe portare a dei risultati non veritieri. Successivamente è stata fatta l'analisi delle dimensioni particellari. Le polveri metalliche hanno una distribuzione granulometrica monodimensionale con un diametro delle particelle ristretto attorno ad un piccolo range dimensionale, ad eccezione della polvere da fresa che rappresenta l'unico sottoprodotto di lavorazione. Tutte le polveri metalliche presentano distribuzione compresa nell'intervallo 50 - 210 micron. Anche per quanto riguarda la polvere ottenuta dalla fresatura dei provini dei manufatti in SMC si sono ottenute delle dimensioni simili, questo dovuto probabilmente al fatto che essendo la polvere SMC di quelle dimensioni, andando ad asportare delle piccole quantità con un'azione meccanica, non si va a rompere la particella originaria ma semplicemente si va a disaggregare la matrice ottenuta per compattazione. L'unica che presenta particelle con dimensioni in un più ampio range è quella "polvere organica". Il tutto si traduce in una curva con un'ampiezza maggiore e una polvere con un più ampio range dimensionale.

I test di screening d'infiammabilità ISO 80079-20-2:2016 che si sono svolti mediante il tubo di Hartmann, utilizzando come fonte di innesco un arco elettrico continuo, hanno mostrato l'innesco della sola polvere "polvere organica". Per quanto riguarda i materiali ferrosi non si sono riscontrati inneschi. I test successivi sono stati svolti nello stesso tubo di Hartmann con innesco a filo incandescente hanno condotto al medesimo risultato, sintomo che la polvere in questione non presenta grande reattività.

Le prove svolte mediante il forno Gooldbert – Greenwald non hanno condotto ad accensioni per tutte le temperature impostate (fino a 900°C) ma solamente la formazione di scintille, che da normativa non rappresenta l'innesco del materiale. Solamente per la polvere "polvere organica" si è riscontrata la formazione della fiamma a conferma della reattività del materiale vegetale. Si è ricavata la MIT della polvere "polvere organica" che risulta essere di 460°C. Per quanto riguarda le altre polveri di natura metallica si può affermare che presentano una temperatura minima di innesco superiore di 900°C, sinonimo di una bassissima, se non nulla reattività.

Si è provato a misurare la MIE ovvero la minima energia che provoca l'innesco della polvere. Questo però è stato impossibile a causa alle caratteristiche conduttive della polvere ferrosa che comportava la generazione di un cortocircuito con rischio di danneggiare l'apparecchiatura di test.

Grazie alle prove effettuate si può affermare che le polveri prodotte da una matrice ferrosa ricoperta da uno strato di resina epossidica atte alla produzione di SMC sono da considerarsi NON COMBUSTIBILI ai sensi della ISO 80079-20-2:2016 e dunque non comportano rischio di formazione di atmosfere esplosive. Come di consueto, questo risultato riguarda solo e soltanto i campioni di materiale testati. Ogni sua estensione a materiali diversi, seppur

analoghi, deve essere attentamente valutato, eventualmente mediante la conduzione di ulteriori test.

Nel caso in cui si voglia utilizzare la polvere “polvere organica” quale isolante nella formulazione di SMC, è necessario effettuare una nuova caratterizzazione completa al variare del rapporto ponderale tra sughero e SMC. Questo perchè la presenza del sughero può andare ad aumentare la reattività e dunque la pericolosità nell’utilizzo di tali materiali.

Lista simboli

SMC	Componenti magnetici leggeri
P _{max}	Massima Pressione raggiunta nell'esplosione
(dP/dt) _{max}	Velocità massima di risalita della pressione
k _{st}	Indice di esplosibilità
MIE	Energia minima di innesco
MIT	Temperatura minima di innesco
LOC	Concentrazione minima di Ossigeno che causa esplosione
V	Volume
S	Superficie
PSD	Distribuzione delle dimensioni particellari
UR	Umidità relativa

5. Bibliografia

- [1] T. Abbasi and S. A. Abbasi, “Dust explosions-Cases, causes, consequences, and control,” *Journal of Hazardous Materials*, vol. 140, no. 1–2. pp. 7–44, Feb. 09, 2007. doi: 10.1016/j.jhazmat.2006.11.007.
- [2] R. Eckhoff, “Dust Explosions in the Process Industries,” Jun. 2003.
- [3] C. Proust, “A few fundamental aspects about ignition and flame propagation in dust clouds,” in *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, Mar. 2006, vol. 19, no. 2–3, pp. 104–120. doi: 10.1016/j.jlp.2005.06.035.
- [4] P. R. Amyotte and R. K. Eckhoff, “Dust explosion causation, prevention and mitigation: An overview,” *J Chem Health Saf*, vol. 17, no. 1, pp. 15–28, Jan. 2010, doi: 10.1016/j.jchas.2009.05.002.
- [5] J. Taveau, “Secondary dust explosions: How to prevent them or mitigate their effects?,” *Process Safety Progress*, vol. 31, no. 1, pp. 36–50, Mar. 2012, doi: 10.1002/prs.10478.
- [6] R. K. Eckhoff, “Understanding dust explosions. The role of powder science and technology,” *J Loss Prev Process Ind*, vol. 22, no. 1, pp. 105–116, Jan. 2009, doi: 10.1016/j.jlp.2008.07.006.
- [7] E. Danzi, E. Bibbona, A. di Benedetto, R. Sanchirico, V. di Sarli, and L. Marmo, “A statistical approach to determine the autoignition temperature of dust clouds,” *J Loss Prev Process Ind*, vol. 56, pp. 181–190, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.jlp.2018.07.013.
- [8] “UNI EN 1127-1.” 2011.
- [9] O. 'Traoré, M. ' P. L. 'Chazelet, S. 'Thomas, d' 'Dufaud, “Experimental investigation and modelling of aluminum dusts explosions in the 20 L sphere,” *J Loss Prev Process Ind*, pp. 226–236, 2009.
- [10] J. Yuan, W. Wei, W. Huang, B. Du, L. Liu, and J. Zhu, “Experimental investigations on the roles of moisture in coal dust explosion,” *J Taiwan Inst Chem Eng*, vol. 45, no. 5, pp. 2325–2333, 2014, doi: 10.1016/j.jtice.2014.05.022.
- [11] R. K. Eckhoff and G. Li, “Industrial dust explosions. A brief review,” *Applied Sciences (Switzerland)*, vol. 11, no. 4, pp. 1–18, Feb. 2021, doi: 10.3390/app11041669.
- [12] E. Pošković *et al.*, “Recent advances in multi-functional coatings for soft magnetic composites,” *Materials*, vol. 14, no. 22. MDPI, Nov. 01, 2021. doi: 10.3390/ma14226844.
- [13] S. Tumanski, “Magnetic Materials,” 2011, pp. 117–158. doi: 10.1201/b10979-4.
- [14] H. Shokrollahi and K. Janghorban, “Soft magnetic composite materials (SMCs),” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 189, no. 1–3. pp. 1–12, Jul. 06, 2007. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.02.034.
- [15] I. Hemmati, H. R. Madaah Hosseini, and S. Miraghaei, “Effect of processing parameters on electrical, mechanical and magnetic properties of iron-resin soft magnetic composite,” *Powder Metallurgy*, vol. 50, no. 1, pp. 86–90, Mar. 2007, doi: 10.1179/174329007X185580.

- [16] IEEE Industry Applications Society and Institute of Electrical and Electronics Engineers, *2017 20th International Conference on Electrical Machines and Systems (ICEMS) : 11-14 Aug. 2017*.
- [17] M. A. Grande, L. Ferraris, F. Franchini, and E. Poskovic, "A new material for small electrical machine with very good mechanical properties," in *Proceedings - 2016 22nd International Conference on Electrical Machines, ICEM 2016*, Nov. 2016, pp. 1244–1250. doi: 10.1109/ICELMACH.2016.7732684.
- [18] O. 'Anderson, "Advances in Soft Magnetic Composites - Materials and Applications," *PowderMet2009*, Jul. 2009.
- [19] I. 'Maddah, R. 'Nasserian, M. 'Irani, F. 'Hemmati, "Effect of Processing Parameters on Properties of Soft Magnetic Composites," *International Congress on Powder Metallurgy for Automotive Parts*, Apr. 2005.
- [20] *Höganäs Handbook for Sintered Components Iron and steel powders for sintered components*.
- [21] E. Salzano, E. Danzi, G. Pio, and L. Marmo, "Journal of Loss Prevention in the Process Industries Powered by Editorial Manager® and ProduXion Manager® from Aries Systems Corporation." [Online]. Available: www.unibo.it/sitoweb/ernesto.salzano
- [22] Norma UNI EN 13821, "Determinazione dell'energia minima di accensione delle miscele polvere/aria," 2004.
- [23] Norma CEI EN 50281-2-1, "Costruzioni elettriche destinate all'uso in ambienti con presenza di polvere combustibile. Parte 2-1: Metodi di prova ," 1999.
- [24] Norma UNI EN 14034-2, "Determinazione delle caratteristiche di esplosione di nubi di polvere - Parte 2: Determinazione della velocità massima di aumento della pressione di esplosione (dP/dt)max di nubi di polvere ," 2011.
- [25] C. Cesana and R. Siwek, "KSEP - Manual." [Online]. Available: www.tuev-sued.ch/products.bs@tuev-sued.ch

Ringraziamenti

Vorrei dedicare queste ultime righe a tutte quelle persone che mi hanno accompagnato e supportato nel raggiungimento di questo grandissimo traguardo; non solo universitario ma nella vita quotidiana di tutti i giorni.

Iniziando dai miei genitori, i migliori al mondo che sono stati i primi a credere in me, senza mai farmi sentire il peso dell'impegno ma incoraggiandomi sempre qualunque sia stato il risultato e spronandomi sempre nel non mollare mai.

Un grazie speciale va al mio fratellone Moreno, il mio punto di riferimento da sempre, che ha sempre trovato le parole e i consigli giusti nel mio percorso di vita.

Un grazie speciale ad Alessia, che più di tutti ha dovuto sopportare i miei momenti no e le settimane di sclero nei periodi esami. Ma che mi è sempre stata accanto e ha reso tutto questo percorso più dolce!

Un grazie alle zie e zii Cristina, Serena, Massimo, Luciano, Raffaele e i miei cuginetti Andrea, Giacomo e Giorgia, alla cognata Samanta e al mio nipotino Sebastian!!!

Ho la fortuna di avere una miriade di fantastici amici, che non elenco perché sicuramente me ne dimenticherei qualcuno. Grazie a tutte e tutti di rendermi la vita leggera e avermi fatto divertire in questi anni di duro studio.

Poi ci sono stati loro: i miei compagni universitari! Probabilmente se ora sono qui a scrivere queste parole è gran parte merito al vostro aiuto: Laura, Noemi, Annalisa, Ilaria, Andrea, Lorenzo e Fabio! E come non poter ringraziare colei che ha tenuto tutto il gruppo unito: Celeste! Lei sì che è stata l'anima di questo gruppo, la nostra fonte del sapere!

E infine c'è Paolino, un compagno di scuola ma soprattutto un amico sincero e disponibile che auguro a tutti di avere!