

Politecnico di Torino

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica A.a. 2021/2022 Sessione di Laurea Aprile 2022

Termografia attiva per la caratterizzazione termica di materiali isolanti

Relatore

Raffaella Sesana

Correlatori

Francesca Maria Curà Luca Corsaro Candidato

Francesco Rochira

ABSTRACT

La ricerca, svolta in collaborazione con il CRF (Centro Ricerche Fiat), si prefigge l'obiettivo di caratterizzare termicamente un sistema utilizzato per l'isolamento, sistema costituito da tre strati, due di materiale polimerico e uno di aerogel.

Durante gli ultimi anni i materiali aerogel si sono affermati per le loro ottime proprietà termiche isolanti, essendo caratterizzati da una bassissima conducibilità termica. In particolare, il materiale analizzato verrà applicato in ambito automobilistico per isolare termicamente pacchi batteria di autoveicoli elettrici. Tale isolamento è necessario per controllare termicamente l'ambiente, mantenere una temperatura di esercizio ottimale e di conseguenza migliorare le prestazioni delle batterie.

L'analisi effettuata è stata eseguita mediante la tecnica non distruttiva basata sulla termografia attiva, in particolare la tecnica Laser Flash. Questa tecnica consiste nel investire il sistema preso in analisi con un impulso laser di breve durata e registrare tramite una termocamera la variazione di temperatura sulla superficie opposta a quella colpita dal fascio laser.

I dati di temperatura e tempo acquisiti durante le prove verranno esportati ed analizzati in ambiente Matlab mediante routine dedicate che implementano tre diverse procedure, descritte nella normativa (metodo del tempo di metà riscaldamento, metodo dell'area e metodo dei momenti) per la stima del valore di diffusività termica del materiale preso in studio.

Dalla diffusività termica e possibile ricavare la conduttività termica e stabilire se il materiale analizzato è competitivo dal punto di vista delle prestazioni, confrontandolo con i materiali presenti in letteratura.

Migliori saranno le prestazioni del materiale, maggiore sarà la protezione dalle basse temperature. Ne conseguirà un aumento della capacità delle batterie di immagazzinare energia, un aumento dell'autonomia dei veicoli elettrici, un risparmio energetico, una riduzione dei consumi e un miglior impatto ambientale.

SOMMARIO

A	bstract	et	I					
E	lenco d	delle tabelle	IV					
E	lenco d	delle figure	V					
1 Introduzione								
	1.1	Scenario attuale	4					
2	Stat	ato dell'arte	8					
	2.1	Materiale plastico	9					
	2.2	Distract I enco delle tabelle IV enco delle figure V Introduzione 1 1.1 Scenario attuale 4 Stato dell'arte 8 2.1 Materiale plastico 9 2.2 Materiale aerogel 10 2.3 Metodi per la caratterizzazione termica dei materiali 13 2.3.1 GHP 15 2.3.2 HFM 17 2.3.3 LFM 20 2.4 Analisi dei dati 23 2.4.1 Metodo del tempo di metà riscaldamento 23 2.4.2 Metodo del tempo di metà riscaldamento 23 2.4.3 Metodo delle aree 27 La strumentazione 29 3.1 Termocamera 3.2 Sorgente di calore 36 3.3 Porta-campione 39 3.4 Software 41 Analisi al microsconio 46						
	2.3	Metodi per la caratterizzazione termica dei materiali	13					
	2.3.	3.1 GHP	15					
	2.3.	3.2 HFM	17					
	2.3.	3.3 LFM	20					
	2.4	Analisi dei dati	23					
	2.4.	A.1 Metodo del tempo di metà riscaldamento	23					
	2.4.	A.2 Metodo dei momenti parziali	25					
	2.4.	A.3 Metodo delle aree	27					
3	La	strumentazione	29					
	3.1	Termocamera	32					
	3.2	Sorgente di calore	36					
	3.3	Porta-campione						
	3.4	Software	41					
4	Ana	nalisi sperimentale	42					
	4.1	Analisi al microscopio	46					
	4.2	Analisi di densità	48					
	4.3	Analisi di diffusività e conducibilità termica	52					

	4.3.1	Provino di plastica	55
	4.3.2	Provino di aerogel	64
	4.3.3	Provino di aerogel grafitato	68
	4.3.4	Provino sandwich	74
5	Modell	o analitico	
	5.1 Fis	sica del problema	81
	5.2 Co	ostruzione del modello	84
6	Conclu	sioni e possibili sviluppi futuri	96
B	ibliografia	1	

ELENCO DELLE TABELLE

ELENCO DELLE FIGURE

Figura 1.1 Spettro elettromagnetico	1
Figura 1.2: Prestazioni di scarica della batteria al variare della temperatura	ambiente
	7
Figura 2.1 Processo di sintesi di materiali Aerogel	10
Figura 2.2: Classificazione degli Aerogel	11
Figura 2.3: Densità ed entalpia dei differenti stati della materia	12
Figura 2.4 Schema metodo GHP	15
Figura 2.5 Schema misuratore termico per la determinazione della con	ducibilità
termica (metodo HFM)	17
Figura 2.6: schema tecnica Laser Flash	20
Figura 2.7: andamento della temperatura in funzione del tempo	23
Figura 2.8: incremento di temperatura in codizioni ideali	27
Figura 3.1: setup di prova	29
Figura 3.2: modello 3D della struttura del macchinario	30
Figura 3.3: macchinario presente in laboratorio	31
Figura 3.4: termocamera FLIR A6751sc	32
Figura 3.5: configurazione del posizionamento della termocamera	32
Figura 3.6: finestra di ResearchIR	33
Figura 3.7: finestra per l'inserimento dei parametri della prova	34
Figura 3.8: termogramma visualizzato tramite ResearchIR	35
Figura 3.9: testa laser	
Figura 3.10: interfaccia per la gestione del fascio laser	37
Figura 3.11: interfaccia per il posizionamento del raggio laser	37
Figura 3.12: isolamento della sorgente laser	
Figura 3.13 schema di disposizione del porta-campione	
Figura 3.14: porta-campione	40
Figura 3.15: Vista dettagliata porta-campione	40
Figura 3.16: esempio di box	41
Figura 4.1: <i>flow chart</i> per l'identificazione della logica di analisi	43

Figura 4.2: flow chart utilizzato per le prove sperimentali	44
Figura 4.3: sistema preso in analisi	45
Figura 4.4: spessore del film di plastica osservato al microscopio	46
Figura 4.5: aerogel osservato al microscopio	47
Figura 4.6: bilancia presente in laboratorio	48
Figura 4.7: campioni di aerogel	49
Figura 4.8: campioni di plastica	49
Figura 4.9: provini presi in analisi	52
Figura 4.10: grasso al grafene	53
Figura 4.11: schema per l'analisi del problema	54
Figura 4.12: posizionamento del porta-campione	56
Figura 4.13: posizionamento del provino di plastica all'interno del porta-campi	ione
	56
Figura 4.14: Box utilizzata per le prove sul campione di plastica	57
Figura 4.15: andamento di temperatura assoluta registrato durante il Test1	58
Figura 4.16: andamento di temperatura relativa registrato durante il Test1	58
Figura 4.17: andamento di temperatura normalizzato registrato durante il Test1	.59
Figura 4.18: Andamenti di temperatura relativa ottenuti durante i test	60
Figura 4.19: Andamenti di temperatura normalizzati ottenuti durante i test	60
Figura 4.20: provino di plastica, andamento dell'incremento massimo	di
temperatura al variare dell'energia fornita dalla sorgente laser	61
Figura 4.21: provino aerogel, posizionamento del porta-campione	65
Figura 4.22: posizionamento del provino di aerogel	65
Figura 4.23: valori di radianza in funzione del tempo registrati durante il To	est7
effettuato sul provino di aerogel	66
Figura 4.24: radianza relativa emessa dal campione di aerogel in funzione del ter	npo
	67
Figura 4.25: posizionamento del campione di aerogel grafitato all'interno del po	orta-
campione	69
Figura 4.26: andamenti di temperatura relativa ottenuti durante i test effettuati	sul
campione di aerogel grafitato	69

Figura 4.27: andamenti di temperatura normalizzati ottenuti per il campione di							
aerogel grafitato							
Figura 4.28: aerogel grafitato, incremento massimo di temperatura in funzione							
dell'energia emessa dalla sorgente laser71							
Figura 4.29: posizionamento provino sandwich all'interno del porta-campione74							
Figura 4.30: provino sandwich, andamenti di temperatura relativa75							
Figura 4.31: andamenti di temperatura normalizzati ottenuti per i test effettuati sul							
provino sandwich76							
Figura 4.32: provino sandwich, andamento del salto termico massimo in funzione							
dell'energia fornita dalla sorgente laser77							
Figura 5.1: logica di analisi per costruire il modello analitico80							
Figura 5.2: andamento di temperatura normalizzata ottenuto analiticamente82							
Figura 5.3: Test1, confronto tra andamenti di temperatura relativa ottenuti							
analiticamente e sperimentalmente							
Figura 5.4: Test8, confronto tra andamenti di temperatura relativa ottenuti							
analiticamente e sperimentalmente93							
Figura 5.5: Test1, confronto andamenti di temperatura normalizzati, ottenuti							
analiticamente e sperimentalmente94							
Figura 5.6: Test8, confronto andamenti di temperatura normalizzati, ottenuti							
sperimentalmente e analiticamente							

1 INTRODUZIONE

Questo capitolo introduttivo verterà sulla descrizione della tecnica della termografia attiva per l'indagine non distruttiva delle proprietà termiche dei sistemi e sulle motivazioni che hanno incentivato lo svolgimento del presente lavoro di tesi.

La termografia attiva è una tecnica di analisi non distruttiva che permette di effettuare diverse indagini su differenti tipologie di materiali. La termografia basa il suo principio di funzionamento sull'utilizzo di una termocamera, dispositivo che consente di acquisire i valori di temperatura raggiunti da un campione andando a misurare l'intensità della radiazione infrarossa emessa dalla sua superficie.

Come viene spiegato in [1], ogni oggetto avente temperatura *T* superiore a 0 K (zero assoluto) emette radiazioni elettromagnetiche che rientrano nel campo dell'infrarosso dello spettro elettromagnetico. Nella figura sottostante, presente in [1], è possibile osservare che il range di lunghezza d'onda dell'infrarosso è compreso tra 0,75 e 1000 μ m.



Figura 1.1 Spettro elettromagnetico

Lo strumento di rilevazione a infrarossi utilizzato (termocamera), deve essere in grado di acquisire immagini in tutto l'intervallo infrarosso.

L'approccio utilizzato per eseguire la termografia viene definito attivo quando l'elemento da analizzare viene sollecitato tramite l'utilizzo di una sorgente di calore esterna.

Come viene spiegato in [2], quando un corpo viene irradiato da un flusso energetico ϕ_{irr} , una parte di questa energia viene assorbita dal corpo $\varepsilon \phi_{irr}$, una parte viene

trasmessa $\tau \phi_{irr}$ e una parte viene riflessa $\rho \phi_{irr}$. La legge di Kirchhoff sulla conservazione dell'energia, presente in [2], afferma:

$$\phi_{irr} = \tau \phi_{irr} + \varepsilon \phi_{irr} + \rho \phi_{irr}$$

$$(1.1)$$

$$1 = \tau + \varepsilon + \rho$$

Dove:

- ε è il coefficiente di emissività
- τ è il coefficiente di trasmissione
- ρ è il coefficiente di riflessione

Prima di procedere con l'analisi è necessario introdurre il concetto di corpo nero. Si definisce corpo nero un corpo ideale in grado di assorbire tutte le radiazioni incidenti (ε =1), senza riflettere ne trasmettere ($\tau = 0$, $\rho = 0$). Il corpo nero è anche un perfetto corpo radiante [1]. A parità di temperatura, non tutti i corpi emettono energia nella stessa maniera. Per questo motivo, è necessario conoscere l'emissività ε del materiale, parametro che determina la capacità di una superficie di emettere energia rispetto a quella emessa dal corpo nero.

Come viene spiegato in [1], l'emissività del materiale non è l'unico parametro in grado di influenzare l'analisi termografica. Nello studio di un caso reale, bisogna tenere conto che l'energia totale rilevata dalla termocamera è data da:

$$E_{tot} = E_{obj} + E_{refl} + E_{atm}$$

(1.3)

(1.2)

Dove:

- E_{tot} è l'energia totale rilevata
- E_{obj} è l'energia emessa dall'oggetto
- E_{refl} è l'energia riflessa dall'ambiente circostante emessa dall'oggetto

• E_{atm} è l'energia emessa dall'atmosfera

Per effettuare una corretta valutazione della temperatura raggiunta dal corpo è necessario inserire nel software della termocamera l'emissività del materiale, la quantità di radiazione ambiente che viene riflessa dall'oggetto e la quantità di energia che viene emessa dall'atmosfera.

Come detto in precedenza, la termografia attiva può essere utilizzata per eseguire diverse tipologie di analisi. In [1] sono presenti alcuni campi di applicazione per l'utilizzo della termografia attiva, la quale può essere utilizzata ad esempio per identificare la presenza di difetti in un materiale, per ispezionare batterie ecc.

Durante lo svolgimento di questo lavoro di tesi, la termografia attiva verrà utilizzata per caratterizzare termicamente materiali isolanti. In particolare, si cercherà di stimare il loro valore di diffusività e conducibilità, eseguendo la tecnica Laser Flash.

I materiali isolanti presi in analisi verranno applicati in ambito automobilistico per isolare termicamente pacchi batteria di autoveicoli elettrici. Tale isolamento è necessario per controllare termicamente l'ambiente, mantenere una temperatura di esercizio ottimale e di conseguenza migliorare le prestazioni delle batterie.

1.1 SCENARIO ATTUALE

Durante gli ultimi anni, le emissioni di anidride carbonica hanno determinato il cambiamento climatico globale. È di fondamentale importanza basare l'economia energetica su una fornitura di energia economica e sostenibile [3]. Per questo motivo, una delle sfide energetiche affrontate al giorno d'oggi, mira a sostituire i veicoli azionati da motori a combustione interna (ICE) con veicoli elettrici (EV) o almeno ibridi [4]. Oltre al tema ambientale e ai benefici in termini di riduzione di emissioni di inquinanti nell'aria, i veicoli elettrici hanno diversi aspetti positivi come la riduzione dell'inquinamento acustico, elevata coppia del motore che viene trasmessa alle ruote, accelerazione più fluida e una maggiore efficienza rispetto ai motori termici a benzina o diesel [5]. L'obiettivo di passare a una mobilità elettrica è dunque un'esigenza ambientale, ma anche di contesto energetico e produttivo. L'uso di energia sostenibile per la produzione di elettricità richiede la disponibilità

di una tecnologia adeguata per l'accumulo di energia, vale a dire le batterie. Pertanto, uno degli obiettivi prefissati dall'elettrochimica moderna è lo sviluppo di batterie in grado di immagazzinare energia sostenibile con stabilità a lungo termine, ciclo di vita molto prolungato e rispetto dei vincoli ambientali. Nella tabella sottostante, presente in [6], è possibile osservare alcuni parametri per la valutazione delle prestazioni delle batterie. Al giorno d'oggi, le batterie agli ioni di litio sono quelle più utilizzate per l'equipaggiamento di veicoli elettrici.

Tipologia	Energia specifica	Potenza specifica	Tensione nominale della cella	Cicli di vita ¹	Tempo di ricarica	Tasso di autoscarica ²
	[W h kg-1]	[kW kg-1]	[V]		[h]	[%]
Piombo- acido	25-40	150-250	2	200-700	8	5
Nichel- cadmio	45-80	200	1,2	500-2000	1	20
Idruro di nichel- metallo	60-120	200	1,2	500-1000	1	30
Nichel-ferro	50	100	1,2	2000	/	20-40
Nichel- zinco	70	150	1,7	300	/	20
Sodio-zolfo	100	150-200	2	~1000 ³	8	abbastanza basso
Cloruro di sodio metallico	100	150	2	>1000	8	/
Li-ioni	110-180	300	3,6	>1000	2-3	10
Li-polimero	100-130	300	3,6	300-500	2-4	10

Tabella 1.1 Parametri di differenti tipologie di batterie elettriche

¹ Fino all'80% di capacità

² Perdite al mese

³ Non più di 1000

L'elevata densità di potenza/energia, il basso consumo energetico, il basso costo di acquisto, la buona durata del ciclo, il peso ridotto e le eccellenti caratteristiche di stoccaggio, rendono le batterie agli ioni di litio una scelta ottimale nel campo dei trasporti elettrici.

Nonostante le batterie a ioni di litio siano una delle soluzioni migliori per il trasporto elettrico, il loro utilizzo è limitato dalle temperature di funzionamento che possono avere effetti negativi sulle prestazioni energetiche e sul ciclo vita. A basse temperature e a temperature troppo elevate, l'energia e la densità di potenza delle batterie diminuiscono. Inoltre, si verifica un aumento del rischio per la sicurezza. Ciò comporta la limitazione del loro impiego in molte applicazioni. Secondo uno studio affrontato dall'American Automobile Association [7], l'autonomia dei veicoli elettrici può essere ridotta del 57% in base alla temperatura esterna. Nel test effettuato, l'autonomia di guida di EV è scesa da 105 miglia a 75 ° F (23,9 ° C) a 43 miglia a 20 ° F (-6,7 ° C). La riduzione delle prestazioni delle celle agli ioni di litio sono attribuite alla lenta diffusione del litio, lenta cinetica di trasferimento di carica, alla crescita dello strato di interfase-solido-elettrica, all'aumento della viscosità e alla riduzione della conduttività del Li nell'elettrolita [8]. Durante l'ultimo periodo, sono state effettuate molte ricerche per migliorare le prestazioni delle batterie agli ioni di litio. Ci sono diverse strade da poter intraprendere per ovviare a questo problema:

- utilizzo di additivi
- preriscaldamento
- utilizzo di isolanti

Come viene spiegato negli articoli [9], [8] e [10], gli additivi costituiscono una piccola percentuale dell'elettrolita (<10%) e sono progettati per migliorare le prestazioni elettrolitiche andando a modificare le proprietà effettive dell'elettrolita. Un elettrolita efficace può comprendere una combinazione di additivi per affrontare i vari meccanismi di degradazione nella cella. Tuttavia ad alte temperature la maggior parte degli additivi deteriora le prestazioni delle celle e la durata del ciclo. Il preriscaldamento consiste nel preriscaldare la batteria fino ad una temperatura ottimale prima dell'uso. Il preriscaldamento permette di mantenere la potenza della batteria, migliorando l'autonomia del veicolo. La tecnica richiede molto tempo (circa 40 minuti) e vieta la mobilità istantanea . Una delle strategie migliori per aumentare rapidamento durante i periodi di riposo dalla guida e l'utilizzo della frenata rigenerativa per il riscaldamento interno della batteria durante i periodi di guida. Una volta riscaldata la batteria, l'energia di frenata viene utilizzata per ricaricare i materiali attivi della batteria [11].

Il metodo del controllo termico passivo è un metodo di conservazione del calore. Questo metodo mira principalmente ad utilizzare materiali isolanti per mantenere la temperatura della batteria al di sopra di un determinato valore. Nello studio affrontato in [12], vengono valutate le prestazioni di batterie cilindriche a ioni di litio rivestite da aerogel nanoporoso, materiale a bassa conduttività termica. In Figura 1.2, presente in [12], è possibile osservare le prestazioni di scarica della batteria con e senza metodo del controllo termico (TC). Per il controllo viene utilizzato un materiale aerogel nanoporoso spesso 3 mm.



Figura 1.2: Prestazioni di scarica della batteria al variare della temperatura ambiente

Come si può notare dalla figura, a basse temperature, la presenza di aerogel migliora la capacità di scarica della batteria. L'aerogel riesce a trattenere il calore generato durante il processo di scarica della batteria e fa sì che venga rilasciato lentamente nell'ambiente, permettendo di avere maggiore energia termica a disposizione da destinare al riscaldamento della batteria. Tale riscaldamento aumenterà la temperatura della batteria e di conseguenza ne migliorerà le prestazioni.

2 STATO DELL'ARTE

Per ottimizzare le prestazioni delle batterie, è di fondamentale importanza utilizzare materiali in grado di trattenere il calore al fine di evitare dispersioni termiche. Affinché sia soddisfatta questa caratteristica, il materiale in questione deve essere un ottimo isolante termico, ovvero deve avere diffusività e conducibilità termica molto basse. In letteratura sono presenti molti articoli e normative inerenti alla caratterizzazione termica di materiali isolanti. Il loro scopo è quello di analizzare diverse tecniche per cercare di capire quale sia la soluzione migliore a seconda della natura del materiale in esame e a seconda degli obiettivi che si vogliono raggiungere.

Prima di procedere alla spiegazione delle tecniche di caratterizzazione termica, è indispensabile capire quali tipologie di materiali dovranno essere esaminati. I materiali isolanti presi in analisi durante questo lavoro di tesi sono due:

- Un materiale polimerico
- Un materiale aerogel

Non avendo ricevuto informazioni specifiche riguardanti le proprietà fisiche di questi due materiali, una parte del lavoro di tesi verte sulla ricerca bibliografica al fine di comprendere al meglio la natura dei componenti analizzati.

2.1 MATERIALE PLASTICO

In base all'analisi di densità affrontata nel capitolo "Analisi sperimentale" e in base alle informazioni presenti in letteratura, è possibile ipotizzare che il materiale in questione sia stato realizzato in PTFE, polimero molto diffuso ed utilizzato per le sue eccellenti doti di resistenza verso agenti esterni e per la grande resistenza ad alte e basse temperature. Nel PTFE non vengono rilevate particolari decomposizioni strutturali ad alte temperature (fino a 260°C) [13], infatti è una plastica molto stabile dal punto di vista termico. A seconda della funzione che dovrà svolgere, il PTFE può essere miscelato con additivi come fibre di vetro, carbone, grafite, per migliorare alcune specifiche proprietà.

Nella tabella sottostante presente in [13], è possibile osservare come variano le proprietà del materiale in funzione degli additivi utilizzati.

Politetrafluoroetilene (PTFE)									
Proprietà	Metodi di prova	Unità di misura	Vergine	+15% Vetro	+15% Grafite	+25% Carbone	+60% Bronzo		
Caratteristiche Meccaniche									
Peso Specifico	DIN 53479	g/cm ³	2,14-2,18	2,19-2,22	2,10-2,15	2,05-2,11	3,80-3,90		
Caratteristic	e Termiche								
Calore specifico	-	kJ/(kg·°C)	1	-	-	-	-		
Conducibilità termica	DIN 532612	W/(K·m)	0,25	0,35	0,6	0,8	0,7		
Temp. max di impiego per uso breve	-	°C	300	-	-	-	-		
Temp. Max/Min di esercizio	-	°C	-200/+260	-200/+260	-200/+260	-200/+260	-200/+260		

Tabella 2.1: Proprietà PTFE

2.2 MATERIALE AEROGEL

Con il termine aerogel viene indicata una classe di materiali formata da una rete 3D porosa continua e da un gas come mezzo di dispersione [14]. La sintesi di materiali aerogel si realizza tramite processi di lavorazione sol-gel in cui avviene la transizione di una soluzione colloidale in una rete continua formata da colloidi aggregati, compenetrata da un liquido a bassa temperatura, e processi di essiccazione dove la componente liquida del gel viene sostituita da un gas lasciando intatta la nanostruttura solida senza collasso dei pori [15]. Nella figura sottostante adattata da [15], è possibile osservare uno schema del processo di sintesi per la realizzazione di materiali aerogel.



Figura 2.1 Processo di sintesi di materiali Aerogel

Come spiegato in [14], il processo di preparazione dell'aerogel di solito comprende le seguenti tre fasi:

- Transizione sol-gel (gelificazione): le particelle solide presenti nella soluzione colloidale, si aggregano formando un reticolo in un gel umido. Tale processo avviene spontaneamente o tramite l'utilizzo di catalizzatori.
- Perfezionamento della rete (invecchiamento): il tenue scheletro solido generato durante il processo sol-gel viene rinforzato meccanicamente.
- Transizione gel-aerogel (essiccazione): il solvente all'interno del gel umido viene sostituito dall'aria lasciando intatta la microstruttura solida.

Tutti e tre i passaggi potrebbero determinare la microstruttura degli aerogel e influenzare le loro proprietà e applicazioni. Per via delle sue diverse composizioni chimiche, visibili nella figura sottostante adattata da [16] e per le proprietà fisiche singolari che lo caratterizzano, l'aerogel può essere identificato come uno stato della materia piuttosto che come una tipologia di materiale.



Figura 2.2: Classificazione degli Aerogel

Comunemente la materia viene classificata in tre stadi distinti tra loro: solido, liquido e gassoso. Stadi ben contraddistinti per differenze qualitative, differenti densità e differenti entalpie. Come mostrato in Figura 2.3, adattata da [16], le densità del solido e del liquido sono molto simili, mentre tra liquido e gas, la densità differisce di 3-4 ordini di grandezza. Inoltre, l'entalpia del sistema di stati liquidi e gassosi differisce notevolmente.



Figura 2.3: Densità ed entalpia dei differenti stati della materia

Esiste un enorme divario tra lo stato liquido e lo stato gassoso, divario che potrebbe essere colmato dall'aerogel. Infatti, come lo stato solido, l'aerogel ha un volume e una forma propria. Tuttavia, la densità dell'aerogel potrebbe essere inferiore alla densità dell'aria [16]. I materiali aerogel sono eccellenti isolanti termici. Difatti, secondo uno studio affrontato da Chen Yiming in [14], la conducibilità termica di "nanocellulose aerogels" è solitamente compresa tra 18 e 44 mW·m⁻¹·K⁻¹. Oltre ad essere un eccellente isolante termico, l'aerogel si distingue nel mercato per l'elevata leggerezza, per l'isolamento acustico e per l'isolamento elettrico. Grazie a queste proprietà eccezionali, i materiali aerogel possono essere utilizzati per diversi impieghi.

2.3 METODI PER LA CARATTERIZZAZIONE TERMICA DEI MATERIALI

Una volta chiarita la natura dei materiali presi in analisi, è stato effettuato un lavoro di ricerca finalizzato a capire quali sono le tecniche da eseguire presenti in letteratura per caratterizzare termicamente i materiali in questione.

Emergono tre differenti tecniche per stimare la conducibilità o la diffusività termica di materiali plastici isolanti, ovvero:

- GHP (Guarded Hot Plate) [17].
- HFM (Heat Flow Meter) [18].
- LFM (Laser Flash Method) [19].

Per quanto riguarda i materiali Aerogel, la normativa ISO/DIS 22482.2 [20], descrive quali sono i metodi da eseguire per determinare le proprietà fisiche del materiale. Come possiamo osservare dalla tabella sottostante, presente in [20], la conducibilità termica deve essere calcolata sulla base di misurazioni effettuate in conformità con le normative ISO 8301 (metodo HFM) o ISO 8302 (metodo GHP).

	Clause		Test sp	Gradifia		
No. Title		Test method	Dimensions (mm)	Minimum number to get one test result	conditions	
4.2.1	Linear dimensions	ISO 29465 ISO 29466	Full-size	4	_	
4.2.2	Density	ISO 29470	Full-size	4	_	
4.2.3	Thermal conductivity	ISO 8301 or ISO 8302	≥200 x 200 x <i>t</i>	1	_	
4.3.1	Reaction to fire	-	-	-	_	
<u>4.3.2</u>	Water absorption	ISO 29767 or ISO 16535	200 × 200 × <i>t</i> 200 × 200 × <i>t</i>	4 4	_	
4.3.3	Compressive strength	ISO 29469	See ISO 29469:2008, 6.1	4	—	
<u>4.3.4</u>	Corrosiveness to steel	ISO 12624	_	3	7.5 g	
<u>4.3.5</u>	Resistance to Fungi	ISO 846	See ISO 846:1997, 6.1	3	—	
4.3.6	Flexibility	_	300 × 300 × t	4	_	

Tabella 2.2 Metodi per caratterizzare gli aerogel

Dunque la normativa consiglia di eseguire le tecniche GHP e HFM per caratterizzare i materiali Aerogel. Tuttavia, il metodo LF è molto più rapido rispetto agli altri due metodi. Inoltre, alcuni articoli in letteratura presentano studi di caratterizzazione di materiali aerogel eseguiti con la tecnica laser flash [21] [22] [23].

Nei paragrafi successivi verranno spiegati i principi di funzionamento delle tre tecniche e i vantaggi/svantaggi delle varie metodologie, con particolare focus sull'esecuzione della tecnica laser flash in quanto il seguente lavoro di tesi verterà sull'utilizzo di quest'ultima per il compimento delle prove.

2.3.1 GHP

Il metodo GHP, detto anche metodo della piastra calda, è un metodo di misurazione dello stato stazionario che permette di misurare la conduttività dei materiali. Questo metodo di misurazione è assoluto, quindi non necessita di standard di calibrazione. Il campione da analizzare viene riscaldato da una piastra calda. Questa piastra è incorporata in una piastra metallica chiamata guardia che viene riscaldata separatamente alla stessa temperatura della piastra. Il flusso di calore generato che attraversa il campione è unidirezionale, in quanto piastra calda e guardia hanno la stessa temperatura. Dopo aver raggiunto lo stato stazionario, delle termocoppie misurano la differenza di temperatura sui lati del campione. Una volta nota la differenza di temperatura, conoscendo l'area della piastra, lo spessore del campione e il flusso di calore; sarà possibile determinare la conduttività termica del campione analizzato [24].

Come si può notare in Figura 2.4, adattata da [25], il metodo GHP si può dividere a sua volta in due tipologie:



Figura 2.4 Schema metodo GHP

Il metodo "Un campione" consiste nel riscaldare con la piastra calda un lato del campione, mentre l'altro lato è mantenuto a temperatura controllata da una piastra fredda. Le piastre vengono riscaldate in modo tale da stabilire una differenza di temperatura (ΔT) definita con precisione e selezionabile dall'utente.

Non appena viene raggiunto l'equilibrio termico, viene misurata la potenza in ingresso nella piastra calda con area *A*.

Nel metodo "Due campioni", la piastra calda è inserita tra due campioni dello stesso materiale aventi approssimativamente lo stesso spessore Δx . La piastra riscaldata elettricamente viene nuovamente posizionata nella guardia. Le piastre fredde sono posizionate sopra e sotto i campioni e vengono riscaldate in modo tale da stabilire una differenza di temperatura (ΔT) definita con precisione e selezionabile dall'utente. Non appena viene raggiunto l'equilibrio termico, viene misurata la potenza in ingresso nella piastra calda con area A [25]. I valori di conducibilità termica potranno essere determinati dalle equazioni (2.1) e (2.2), presenti in [24] e [25], una volta note le seguenti grandezze:

- potenza totale nella piastra calda Q
- spessore medio del campione d
- area di misurazione A (2A per il metodo Due campioni)
- differenza media di temperatura ΔT

$$\lambda = \frac{Q \cdot d}{A \cdot \Delta T}$$

(2.1)

$$\lambda = \frac{Q \cdot d}{2A \cdot \Delta T}$$

(2.2)

Tra le tecniche sopra citate, la GHP è quella più precisa ed affidabile, di contro i tempi di esecuzione delle prove sono piuttosto lunghi.

2.3.2 HFM

La descrizione del metodo analizzato in questo paragrafo è stata ripresa da [26], [27] e [28]. Il metodo della misura del flusso del calore (Heat flow Meter) è un metodo rapido e semplice da utilizzare per determinare la conducibilità termica dei materiali con un alto livello di precisione. Il campione di prova viene posizionato tra una piastra calda e una fredda. La temperatura delle due piastre viene scelta dall'utente ed è controllata per mezzo di elementi Peltier. Il test viene eseguito dopo aver raggiunto l'equilibrio termico. Nella figura sottostante, adattata da [28], viene raffigurato uno schema della strumentazione utilizzata per l'esecuzione del metodo HFM.



Figura 2.5 Schema misuratore termico per la determinazione della conducibilità termica (metodo HFM)

Gli elementi Peltier basano il loro principio di funzionamento sull'effetto Peltier, ovvero forniscono una differenza di temperatura in risposta ad una corrente applicata. La differenza di temperatura è quella che verrà applicata ai due lati opposti del campione da analizzare. Di conseguenza un lato si riscalderà e l'altro si raffredderà. È possibile utilizzare l'elemento Peltier per riscaldare o raffreddare un solo lato del campione, mantenendo il lato opposto a temperatura controllata.

In questa maniera si ottiene un flusso di calore guidato che passerà attraverso il campione. Il flusso di calore verrà misurato utilizzando nuovamente le celle Peltier, sfruttando l'effetto Seebeck. Il flusso provocherà una differenza di temperatura nell'elemento Peltier che genererà una certa tensione. Maggiore sarà la tensione, maggiore sarà la differenza di temperatura all'elemento Peltier. Flusso di calore e temperatura sono direttamente proporzionali secondo l'equazione:

$$Q = \lambda \cdot A \cdot \frac{\Delta T}{d}$$

(2.3)

Dove:

- *d* è lo spessore del materiale
- Q è il flusso attraverso il campione
- *A* è la superficie del campione
- λ è la conduttività termica
- ΔT è la differenza di temperatura

L'esatta relazione tra il segnale di tensione e la portata di calore si ottiene mediante una calibrazione, utilizzando un campione di riferimento di cui è nota la conducibilità termica.

Noto lo spessore *d* e la superficie *A* del campione, basterà misurare il flusso di calore e la differenza di temperatura per calcolare la conducibilità termica (λ) del materiale analizzato, andando ad applicare la legge di Fourier:

$$Q = \phi \cdot A = \frac{\Delta T}{R} = \Delta T \cdot U$$

$$R = \frac{d}{\lambda \cdot A}$$
(2.4)

$$\lambda = \frac{Q \cdot d}{A \cdot \Delta T} \tag{2.6}$$

A differenza del metodo GHP, il metodo HFM permette di ottenere cicli di misurazione più rapidi. Di contro, essendo un metodo di misurazione relativo, prima di eseguire le prove è necessario calibrare la strumentazione con un campione di riferimento. La calibrazione porta con sé un'incertezza di misura e rende il metodo HFM meno affidabile rispetto al GHP (metodo di misurazione assoluto). D'altra parte, gli apparati HFM sono solitamente meno costosi degli apparati GHP.

2.3.3 LFM

La tecnica Laser Flash, schematicamente illustrata in Figura 2.6, è una tecnica che sfrutta la termografia attiva per misurare sperimentalmente la diffusività termica dei materiali. Il suo principio di funzionamento è basato sull'utilizzo di una sorgente laser e di un rilevatore a infrarossi [29].

La superficie piana anteriore di un campione parallelo viene riscaldata tramite un impulso energetico. Il rilevatore IR registra l'aumento di temperatura in funzione del tempo che avviene sulla faccia posteriore del provino.



Figura 2.6: schema tecnica Laser Flash

Il raggio laser deve essere distribuito in modo omogeneo e deve propagarsi assialmente lungo lo spessore del campione.

Per soddisfare la condizioni di flusso assiale è necessario ridurre al minimo il contatto del campione con altre parti del sistema (ad esempio il porta campione). Inoltre, per approssimare l'impulso a una delta di Dirac, la sorgente laser deve essere in grado di emettere un impulso la cui durata è trascurabile rispetto al tempo necessario per la sua diffusione all'interno del componente preso in analisi.

All'aumentare della diffusività termica, diminuirà il transitorio di incremento di temperatura sulla faccia posteriore del campione.

Ipotizzando che il materiale sia omogeneo isotropo, che il flusso di calore sia unidirezionale e che l'impulso della sorgente sia approssimabile a una delta di Dirac (impulso di durata infinitesima), sarà possibile modellare teoricamente l'aumento di temperatura registrato sulla faccia del campione. Pertanto, sarà sufficiente una semplice analisi dei risultati sperimentali per stimare la diffusività termica del materiale [30].

Le normative ISO 22007 [19], ISO 18755 [31] e ISO 18555 [32], forniscono delle linee guida da seguire per un esecuzione corretta della prova, di seguito elencate. Il supporto del campione deve essere progettato per ridurre al minimo il contatto termico con il campione. La temperatura di prova deve essere misurata in modo tale da non disturbare il campo di temperatura generato nel campione dall'impulso laser. L'impulso energetico emesso dalla sorgente laser deve produrre un aumento di temperatura non superiore a 3 K sulla faccia posteriore del provino. Inoltre, la distribuzione spaziale dell'energia deve essere il più uniforme possibile sulla faccia anteriore del provino. L'aumento transitorio della temperatura sulla faccia posteriore del provino deve essere misurato con un rivelatore IR (termocamera). Il sistema di acquisizione dati deve essere in grado di campionare più di 1000 punti dati sul termogramma con una frequenza di campionamento superiore a 100/t1/2, dove t1/2 è il tempo di metà riscaldamento, ovvero il tempo necessario a raggiungere metà incremento massimo di temperatura. Il campione deve essere un disco sottile o una piastra quadrata piana. Il diametro del provino è solitamente compreso tra 5 mm e 20 mm. Lo spessore del provino deve essere scelto in base alla larghezza dell'impulso e alla diffusività termica del materiale, deve essere selezionato in modo tale che l'ampiezza dell'impulso sia inferiore a 0,01 del tempo di metà riscaldamento. Il rapporto tra diametro e spessore del provino deve essere maggiore di 3:1 in modo tale da rendere trascurabili gli effetti 2D durante le prove. Le facce devono essere piatte e parallele. Il campione di prova deve essere rappresentativo del materiale in esame e deve essere preparato e maneggiato con cura. Se il campione viene prelevato da pezzi di campione mediante taglio, occorre prestare attenzione per evitare il riscaldamento, i cambiamenti nell'orientamento molecolare o qualsiasi altro effetto che possa alterare le proprietà del campione. I campioni che non sono opachi alla radiazione laser utilizzata, devono essere rivestiti con un rivestimento appropriato (un rivestimento metallico, ad esempio) per rendere opaco il campione. L'influenza del rivestimento sul trasferimento di calore deve essere trascurabile (cioè deve avere un'elevata diffusività e uno spessore ridotto rispetto al campione). Lo spessore totale del rivestimento deve essere scelto in modo tale che il tempo di metà riscaldamento per il solo rivestimento sia inferiore al 2% del tempo di metà riscaldamento per il provino rivestito. Il tempo di metà riscaldamento del rivestimento può essere calcolato mediante la seguente formula:

$$t_{1/2} = 0,13879 \frac{d^2}{\alpha}$$

(2.7)

Entrambi i lati del campione possono essere rivestiti con un sottile strato nero opaco (per esempio uno strato di grafite) per ottimizzare l'assorbimento dell'impulso energetico e l'emissione di radiazioni termiche.

2.4 ANALISI DEI DATI

Dopo aver eseguito la tecnica laser flash per l'esecuzione delle prove sperimentali, i dati raccolti verranno analizzati mediante l'utilizzo di tre metodi differenti che permetteranno di stimare il valore di diffusività termica dei materiali presi in studio. I metodi utilizzati sono i seguenti:

- Metodo del tempo di metà riscaldamento [33].
- Metodo dei momenti parziali [34].
- Metodo delle aree [35] [36].

2.4.1 Metodo del tempo di metà riscaldamento

Il metodo del tempo di metà riscaldamento, proposto da Parker [33], basa il suo funzionamento sulla soluzione matematica dell'equazione del calore in condizioni adiabatiche, con appropriate condizioni iniziali e al bordo. Nello studio svolto da Parker, un impulso luminoso ad alta intensità di breve durata viene assorbito nella superficie anteriore di un campione. La temperatura raggiunta dalla superficie posteriore del campione viene registrata. La diffusività termica è determinata dalla forma della curva di temperatura. Nella figura sottostante, presente in [19], è possibile osservare un esempio della curva ottenuta.



Figura 2.7: andamento della temperatura in funzione del tempo

Di seguito, si può osservare la nomenclatura dei termini utilizzati durante questo paragrafo:

- *t* è il tempo registrato durante l'esecuzione della prova.
- ΔT è la differenza tra la temperatura raggiunta dalla faccia posteriore del provino e il valore di temperatura antecedente all'inizio dell'impulso laser.
- t_0 è il tempo di inizio dell'impulso laser.
- ΔT_{max} è la differenza tra il massimo valore di temperatura raggiunto dalla faccia posteriore del provino e la sua temperatura prima dell'impulso laser.
- t_{1/2} è il tempo di metà riscaldamento, ovvero il tempo dall'origine necessario affinché la superficie del campione incrementi la sua temperatura di metà ΔT_{max}.
- *d* è lo spessore del campione nella direzione del trasferimento del calore
- α è la diffusività termica del campione preso in analisi
- *a* è il periodo di tempo antecedente all'inizio dell'impulso laser
- *b* è il transitorio di riscaldamento.
- *c* è il transitorio di raffreddamento.

Nel caso in cui tutte le condizioni siano verificate, noto lo spessore e il tempo di metà riscaldamento, sarà possibile stimare il valore di diffusività del materiale mediante l'equazione (2.8), presente in [19].

$$\alpha = 0,13879 \frac{d^2}{t_{1/2}}$$

(2.8)

Come spiegato in [19], questo metodo trascura le dispersioni di calore. I test eseguiti sperimentalmente su materiali polimerici non possono essere considerati adiabatici a causa della loro bassa diffusività termica, di conseguenza la tecnica potrebbe generare errori sistematici significativi.

2.4.2 Metodo dei momenti parziali

Il metodo dei momenti parziali, spiegato nel dettaglio da A. Degiovanni [34], sfrutta solo la parte ascendente del termogramma (vedi zona b in Figura 2.7) per l'analisi dei dati ed è un metodo poco sensibile ai rumori di misura.

In aggiunta alla nomenclatura illustrata nel paragrafo precedente è necessario definire altri due termini:

- $t_{0,8}$: tempo dall'origine necessario affinché la superficie del campione incrementi la sua temperatura dell'80% di ΔT_{max}
- $t_{0,1}$: tempo dall'origine necessario affinché la superficie del campione incrementi la sua temperatura del 10% di ΔT_{max}

Il valore di diffusività del materiale analizzato, viene calcolato mediante l'utilizzo dell'equazione (2.9), presente in [19].

$$\alpha = \frac{d^2 F(m_{-1})}{m_0}$$

(2.9)

Dove m_0 ed m_{-1} sono definiti dalle formule (2.10) e (2.11):

m

$$m_{0} = \int_{t_{0,1}}^{t_{0,8}} \frac{\Delta T(t)}{\Delta T_{max}} dt$$

$$(2.10)$$

$$-1 = \int_{t_{0,1}}^{t_{0,8}} \frac{1}{t} \cdot \frac{\Delta T(t)}{\Delta T_{max}} dt$$

(2.11)

Il valore di F(m-1) è definito dall'equazione (2.12):

$$F(m_{-1}) = \begin{cases} F_1(m_{-1}), & Se \ 0,44 > m_{-1} > 0,27 \\ F_2(m_{-1}), & Se \ m_{-1} > 0,44 \\ Non \ ha \ significato \ fisico, & Se \ m_{-1} < 0,27 \end{cases}$$

(2.12)

Dove i valori di $F_1(m_{-1})$ e $F_2(m_{-1})$ sono definiti in (2.13) e (2.14).

$$F_1(m_{-1}) = 0,08548 - 0,314(0,5486 - m_{-1}) + 0,500(0,5486 - m_{-1})^{2,63}$$

(2.13)

$$F_2(m_{-1}) = -0,0819 + 0,305 \cdot m_{-1}$$

(2.14)

2.4.3 Metodo delle aree

Il metodo delle aree, affrontato nel dettaglio in [36] e [35], è un metodo che permette di analizzare la diffusione del calore attraverso materiali multistrati. Nella figura sottostante, presente in [32], è possibile osservare un esempio di curva di incremento temperatura, in condizioni di esercizio ideali.



Figura 2.8: incremento di temperatura in codizioni ideali

Dove:

- *Y* è l'incremento di temperatura normalizzato, dato da $\Delta T(t)/\Delta T_{max}$.
- X è il tempo.
- τ_0 è il tempo di diffusione del calore, periodo di tempo che inizia con il riscaldamento della superficie e termina nel momento in cui la temperatura diventa uniforme.
- *A* è l'area di diffusione del calore, area compresa tra l'orizzontale all'altezza del massimo e la curva di temperatura.

Noto lo spessore e l'area di diffusione *A*, la diffusività di un materiale single-layer, potrà essere stimata mediante l'utilizzo delle formule sottostanti, presenti in [32]:

$$\alpha = \frac{d^2}{6A}$$
(2.15)
$$\alpha = \frac{d^2}{\tau}$$
(2.16)

Dove:

$$\tau = 6A$$

(2.17)

Per quanto riguarda i materiali multi-layer, si parlerà di diffusività apparente del sistema. La diffusività apparente di un materiale costituito da tre strati, può essere determinata tramite le equazioni (2.18) e (2.19), presenti in [32].

$$\alpha_{app} = \frac{(d_1 + d_2 + d_3)^2}{6A_{3-s}}$$

$$\alpha_{app} = \frac{(d_1 + d_2 + d_3)^2}{\tau_{3-s}}$$
(2.18)

(2.19)

Dove:

$$\tau_{3-s} = 6A_{3-s}$$

(2.20)

La densità apparente dei multi-layer, si determina mediante la seguente formula:

$$\rho_{3-s} = \frac{\rho_1 d_1 + \rho_2 d_2 + \rho_3 d_3}{d_1 + d_2 + d_3}$$
(2.21)
3 LA STRUMENTAZIONE

In questo capitolo verrà descritta la strumentazione utilizzata per l'esecuzione delle analisi sperimentali.

Il macchinario presente presso il laboratorio del Politecnico di Torino è realizzato dalla DES (Diagnostic Engineering Solutions). Nella figura sottostante, presente in [37], viene rappresentata in maniera schematica la strumentazione utilizzata.



Figura 3.1: setup di prova

Il primo strumento è la telecamera ad infrarossi. La termocamera permette di misurare la radiazione emessa dalla superficie del corpo e di tradurlo in andamento

di temperatura. Il secondo strumento utilizzato è la sorgente di eccitazione, in particolare verrà utilizzato un generatore laser.

L'unità di controllo permette il collegamento e la gestione dei componenti del sistema, come ad esempio il frame rate di acquisizione, la durata della prova e altri parametri.

I dati verranno processati attraverso un opportuno software installato sul computer collegato all'unità di controllo.

Gli strumenti utilizzati verranno assemblati su una struttura munita di protezioni che permetterà di svolgere il lavoro in sicurezza. Nella figura sottostante viene raffigurato il modello 3D presente in [37].



Figura 3.2: modello 3D della struttura del macchinario

In Figura 3.3 viene raffigurato il macchinario presente in laboratorio, utilizzato per l'esecuzione delle analisi sperimentali.



Figura 3.3: macchinario presente in laboratorio

3.1 TERMOCAMERA

La termocamera utilizzata, visibile in Figura 3.4, è una FLIR A6751sc con una risoluzione di 640x512 pixel campionati ad una frequenza di 125 Hz. L'immagine utilizzata è presente in [37].



Figura 3.4: termocamera FLIR A6751sc

Per tenere la termocamera fissa in una determinata posizione è possibile utilizzare dei supporti. La configurazione utilizzata per il posizionamento della termocamera, visibile in Figura 3.5, presente in [37], prevede di avere il campione disposto tra sorgente laser e termocamera. In questa maniera la telecamera acquisirà le informazioni relative alla superficie opposta a quella irradiata dal fascio laser.



Figura 3.5: configurazione del posizionamento della termocamera

Il software IRTA2 permette di gestire la termocamera attraverso il settaggio di alcuni parametri. Tra i più importanti troviamo: la risoluzione, il frame rate di acquisizione delle immagini e la finestra di temperatura.

La risoluzione della telecamera permette di stabilire il numero di pixel da utilizzare per descrivere l'immagine del campione. Il frame rate determina la frequenza di cattura delle immagini durante il periodo di acquisizione. La finestra temporale permette di stabilire quale range di temperatura verrà acquisito. La scelta della finestra dipenderà dalla tipologia e dallo spessore del materiale, dall'energia emessa dalla sorgente e dalla temperatura ambiente in cui verranno eseguite le prove.

In Figura 3.6, viene illustrata la finestra presente in IRTA2 che permette di gestire i parametri della termocamera.

Cam	nera Advanced Control				, i		×
	Status	Setup	Correction	Vide	90	Advan	iced
-	General Setup						2
Sequ	encing Mode and Int	egration Setting	s				
Sing	le Preset						-
0	50 mm, Empty, 10C	- 90C		•	785,67	-	•
1	50 mm, Empty, 100	- 90C		۲	125,57	-	♠
2	50 mm, Empty, 80C	- 200C			125,57	-	♠
3	50 mm, Empty, 150	C - 350C			125,57		♠
Reduc	ce Noise: 📃 🗩						
FPA V	Vindow Settings						
Ima	ge Size: 160x128				-		

Figura 3.6: finestra di ResearchIR

Al fine di eseguire in maniera corretta la prova, è necessario inserire tramite il software ResearchIR, l'emissività del materiale, la distanza tra le parti, la temperatura e l'umidità dell'ambiente. In Figura 3.7, presente in [38], è possibile osservare la finestra utilizzata per l'inserimento di questi parametri.

Object Parameters 📃 🗖							
Override Camera/File							
Object							
Emissivity (0 to 1):	0.95						
Distance (m):	0.520						
Reflected Temp (°C):	20.0						
Atmosphere							
Atmospheric Temp (°C):	19.0						
Relative Humidity (%):	33.0						
Transmission (0 to 1):	0.98						
External Optics							
Temperature (°C):	20.0						
Transmission (0 to 1):	1.00						

Figura 3.7: finestra per l'inserimento dei parametri della prova

Il software ResearchIR consente di eseguire delle analisi preliminari che permettono di rilevare rapidamente le problematiche riscontrate durante le acquisizioni.

Tra le problematiche riscontrate troviamo:

- assenza della sorgente di eccitazione, ovvero l'impulso laser potrebbe non partire durante l'acquisizione.
- durata dell'acquisizione troppo breve o troppo lunga, nel caso di durata breve si va incontro ad una perdita di informazioni necessarie all'analisi, nel caso di durata troppo lunga si ottengono file di acquisizione aventi dimensioni maggiori di quelle necessarie, ne conseguono tempi di

estrapolazione dei dati più lunghi e minor spazio di archiviazione disponibile.

• saturazione delle immagini, ovvero la temperatura raggiunta dal componente non rientra nell'intervallo scelto nella finestra di temperatura.

Nella figura sottostante, presente in [38], si osserva un esempio di termogramma visualizzato con il software ResearchIR.



Figura 3.8: termogramma visualizzato tramite ResearchIR

Questa fase di analisi preliminare consente di processare solamente dati acquisiti in maniera corretta e risparmiare tempo.

Gli andamenti temporali acquisiti dalla termocamera potranno essere salvati, estrapolati e successivamente analizzati utilizzando software differenti.

3.2 SORGENTE DI CALORE

La sorgente di calore utilizzata è un raggio laser. In Figura 3.9, presente in [37], è possibile osservare la testa laser avuta in dotazione con la strumentazione.



Figura 3.9: testa laser

I parametri del raggio laser vengono definiti tramite il software IRTA2. Tra i più importanti troviamo:

- Il posizionamento del raggio laser: permette di settare tramite coordinate *xy* la posizione del punto d'interesse sul campione da eccitare.
- La percentuale di potenza: permette di scegliere la quantità di potenza termica da applicare durante le prove.
- Il periodo dell'impulso: permette di definire la durata dell'impulso.
- Il numero degli impulsi: determina il numero di impulsi laser generati dalla sorgente qualora si volesse sollecitare il campione mediante riscaldamenti multipli.

Nella figura sottostante, viene illustrata l'interfaccia di IRTA2 che permette di gestire il numero, il periodo e la percentuale di potenza dell'impulso.

	Set Laser Control Unit	
	Get config	
Control Config	1	
Laser Config		
Enable		
Start delay [s]	1.000 s	
Pulse Repetition Ra	te 50000	
Step duration [s]	0.100 s	
Repeats	1	
Power [%]	100 ~	

Figura 3.10: interfaccia per la gestione del fascio laser

In Figura 3.11, viene raffigurata la schermata che permette di impostare la posizione del raggio laser.

Connection Port:			21000	Line:	
COM7	Refresh	Head Position:	Moving:	Destination X: 0	
Connect	Disconnect	PositionX: 2048	^	Destination Y: 0	
Connection Status:Connected		PositionY: 2048		Points: 1024 /1024	
		Pos Step: 40 /4095	< >	Track	
			~		
Tracking:				FileDat:	
nable Tracking:				X axis trace file	
lime Step:	10			Y axis trace file	
Tracked Points	0 /1024			Sava File Load File	
Add Current	positon			Save The Ludu The	
Clear A					
cicui i					

Figura 3.11: interfaccia per il posizionamento del raggio laser

L'utilizzo della strumentazione avviene in sicurezza mediante opportune procedure da seguire. Come previsto da normativa, la sorgente laser viene isolata tramite l'utilizzo di una tenda, raffigurata in Figura 3.12, presente in [37].



Figura 3.12: isolamento della sorgente laser

Solo dopo aver messo in sicurezza l'intero sistema sarà possibile eseguire le prove.

3.3 PORTA-CAMPIONE

Il porta campione è il dispositivo che verrà utilizzato per collocare il provino da analizzare nella posizione desiderata. Deve essere progettato in modo tale da ridurre al minimo il contatto termico con il campione. Inoltre, deve far sì che la superficie del campione sia perpendicolare alla radiazione emessa dalla sorgente di calore e alla direzione di osservazione della termocamera. In Figura 3.13 è possibile osservare lo schema di disposizione del porta-campione.



Figura 3.13 schema di disposizione del porta-campione

Si è deciso di costruire un porta-campione adatto all'analisi da affrontare, visibile in Figura 3.14 e Figura 3.15, in quanto il campione è costituito da un materiale molto leggero e sottile. Infatti, l'utilizzo di pinze di serraggio potrebbe compromettere l'integrità e alterarne le proprietà termiche. Il porta-campione realizzato è costituito da una cornice esterna di cartone e da una maglia di fili di nylon che permetteranno di reggere il campione nella posizione ottimale.



Figura 3.14: porta-campione



Figura 3.15: Vista dettagliata porta-campione

3.4 SOFTWARE

Il software utilizzato per l'elaborazione dei dati acquisiti durante le prove si chiama IRTA2 ed è realizzato dalla DES. Inoltre, è stato utilizzato anche per interfacciarsi con laser e termocamera. L'estrazione dei dati è avvenuta tramite il software ResearchIR che permette di estrarre l'andamento temporale della temperatura di uno o più pixel. È possibile selezionare i pixel da prendere in analisi attraverso l'utilizzo di una box. Forma, dimensione e posizione della box verranno scelte dall'utente. La scelta della box deve essere effettuata con criterio affinché sia significativa della prova eseguita. La box deve essere posizionata in prossimità della zona di spazio in cui va ad agire la sorgente di calore esterna, al fine di valutare la risposta del campione alla sollecitazione laser. Nella figura sottostante, in verde, è possibile osservare un esempio di box.



Figura 3.16: esempio di box

I dati acquisiti verranno estrapolati sotto forma di file.csv e analizzati tramite il software Matlab, dove verranno implementati il metodo dei momenti, il metodo delle aree e il metodo del tempo di metà riscaldamento, descritti in precedenza in "Analisi dei dati".

4 ANALISI SPERIMENTALE

In questo capitolo verranno evidenziati i risultati raggiunti durante questo studio. Questa tesi si pone l'obiettivo di caratterizzare termicamente materiali isolanti mediante la termografia attiva. In particolare, si cercherà di stimare il valore di diffusività termica e conducibilità termica di materiali isolanti che trovano impiego in ambito automobilistico.

Basandosi sullo studio svolto in [38], viene identificata una procedura ben definita per lo svolgimento dell'analisi sperimentale. *In primis*, sono state eseguite delle prove di fattibilità per cercare di stabilire quale fosse la logica di analisi corretta con il quale svolgere le prove. In secondo luogo, una volta identificata la logica di analisi, verranno effettuate le prove definitive che permetteranno di ottenere i risultati finali.

In Figura 4.1, presente in [38], è possibile osservare il *flow chart* utilizzato per l'identificazione della logica di analisi.



Figura 4.1: flow chart per l'identificazione della logica di analisi

L'identificazione della logica di analisi non è stata immediata in quanto solo dopo aver effettuato numerose prove e dopo aver osservato i risultati ottenuti è stato possibile stabilire se la strada intrapresa fosse corretta. Anche l'esecuzione delle prove sperimentali segue una logica ben precisa. In Figura 4.2, adattata da [38], viene illustrato il flow chart dell'approccio utilizzato per l'esecuzione delle prove sperimentali.



Figura 4.2: flow chart utilizzato per le prove sperimentali

Una volta identificata la logica di analisi corretta, sono state eseguite le prove definitive. I dati ottenuti sono stati elaborati con il software IRTA2, estratti con il software ResearchIR e analizzati con il software Matlab implementando tre metodi differenti per l'analisi dei dati. I tre metodi di analisi utilizzati sono: il metodo dei momenti, il metodo delle aree e il metodo del tempo di metà riscaldamento. Successivamente i risultati di diffusività/conducibilità termica ottenuti mediante l'utilizzo dei tre metodi sono stati confrontati tra loro e con i valori di diffusività/conducibilità termica presenti in letteratura. Prima di procedere con l'esecuzione delle prove sperimentali, è necessario determinare alcuni parametri del materiale. Il componente preso in studio, visibile in Figura 4.3, è costituito da un involucro di plastica contenente all'interno un aerogel in fibre di silice. L'aerogel, grazie alla sua struttura porosa, alla bassa conduttività termica e alla bassa diffusività termica, riuscirà a trattenere il calore generato durante il processo operativo della batteria e a rilasciarlo lentamente nell'ambiente.



BYD Aerogel embedded



Inside the «plastic shell»

Figura 4.3: sistema preso in analisi

4.1 ANALISI AL MICROSCOPIO

Per poter determinare il valore di diffusività del materiale è necessario conoscere lo spessore del campione da analizzare. Il film di plastica è stato osservato al microscopio. Come possiamo osservare in Figura 4.4, si stratta di un foglio nero di plastica densa dallo spessore di circa 0.05 mm.



Figura 4.4: spessore del film di plastica osservato al microscopio

Anche la struttura dell'aerogel è stata osservata al microscopio. Come possiamo notare dalla Figura 4.5, la matrice solida è costituita da fibre corte disposte in modo randomico, lunghe circa 10 mm e aventi diametro di circa 18.6 µm. Lo spessore del materiale è di circa 1,38 mm. All'interno della matrice probabilmente è presente un gel (parte che non si riesce a mettere a fuoco nelle immagini) che genera la sensazione di "appiccicoso" mentre viene manipolato e che probabilmente, disidratandosi, costituisce la parte che si sfalda al contatto durante le prove. Sono state trovate tracce di silice quindi si presume che possa appartenere alla famiglia dei silica-aerogel.



Figura 4.5: aerogel osservato al microscopio

4.2 ANALISI DI DENSITÀ

Per poter determinare la conducibilità termica del materiale è necessario conoscere diffusività, densità e calore specifico. La diffusività è stata calcolata sperimentalmente con la tecnica laser flash; il calore specifico è stato assunto utilizzando valori presenti in letteratura; il valore di densità è stato determinato sperimentalmente utilizzando la bilancia presente in laboratorio, visibile nella figura sottostante.



Figura 4.6: bilancia presente in laboratorio

In Figura 4.7 e in Figura 4.8, è possibile osservare i campioni di aerogel e plastica utilizzati per determinare la densità del materiale.



Figura 4.7: campioni di aerogel



Figura 4.8: campioni di plastica

Per ogni campione sono state eseguite tre prove. Nelle tabelle sottostanti è possibile osservare i risultati ottenuti per quanto riguarda i due materiali.

PLASTICA											
L ₁ L ₂ d Volume Massa densità											
	[mm]	[mm]	[mm]	[mm ³]	[g]	[kg/m ³]					
campione1	13,52	14,48	0,05	9,71	0,020	2052,83					
campione2	16,84	16,60	0,05	13,87	0,029	2096,35					
campione3	16,60	19,91	0,05	16,39	0,034	2088,28					
media	-	-	-	-	-	2079,15					

Tabella 4.1: calcolo della densità della plastica

AEROGEL										
	Massa	densità								
	[mm]	[mm]	[mm]	[mm ³]	[g]	[kg/m ³]				
campione1	14,54	14,09	1,38	282,72	0,059	208,92				
campione2	14,23	14,37	1,38	282,19	0,058	206,84				
campione3	15,21	16,52	1,38	346,75	0,069	199,09				
media	-	-	-	-	-	204,95				

Tabella 4.2: calcolo della densità dell'aerogel

Il valore di densità del campione "Sandwich", costituito da due strati di plastica e uno di aerogel, è stato ottenuto tramite una media pesata delle densità dei materiali che lo compongono, applicando l'equazione (2.21) presente in "Stato dell'arte.

$$\rho_{sanswich} = 2 \cdot \frac{d_{plastica}}{d_{tot}} \cdot \rho_{plastica} + \frac{d_{aerogel}}{d_{tot}} \cdot \rho_{aerogel}$$

$$(4.1)$$

Dove d_{tot} è lo spessore totale del componente ed è ricavato da :

$$d_{tot} = 2 \cdot d_{plastica} + d_{aerogel} \tag{4.2}$$

Mentre $d_{plastica}$ è lo spessore della plastica e $d_{aerogel}$ è lo spessore dell'aerogel. Risolvendo l'equazione (4.1), otteniamo il seguente risultato:

$$\rho_{sanswich} = 331,62 \frac{kg}{m^3}$$
(4.3)

4.3 ANALISI DI DIFFUSIVITÀ E CONDUCIBILITÀ TERMICA

Dopo aver eseguito le analisi illustrate nei paragrafi precedenti, sono state effettuate le prove di caratterizzazione termica per determinare la conducibilità e la diffusività del componente preso in analisi.

Sono stati preparati quattro provini differenti: un provino di plastica, un provino di aerogel, un provino denominato "sandwich" e in fine un provino di aerogel grafitato, ovvero un provino di aerogel rivestito da grasso al grafene. Di seguito, si possono vedere le immagini dei provini presi in esame.



Figura 4.9: provini presi in analisi

In Figura 4.10, è possibile osservare il grasso a base di grafene utilizzato per creare il sandwich e per creare l'aerogel grafitato.



Figura 4.10: grasso al grafene

Il grasso al grafene è stato utilizzato per rivestire il campione di aerogel e per creare il campione "sandwich".

Come visto nel capitolo "Metodi per la caratterizzazione termica dei materiali", la normativa consiglia di applicare un sottile strato di rivestimento al componente in analisi. Inoltre, il grasso al grafene è un materiale molto conduttivo rispetto all'aerogel. Di conseguenza, non verranno alterate le proprietà termiche di diffusività e conducibilità del campione durante le prove.

Vantaggi dovuti all'applicazione del grasso per creare il campione sandwich:

- Permette all'aerogel di rimanere incollato alla plastica
- Impedisce all'aria di frapporsi tra lo strato di plastica e lo strato di aerogel
- Riduce gli errori di calcolo dovuti alla presenza di aria tra i vari strati.

Vantaggi dovuti all'applicazione del grasso sull'aerogel per ottenere l'aerogel grafitato:

- Migliora la capacità del materiale di assorbire calore
- Migliora l'emissività del materiale
- Rende il materiale opaco alla radiazione laser

Il valore di emissività utilizzato per l'aerogel grafitato, per la plastica e per il sandwich è di 0,85. Per quanto riguarda il campione di aerogel, non conoscendo il valore di emissività, si è preferito estrarre i dati acquisiti dalle prove in radianza e non in temperatura, evitando dunque l'inserimento del valore di emissività. In Figura 4.11, presente in [38], viene illustrato l'approccio utilizzato per l'analisi del problema.



Figura 4.11: schema per l'analisi del problema

I risultati ottenuti dipenderanno sia dai parametri di eccitazione utilizzati per lo svolgimento delle prove, sia dai parametri di temperatura e umidità dell'ambiente che verranno opportunamente registrati prima dell'esecuzione di ogni prova. Inoltre, sarà necessario annotare i valori di distanza del provino dalla termocamera e del provino dalla sorgente laser.

Nei sotto-paragrafi successivi verranno illustrate le prove eseguite per ogni singolo componente.

4.3.1 Provino di plastica

È stata definita una griglia di prove tale da non generare saturazione durante le prove nella finestra di temperatura 10°-90°. I parametri utilizzati sono osservabili nella tabella sottostante.

		Potenza	LV		Fin.	
Test	Periodo	Laser	energetico	N°impulsi	Risoluzione	Frame rate
-	[ms]	[%]	-	-	[pixel]	[Hz]
Test1	20	35	7,00	1	160x128	785,67
Test2	20	25	5,00	1	160x128	785,67
Test3	20	15	3,00	1	160x128	785,67
Test4	5	25	0,75	1	160x128	785,67
Test5	5	30	1,50	1	160x128	785,67
Test6	5	45	2,25	1	160x128	785,67
Test7	10	45	4,50	1	160x128	785,67
Test8	10	40	4,00	1	160x128	785,67
Test9	10	35	3,50	1	160x128	785,67

Tabella 4.3: griglia di prove utilizzata per il campione di plastica

Per ogni test sono state eseguite tre prove. Il LV energetico è un indicatore ottenuto dal prodotto della durata dell'impulso (Periodo) per la % di Potenza Laser utilizzata. Questo indicatore permetterà di distinguere rapidamente le prove eseguite con eccitazione maggiore (colore tendente al rosso) dalle prove con eccitazione minore (colore tendente al verde scuro).

Il porta-campione è stato posizionato a 16 cm dalla sorgente laser e a 94 cm dalla termocamera. È possibile osservare il posizionamento del portacampione nella figura sottostante.



Figura 4.12: posizionamento del porta-campione

In Figura 4.13, è possibile osservare il posizionamento del provino all'interno del porta-campione. Il puntatore rosso permetterà di centrare il campione in modo tale da sollecitare il provino nella zona di interesse.



Figura 4.13: posizionamento del provino di plastica all'interno del portacampione

Dopo aver eseguito le prove, tramite software ResearchIR, viene definita una box dalla quale estrapolare le informazioni di temperatura.

Nella figura sottostante, in verde, è possibile osservare la box scelta per l'esecuzione delle prove sul campione di plastica.



Figura 4.14: Box utilizzata per le prove sul campione di plastica

Una volta inseriti i vari parametri di esecuzione della prova, i dati acquisiti vengono estrapolati sotto forma di file.csv e analizzati tramite il software Matlab. Per ridurre la componente rumorosa, i dati sono stati filtrati tramite un filtro gaussiano a 50 punti.

In Figura 4.15 è possibile osservare l'andamento di temperatura in funzione del tempo ottenuto durante il test1.



Figura 4.15: andamento di temperatura assoluta registrato durante il Test1

I valori di temperatura vengono shiftati sottraendo il valore di temperatura ambiente per ottenere un incremento di temperatura ΔT in funzione del tempo. I valori di tempo vengono shiftati in modo tale da avere come istante iniziale il tempo in cui la temperatura inizia ad incrementare, ovvero l'istante di tempo in cui viene attivato il raggio laser. Applicando le modifiche appena descritte otterremo il grafico visibile nella figura sottostante.



Figura 4.16: andamento di temperatura relativa registrato durante il Test1

La zona d'interesse per la discussione dei risultati è la rampa di riscaldamento, ovvero dall'istante iniziale all'istante in cui viene raggiunto il massimo di temperatura. Nella figura sottostante è possibile osservare l'andamento del termogramma normalizzato al valore di ΔT_{max} .



Figura 4.17: andamento di temperatura normalizzato registrato durante il Test1

In maniera analoga viene ripetuto lo stesso ragionamento per i tutti i test, ottenendo gli andamenti osservabili in Figura 4.18 e in Figura 4.19.



Figura 4.18: Andamenti di temperatura relativa ottenuti durante i test



Figura 4.19: Andamenti di temperatura normalizzati ottenuti durante i test

Come possiamo notare dal grafico in Figura 4.18, all'aumentare del livello energetico aumenterà il salto termico ΔT_{max} raggiunto dal componente. Nella tabella sottostante vengono riportati i valori di ΔT_{max} per ogni test effettuato, viene anche riportata l'energia emessa dalla sorgente laser, calcolata moltiplicando la % di potenza per la potenza nominale della sorgente laser (pari a 50 Watt) per la durata dell'impulso.

Test	Energia	ΔT_{max}
-	[mJ]	[s]
Test1	350	27,9
Test2	250	20,2
Test3	150	12,7
Test4	38	2,4
Test5	75	4,4
Test6	113	6,4
Test7	225	17,2
Test8	200	15,3
Test9	175	13,6

Tabella 4.4: energia e picchi di temperatura registrati durante i test

Come si può notare dalla Tabella 4.4, durante il Test1, ovvero il test con contenuto energetico maggiore, viene raggiunto il picco di ΔT_{max} più elevato; viceversa nel Test4 viene raggiunto il picco di temperatura minore. In Figura 4.20 è stato plottato in ambiente Matlab l'andamento di ΔT_{max} in funzione del contenuto energetico settato per la sorgente laser. Come si può notare dal grafico, è stata eseguita anche un'analisi di regressione lineare, l'errore di rettilineità calcolato come scarto quadratico medio è stato determinato ed è pari a 0,83.



Figura 4.20: provino di plastica, andamento dell'incremento massimo di temperatura al variare dell'energia fornita dalla sorgente laser

Prima di procedere al calcolo della diffusività termica, si è verificato che le condizioni sulla durata dell'impulso (C.D.I) e sul frame rate (C.F.R) siano rispettate. Come spiegato in precedenza, per eseguire in maniera corretta la tecnica laser flash è necessario che la durata dell'impulso (Periodo) sia minore dell'1% del tempo di metà riscaldamento $t_{1/2}$ e che la frequenza di campionamento (Frame rate) sia maggiore di 100/ $t_{1/2}$. Come si può osservare dalla tabella sottostante, entrambe le condizioni non vengono rispettate.

Test	t _{1/2}	100.Periodo	100/Frame rate	C.D.I	C.F.R
-	[s]	[s]	[s]	-	-
Test1	0,050	2,0	0,127	FALSO	FALSO
Test2	0,054	2,0	0,127	FALSO	FALSO
Test3	0,051	2,0	0,127	FALSO	FALSO
Test4	0,049	0,5	0,127	FALSO	FALSO
Test5	0,050	0,5	0,127	FALSO	FALSO
Test6	0,053	0,5	0,127	FALSO	FALSO
Test7	0,046	1,0	0,127	FALSO	FALSO
Test8	0,045	1,0	0,127	FALSO	FALSO
Test9	0,048	1,0	0,127	FALSO	FALSO

Tabella 4.5: condizioni sulla durata dell'impulso e sul frame rate

Questo accade perché lo spessore del film di plastica è troppo sottile. Di conseguenza, il transitorio di riscaldamento e il tempo di metà riscaldamento sono molto brevi. In queste condizioni non è possibile approssimare l'impulso laser a una delta di Dirac. Inoltre, sarebbe necessaria una frequenza di campionamento più alta per acquisire un maggior numero di informazioni durante il breve transitorio di riscaldamento. Non essendo verificate queste due condizioni, ci aspettiamo di ottenere dei valori di diffusività differenti da quelli reali del componente.

Nella tabella sottostante è possibile osservare i risultati ottenuti andando ad applicare i tre metodi di analisi dei dati, spiegati in precedenza nel capitolo "Analisi dei dati".

Test	τ	α _{area}	t _{1/2}	$\alpha_{t1/2}$		α _{momenti}
-	[s]		[s]			
Test1	0,298	8,39E-09	0,050	6,88E-09	<0,27	-
Test2	0,319	7,84E-09	0,054	6,44E-09	<0,27	-
Test3	0,300	8,34E-09	0,051	6,87E-09	<0,27	-
Test4	0,291	8,58E-09	0,049	7,06E-09	<0,27	-
Test5	0,299	8,35E-09	0,050	6,88E-09	<0,27	-
Test6	0,312	8,02E-09	0,053	6,60E-09	<0,27	-
Test7	0,269	9,29E-09	0,046	7,58E-09	<0,27	-
Test8	0,267	9,38E-09	0,045	7,65E-09	<0,27	-
Test9	0,289	8,66E-09	0,048	7,17E-09	<0,27	-

Tabella 4.6: calcolo della diffusività per ogni test

Non è stato possibile eseguire il metodo dei momenti in quanto il valore di m_{-1} calcolato è minore di 0,27. Come spiegato in precedenza in "Metodo dei momenti parziali", se m_{-1} è minore di 0,27, l'analisi effettuata non ha significato fisico. Questo accade perché siamo molto lontani dalle condizioni ideali in cui l'impulso è approssimabile a una delta di Dirac. Il calore specifico della plastica è stato assunto pari a 1000 J·(kg·K)⁻¹, valore estratto da tabella presente in [13]. Procedendo con i calcoli, conoscendo la densità del materiale e calore specifico, è stato possibile stimare i valori di conducibilità termica del materiale. In Tabella 4.7 è possibile osservare i risultati di diffusività e conducibilità termica media ottenuti durante le prove.

INVOLUCRO DI PLASTICA											
d	ρ	c_p	$t_{1/2_medio}$	τ_{medio}	$\alpha_{t1/2}$	α_{area}	$\lambda_{t1/2}$	λ_{area}			
[mm]	$[kg/m^3]$	$[J/(kg \cdot K)]$	[s]	[s]	$[m^2/s]$	$[m^2/s]$	$[W/(m \cdot K)]$	$[W/(m \cdot K)]$			
0.05	2070	1000	0.05	0.20	6 00E 00	851E00	0.015	0.019			
0,05	2079	1000	0,05	0,29	0,99E-09	8,31E-09	0,015	0,018			

Tabella 4.7: calcolo della conducibilità e diffusività media

I valori di conducibilità termica ottenuti sono lontani dai valori presenti in letteratura (vedi Tabella 2.1). Di fatti, non è possibile eseguire correttamente la tecnica laser flash se i campioni da analizzare sono troppo sottili.

4.3.2 Provino di aerogel

Il secondo campione preso in analisi è il campione di aerogel. Analogamente a quanto fatto per l'esecuzione delle prove sul campione di plastica, è stata definita una griglia di prove osservabile nella tabella sottostante.

		Potenza	LV		Fin.	Frame
Test	Periodo	Laser	energetico	N°impulsi	Risoluzione	rate
-	[ms]	[%]	-	-	[pixel]	[Hz]
Test1	5	100	5,00	1	160x128	785,67
Test2	5	80	4,00	1	160x128	785,67
Test3	10	100	10,00	1	160x128	785,67
Test4	10	90	9,00	1	160x128	785,67
Test5	10	70	7,00	1	160x128	785,67
Test6	10	60	6,00	1	160x128	785,67
Test7	20	60	12,00	1	160x128	785,67
Test8	20	55	11,00	1	160x128	785,67
Test9	20	40	8,00	1	160x128	785,67

Tabella 4.8: griglia di prove per il provino di aerogel

Il porta-campione è stato posizionato a 16 cm dalla sorgente laser e a 94 cm dalla termocamera. In Figura 4.21 e in Figura 4.22 è possibile osservare il posizionamento del porta-campione e il posizionamento del provino all'interno del porta-campione.


Figura 4.21: provino aerogel, posizionamento del porta-campione



Figura 4.22: posizionamento del provino di aerogel

Dopo aver eseguito le prove, scelto la box ed estrapolato i dati, sono stati plottati in ambiente Matlab gli andamenti di radianza in funzione del tempo. Anche in questo caso i dati sono stati filtrati con un filtro gaussiano a 50 punti. Nella figura sottostante è possibile osservare i risultati ottenuti per il Test7.



Figura 4.23: valori di radianza in funzione del tempo registrati durante il Test7 effettuato sul provino di aerogel

Come si può notare dal grafico in Figura 4.23, il transitorio di riscaldamento del campione analizzato è molto breve. La durata del transitorio, come visto in "Analisi dei dati", dipende dallo spessore e dalla diffusività termica del materiale. Essendo un materiale spesso 1,38mm e appartenendo alla famiglia degli aerogel (materiali con bassissima diffusività termica), il transitorio di riscaldamento non può essere così breve. Questo fenomeno, come visibile in Figura 4.24, si verifica per ogni test e avviene perché il materiale analizzato non è opaco alla radiazione laser emessa dalla sorgente.



Figura 4.24: radianza relativa emessa dal campione di aerogel in funzione del tempo

Come spiegato nel paragrafo "LFM", per caratterizzare termicamente materiali trasparenti alla radiazione emessa dalla sorgente laser, è necessario applicare un rivestimento che permetta di rendere il campione opaco alla radiazione. Il materiale applicato deve essere molto sottile e possedere un elevata conducibilità termica al fine di non alterare i risultati ottenuti durante le prove. Per rendere opaco il campione di aerogel è stato utilizzato un grasso al grafene, così ottenendo il campione di "aerogel grafitato" analizzato nel paragrafo successivo.

4.3.3 Provino di aerogel grafitato

Il terzo campione preso in analisi è l'Aerogel grafitato. Anche in questo caso è stata definita una griglia di prove tale da non generare saturazione nella finestra di temperatura 10°-90°. I parametri utilizzati durante le prove sono osservabili nella tabella sottostante.

Test	Periodo	Potenza Laser	LV energetico	N°impulsi	Fin. Risoluzione	Frame rate
_	[ms]	[%]	-	-	[pixel]	[Hz]
Test1	5	100	5,00	1	160x128	785,67
Test2	5	80	4,00	1	160x128	785,67
Test3	10	100	10,00	1	160x128	785,67
Test4	10	90	9,00	1	160x128	785,67
Test5	10	70	7,00	1	160x128	785,67
Test6	10	60	6,00	1	160x128	785,67
Test7	20	60	12,00	1	160x128	785,67
Test8	20	55	11,00	1	160x128	785,67
Test9	20	40	8,00	1	160x128	785,67

Tabella 4.9: griglia di prove utilizzata per il campione di aerogel grafitato

Il porta-campione è stato posizionato a 16 cm dalla sorgente laser e a 94 cm dalla termocamera. In Figura 4.25 è possibile osservare il posizionamento del campione all'interno del porta-campione.



Figura 4.25: posizionamento del campione di aerogel grafitato all'interno del porta-campione

Procedendo in maniera analoga a quanto fatto in precedenza con i primi due campioni, i dati raccolti durante le prove sono stati elaborati ed estratti. Nella figura sottostante è possibile osservare l'andamento ΔT registrato sulla superficie del provino in funzione del tempo e al variare del contenuto energetico emesso dalla sorgente.



Figura 4.26: andamenti di temperatura relativa ottenuti durante i test effettuati sul campione di aerogel grafitato

Gli andamenti sono stati normalizzati al valore massimo di temperatura, ottenendo il grafico raffigurato in Figura 4.27.



Figura 4.27: andamenti di temperatura normalizzati ottenuti per il campione di aerogel grafitato

Come possiamo notare dalla Figura 4.26 e dalla Figura 4.27, in prossimità dell'istante iniziale (t=0), è presente un picco iniziale. Questo picco, come spiegato in [31], è associato alla presenza di luce trasmessa e/o diffusa dall'impulso laser di riscaldamento e/o dal rumore indotto elettricamente durante la fase di scarica dell'impulso.

Come si può notare in Figura 4.28, come visto in precedenza per la plastica, la dipendenza del massimo incremento di temperatura ΔT_{max} dall'energia emessa dalla sorgente laser è lineare.



Figura 4.28: aerogel grafitato, incremento massimo di temperatura in funzione dell'energia emessa dalla sorgente laser

Nella tabella sottostante è possibile osservare i valori di ΔT_{max} , raggiunti durante le prove.

Test	Energia	ΔT_{max}
-	[mJ]	[°C]
Test1	250	1,3
Test2	200	1,0
Test3	500	3,2
Test4	450	2,9
Test5	350	2,3
Test6	300	2,0
Test7	600	4,2
Test8	550	3,8
Test9	400	2,8

Tabella 4.10: salto termico e energia per ogni test

Prima di procedere al calcolo della diffusività termica, è stato fatto un controllo per verificare se le condizioni sulla durata dell'impulso (C.D.I) e sul frame rate (C.F.R) siano rispettate. Come si può osservare dalla tabella sottostante, entrambe le condizioni vengono rispettate.

Test	t _{1/2}	100.Periodo	100/Frame rate	C.D.I	C.F.R
-	[s]	[s]	[s]	-	-
Test1	2,27	0,5	0,127	VERO	VERO
Test2	2,32	0,5	0,127	VERO	VERO
Test3	2,13	1,0	0,127	VERO	VERO
Test4	2,10	1,0	0,127	VERO	VERO
Test5	2,14	1,0	0,127	VERO	VERO
Test6	2,16	1,0	0,127	VERO	VERO
Test7	2,00	2,0	0,127	VERO	VERO
Test8	2,05	2,0	0,127	VERO	VERO
Test9	2,09	2,0	0,127	VERO	VERO

Tabella 4.11: verifica condizioni sulla durata dell'impulso e sul frame rate per il provino di aerogel grafitato

Essendo verificate entrambe le condizioni, sarà possibile procedere con il calcolo della diffusività termica. Sono stati implementati tre metodi differenti, spiegati in precedenza nel paragrafo "Analisi dei dati". In Tabella 4.12, è possibile osservare i risultati ottenuti.

Test	τ	α_{area}	t _{1/2}	$\alpha_{t1/2}$	m_0	F	$\alpha_{momenti}$
-	[s]	$[m^2/s]$	[s]	$[m^2/s]$	[s]	-	$[m^2/s]$
Test1	14,65	1,30E-07	2,27	1,16E-07	1,86	0,32	3,31E-07
Test2	15,18	1,25E-07	2,32	1,14E-07	1,91	0,31	3,13E-07
Test3	13,80	1,38E-07	2,13	1,24E-07	1,85	0,36	3,72E-07
Test4	13,65	1,40E-07	2,10	1,26E-07	1,84	0,36	3,75E-07
Test5	13,91	1,37E-07	2,14	1,24E-07	1,82	0,34	3,60E-07
Test6	14,02	1,36E-07	2,16	1,23E-07	1,83	0,35	3,60E-07
Test7	13,16	1,45E-07	2,00	1,32E-07	1,84	0,39	4,00E-07
Test8	13,47	1,41E-07	2,05	1,29E-07	1,84	0,37	3,78E-07
Test9	13,61	1,40E-07	2,09	1,26E-07	1,81	0,37	3,85E-07

Tabella 4.12: aerogel grafitato, stima dei valori di diffusività termica

Il metodo dell'area e il metodo del tempo di metà riscaldamento hanno fornito risultati di diffusività molto simili tra loro. La presenza del picco iniziale potrebbe aver generato errori di calcolo durante l'esecuzione del metodo dei momenti. Per questo motivo, i risultati ottenuti con quest'ultimo si discostano dai risultati ottenuti con gli altri due metodi.

Si procede al calcolo della conducibilità termica (λ), mediante l'utilizzo della seguente formula:

$$\lambda = \rho \cdot c_p \cdot \alpha$$

(4.4)

Dove:

- α è la diffusività termica
- ρ è la densità
- c_p è il calore specifico

Il calore specifico è stato assunto pari a 1000 J·(kg·K)⁻¹, valore estratto da [39]. I risultati di diffusività e conducibilità termica ottenuti per i tre metodi sono visibili nella tabella sottostante.

Metodo	α	λ
-	$[m^2/s]$	$[W/(m \cdot K)]$
Metà risc.	1,24E-07	0,025
Area	1,36E-07	0,028
Momenti	3,63E-07	0,075

Tabella 4.13: conducibilità e diffusività termica del provino di aerogel grafitato

Dai risultati ottenuti si evince che il materiale analizzato è un ottimo isolante termico. Inoltre, i valori di conducibilità ricavati con il metodo dell'area e con il metodo del tempo di metà riscaldamento sono coerenti con i valori di conducibilità termica presenti in letteratura. Infatti, secondo lo studio affrontato da Chen Yiming in [14], la conducibilità termica di "nanocellulose aerogels" è solitamente compresa tra 18 e 44 mW·m⁻¹·K⁻¹.

4.3.4 Provino sandwich

In ultima analisi si procede con lo studio del campione "sandwich". Tale studio permetterà di determinare valori di diffusività e conducibilità "apparente" dell'intero componente. Nella figura sottostante è possibile osservare la griglia di prove utilizzata per effettuare lo studio.

		Potenza	LV		Fin.	
Test	Periodo	Laser	energetico	N°impulsi	Risoluzione	Frame rate
-	[ms]	[%]	-	-	[pixel]	[Hz]
Test1	20	45	9,00	1	160x128	785,67
Test2	20	30	6,00	1	160x128	785,67
Test3	20	15	3,00	1	160x128	785,67
Test4	5	15	0,75	1	160x128	785,67
Test5	5	30	1,50	1	160x128	785,67
Test6	5	45	2,25	1	160x128	785,67
Test7	10	45	4,50	1	160x128	785,67
Test8	10	40	4,00	1	160x128	785,67
Test9	10	35	3,50	1	160x128	785,67

Tabella 4.14: griglia di prove provino sandwich

Anche in questo caso il provino viene disposto a 16 cm dalla sorgente laser e a 94 cm dalla termocamera. In Figura 4.29 è possibile osservare il posizionamento del provino all'interno del porta-campione.



Figura 4.29: posizionamento provino sandwich all'interno del portacampione

Tramite il software ResearchIR viene definita una box dalla quale estrarre le informazioni di temperatura. I dati sono stati estratti sotto forma di file.csv e analizzati in ambiente Matlab. Anche in questo caso è stato utilizzato un filtro gaussiano a 50 punti per ridurre la componente rumorosa.

In Figura 4.30 è possibile osservare l'incremento di temperatura in funzione del tempo e in funzione del contenuto energetico settato per i differenti test.



Figura 4.30: provino sandwich, andamenti di temperatura relativa

Le curve sono state normalizzate al ΔT_{max} . Nella figura sottostante è possibile osservare i termogrammi normalizzati ottenuti durante i test.



Figura 4.31: andamenti di temperatura normalizzati ottenuti per i test effettuati sul provino sandwich

Come possiamo notare dal grafico in Figura 4.31, l'andamento ottenuto per il Test4 (15% 5ms) si discosta leggermente dagli andamenti ottenuti durante gli altri test. Il livello energetico della sorgente laser, settato per il Test4, è il più basso. Come possiamo osservare in Tabella 4.15, l'incremento di temperatura ΔT_{max} associato al Test4 è pari a 0.2°C. Gli effetti dovuti alla presenza di rumore e alla variazione di temperatura ambiente potrebbero non essere trascurabili e generare errori di valutazione durante l'esecuzione delle prove.

Test -	Energia [mJ]	ΔT_{max} [°C]
Test1	450	2,2
Test2	300	1,5
Test3	150	0,8
Test4	38	0,2
Test5	75	0,3
Test6	113	0,4
Test7	225	1,1
Test8	200	1,0
Test9	175	0,9

Tabella 4.15: energia e temperatura campione sandwich

Come possiamo vedere in Figura 4.32, anche durante le prove effettuate sul provino "sandwich", il picco massimo di temperatura raggiunto dalla superficie del componente varia linearmente con il contenuto energetico emesso dalla sorgente laser.



Figura 4.32: provino sandwich, andamento del salto termico massimo in funzione dell'energia fornita dalla sorgente laser

Prima di procedere al calcolo della diffusività termica, è stato verificato che le condizioni sulla durata dell'impulso (C.D.I) e sul frame rate (C.F.R) siano rispettate.

Test -	t _{1/2} [s]	100·Periodo [s]	100/Frame rate [s]	C.D.I -	C.F.R
Test1	3,08	2,0	0,13	VERO	VERO
Test2	2,98	2,0	0,13	VERO	VERO
Test3	3,20	2,0	0,13	VERO	VERO
Test4	3,90	0,5	0,13	VERO	VERO
Test5	3,25	0,5	0,13	VERO	VERO
Test6	3,26	0,5	0,13	VERO	VERO
Test7	3,04	1,0	0,13	VERO	VERO
Test8	3,11	1,0	0,13	VERO	VERO
Test9	3,03	1,0	0,13	VERO	VERO

Come si può osservare dalla tabella sottostante, entrambe le condizioni siano rispettate.

Tabella 4.16: condizioni sulla durata dell'impulso e sul frame rate

Essendo verificate entrambe le condizioni, sarà possibile procedere con il calcolo della diffusività termica. In Tabella 4.17, è possibile osservare i risultati ottenuti.

Test -	τ [s]	α_{area} $[m^2/s]$	t _{1/2} [s]	$\alpha_{t1/2}$ [m ² /s]	m ₀ [s]	F -	$\alpha_{momenti}$ [m ² /s]
Test1	21,66	1,01E-07	3,08	9,87E-08	2,32	0,13	1,24E-07
Test2	21,07	1,04E-07	2,98	1,02E-07	2,29	0,13	1,28E-07
Test3	22,76	9,62E-08	3,20	9,51E-08	2,40	0,13	1,17E-07
Test4	26,99	8,11E-08	3,90	7,79E-08	2,69	0,11	8,86E-08
Test5	25,19	8,70E-08	3,25	9,35E-08	2,70	0,14	1,10E-07
Test6	22,47	9,75E-08	3,26	9,32E-08	2,17	0,11	1,14E-07
Test7	21,02	1,04E-07	3,04	9,98E-08	2,14	0,12	1,21E-07
Test8	21,50	1,02E-07	3,11	9,79E-08	2,14	0,11	1,17E-07
Test9	21,20	1,03E-07	3,03	1,00E-07	2,13	0,12	1,20E-07

Tabella 4.17: calcolo della diffusività termica per il campione sandwich

Metodo	α	λ
	$[m^2/s]$	$[W/(m \cdot K)]$
Metà risc.	9,48E-08	0,031
Area	9,67E-08	0,032
Momenti	1,15E-07	0,038

Nella tabella sottostante è possibile osservare i valori di conducibilità (λ) e diffusività termica "apparente", ottenuti mediante l'utilizzo dell'equazione (4.4).

Tabella 4.18: risultati di diffusività e conducibilità per il campione sandwich

Dopo aver ottenuto questi risultati, possiamo affermare che il materiale analizzato si distingue per le ottime proprietà termiche isolanti. Infatti, è caratterizzato da una bassissima conducibilità e diffusività termica. Come possiamo notare da Tabella 4.18, il risultato di conducibilità, ottenuto eseguendo il metodo dei momenti, si discosta di 6-7 mW/(m·K) dai risultati ottenuti applicando gli altri due metodi. Secondo quanto detto in [19], il metodo dei momenti ha una bassa sensibilità al rumore di misurazione. Inoltre, durante l'analisi viene considerata solo la zona di riscaldamento del termogramma (parte ascendente), zona altamente sensibile alla diffusività termica. Altri metodi, come il metodo del tempo di metà riscaldamento, trascurano le dispersioni di calore e per questo motivo potrebbero generare errori sistematici durante le misurazioni.

5 MODELLO ANALITICO

Un corpo irradiato da un fascio laser si riscalda. Tale riscaldamento dipende dalla natura del materiale e dai parametri di eccitazione scelti per la sorgente laser. In questo capitolo verrà descritto un modello matematico che permetta di riprodurre analiticamente l'incremento di temperatura subito dal campione sandwich. Nella figura sottostante viene schematizzata la logica di analisi utilizzata per la costruzione del modello analitico e per il confronto con le prove sperimentali, spiegate in precedenza nel capitolo "Analisi sperimentale":



Figura 5.1: logica di analisi per costruire il modello analitico

Per la costruzione del modello, si assumerà che i valori di diffusività e densità precedentemente calcolati siano corretti. Per quanto riguarda gli altri parametri, verranno utilizzati dei fattori correttivi che terranno conto degli errori dovuti alle assunzioni.

5.1 FISICA DEL PROBLEMA

Come viene spiegato in [40], la legge di Fourier permette di descrivere il problema 3D della diffusione del calore attraverso un corpo solido. L'equazione matematica che la governa è la seguente:

$$\nabla^2 T - \frac{1}{\alpha} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \tag{5.1}$$

Risolvendo il problema in 1D dell'equazione di Fourier, per la propagazione di un impulso termico di Dirac, in un solido semi-infinito omogeneo e isotropo, si ottiene la seguente equazione, presente in [40]:

$$T(z,t) = T_0 + \frac{Q}{e\sqrt{\pi t}} \exp\left(-\frac{z^2}{4\alpha t}\right)$$
(5.2)

Dove T_0 è la temperatura iniziale del corpo, Q [J/m²] è il calore assorbito dalla superficie, e è l'effusività del materiale, α è la diffusività termica, t è il tempo, z è lo posizione della superficie che verrà considerata.

La termocamera è stata posizionata in modo tale da registrare gli andamenti di temperatura sulla superficie del campione opposta a quella irradiata dal fascio laser. Sostituendo in z il valore dello spessore d del componente, otterremo il seguente risultato:

$$T(d,t) = T_0 + \frac{Q}{e\sqrt{\pi t}} \exp\left(-\frac{d^2}{4\alpha t}\right)$$
(5.3)

Procediamo con i calcoli, per determinare il salto termico ΔT subito dal componente.

$$T(d,t) - T_0 = \frac{Q}{e\sqrt{\pi t}} \exp\left(-\frac{d^2}{4\alpha t}\right)$$

$$T(d,t) - T_0 = \Delta T(d,t)$$

$$\Delta T(d,t) = \frac{Q}{e\sqrt{\pi t}} \exp\left(-\frac{d^2}{4\alpha t}\right)$$
(5.6)

Nella figura sottostante, è possibile osservare un esempio di curva di incremento di temperatura, normalizzata al valore massimo di ΔT . La curva è stata ottenuta analiticamente utilizzando l'equazione (5.6).



Figura 5.2: andamento di temperatura normalizzata ottenuto analiticamente

Le curve sperimentali ottenute durante le prove effettuate sul campione sandwich, mostrano andamenti simili alla curva presente in Figura 5.2. Mentre, gli andamenti ottenuti per il campione di aerogel grafitato sono differenti. Questo dissomiglianza è dovuta alla presenza del "picco iniziale", precedentemente spiegato in "Analisi di diffusività e conducibilità termica". Per queste motivazioni, il modello analitico è stato applicato solamente per il campione sandwich.

5.2 COSTRUZIONE DEL MODELLO

Per la costruzione del modello, si partirà dall'equazione (5.6). Spessore d, diffusività α e densità ρ sono stati precedentemente calcolati in "Analisi sperimentale". È necessario inserire parametri correttivi sul calore specifico c_p (quindi sull'effusività e) e sul calore Q assorbito dal componente. In (5.7) viene descritta la formula utilizzata per determinare Q.

$$Q = \frac{ENERGIA}{A}$$

(5.7)

L'energia assorbita dal corpo non è esattamente l'energia ceduta dall'impulso laser. La box scelta durante le analisi non corrisponde esattamente alla superficie sulla quale ricade l'impulso laser. Inoltre, l'impulso laser ha la forma di una gaussiana, quindi non è uniforme su tutta la superficie. Cambiando la BOX di analisi cambia il valore di temperatura raggiunto dal componente. Per queste ragioni è necessario inserire un fattore correttivo ϕ sull'energia emessa dalla sorgente laser e un fattore correttivo β sul raggio dell'impulso, ottenendo come risultato le equazioni (5.8) e (5.13).

$ENERGIA = ENERGIA_{laser} \cdot \phi$

(5.8)

Dove ϕ è il fattore correttivo dell'energia.

L'area *A* della superficie sulla quale ricade il fascio laser, viene calcola mediante la seguente formula:

A

$$=\pi r^2$$

(5.9)

Il raggio r, viene determinato tramite la seguente formula

$$r = \beta r_{laser} \tag{5.10}$$

Dove r_{laser} è il raggio del fascio laser. Sostituendo la (5.10) in (5.9), otterremo:

$$A = \beta^{2} \pi r_{laser}^{2}$$

$$A_{laser} = \pi r_{laser}^{2}$$

$$A = \beta^{2} A_{laser}$$
(5.12)

(5.13)

Dove β è il fattore correttivo del raggio del fascio laser.

Il raggio del fascio laser è noto da [37], ed è pari a 6.9 mm. Procedendo con i calcoli, in (5.18) viene determinato il valore Q.

$$Q = \frac{\phi \cdot ENERGIA_{laser}}{\beta^2 A_{laser}}$$

$$Q = \frac{\phi}{\beta^2} \frac{ENERGIA_{laser}}{A_{laser}}$$
(5.14)

(5.15)

$$Q = \frac{\phi}{\beta^2} \frac{ENERGIA_{laser}}{A_{laser}}$$

(5.16)

$$Q_{laser} = \frac{ENERGIA_{laser}}{A_{laser}}$$

$$Q = \frac{\phi}{\beta^2} \cdot Q_{laser}$$
(5.17)
(5.18)

Applicando lo stesso ragionamento sul calore specifico, è stato determinato in (5.22) il valore dell'effusività corretto.

$$c_{p_{corretto}} = \varepsilon c_p \tag{5.19}$$

Dove ε è il fattore correttivo del calore specifico

$$e = \sqrt{k\rho c_p} = \rho c_p \sqrt{\alpha}$$

$$e_{corretta} = \rho c_{p_{corretto}} \sqrt{\alpha} = \varepsilon \rho c_p \sqrt{\alpha}$$
(5.20)

(5.21)

(5.22)

Andando a sostituire i valori corretti nella formula (5.6), otterremo:

 $e_{corretta} = \varepsilon \cdot e$

$$\Delta T(d,t) = \frac{\phi}{\beta^2 \varepsilon} \frac{Q_{laser}}{e\sqrt{\pi t}} \exp\left(-\frac{d^2}{4\alpha t}\right)$$
(5.23)

$$\varphi = \frac{\phi}{\beta^2 \varepsilon}$$

(5.24)

Dove φ è il fattore correttivo che tiene conto di tutte le correzioni. Sostituendo la (5.24) in (5.23), otterremo:

$$\Delta T(d,t) = \varphi \frac{Q_{laser}}{e\sqrt{\pi t}} \exp\left(-\frac{d^2}{4\alpha t}\right)$$

$$\Delta T(t) = \varphi \frac{Q_{laser}}{e\sqrt{\pi t}} \exp\left(-\frac{d^2}{4\alpha t}\right)$$
(5.26)

In "Analisi sperimentale" è stata trovata una dipendenza lineare di ΔT_{max} dall'energia emessa dalla sorgente laser. Si procede di seguito con la dimostrazione. Per trovare ΔT_{max} , la derivata di $\Delta T(t)$ nel tempo viene posta uguale a zero.

$$\frac{\partial(\Delta T(t))}{\partial t} = 0$$
(5.27)

Sono stati introdotti i parametri *K* e *B* per semplificare l'equazione, ottenendo:

$$\Delta T(t) = \frac{K}{\sqrt{t}} \exp\left(-\frac{B}{t}\right) = \frac{K}{\sqrt{t}} e^{\left(-\frac{B}{t}\right)}$$
(5.28)

Dove *K* e *B* sono:

$$K = \varphi \frac{Q_{laser}}{e\sqrt{\pi}}$$

$$B=\frac{d^2}{4\alpha}$$

(5.30)

(5.29)

$$\frac{\partial(\Delta T(t))}{\partial t} = K\left(-\frac{1}{2}t^{\left(-\frac{3}{2}\right)} \cdot e^{-\frac{B}{t}} + t^{-\frac{1}{2}} \cdot e^{-\frac{B}{t}} \cdot \frac{B}{t^{2}}\right)$$

(5.31)

$$K\left(-\frac{1}{2}t^{\left(-\frac{3}{2}\right)} \cdot e^{-\frac{B}{t}} + t^{-\frac{1}{2}} \cdot e^{-\frac{B}{t}} \cdot \frac{B}{t^{2}}\right) = 0$$

	(5.32)
$e^{-\frac{B}{t}}\left(-\frac{1}{2}t^{\left(-\frac{3}{2}\right)} + t^{-\frac{5}{2}} \cdot B\right) = 0$	

		(5.33)
$e^{-\frac{B}{t}} > 0 per \forall$	$\forall t \in R$	

$$\left(-\frac{1}{2}t^{-\frac{3}{2}} + t^{-\frac{5}{2}} \cdot B\right) = 0$$
(5.34)
(5.35)

 $t^{-\frac{3}{2}}\left(-\frac{1}{2} + \frac{t^{-\frac{5}{2}}}{t^{-\frac{3}{2}}} \cdot B\right) = 0$

(5.36)

$$t^{-\frac{3}{2}}\left(-\frac{1}{2} + t^{-1} \cdot B\right) = 0$$

(5.37)

L'equazione (5.37) ha due soluzioni: t_1 e t_2 . La prima soluzione t_1 è data da:

$$t_1^{-\frac{3}{2}} = 0$$
(5.38)
$$t_1 = 0$$

La seconda soluzione t_2 è data da:

$$t_2^{-1} \cdot B - \frac{1}{2} = 0$$
(5.40)
$$\frac{B}{t_2} = \frac{1}{2}$$

(5.41)

(5.39)

$$t_2 = 2B = 2\frac{d^2}{4\alpha} = \frac{d^2}{2\alpha}$$

(5.42)

Una volta trovate le soluzioni che annullano la derivata, sarà necessario sostituire i valori di tali soluzioni nell'equazione (5.28), al fine di trovare i valori di minimo e massimo dell'equazione. In $t = t_1$, l'equazione tende a zero. In $t = t_2$, la curva (5.28) raggiunge il suo valore massimo. Di seguito i calcoli per determinare il valore di ΔT_{max} .

$$\Delta T_{max} = \Delta T(t = t_2) \tag{5.43}$$

$$\Delta T(t) = \frac{K}{\sqrt{t}} e^{\left(-\frac{B}{t}\right)}$$

(5.44)

$$\Delta T(t = t_2) = \frac{K}{\sqrt{2B}} e^{\left(-\frac{B}{2B}\right)} = \frac{K}{\sqrt{2B}} e^{\left(-\frac{1}{2}\right)}$$

(5.45)

$$\Delta T_{max} = \frac{K}{\sqrt{2B}} e^{\left(-\frac{1}{2}\right)}$$

(5.46)

$$\sqrt{2B} = \sqrt{\frac{d^2}{2\alpha}}$$
 (dipende solamente dal materiale)

$$K = \varphi \frac{Q_{laser}}{e\sqrt{\pi}}$$
(5.47)

$$K = \frac{\varphi}{e\sqrt{\pi}} \frac{ENERGIA_{laser}}{A_{laser}} = cost_1 \cdot ENERGIA_{laser}$$
(5.48)

(5.49)

Dove:

$$cost_1 = rac{\varphi}{e\sqrt{\pi}} rac{1}{A_{laser}}$$

(5.50)

La $cost_1$ dipende dal materiale, dall'area del fascio laser e dalla box scelta. Quindi utilizzando la stessa BOX per l'estrapolazione dei risultati, il valore di $cost_1$ non varia durante le prove eseguite per lo stesso materiale.

$$\Delta T_{max} = \frac{\cos t_1 \cdot ENERGIA_{laser}}{\sqrt{2B}} e^{\left(-\frac{1}{2}\right)}$$

$$\cos t_2 = \frac{1}{\sqrt{2B}} e^{\left(-\frac{1}{2}\right)}$$
(5.52)

La $cost_2$ dipende solo dal materiale (*e* numero di Nepero, *B* dipende dal materiale). Sostituendo la (5.52) in (5.51) otterremo:

$$\Delta T_{max} = cost_1 \cdot cost_2 \cdot ENERGIA_{laser}$$
(5.53)

Il prodotto di costanti è sempre una costante, introduciamo la $cost_3$.

$$cost_{3} = cost_{1} \cdot cost_{2} = \frac{\varphi}{e\sqrt{\pi}} \frac{1}{A_{laser}} \cdot \frac{1}{\sqrt{2B}} e^{\left(-\frac{1}{2}\right)}$$
(5.54)

Sostituendo la (5.54) in (5.53), otterremo:

$$\Delta T_{max} = cost_3 \cdot ENERGIA_{laser}$$

$$(5.55)$$

$$ENERGIA_{laser}$$

$$cost_{3} = \frac{ENERGIA_{laser}}{\Delta T_{max}}$$

(5.56)

L'energia laser si ricava dalla seguente formula:

$$ENERGIA_{laser} = Potenza_{laser} \cdot tempo_{impulso}$$

(5.57)

Come possiamo notare dall'equazione (5.55), l'incremento massimo di temperatura è direttamente proporzionale all'energia emessa dalla sorgente laser. La $cost_3$ si può determinare sperimentalmente applicando l'equazione (5.56) ai risultati sperimentali ottenuti in Tabella 4.15. Una volta determinata la $cost_3$ sarà possibile determinare il fattore correttivo φ , utilizzando l'equazione (5.54). Nell'equazione (5.58) è possibile osservare i risultati ottenuti per il calcolo di φ .

$$\varphi_{SW} = 0,18$$

(5.58)

Dove φ_{SW} è il fattore correttivo del componente sandwich.

Noto il valore di φ , sono stati determinati gli andamenti analitici di temperatura implementando in ambiente Matlab l'equazione (5.26). Nelle figure sottostanti è possibile osservare il confronto tra andamenti sperimentali e analitici. Sono stati scelti il Test1 e il Test8 come test di riferimento per il confronto dei risultati.

In Figura 5.3, viene rappresentato il confronto tra l'incremento di temperatura registrato durante il Test1 e il risultato ottenuto tramite modello analitico.



Figura 5.3: Test1, confronto tra andamenti di temperatura relativa ottenuti analiticamente e sperimentalmente

In Figura 5.4, viene rappresentato il confronto tra l'incremento di temperatura registrato durante il Test8 e il risultato ottenuto tramite modello analitico.



Figura 5.4: Test8, confronto tra andamenti di temperatura relativa ottenuti analiticamente e sperimentalmente

Sono stati confrontati anche gli andamenti di temperatura normalizzati. In Figura 5.5 e in Figura 5.6, è possibile osservare i risultati ottenuti.



Figura 5.5: Test1, confronto andamenti di temperatura normalizzati, ottenuti analiticamente e sperimentalmente



Figura 5.6: Test8, confronto andamenti di temperatura normalizzati, ottenuti sperimentalmente e analiticamente

Come possiamo notare dai grafici in Figura 5.3 e in Figura 5.4, il modello analitico proposto interpola adeguatamente i risultati sperimentali. Le curve sperimentali e analitiche convergono approssimativamente allo stesso valore massimo di ΔT . Grazie alla realizzazione di questo modello, sarà possibile effettuare delle previsioni sul comportamento del materiale al variare dei parametri di eccitazione impostati per la sorgente laser. In particolare, sarà possibile prevedere con adeguata accuratezza l'incremento di temperatura massimo che avverrà sulla superficie posteriore del campione. Come possiamo osservare dai grafici in Figura 5.5 e Figura 5.6, le curve normalizzate si incontrano in $\Delta T / \Delta T_{max} \approx 0.5$, questo accade perché il parametro di diffusività inserito nel modello matematico è stato posto pari al valore medio di diffusività ottenuto sperimentalmente eseguendo il metodo del tempo di metà riscaldamento sul campione sandwich. Il modello suggerito risulta valido solo se la box selezionata per l'estrapolazione delle informazioni non varia e se il componente viene eccitato con un impulso di durata infinitesima, approssimabile a una delta di Dirac. Di conseguenza, prima di poter confrontare i risultati ottenuti sperimentalmente con i risultati analitici è necessario verificare che le condizioni sulla durata dell'impulso e sul frame rate, precedentemente spiegate in "Analisi sperimentale", siano rispettate.

6 CONCLUSIONI E POSSIBILI SVILUPPI FUTURI

Lo studio realizzato in questa tesi ha definito una strategia di analisi per caratterizzare materiali isolanti mediante la termografia attiva. La tecnica termografica che è stata utilizzata è la Laser Flash (LF). A differenza di altri metodi di caratterizzazione, come il GHP e l'HFM, la tecnica LF è molto rapida e versatile. Per questo motivo, è stato possibile confrontare differenti strategie di analisi fino a identificare quella definitiva. Essendo una tecnica non distruttiva è possibile effettuare studi sia su campioni in laboratorio che su componenti reali. Un altro grande vantaggio della tecnica LF consiste nel poter analizzare campioni di dimensioni ridotte (5-20mm). Quindi, da un foglio di aerogel/plastica sono stati ricavati numerosi provini. Uno dei limiti riscontrati durante lo studio è stato quello di non poter scegliere lo spessore dei materiali da analizzare e quindi validare i risultati e i modelli al variare dei parametri che definiscono il sistema. Lo spessore è vincolante per l'esecuzione delle prove, in quanto da questo dipenderà la durata del transitorio di riscaldamento. A transitori brevi corrispondono tempi di metà riscaldamento molto piccoli che potrebbero non far rispettare le condizioni sulla durata dell'impulso e sul frame rate. Se non viene rispettata la condizione sulla durata dell'impulso, l'impulso generato dalla sorgente laser non può essere approssimato con una delta di Dirac. Se non viene rispettata la condizione sul frame rate, la termocamera non acquisisce informazioni sufficienti per descrivere la prova. Per questo motivo, indipendentemente dalle condizioni di eccitazione impostate per la sorgente laser, non è stato possibile stimare il valore di diffusività termica del film di plastica. Un altro limite riscontrato durante le prove riguarda lo studio di materiali trasparenti alla radiazione emessa dal fascio laser. Infatti, per caratterizzare il materiale aerogel è stato applicato un rivestimento a base di grafene, al fine di renderlo opaco all'impulso emesso dalla sorgente. Inoltre, è stato analizzato anche il sistema costituito da due strati di plastica e uno di aerogel (campione sandwich), ottenendo come risultato una diffusività "apparente" del campione multi-layer. In conclusione, a seguito delle prove effettuate in laboratorio si evince che entrambi i campioni, sandwich e aerogel grafitato, sono caratterizzati da bassissime conducibilità termiche che li rendono ottimi isolanti. I provini presi in studio verranno utilizzati per isolare termicamente pacchi batteria di autoveicoli elettici. Di conseguenza, la loro temperatura di esercizio non sarà fissa. Un possibile sviluppo futuro potrebbe consistere nel variare la temperatura dei materiali da testare tramite l'utilizzo di una camera climatica, al fine di effettuare una caratterizzazione più completa. I campi di applicazione della termografia sono in continua espansione. Questo è dovuto alla versatilità che contraddistingue tale tecnica. Sulla base di queste considerazioni, rimane certo il notevole lavoro di ricerca da fare in ambito termografico per sfruttare al meglio questi strumenti che si sono mostrati molto utili in ambito ingegneristico.

BIBLIOGRAFIA

- S. Doshvarpassand, C. Wu e X. Wang, «An overview of corrosion defect characterization using active infrared thermography,» *Infrared Physics & Technology*, vol. 96, pp. 366-389, 2019.
- [2] O. Stalmach, V. Dekys, F. Barnik e J. Simon, «Contribution to the determination of the thermal emissivity of the composite material using longwave infrared camera,» *MATEC Web of Conferences*, vol. 244, p. 01026, 2018.
- [3] M. Armand e J.-M. Tarascon, «Building better batteries,» *Nature*, vol. 451, n. 7179, pp. 652-657, 2008.
- [4] V. Etacheri, R. Marom, R. Elazari, G. Salitra e D. Aurbach, «Challenges in the development of advanced Li-ion batteries: a review,» *Energy & Environmental Science*, vol. 4, n. 9, pp. 3243-3262, 2011.
- [5] S. Manzetti e F. Mariasiu, «Electric vehicle battery technologies: From present state to future systems,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 51, pp. 1004-1012, 2015.
- [6] H. Liu, Z. Wei, W. He e J. Zhao, «Thermal issues about Li-ion batteries and recent progress in battery thermal management systems: A review,» *Energy Conversion and Management*, vol. 150, pp. 304-330, 2017.
- [7] «Extreme Temperatures Affect Electric Vehicle Driving Range, AAA Says,»
 AAA Newsroom, 2014. [Online]. Available: https://newsroom.aaa.com/2014/03/extreme-temperatures-affect-electric-vehicle-driving-range-aaa-says/. [Consultato il giorno 16 03 2022].
- [8] G. Xu, S. Huang, Z. Cui, X. Du, X. Wang, D. Lu, X. Shangguan, J. Ma, P. Han, X. Zhou e G. Cui, «Functional additives assisted ester-carbonate electrolyte enables wide temperature operation of a high-voltage (5 V-Class) Li-ion battery,» *Journal of Power Sources*, vol. 416, pp. 29-36, 2019.

- [9] A. Tornheim, C. Peebles, J. A. Gilbert, R. Sahore, J. C. Garcia, J. Bareño, H. Iddir, D. P. Abraham e C. Liao, «Evaluating electrolyte additives for lithiumion cells: A new Figure of Merit approach,» *Journal of Power Sources*, vol. 365, pp. 201-209, 2017.
- [10] A. Senyshyn, M. Mühlbauer, O. Dolotko e H. Ehrenberg, «Low-temperature performance of Li-ion batteries: The behavior of lithiated graphite,» *Journal* of Power Sources, vol. 282, pp. 235-240, 2015.
- [11] G. Zhang, S. Ge, X.-G. Yang, Y. Leng, D. Marple e C.-Y. Wang, «Rapid restoration of electric vehicle battery performance while driving at cold temperatures,» *Journal of Power Sources*, vol. 371, pp. 35-40, 2017.
- [12] H. Wu, X. Zhang, C. Wang, R. Cao e C. Yang, «Experimental study on aerogel passive thermal control method for cylindrical lithium-ion batteries at low temperature,» *Applied Thermal Engineering*, vol. 169, p. 114946, 2020.
- [13] Indat, «TekPTFE.pdf,» [Online]. Available: http://www.indat.it/plastics/wpcontent/uploads/2016/12/TekPTFE.pdf. [Consultato il giorno 20 marzo 2022].
- [14] Y. Chen, L. Zhang, Y. Yang, B. Pang, W. Xu, G. Duan, S. Jiang e K. Zhang, «Recent Progress on Nanocellulose Aerogels: Preparation, Modification, Composite Fabrication, Applications,» *Advanced Materials*, vol. 33, n. 11, p. 2005569, 2021.
- [15] L. Zuo, Y. Zhang, L. Zhang, Y. E. Miao, W. Fan e T. Liu, «Polymer/Carbon-Based Hybrid Aerogels: Preparation, Properties and Applications,» *Materials*, vol. 8, n. 10, pp. 6806-6848, 2015.
- [16] A. Du, B. Zhou, Z. Zhang e J. Shen, «A Special Material or a New State of Matter: A Review and Reconsideration of the Aerogel,» *Materials*, vol. 6, n. 3, pp. 941-968, 2013.
- [17] ISO 8302, Thermal insulation-Determination of steady-state thermal resistance and related properties-Guarded hot plate apparatus.
- [18] ISO 8301, Thermal insulation Determination of steady-state thermal resistance and related properties Heat flow meter apparatus.

- [19] ISO 22007-4, *Plastics Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity.*
- [20] ISO/DIS 22482.2, Thermal insulation products-Aerogel blanket for buildings-Determination of phisical properties.
- [21] G. Liu, J. Li, X. Li, X. Pan e C. Qian, «Preparation and Properties of Novel Superhydrophobic Cellulose Nanofiber Aerogels,» *Journal of Nanomaterials*, vol. 2021, pp. 1-8, 2021.
- [22] Y. Zhong, M. Zhou, F. Huang, T. Lin e D. Wan, «Effect of graphene aerogel on thermal behavior of phase change materials for thermal management,» *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 113, pp. 195-200, 2013.
- [23] J. K. Yoo, R. Wagle, C. W. Lee e E. Y. Lee, «Synthesis of silica aerogel thin sheets and evaluation of its thermal, electrical, and mechanical properties,» *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 16, n. 2, pp. 832-842, 2019.
- [24] Netzsch, «Guarded Hot Plate (GHP),» Analyzing & Testing, [Online]. Available: https://analyzing-testing.netzsch.com/en/contracttesting/methods/guarded-hot-plate-ghp. [Consultato il giorno 10 marzo 2022].
- [25] Linseis, «Guarded-hot-plate,» Linseis, [Online]. Available: https://www.linseis.com/en/methods/guarded-hot-plate-ghp/. [Consultato il giorno 10 marzo 2022].
- [26] Netzsch, «Heat Flow Meter (HFM),» Analyzing & Testing, [Online]. Available: https://analyzing-testing.netzsch.com/it/contracttesting/methods/heat-flow-meter-hfm. [Consultato il giorno 10 marzo 2022].
- [27] Linseis, «Linseis HFM-Heat Flow Meter,» Linseis, [Online]. Available: https://www.linseis.com/en/products/thermal-conductivity-instruments/hfmheat-flow-meter/. [Consultato il giorno 8 marzo 2022].
- [28] tec-science, «Heat-Flow-Meter method for determining thermal conductivity (HFM),» tec-science, [Online]. Available: https://www.tecscience.com/thermodynamics/heat/heat-flow-meter-method-fordetermining-thermal-conductivity-hfm/. [Consultato il giorno 7 marzo 2022].
- [29] Netzsch, «Laser Flash Technique (LFA),» Analyzing & Testing, [Online]. Available: https://analyzing-testing.netzsch.com/ru/contracttesting/methods/laser-flash-technique-lfa-1. [Consultato il giorno 10 marzo 2022].
- [30] E. Gariboldi, L. P. M. Colombo, D. Fagiani e Z. Li, «Methods to Characterize Effective Thermal Conductivity, Diffusivity and Thermal Response in Different Classes of Composite Phase Change Materials,» *Materials*, vol. 12, n. 16, p. E2552, 2019.
- [31] ISO 18755, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)
 Determination of thermal diffusivity of monolithic ceramics by laser flash method.
- [32] ISO 18555, Metallic and other inorganic coatings Determination of thermal conductivity of thermal barrier coatings.
- [33] W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler e G. L. Abbott, «Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity,» *Journal of Applied Physics*, vol. 32, n. 9, pp. 1679-1684, 1961.
- [34] A. Degiovanni e M. Laurent, «Une nouvelle technique d'identification de la diffusivité,» Revue de Physique Appliquée, Société française de physique, vol. 21, n. 3, pp. 229-237, 1986.
- [35] N. Araki, A. Makino, T. Ishiguro e J. Mihara, «An analytical solution of temperature response in multilayered materials for transient methods,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 13, n. 3, pp. 515-538, 1992.
- [36] T. Baba, «Analysis of One-dimensional Heat Diffusion after Light Pulse Heating by the Response Function Method,» Japanese Journal of Applied Phys., vol. 48, n. 5S2, p. 05EB04, 2009.
- [37] DES, «Manuale: Multides system laser,» [Online]. Available: www.desinnovation.com.
- [38] L. Corsaro, Caratterizzazione dei materiali mediante termografia attiva, Tesi di laurea magistrale, Politecnico di Torino, a.a. 2019/2020.

- [39] Á. Lakatos, A. Csík, A. Trník e I. Budai, «Effects of the Heat Treatment in the Properties of Fibrous Aerogel Thermal Insulation,» *Energies*, vol. 12, n. 10, Art. n. 10, 2019.
- [40] C. Ibarra-Castanedo, J.-M. Piau, S. Guilbert, N. P. Avdelidis, M. Genest, A. Bendada e X. P. V. Maldague, «Comparative Study of Active Thermography Techniques for the Nondestructive Evaluation of Honeycomb Structures,» *Research in Nondestructive Evaluation*, vol. 20, n. 1, pp. 1-31, 2009.