

**M.B. ALBA, T. CARDINALE, A. FEO,
F. GRANDIZIO, G. MONTESANO, C. SPOSATO**

Dipartimento Tecnologie Energetiche e Fonti Rinnovabili
Sezione Processi e Materiali per Applicazioni Energetiche
Centro Ricerche Trisaia

M. RE

Dipartimento Tecnologie Energetiche e Fonti Rinnovabili
Sezione Processi e Materiali per Applicazioni Energetiche
Centro Ricerche Brindisi

STAMPA A COMPRESSIONE DI MATERIALI COMPOSITI LAMINATI REALIZZATI CON TNT DI CARBONIO DA RICICLO PRE-IMPREGNATI

RT/2025/7/ENEA

ENEA

AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

M.B. ALBA, T. CARDINALE, A. FEO,
F. GRANDIZIO, G. MONTESANO, C. SPOSATO

Dipartimento Tecnologie Energetiche e Fonti Rinnovabili
Sezione Processi e Materiali per Applicazioni Energetiche
Centro Ricerche Trisaia

M. RE

Dipartimento Tecnologie Energetiche e Fonti Rinnovabili
Sezione Processi e Materiali per Applicazioni Energetiche
Centro Ricerche Brindisi

STAMPA A COMPRESSIONE DI MATERIALI COMPOSITI LAMINATI REALIZZATI CON TNT DI CARBONIO DA RICICLO PRE-IMPREGNATI

RT/2025/7/ENEA

ENEA

AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

I rapporti tecnici sono scaricabili in formato pdf dal sito web ENEA alla pagina www.enea.it

I contenuti tecnico-scientifici dei rapporti tecnici dell'ENEA rispecchiano l'opinione degli autori e non necessariamente quella dell'Agenzia

The technical and scientific contents of these reports express the opinion of the authors but not necessarily the opinion of ENEA.

STAMPA A COMPRESSIONE DI MATERIALI COMPOSITI LAMINATI REALIZZATI CON TNT DI CARBONIO DA RICICLO PRE-IMPREGNATI

M. B. Alba, T. Cardinale, A. Feo, F. Grandizio, G. Montesano, M. Re, C. Sposato

Riassunto

In questo rapporto si presenta lo studio relativo alla realizzazione di pannelli laminati ottenuti a partire da strati di tessuto non tessuto (TNT) pre-impregnati costituiti da fibre di carbonio da riciclo mediante stampa a compressione.

Sono state prese in considerazione tre tipologie di pre-impregnati commerciali, differenti per grammatura di fibre, da cui sono stati ricavati un certo numero di strati che, opportunamente sovrapposti, sono stati inseriti in uno stampo di acciaio. Tale stampo, inserito in una pressa idraulica, è stato portato alla giusta temperatura. Successivamente è stata applicata un'opportuna forza, che tenuta per un adeguato intervallo di tempo, ha permesso, la completa polimerizzazione della resina, ed il consolidamento dei diversi strati tra loro. Parametri come la temperatura delle piastre della pressa, la forza applicata e il tempo di tenuta in pressione sono stati ottimizzati per ottenere le caratteristiche desiderate dei pannelli laminati. Successivamente i pannelli sono stati tagliati con tecnologia water-jet per ricavare provini in numero e dimensioni tali da effettuare le successive prove di caratterizzazione. Sono stati tagliati provini in direzioni perpendicolari per valutare le prestazioni del materiale composito ottenuto in entrambe le direzioni. I test meccanici effettuati sui provini al fine di valutare la qualità del materiale ottenuto hanno riguardato prove di impatto e test di trazione statica. Inoltre, nel lavoro svolto sono stati avviati studi sulla porosità del materiale ottenuto mediante due metodologie differenti per le informazioni fornite: osservazioni al microscopio ottico delle sezioni dei pannelli e processo di digestione.

I risultati riportati in questo studio sono la base di partenza per ulteriori studi futuri che non potranno non considerare anche le caratteristiche del processo di fabbricazione del materiale composito pre-impregnato di partenza per avere una valutazione completa del risultato ottenuto dalla stampa a compressione.

Parole chiave: Stampaggio a compressione, caratterizzazione, TNT pre-impregnato, fibre di carbonio da riciclo, materiali compositi.

Abstract

In this work a study on the production of laminated panels obtained from pre-impregnated non-woven fabric (NWF) layers made of recycled carbon fibers by compression molding is presented. In particular, by using a steel mold, a specific number of layers were stacked considering three types of commercial pre-impregnated materials with different fibers weight. The complete resin polymerization and the consolidation of the different layers are obtained by using a hydraulic press, with appropriate parameters such as temperature, applied force and time. This work describes the optimization of process parameters in order to obtain the desired characteristics of the laminated panels. Subsequently, the panels were cut with water-jet technology to obtain appropriate size specimens to carry out the characterization tests. Samples were cut in perpendicular directions to evaluate the performance of the composite material. The mechanical tests carried out in order to evaluate the material quality involved impact tests and static tensile tests. Furthermore, the porosity of the specimens is observed using two different methodologies: optical microscopy and digestion process.

The results reported in this study are the starting point for further future studies that will have to consider the characteristics of the manufacturing process of the pre-impregnated composite material to have a more comprehensive evaluation of compression molding.

Keywords: Compression molding, characterization testing, pre-preg NWF, recycled carbon fibers, composites.

INTRODUZIONE	7
1. Realizzazione di pannelli laminati tramite <i>compression molding</i>	9
1.1. Stampaggio a compressione: introduzione e fattori salienti	9
1.1.1. Procedura di stampaggio a compressione	9
1.2. Taglio dei provini	15
2. Test meccanici	18
2.1 Prove di impatto (Metodo di Charpy)	18
2.1.1. Risultati e discussione	24
2.2 Prove di trazione statiche	33
2.2.1. Risultati e discussione	34
3. Studio della porosità	40
3.1. Metodi di valutazione della porosità: tecniche utilizzate	40
3.2. Analisi micrografiche	40
3.2.1. Risultati e discussione	41
3.3. Metodo di digestione per indagine di porosità	49
3.3.1. Risultati e discussione	51
CONCLUSIONI	55
BIBLIOGRAFIA	58

INTRODUZIONE

È ormai ben noto il miglioramento di svariate proprietà funzionali, in particolare, quelle meccaniche e termiche, apportato dalle fibre di carbonio, come seconda fase ben dispersa in materiali compositi a matrice polimerica [1][2][3][4]. Questa tipologia di materiale composito, proprio per le sue specifiche peculiarità, ha avuto un vasto impiego in molteplici campi applicativi, quali quello automobilistico, aerospaziale, energetico nella produzione di turbine eoliche, ecc. [5][6][7][8]. Tuttavia, proprio l'ampia diffusione di compositi polimerici rinforzati con fibre di carbonio richiede una particolare attenzione in quanto la produzione di queste fibre ha un forte impatto ecologico ed energetico, sia perché energivoro che per la quantità di scarti prodotti. Pertanto, vista la crescente richiesta di fibre di carbonio, è sempre più forte l'esigenza di utilizzare sia i residui della loro lavorazione che fibre di carbonio ottenute da riciclo di ulteriori compositi polimerici e quindi di studiare sia l'effettiva fattibilità della realizzazione di materiali compositi rinforzati con tali fibre con le specifiche prestazioni desiderate, che le tecnologie ed i processi da impiegare per ottimizzare tale riuso [9][10][11].

Le fibre riciclate possono essere opportunamente trattate e non, tessute, impregnate per dare origine a materiali compositi aventi ancora interessanti caratteristiche meccaniche, di resistenza alla fiamma, di capacità di schermaggio sonoro, nonostante provengano da scarti di produzione [12][13]. Tra le varie forme in cui le fibre riciclate possono essere reinserite nel ciclo produttivo, c'è il tessuto non tessuto (TNT), in cui queste fibre lunghe o corte sono disposte con un'orientazione del tutto casuale nel piano, a differenza di quanto accade nel caso di tessuti di fibre. Pertanto, le caratteristiche dei compositi ottenuti con TNT tendono ad essere simili lungo tutte le direzioni al contrario di quanto accade quando le fibre sono tessute. Inoltre, i TNT possono essere prodotti senza complicati processi, quindi con un costo basso [14]. Questi TNT possono essere anche pre-impregnati con una resina in una fase di non polimerizzazione e costituire i materiali di partenza per la realizzazione del manufatto di composito polimerico rinforzato.

Nell'ottica dell'interesse per le fibre di carbonio riciclate, questo lavoro riporta lo studio iniziale relativo alla realizzazione di pannelli laminati ottenuti a partire da strati di tessuto non tessuto (TNT) di fibre di carbonio da riciclo pre-impregnati, mediante stampa a compressione (*compression molding*). In questo modo si ottengono dei pannelli laminati di composito rinforzato. Il pannello finale si ottiene sovrapponendo un certo numero di strati di TNT impregnati con resina, parzialmente polimerizzata, che vengono inseriti in uno stampo cavo della forma desiderata; tale stampo una volta posizionato nella pressa idraulica viene portato alla giusta temperatura. Successivamente è applicata un'opportuna forza, che tenuta per un adeguato intervallo di tempo, consente la "cura" (*crosslinking*) completa della resina di impregnazione ed il consolidamento dei diversi strati tra loro [15].

Questo tipo di processo permette la realizzazione di grandi pannelli e strutture complesse con ampia flessibilità di produzione in termini di dimensioni, garantendo una buona qualità superficiale e precisione dimensionale. Ulteriore vantaggio rispetto alle altre tecniche di stampaggio (a trasferimento o ad iniezione), è la maggiore economicità: la velocità di produzione è maggiore poiché il ciclo di stampaggio è più breve, la riduzione di scarti è ottimizzata, fattore importante quando si lavora con materiali di partenza costosi, e inoltre si raggiungono bassi costi di manutenzione.

In questo lavoro preliminare sono stati prodotti con questo sistema di stampaggio a compressione dei pannelli laminati a base di TNT di fibre di carbonio pre-impregnate con resina epossidica commerciale. Sono state considerate tre tipologie differenti, per grammatura di fibre, di TNT pre-impregnati T1, T2 e T3, da cui sono stati ricavati, per stampa a compressione, tre tipologie di pannelli P1, P2 e P3 dai quali sono stati ottenuti i provini sottoposti a prove meccaniche (test di trazione e di impatto) al fine di valutare le prestazioni del materiale ottenuto.

A partire da questi risultati, si è avviata inoltre una serie di studi preliminari (indagini micrografiche e metodo di digestione per indagine di porosità) di altre caratteristiche fisiche dei pannelli realizzati.

1. Realizzazione di pannelli laminati tramite *compression molding*

1.1. Stampaggio a compressione: introduzione e fattori salienti

Il *compression molding* o stampaggio a compressione è una delle tecniche di produzione di materiali polimerici più utilizzata a livello industriale. In questo processo si raggiungono livelli di produttività e di qualità molto alti, con elevata finitura superficiale. Le varie fasi del processo sono:

- posizionamento del rinforzo impregnato all'interno di uno stampo, eventualmente preriscaldato;
- chiusura dello stampo e compressione del materiale fino alla pressione di processo voluta;
- tenuta in pressione del materiale ed esecuzione di cicli che possono variare per durata e temperatura, durante i quali avviene la fase di polimerizzazione della resina.

La grande efficienza e le velocità di stampaggio consentono di "produrre" volumi elevati, con un'elevata precisione dimensionale ed un'ottima qualità delle superfici, poiché entrambe le facce sono a contatto con lo stampo. I materiali più usati sono, tra le resine, quelle epossidiche e poliuretaniche e, come rinforzo, fibre di vetro e carbonio. Con i pre-impregnati si possono raggiungere concentrazioni di fibre di carbonio del 45-55%, utilizzando per lo più resine epossidiche e vinilestere [16].

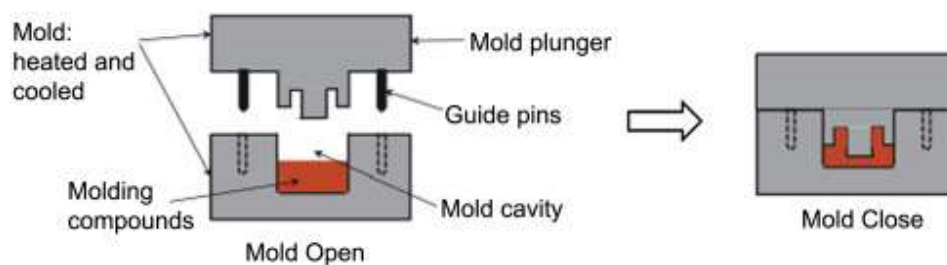


Figura 1. Schematizzazione del processo di *compression molding* [17].

1.1.1. Procedura di stampaggio a compressione

Le fasi del processo, viste più in dettaglio, sono principalmente quattro:

- a) preparazione dello stampo e posizionamento della carica

Una certa quantità di materiale viene posizionata all'interno dello stampo su cui è stato precedentemente applicato un agente distaccante, liquido o solido. Nel caso specifico si è optato per un film distaccante solido posizionato sulle superfici inferiore e superiore dello stampo, per facilitare le operazioni di rimozione del pannello ottenuto a seguito del processo di cura.

Gli stampi per *compression molding* sono in generale realizzati con leghe metalliche di alluminio o acciaio [18,19,20]. Gli stampi di alluminio sono indubbiamente più leggeri ma, nel caso di pressioni elevate, tendono a subire danneggiamenti superficiali sotto forma di ammaccature e cricche che, a lungo andare, possono compromettere la qualità del processo.

Nel nostro caso, viste le pressioni di lavoro elevate, si è preferito utilizzare uno stampo in acciaio che, comunque, necessita di trattamenti termici di indurimento superficiale per evitare graffi e ammaccature che potrebbero influenzare negativamente la qualità del manufatto finale. Nella progettazione dello stampo è stato previsto anche un controstampo, ossia una piastra metallica, che poggia sulla cornice esterna dello stampo con uno spessore non troppo sottile per evitare il piegamento; sono stati poi previsti opportuni raggi di raccordo tra stampo e controstampo e degli angoli di sforno minimi di 2-3° per garantire la corretta espulsione del componente. Le dimensioni

dello stampo sono state scelte in funzione della dimensione dei provini da ricavare per i successivi test di caratterizzazione: dimensione 260x260mm e spessore pari a 3 mm.

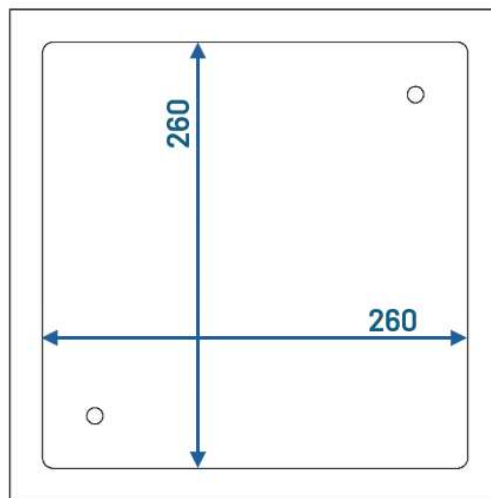


Figura 2. Schema geometrico dello stampo utilizzato

b) Selezione dei materiali compositi per la produzione di laminati

I materiali compositi polimerici fibrorinforzati sono costituiti da una matrice polimerica e da un rinforzo costituito da fibre. La matrice può essere di varia natura e svolge svariate funzioni, tra cui quelle di fornire maggiore continuità e coesione al materiale, mantenere nella posizione corretta il rinforzo, separare le varie fibre, proteggere il rinforzo da agenti esterni corrosivi e ossidanti.

Il rinforzo, cioè la fase dispersa che conferisce al materiale proprietà fisiche migliorate rispetto alla sola matrice, può essere anch'esso di varia natura e forma. In base a ciò si può effettuare una distinzione tra i materiali compositi (figura 3):

- particellari, in cui la fase secondaria è costituita da nanoparticelle;
- fibrorinforzati, in cui la fase dispersa consiste di fibre lunghe o corte;
- strutturati, in cui la struttura del composito finale può essere a sandwich, laminato, ecc.

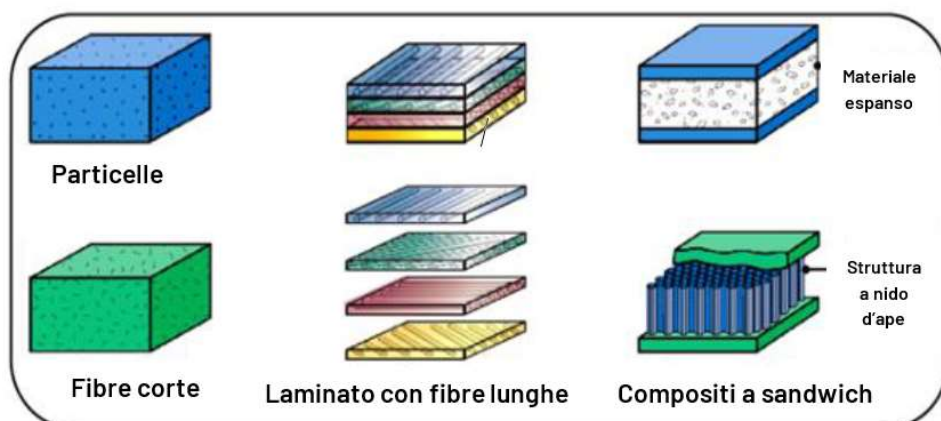


Figura 3. Tipi di materiali compositi [16]

Nel caso dei compositi fibrorinforzati, la presenza delle fibre ha lo scopo di incrementare le proprietà meccaniche dei materiali, in particolare rigidità e resistenza.

In particolare, focalizzandosi su questo tipo di compositi, le fibre utilizzate possono essere [21,22] fibre lunghe o continue o discontinue (corte con diametro tra 1÷10 μm e lunghezza da 10 a 100 μm).

Le fibre possono essere disposte in modo differente: possono essere singole o concentrate in un fascio, disposte parallelamente tra loro (unidirezionali) o tessute in modalità varie, quelle corte possono essere ben ordinate o distribuite con direzioni casuali (figura 4). Inoltre, è possibile avere una configurazione di fibre tessuto non tessuto (TNT) in cui le fibre sono disposte casualmente.

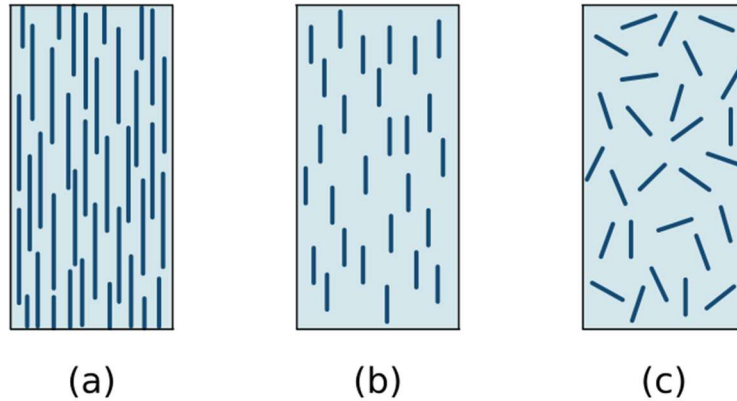


Figura 4. Rappresentazione di un composito con rispettivamente da sinistra verso destra: fibre lunghe, fibre corte ordinate e fibre corte disordinate. Fonte: <https://tecmatied.wordpress.com/2014/04/29/i-materiali-compositi/>

Le proprietà risultanti del materiale composito finale dipendono da vari aspetti:

- tipologia e composizione delle fibre;
- modalità di disposizione delle fibre;
- quantità delle fibre;
- eventuali trattamenti eseguiti per modificarne la superficie;
- tipo di matrice polimerica ed interazione tra essa e le stesse fibre.

Un particolare formato molto utilizzato è quello dei "pre-impregnati", o *pre-preg*, che costituiscono la forma prevalente in cui sono disponibili i compositi per applicazioni avanzate [16]. Essi sono dei compositi semilavorati fibrorinforzati, in cui lo strato di fibre (di diametro e lunghezze variabili) è infiltrato o immerso in una resina parzialmente polimerizzata, in modo che le fibre disposte nel modo definito a seconda della tipologia di composito da realizzare, siano "fissate" dalla resina che non ha completato la polimerizzazione e che pertanto possano essere maneggiate più o meno facilmente (figura 5).

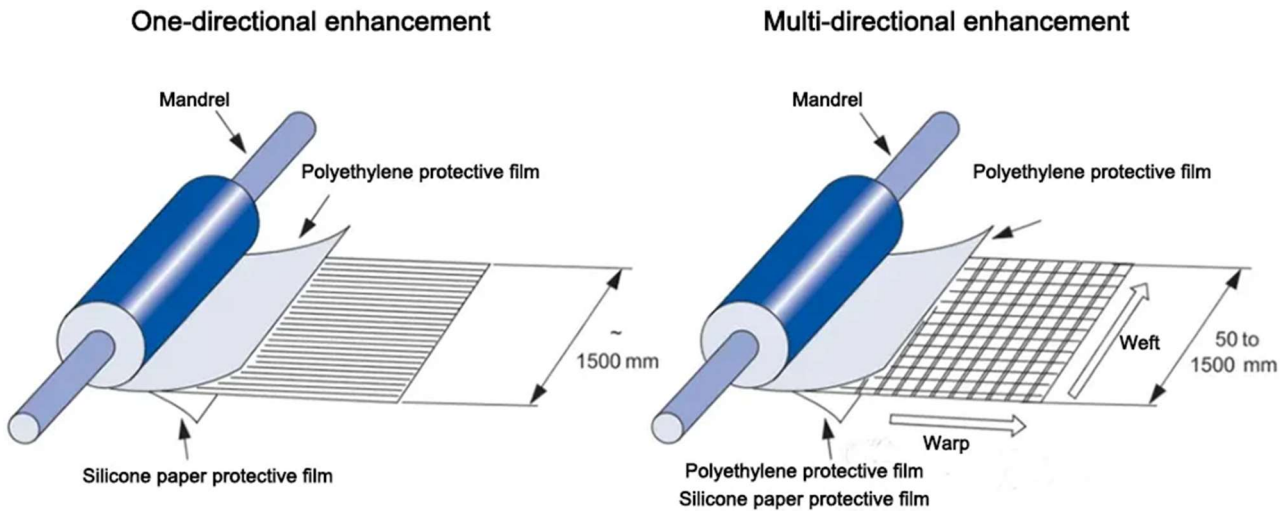


Figura 5. Rappresentazione dell'aspetto della fornitura dei pre-impregnati. Fonte: <https://www.shenghetech.com/info-detail/what-is-carbon-fiber-prepreg>

La resina di impregnazione è chimicamente attiva, con bassi tassi di conversione caratteristici dello stato vetroso; il mantenimento di tale stato viene garantito dal fatto che i pre-impregnati devono essere sigillati, protetti da agenti esterni e conservati a basse temperature, circa $-15/-20^{\circ}\text{C}$. Quando la resina è riportata a temperatura ambiente, presenta un certo grado di adesività (*tackiness*) che facilita l'aderenza degli strati (*plies*) allo stampo e fra loro [23], tenendo conto anche della temperatura a cui sarà portato lo stampo stesso. Per la produzione dei laminati risulta di fondamentale importanza fare attenzione all'orientamento dei diversi strati di *pre-preg* sovrapposti, in particolare quando in ciascuno di essi le fibre hanno ben definite direzioni di allineamento. Queste disposizioni, infatti, influenzano fortemente la resistenza del prodotto finale, in riferimento alla direzione di applicazione del carico. Ci sono diverse possibilità di *lay-up*, che prevedono la configurazione di strati composti da fibre unidirezionali $[0^{\circ}]$ fibre bidirezionali $[0^{\circ}, 90^{\circ}]$ e fibre multidirezionali $[0^{\circ}, \pm 45^{\circ}, 90^{\circ}]$. Il materiale che si ottiene si definisce laminato ed è costituito mediante la sovrapposizione di più strati di materiale composito [24,25,26](figura 6).

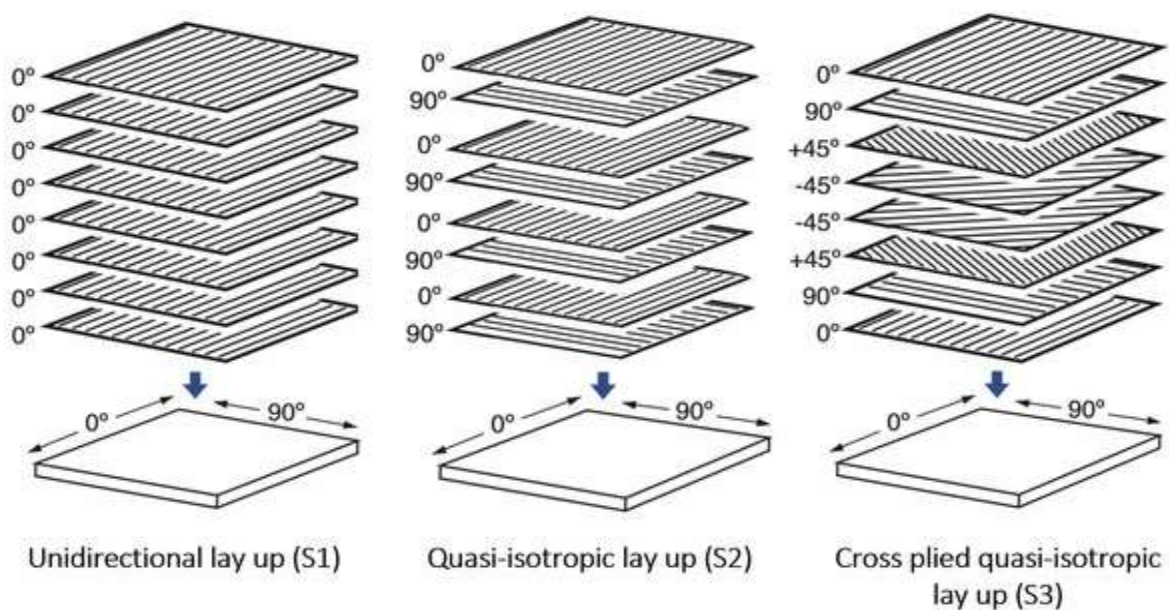


Figura 6. Possibili configurazioni nella sequenza per la produzione dei laminati [25]

Nel caso in esame però i *pre-preg* sono costituiti da fibre di carbonio da riciclo nella forma tessuto non tessuto; quindi, non si può individuare una direzione preferenziale per quanto riguarda le fibre. Comunque, considerando il materiale pre-impregnato fornito per la realizzazione dei pannelli laminati è stata individuata una direzione secondo la quale sono stati sovrapposti i *plies*.

Sono stati ricavati *plies* di dimensione 260x260 mm, successivamente sovrapposti in numero variabile in funzione della tipologia di pannello come indicato nella tabella sottostante. A seconda dello spessore dei pre-impregnati di partenza, si è scelto il numero di *plies* da sovrapporre come riportato nella tabella 1:

- 8 *plies* di T 1 e T 3 per la produzione dei laminati P 1 e P 3;
- 7 *plies* di T 2 per il laminato P 2;

in modo da ottenere uno spessore finale comparabile fra le tre tipologie e avente valore attorno ai 3 mm.

Tipologia laminato	Tipologia <i>pre-preg</i>	Numero <i>plies</i>
P 1	T 1	8
P 2	T 2	7
P 3	T 3	8

Tabella 1. Pannelli laminati prodotti a partire dai *pre-preg*.

c) Chiusura dello stampo e avvio del ciclo di cura

Lo stampo viene chiuso in modo da applicare una elevata pressione e far sì che la resina, fondendosi, riempia lo stampo. Nel caso di resine termoindurenti, la combinazione di temperatura dello stampo, pressione applicata e velocità di pressata, deve essere tale da garantire che la massima pressione venga applicata nel momento in cui la resina ha la minima viscosità, la temperatura non deve essere troppo elevata per non correre il rischio di far iniziare precocemente la fase di cura e la velocità di pressata non deve essere troppo alta per non iniziare a comprimere il materiale in una fase in cui la viscosità è ancora elevata. A questo punto lo stampo deve essere già completamente chiuso, altrimenti l'aumento di viscosità potrebbe portare il materiale a non fluire perfettamente all'interno della cavità, ottenendo manufatti non completamente formati e ricchi di porosità. Il flusso di resina è, infatti, il fattore principale che determina la qualità del prodotto finito in quanto non solo serve a riempire lo stampo, ma ha anche lo scopo di espellere le bolle d'aria. Se la velocità di pressata fosse troppo elevata, il flusso di resina potrebbe non essere in grado di espellere le bolle d'aria, causando porosità e quindi basse proprietà meccaniche del manufatto. In alcuni casi per garantire una corretta espulsione dell'aria si prevedono nello stampo dei canali di espulsione. Pertanto, la fase di chiusura è sicuramente tra le più critiche nel processo di produzione [18,19,20]. Le pressioni applicate possono andare da 1,5 a 35 MPa o da 30 a 150 Bar. È importante che i parametri di processo siano settati in funzione del tipo di materiale utilizzato, cioè, sia della matrice che delle fibre.

Nel caso specifico la pressa impiegata è stata una Fontijne Lab Manual 300 che funziona in termini di forza, per cui è stato utilizzato un valore di 300 kN che, rapportato all'area dello stampo, corrisponde a 44 bar di pressione (figura 7).



Figura 7. Pressa idraulica Fontijne Lab Manual 300.

Dopo diverse prove e criticità rilevate riguardo ai fenomeni di *squeezing*, è risultato indispensabile procedere all'inserimento di carta forno sia nella parte inferiore che in quella superiore dello stampo, oltre che fra lo stampo e la piastra inferiore.

Il riscaldamento dello stampo fino a temperatura desiderata può avvenire inserendo lo stampo fra le due piastre o all'inizio del riscaldamento o quando le piastre sono già calde. Poiché non ci sono sostanziali benefici in termini di tempo di riscaldamento ed essendo più semplice l'inserimento a temperatura ambiente, si è preferito inserire lo stampo con le piastre fredde. Per portare la pressa in chiusura si è iniziata ad applicare la forza quando il materiale composito aveva raggiunto una temperatura di 70-75°C. Per misurare la temperatura è stata posizionata una sonda PT100 all'interno del materiale in prossimità di uno degli angoli per evitare di lasciare l'impronta sul pannello. La forza è stata applicata fino ad un valore limite di 300 kN. Quando le piastre hanno raggiunto la temperatura di 150°C, si è avviato il ciclo di cura di 15 minuti. In questa fase lo stampo è completamente chiuso, la cavità dello stampo è completamente riempita e la pressione di chiusura viene mantenuta costante, per cui la resina subisce reticolazione e la parte viene consolidata.

d) Raffreddamento dello stampo ed estrazione

In questa fase lo stampo è stato rimosso dalla pressa e, una volta raggiunta la temperatura di 30-35°C, il laminato prodotto è stato estratto da esso. Dopo aver rimosso il laminato dallo stampo e tolta la carta forno, è stato necessario ripulire lo stampo mediante un raschietto per rimuovere la resina in eccesso e renderlo pronto per un successivo ciclo di stampaggio (figure 8 e 9).



Figura 8. Il pannello durante la fase di raffreddamento nello stampo.



Figura 9. Il pannello laminato ricavato dal processo di stampaggio a compressione.

1.2. Taglio dei provini

Per il taglio dei provini da sottoporre ai test meccanici, nella forma e dimensioni desiderati, si è ricorsi alla tecnologia *water-jet*, in grado di eseguire tagli accurati di forme complesse imputando forze di taglio minime ed evitando il riscaldamento dei laminati. È stato utilizzato l'impianto CMS Tecnocut IDRO (figg. 10 e 11), progettato per eseguire il taglio di materiali di spessore fino a 250 mm grazie ad una pressione massima di 4200 bar, senza provocare alterazioni termiche sui bordi, fumi tossici e polveri. Il suo ugello effettua il taglio mediante un getto d'acqua ad alta pressione, opportunamente mescolato con abrasivo.

I principali vantaggi del taglio a getto d'acqua sono:

- nessuna deformazione del materiale dovuta al calore;
- nessun indurimento del materiale lungo il bordo di taglio;
- nessuna modifica metallurgica del materiale;
- nessun riscaldamento delle superfici;
- nessuno sviluppo di fumo o vapore patogeni.

Una volta terminato il processo di taglio, i provini vengono estratti, lavati ed asciugati, risultando così pronti per l'uso.



Figura 10. Lo strumento utilizzato per il taglio water-jet. Fonte: <https://www.tecnoservicecooperativa.it/taglio-waterjet/>.



Figura 11. Dettaglio dell'esecuzione del taglio water-jet. Fonte: <https://www.tecnoservicecooperativa.it/taglio-waterjet/>.

In fase di progettazione è stato sviluppato, un layout di taglio opportuno per ottenere provini in numero e dimensioni tali da effettuare le successive prove di caratterizzazione. La figura 12 mostra lo schema di taglio di due pannelli laminati.

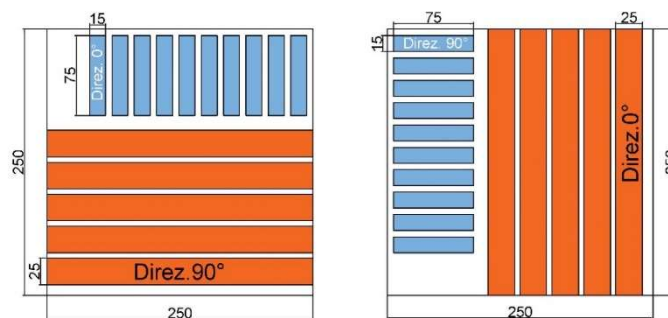


Figura 12. Layout di taglio di due pannelli laminati

Sono stati ricavati provini nelle due direzioni, una perpendicolare all'altra, al fine di valutare le prestazioni del materiale ottenuto in entrambe le direzioni; questo poiché le proprietà delle materie plastiche composite rinforzate con fibre in genere variano con la direzione nel piano del materiale

probabilmente per qualche caratteristica dipendente dal procedimento di fabbricazione dei pre-impregnati.

2. Test meccanici

Sono stati effettuati dei test meccanici (test di impatto e test a trazione statica) sui campioni delle tre differenti tipologie ottenute al fine di caratterizzarne i parametri più importanti.

2.1 Prove di impatto (Metodo di Charpy)

Per le prove di impatto è stato utilizzato un pendolo di Charpy "IMPACT 25" Galbadini (figura 13).



Figura 13. Pendolo di Charpy IMPACT 25 Galbadini.

Sono riportati di seguito i dati costruttivi e uno schema funzionale del pendolo di Charpy (Tabella 2) e (Figura 14).

Altezza di caduta del centro del coltello (H)	0.60 m
Energia potenziale iniziale	2.7 J
Velocità di impatto	3.46 mm/s
Periodo del pendolo	1.151 s

Tabella 2. Caratteristiche del pendolo di Charpy.

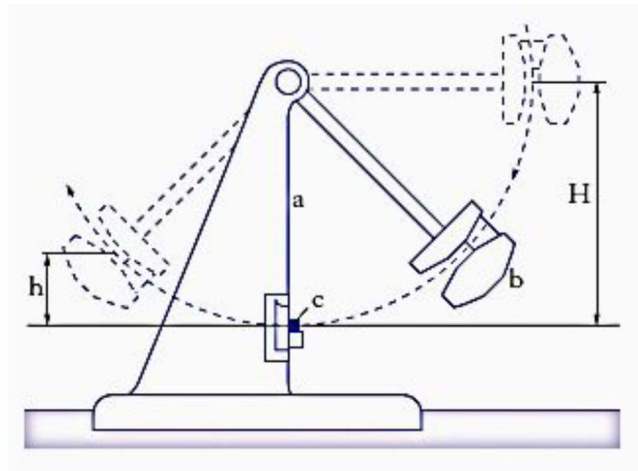


Figura 14. Schema del pendolo di Charpy.

Le prove sono state eseguite secondo la norma UNI EN ISO 179-1:2023 *Materie plastiche - Determinazione delle caratteristiche all'urto Charpy - Parte 1: Prova d'urto non strumentato*. La norma specifica un metodo per determinare la resistenza all'urto Charpy dei materiali plastici in condizioni definite al fine di stimare la fragilità o la tenacità dei campioni entro i limiti inerenti alle condizioni di prova. I provini sono stati ricavati dai tre pannelli (P 1, P 2 e P 3) secondo le prescrizioni riportate nella normativa (Tabella 3):

Specimen type	Length ^a <i>l</i>	Width ^a <i>b</i>	Thickness ^a <i>h</i>	Span <i>L</i>
1	80 ± 2	10,0 ± 0,2	4,0 ± 0,2	62 ^{+0,5} -0,0
2 ^b	25 <i>h</i>	10 or 15 ^c	3 ^d	20 <i>h</i>
3 ^b	11 <i>h</i> or 13 <i>h</i>	10,0 ± 0,2	4,0 ± 0,2	6 <i>h</i> or 8 <i>h</i>

^a The specimen dimensions (thickness, *h*, width, *b*, and length, *l*) are defined by $h < b < l$.

^b Specimen types 2 and 3 shall be used only for materials described in 6.3.2.

^c 10 mm for materials reinforced with a fine structure, 15 mm for those with a large stitch structure (see 6.3.2.2).

^d Preferred thickness. If the specimen is cut from a sheet or a piece, *h* shall be equal to the thickness of the sheet or piece, up to 10,2 mm (see 6.3.1.2).

^e See Figures 2 and 6.

Tabella 3. Indicazioni su tipologia, dimensioni e distanza fra i supporti per la prova di Charpy (dimensioni espresse in mm).

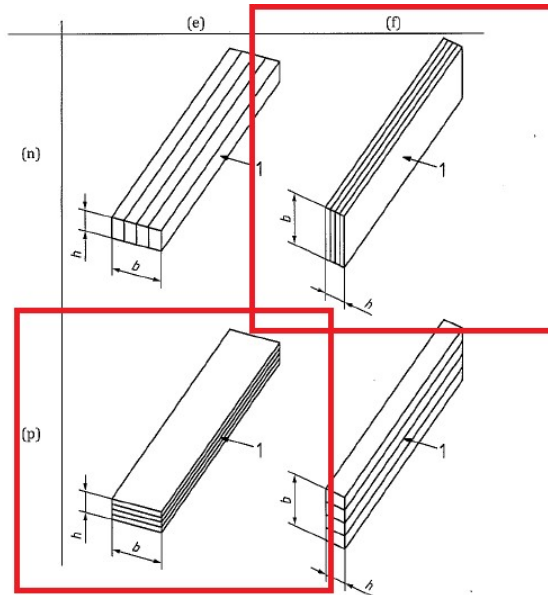


Figura 15. Modalità di test per prova di impatto Charpy dei provini (UNI EN ISO 179-1:2023).

Edgewise (e) e *flatwise* (f) indicano la direzione della forza rispetto allo spessore h del provino e alla sua larghezza (b). *Normale* (n) e *parallela* (p) indicano la direzione della forza rispetto al piano del laminato. Sono stati testati i seguenti provini ricavati da ciascun pannello.

P1:

Dimensioni provini: 121.25*15*4.85 mm (*unnotched*).

Distanza fra i supporti L: 97 mm

Direzione 0°:

N° provini (*flatwise normal*): 10

N° provini (*edgewise parallel*): 10

Direzione 90°:

N° provini (*flatwise normal*): 10

N° provini (*edgewise parallel*): 10

P2/3:

Dimensioni provini: 75*15*3 mm (*unnotched*).

Distanza fra i supporti L: 60 mm

Direzione 0°:

N° provini (*flatwise normal*): 10

N° provini (*edgewise parallel*): 10

Direzione 90°:

N° provini (*flatwise normal*): 10

N° provini (*edgewise parallel*): 10

Nella tabella 4 sono riportati il nome dei provini e le relative dimensioni misurate con il calibro. I provini sono stati così codificati: PANX_Y_CZ_I: PX (per brevità) indica il nome del pannello da cui è stato tagliato il provino con $X = 1/2/3$, Y indica la direzione di taglio con 0°/90°, C indica il metodo di Charpy e Z indica se *edgewise/flatwise* con $Z = E/F$ a seconda della posizione del provino nel pendolo di Charpy. In figura 16 è mostrato un provino durante il test d'impatto.

P1			
Nome provino	Lunghezza l (mm)	Larghezza b (mm)	Spessore h (mm)
P1_0_CE_1	121,33	14,65	4,08
P1_0_CE_2	121,38	14,62	4,02
P1_0_CE_3	121,33	14,67	4,07
P1_0_CE_4	121,51	14,48	4,03
P1_0_CE_5	121,22	14,58	4
P1_0_CE_6	121,32	14,56	4,01
P1_0_CE_7	121,3	14,57	3,98
P1_0_CE_8	121,27	14,51	3,88
P1_0_CE_9	121,46	14,74	3,93
P1_0_CE_10	121,51	14,24	3,8
P1_90_CE_1	120,76	15,02	4,03
P1_90_CE_2	121,51	14,74	4,07
P1_90_CE_3	121,15	14,98	4,17
P1_90_CE_4	121,29	14,96	3,91
P1_90_CE_5	121,36	15,02	4
P1_90_CE_6	121,23	14,95	3,98
P1_90_CE_7	120,98	14,96	4,04
P1_90_CE_8	121,03	14,93	4,14
P1_90_CE_9	120,84	14,93	3,98
P1_90_CE_10	120,82	14,91	4,02
P1_0_CF_1	121,23	15,01	4,08
P1_0_CF_2	121,37	14,62	4,09
P1_0_CF_3	121,23	14,64	4
P1_0_CF_4	121,4	14,69	4,09
P1_0_CF_5	121,39	14,58	3,77
P1_0_CF_6	121,23	14,65	3,84
P1_0_CF_7	121,26	14,51	3,98
P1_0_CF_8	121,31	14,59	3,95
P1_0_CF_9	121,41	14,55	3,91
P1_0_CF_10	121,33	14,58	4,03
P1_90_CF_1	120,93	15	4,03
P1_90_CF_2	121,09	14,85	3,96
P1_90_CF_3	120,65	14,99	3,95
P1_90_CF_4	120,43	14,91	4,01
P1_90_CF_5	120,87	14,92	3,91
P1_90_CF_6	121,19	14,94	4,1
P1_90_CF_7	121,35	14,95	4,07
P1_90_CF_8	120,44	15,03	3,95
P1_90_CF_9	120,58	14,93	3,9
P1_90_CF_10	120,91	15	4,02

P 2			
Nome provino	Lunghezza l (mm)	Larghezza b (mm)	Spessore h (mm)
P2_0_CE_1	73,86	14,79	3,02
P2_0_CE_2	74,61	14,69	3,01
P2_0_CE_3	74,05	14,6	3,07
P2_0_CE_4	75,92	14,73	2,94
P2_0_CE_5	74,63	14,86	2,73
P2_0_CE_6	72,67	14,54	2,99
P2_0_CE_7	75,89	14,82	2,84
P2_0_CE_8	73,41	14,8	2,85
P2_0_CE_9	73,22	14,82	2,83
P2_0_CE_10	74,7	14,75	3,01
P2_90_CE_1	74,66	14,96	2,85
P2_90_CE_2	74,94	14,84	2,81
P2_90_CE_3	74,95	14,87	2,95
P2_90_CE_4	74,89	14,88	2,78
P2_90_CE_5	74,57	14,85	2,94
P2_90_CE_6	74,51	14,83	2,85
P2_90_CE_7*	75,01	14,88	2,57
P2_90_CE_8*	74,57	14,87	2,57
P2_90_CE_9*	74,62	14,93	2,58
P2_90_CE_10*	74,63	14,87	2,63
P2_0_CF_1	73,06	14,78	2,94
P2_0_CF_2	75,16	14,86	2,85
P2_0_CF_3	73,64	14,76	2,86
P2_0_CF_4	75,09	14,81	2,9
P2_0_CF_5	75,25	14,79	2,92
P2_0_CF_6	74,54	14,74	2,95
P2_0_CF_7	74,79	14,78	2,95
P2_0_CF_8	75,74	14,68	2,97
P2_0_CF_9	75,18	14,72	2,98
P2_0_CF_10	74,24	14,81	2,84
P2_90_CF_1	74,91	14,84	2,94
P2_90_CF_2	74,67	14,88	2,98
P2_90_CF_3	75,03	15,03	2,98
P2_90_CF_4	74,98	14,86	2,75
P2_90_CF_5	74,99	14,84	2,92
P2_90_CF_6*	74,6	14,84	2,6
P2_90_CF_7*	74,56	14,83	2,54
P2_90_CF_8*	75,25	15,42	2,54
P2_90_CF_9*	74,61	14,87	2,57
P2_90_CF_10*	74,56	14,84	2,55

P 3			
Nome provino	Lunghezza l (mm)	Larghezza b (mm)	Spessore h (mm)
P3_0_CE_1	74,25	14,77	3,36
P3_0_CE_2	74,39	14,82	3,28
3_0_CE_3	75,98	14,76	3,18
P3_0_CE_4	74,09	14,75	3,28
P3_0_CE_5	75,03	14,87	3,46
P3_0_CE_6	73,53	14,84	3,27
P3_0_CE_7	72,04	14,78	3,35
P3_0_CE_8	74,54	14,76	3,38
P3_0_CE_9	75,09	14,78	3,09
P3_0_CE_10	75,06	14,74	3,17
P3_90_CE_1	74,94	15,01	3
P3_90_CE_2	74,89	15,08	2,96
P3_90_CE_3	74,85	15,17	2,89
P3_90_CE_4	75,12	15,16	2,9
P3_90_CE_5	74,99	15,25	2,89
P3_90_CE_6*	74,79	14,99	2,98
P3_90_CE_7*	74,94	15,03	2,93
P3_90_CE_8*	74,71	15,01	3,05
P3_90_CE_9*	74,69	15,01	3,03
P3_90_CE_10*	74,53	14,95	3,1
P3_0_CF_1	75	14,63	3,24
P3_0_CF_2	75,82	14,81	3,33
P3_0_CF_3*	74,95	14,98	3
P3_0_CF_4*	74,99	14,96	3,04
P3_0_CF_5*	74,96	14,94	3,15
P3_0_CF_6*	75,01	14,85	2,92
P3_0_CF_7*	75,04	14,95	2,98
P3_0_CF_8*	75,11	14,89	3
P3_0_CF_9*	74,46	14,66	2,98
P3_0_CF_10*	73,06	13,56	3,07
P3_90_CF_1	74,68	15,06	2,97
P3_90_CF_2	74,22	15,13	3
P3_90_CF_3	75,06	15,04	2,95
P3_90_CF_4	74,93	15,01	2,99
P3_90_CF_5	75,21	14,98	3,09
P3_90_CF_6*	75,01	14,95	3,12
P3_90_CF_7*	74,97	15,02	3,04
P3_90_CF_8*	74,62	14,97	2,93
P3_90_CF_9*	74,78	15,05	2,98
P3_90_CF_10*	74,78	14,97	3,03

Tabella 4. Nome e dimensioni provini.



Figura 16. Provino durante il test d'impatto

2.1.1. Risultati e discussione

Nella tabella 5 sono riportati i risultati dei test Charpy, condotti secondo la normativa tecnica vigente.

P1						
Nome provino	a (kJ/m ²)	C	P	N	$h*b$ (mm ²)	Wc (J)
P1_0_CE_1	33,44	x			59,77	2,00
P1_0_CE_2	28,99	x			58,77	1,70
P1_0_CE_3	37,82	x			59,71	2,26
P1_0_CE_4	31,68	x			58,35	1,85
P1_0_CE_5	33,24	x			58,32	1,94
P1_0_CE_6	32,76	x			58,39	1,91
P1_0_CE_7	28,21	x			57,99	1,64
P1_0_CE_8	32,96	x			56,30	1,86
P1_0_CE_9	36,93	x			57,93	2,14
P1_0_CE_10	25,94	x			54,11	1,40
Media	32,20					
Evento più frequente		C				
P1_90_CE_1	44,6			x	60,53	2,70
P1_90_CE_2	32,48	x			59,99	1,95
P1_90_CE_3	43,22			x	62,47	2,70
P1_90_CE_4	46,16			x	58,49	2,70
P1_90_CE_5	44,94			x	60,08	2,70
P1_90_CE_6	41,56	x			59,50	2,47
P1_90_CE_7	41,71	x			60,44	2,52

P1_90_CE_8	43,68			x	61,81	2,70
P1_90_CE_9	45,44	x			59,42	2,70
P1_90_CE_10	37,68	x			59,94	2,26
Media	39,77					
Evento più frequente		C-N				
P1_0_CF_1	32,75	x			61,24	2,01
P1_0_CF_2	20,88	x			59,80	1,25
P1_0_CF_3	29,55	x			58,56	1,73
P1_0_CF_4	28,72	x			60,08	1,73
P1_0_CF_5	18,25	x			54,97	1,00
P1_0_CF_6	24,5	x			56,26	1,38
P1_0_CF_7	24,35	x			57,75	1,41
P1_0_CF_8	20,43	x			57,63	1,18
P1_0_CF_9	25,65	x			56,89	1,46
P1_0_CF_10	26,62	x			58,76	1,56
Media	25,01					
Evento più frequente		C				
P1_90_CF_1	30,58	x			60,45	1,85
P1_90_CF_2	41,07	x			58,81	2,42
P1_90_CF_3	26,63	x			59,21	1,58
P1_90_CF_4	30,61	x			59,79	1,83
P1_90_CF_5	31,33	x			58,34	1,83
P1_90_CF_6	32,35	x			61,25	1,98
P1_90_CF_7	25,59	x			60,85	1,56
P1_90_CF_8	30,03	x			59,37	1,78
P1_90_CF_9	30,58	x			58,23	1,78
P1_90_CF_10	26,4	x			60,30	1,59
Media	30,52					
Evento più frequente		C				

P 2						
Nome provino	α (kJ/m ²)	C	P	N	h*b (mm ²)	Wc (J)
P2_0_CE_1	67,28	x			44,67	3,00
P2_0_CE_2	67,49			x	44,22	2,98
P2_0_CE_3	67,47			x	44,82	3,02
P2_0_CE_4	40,28	x			43,31	1,74
P2_0_CE_5	60,35	x			40,57	2,45
P2_0_CE_6	42,84	x			43,47	1,86
P2_0_CE_7	67,49			x	42,09	2,84
P2_0_CE_8	40,9	x			42,18	1,72
P2_0_CE_9	55	x			41,94	2,30
P2_0_CE_10	67,47			x	44,40	2,99
Media	57,66					
Evento più frequente		C(N)				
P2_90_CE_1	63,57			x	42,64	2,70
P2_90_CE_2	64,71			x	41,70	2,70
P2_90_CE_3	61,54			x	43,87	2,70
P2_90_CE_4	65,26			x	41,37	2,70
P2_90_CE_5	67,49			x	43,66	2,95
P2_90_CE_6	67,48			x	42,26	2,85
P2_90_CE_7*	47,7	x			38,24	1,82
P2_90_CE_8*	60,9	x			38,21	2,33
P2_90_CE_9*	48,99	x			38,52	1,89
P2_90_CE_10*	52,36	x			39,11	2,05
Media	60					
Evento più frequente				N(C)		
P2_0_CF_1	23,14	x			43,45	1,00
P2_0_CF_2	24,38	x			42,35	1,03
P2_0_CF_3	28,29	x			42,21	1,19
P2_0_CF_4	26,27	x			42,95	1,13
P2_0_CF_5	20,67	x			43,19	0,89
P2_0_CF_6	27,15	x			43,48	1,18
P2_0_CF_7	38,61	x			43,60	1,68
P2_0_CF_8	33,83		x		43,60	1,47
P2_0_CF_9	31,67	x			43,86	1,39
P2_0_CF_10	27,91	x			42,06	1,17
Media	28,19					
Evento più frequente		C				
P2_90_CF_1	30,2	x			43,63	1,32
P2_90_CF_2	31,89	x			44,34	1,41
P2_90_CF_3	24,08	x			44,79	1,08
P2_90_CF_4	35,77		x		40,87	1,46
P2_90_CF_5	35,24	x			43,33	1,53
P2_90_CF_6*	28,29	x			38,58	1,09
P2_90_CF_7*	23,26	x			37,67	0,88
P2_90_CF_8*	29,76	x			39,17	1,16
P2_90_CF_9*	30,46	x			38,21	1,16

P2_90_CF_10*	44,16	x			37,84	1,67
Media	31,31					
Evento più frequente		C				

P 3						
Nome provino	a (kJ/m ²)	C	P	N	h*b (mm ²)	Wc (J)
P3_0_CE_1	67,5			x	49,63	3,35
P3_0_CE_2	67,5			x	48,61	3,28
P3_0_CE_3	67,5			x	46,94	3,17
P3_0_CE_4	67,5			x	48,38	3,26
P3_0_CE_5	67,5			x	51,45	3,47
P3_0_CE_6	67,5			x	48,53	3,27
P3_0_CE_7	67,5			x	49,51	3,34
P3_0_CE_8	67,5			x	49,89	3,37
P3_0_CE_9	67,5			x	45,67	3,08
P3_0_CE_10	67,5			x	46,73	3,15
Media	67,5					
Evento più frequente				N		
P3_90_CE_1	59,95			x	45,03	2,70
P3_90_CE_2	60,49			x	44,64	2,70
P3_90_CE_3	61,58			x	43,84	2,70
P3_90_CE_4	61,4			x	43,96	2,70
P3_90_CE_5	61,26			x	44,07	2,70
P3_90_CE_6*	67,5			x	44,67	3,01
P3_90_CE_7*	67,49			x	44,04	2,97
P3_90_CE_8*	67,5			x	45,78	3,09
P3_90_CE_9*	67,5			x	45,48	3,07
P3_90_CE_10*	67,5			x	46,34	3,13
Media	64,21					
Evento più frequente				N		
P3_0_CF_1	49,43	x			47,40	2,34
P3_0_CF_2	59,37		x		49,32	2,93
P3_0_CF_3*	36,29	x			44,94	1,63
P3_0_CF_4*	27,47	x			45,48	1,25
P3_0_CF_5*	38,18	x			47,07	1,80
P3_0_CF_6*	30,46	x			43,36	1,32
P3_0_CF_7*	33,32	x			44,55	1,48
P3_0_CF_8*	28,29	x			44,67	1,26
P3_0_CF_9*	29,44	x			43,67	1,29
P3_0_CF_10*	26,14	x			41,63	1,08
Media	35,84					
Evento più frequente		C				
P3_90_CF_1	32,8	x			44,73	1,47
P3_90_CF_2	51,42	x			45,39	2,33
P3_90_CF_3	36,04	x			44,37	1,60
P3_90_CF_4	32,4	x			44,88	1,45
P3_90_CF_5	43,33	x			46,29	2,01

P3_90_CF_6*	66,31		x		46,64	3,09
P3_90_CF_7*	54,28	x			45,66	2,48
P3_90_CF_8*	65,57	x			43,86	2,88
P3_90_CF_9*	61,82	x			44,85	2,77
P3_90_CF_10*	54,18	x			45,36	2,46
Media	49,81					
Evento più frequente		C				

Tabella 5. Risultati test di Charpy.

dove:

- a (kJ/m²) indice di resilienza del provino in seguito all'urto di Charpy secondo la formula:

$$a_{cU} = \frac{W_c}{h \times b} \times 10^3 \quad (1)$$

- $h \times b$ (mm²) sezione d'impatto
- W_c (J) energia assorbita dal provino a rottura

Le lettere/codici indicano invece la tipologia di rottura:

- C (*complete break*)
- P (*partial break*)
- N (*not break*)

Nella tabella 6 viene riportato un riepilogo dei parametri suddetti riguardanti la media dell'indice di resilienza per ogni tipologia di provino e il relativo evento più frequente riguardo la tipologia di rottura:

P 1		
Nome provino	Media valori a (kJ/m²)	Evento più frequente
P1_0_CE	32,20	C
P1_90_CE	39,77	C-N
P1_0_CF	25,01	C
P1_90_CF	30,52	C

P 2		
Nome provino	Media valori a (kJ/m²)	Evento più frequente
P2_0_CE	57,66	C (N)
P2_90_CE	60	N (C)
P2_0_CF	28,19	C
P2_90_CF	31,31	C

P 3		
Nome provino	Media valori a (kJ/m²)	Evento più frequente
P3_0_CE	67,5	N
P3_90_CE	64,21	N
P3_0_CF	35,84	C
P3_90_CF	49,81	C

Tabella 6. Riepilogo valori medi dell'indice di resilienza a ed evento più frequente riguardo la tipologia di rottura

Nei limiti delle condizioni di test i dati precedenti evidenziano per i tre pannelli, quasi sempre, un valore medio dell'indice di resilienza maggiore per la direzione 90° rispetto alla direzione 0° e questo potrebbe essere un parametro idoneo a stimare la fragilità del materiale in esame. Tale informazione andrebbe correlata con la conoscenza del procedimento di produzione delle tre tipologie di pre-impregnati forniti.

Si riportano di seguito le immagini dei provini dopo la prova con il pendolo di Charpy (figure 17-22):

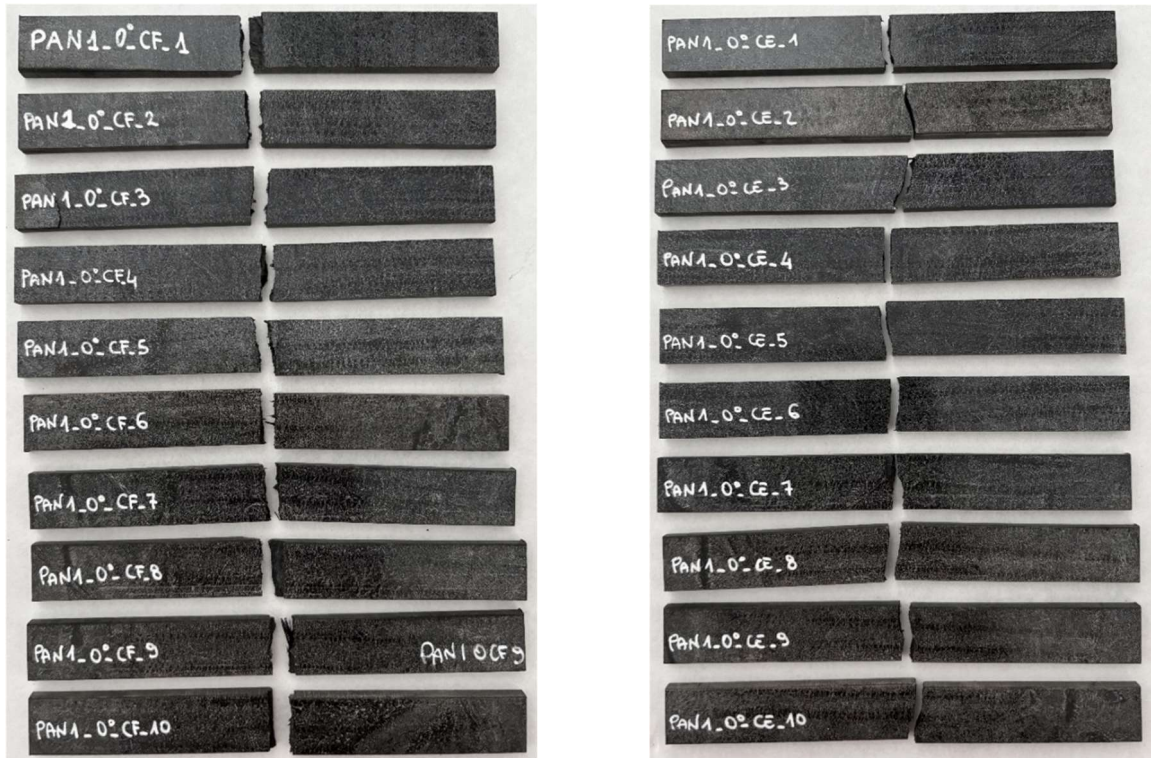


Figura 17. Provini P 1 post test di impatto in direzione 0° (flatwise normal sx; edgewise parallel dx).



Figura 18. Provini P 1 post test di impatto in direzione 90° (flatwise normal sx; edgewise parallel dx).

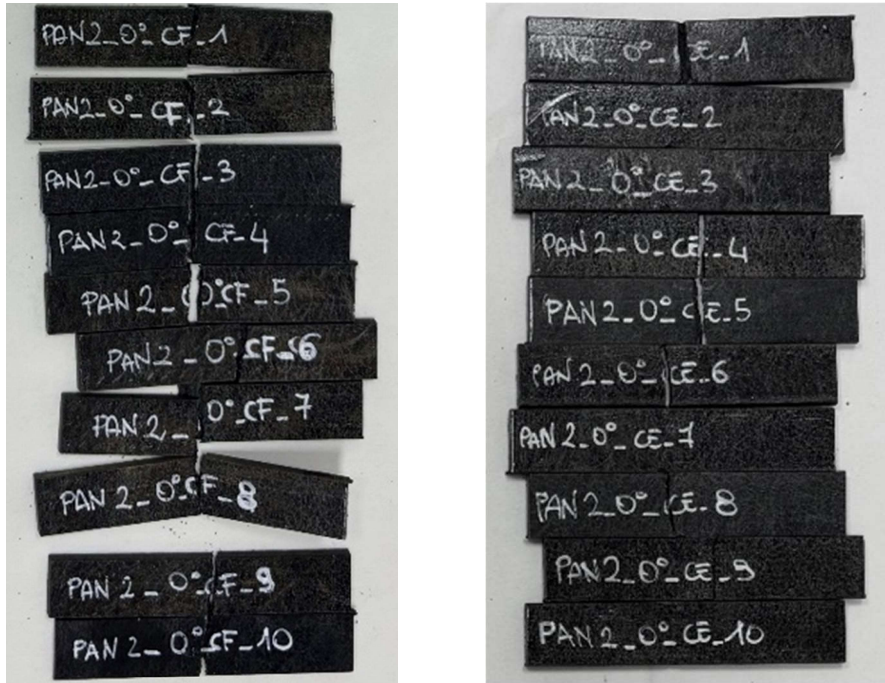


Figura 19. Provini P 2 post test di impatto in direzione 0° (flatwise normal sx; edgewise parallel dx).

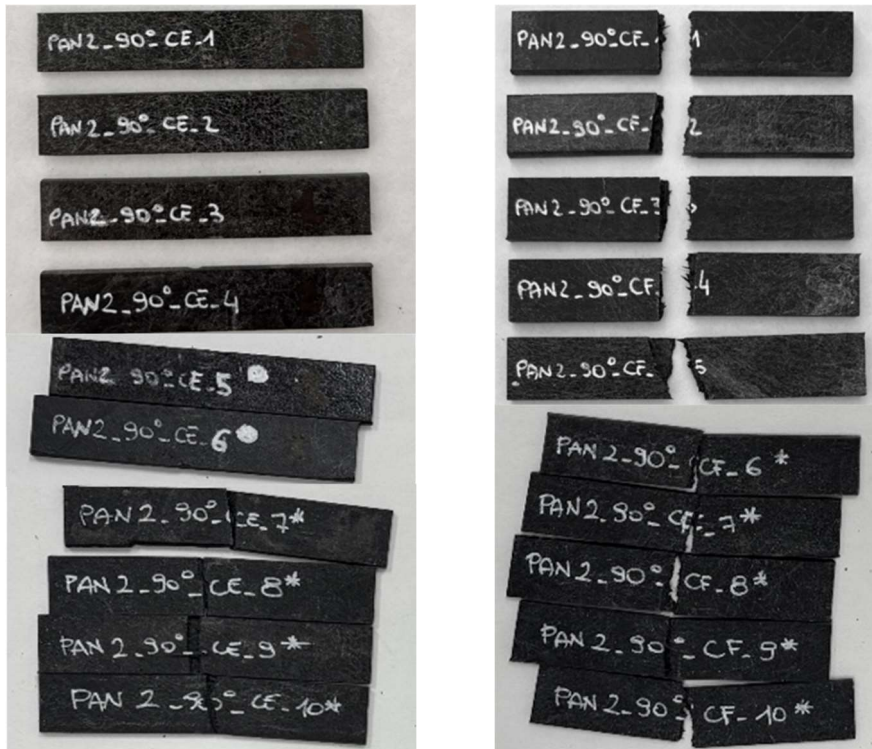


Figura 20. Provini P 2 post test di impatto in direzione 90° (flatwise normal sx; edgewise parallel dx).

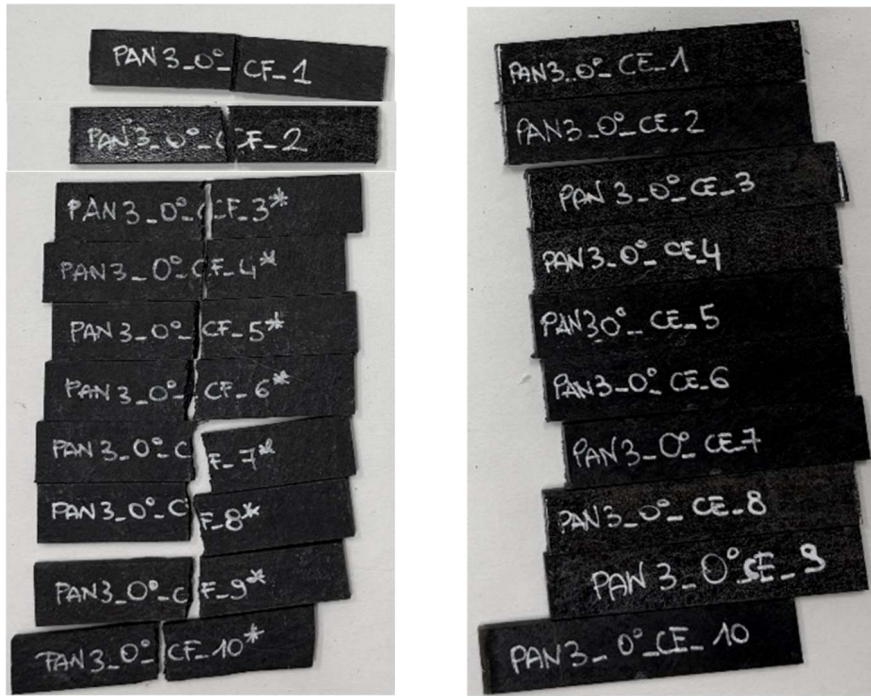


Figura 21. Provini P3 post test di impatto in direzione 0° (flatwise normal sx; edgewise parallel dx).



Figura 22. Provini P3 post test di impatto in direzione 90° (flatwise normal sx; edgewise parallel dx).

2.2 Prove di trazione statiche

Le prove sono state eseguite secondo la norma ASTM D3039/D3039M-08 *Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials* che permette di determinare le proprietà a trazione di materiali compositi rinforzati con fibre. La norma raccomanda di testare 5 provini e di utilizzare un estensimetro in un range da 10 mm a 50 mm. Nel caso di materiali rinforzati con fibre disposte casualmente i provini possono non avere la forma di osso di cane, ma una classica forma rettangolare. La prova è stata effettuata con una macchina universale INSTRON 34TM-R dotata di una cella di carico di 50 kN e con un estensimetro applicato ad un tratto centrale del provino di dimensioni di 50 ± 5 mm, il quale opera con un errore di $3 \mu\text{m}$ (figura 23). La prova è stata effettuata impostando una velocità di spostamento della traversa di 2 mm/min.

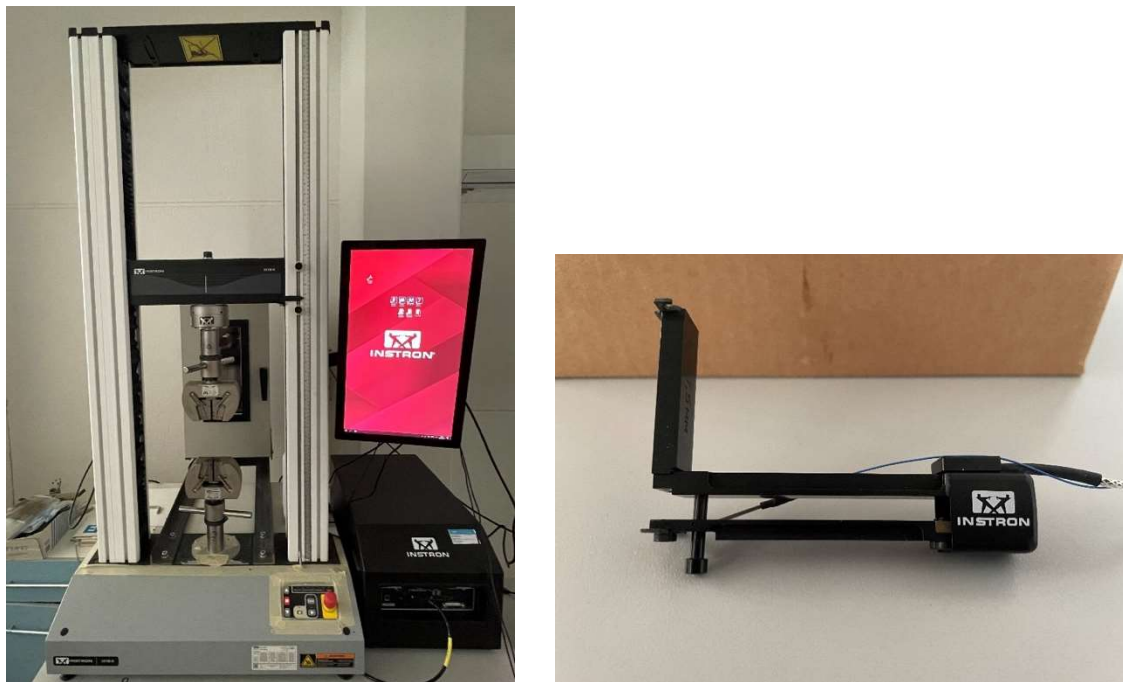


Figura 23. Macchina a trazione INSTRON 50 KN (sx) e estensimetro (dx).

I provini sono stati ricavati dai pannelli secondo le indicazioni previste dalla normativa ASTM 3039:

Fiber Orientation	Width, mm [in.]	Overall Length, mm [in.]	Thickness, mm [in.]	Tab Length, mm [in.]	Tab Thickness, mm [in.]	Tab Bevel Angle, °
0° unidirectional	15 [0.5]	250 [10.0]	1.0 [0.040]	56 [2.25]	1.5 [0.062]	7 or 90
90° unidirectional	25 [1.0]	175 [7.0]	2.0 [0.080]	25 [1.0]	1.5 [0.062]	90
balanced and symmetric	25 [1.0]	250 [10.0]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—
random-discontinuous	25 [1.0]	250 [10.0]	2.5 [0.100]	emery cloth	—	—

Figura 24. Indicazioni dimensionali da normativa ASTM 3039.

P1

Dimensioni provini: 250*25*4.85 mm (*unnotched*).

Direzione 0°:

N° provini (ASTM D3039): 5

Direzione 90°:

N° provini (ASTM D3039): 5

P2/3:

Dimensioni provini: 250*25*3mm (*unnotched*).

Direzione 0°:

N° provini P 2 (ASTM D3039): 5

N° provini P 3 (ASTM D3039): 5

Direzione 90°:

N° provini P 2 (ASTM D3039): 5

N° provini P 3 (ASTM D3039): 5

Le prove sono state eseguite secondo la norma ASTM D3039/D3039M-08 *Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials* che permette di determinare le proprietà a trazione di materiali compositi rinforzati con fibre. La norma raccomanda di testare 5 provini e di utilizzare un estensimetro in un range da 10 mm a 50 mm. Nel caso di materiali rinforzati con fibre disposte casualmente i provini possono non avere la forma di osso di cane, ma una classica forma rettangolare. La prova è stata effettuata impostando una velocità di spostamento della traversa di 2 mm/min (figura 25).



Figura 25. Provino durante il test a trazione

2.2.1. Risultati e discussione

Sono riportati nella tabella 7 i risultati delle prove a trazione dei provini tagliati dal pannello P1. Il nome è stato così codificato:

PAN1_dir_T_i: *P1* (per brevità) indica il nome del pannello, *dir* la direzione di taglio, *T* la prova di trazione, *i* il numero progressivo del pannello.

Sono riportate le dimensioni dei provini con *h* e *b* misurate e mediate in 3 posizioni diverse del provino, lo sforzo a rottura, il carico, la deformazione (%), il modulo elastico e infine la modalità di rottura, come

da normativa (figura 24). Inoltre, sono riportate la media e la deviazione standard relative allo sforzo a rottura dei singoli lotti di provini sottoposti a trazione.

In particolare, nel calcolo dello sforzo a rottura si adottano le seguenti definizioni:

- lo sforzo $\sigma = \frac{F}{A}$ dove F è il carico espresso in N e A l'area della sezione trasversale del provino in mm²;

- la deformazione ε è espressa come percentuale ed è calcolata secondo la formula:

$\varepsilon = \frac{\Delta L_0}{L_0}$ dove L_0 è la lunghezza del tratto misurato dall'estensimetro (corrispondente a 50 mm), ΔL_0 è

l'incremento di lunghezza subito dal provino nel tratto interessato dall'estensimetro;

- il modulo elastico E è espresso come

$$E_T = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$$

con σ_1 pari al valore di sforzo misurato in corrispondenza di un valore di deformazione pari a 0.05%; σ_2 pari al valore di sforzo misurato in corrispondenza di un valore di deformazione pari a 0.25%.

Nome provino	L [mm]	b [mm]	h [mm]	σ [MPa]	F [kN]	ε [%]	E [GPa]	Modalità di rottura
P1_0_T_1	250	24,62	4,11	183,89	18,61	0,97	21,97	rotto (AGM)
P1_0_T_2	250	24,68	4,06	155,82	15,61	0,74	23,02	rotto (LIT)
P1_0_T_3	250	24,65	4,08	199,8	20,09	1,04	21,09	rotto (AGM)
P1_0_T_4	250	24,67	4,03	190,74	18,96	1,04	20,08	rotto (AGM)
P1_0_T_5	250	24,68	4,04	189,46	18,89	0,97	21,39	rotto (LAT)
Media				183,79				
Dev.Std				17,03				
P1_90_T_1	250	25,00	4,10	236,14	24,2	0,74	32,65	rotto (LAB)
P1_90_T_2	250	24,99	4,09	200,42	20,48	0,63	32,33	rotto (GAB)
P1_90_T_3	250	25,03	4,08	262,24	26,78	0,84	32,04	rotto (GAT)
P1_90_T_4	250	25,02	4,09	206,68	21,15	0,66	33,00	rotto (AGM)
P1_90_T_5	250	25,03	4,07	260,98	26,59	0,79	33,89	rotto (GAT)
Media				233,29				
Dev.Std				29,16				
P2_0_T_1	250	24,82	2,61	162,54	10,53	1,1	16,86	rotto (LWB)
P2_0_T_2	250	24,89	2,58	128,26	8,24	0,93	17,54	rotto (GIB)
P2_0_T_3	250	24,84	2,59	177,24	11,42	1,09	17,97	rotto (LGM)
P2_0_T_4	250	25,23	2,89	149,28	10,88	0,95	16,88	rotto (LAT)
P2_0_T_5	250	24,85	2,75	170,99	11,69	1,12	16,61	rotto (LGM)
Media				157,66				
Dev.Std				19,49				
P2_90_T_1	250	24,92	3,09	288,71	22,23	1,24	31,73	rotto (LGM)
P2_90_T_2	250	24,97	3,17	292,49	23,15	0,94	31,97	rotto (LGM)
P2_90_T_3	250	25,28	3,79	245,87	23,56	0,78	35,02	rotto (LGM)
P2_90_T_4	250	25,06	3,59	280,05	25,19	0,97	29,51	rotto (LGM)
P2_90_T_5	250	24,58	3,70	203,35	18,49	0,69	30,56	rotto (LWB)
Media				262,09				
Dev.Std				37,64				
P3_0_T_1	250	24,92	3,04	154,27	11,69	1,13	14,54	rotto (GIT)
P3_0_T_2	250	24,97	3,07	209,13	16,03	1,53	15,2	rotto (GIB)
P3_0_T_3	250	24,84	3,05	198,63	15,05	1,5	15,23	rotto (GIT)
P3_0_T_4	250	24,76	3,02	210,69	15,75	1,61	14,55	rotto (GAB)
P3_0_T_5	250	25,83	3,03	325,17	25,45	1,15	29,27	rotto (GAT)
Media				219,58				
Dev.Std				63,33				
P3_90_T_1	250	25,27	3,01	185	14,07	0,66	30,29	rotto (GIT)
P3_90_T_2	250	24,96	3,14	245,53	19,24	0,82	32,8	rotto (GIB)
P3_90_T_3	250	24,83	3,05	393,45	29,8	1,36	29,2	rotto (GAT)
P3_90_T_4	250	24,96	3,02	211,49	15,94	1,54	15,32	rotto (LGM)
P3_90_T_5	250	25,00	3,05	353,68	26,97	1,19	30,11	rotto (GAT)
Media				277,83				
Dev.Std				91,08				

Tabella 7. Risultati delle prove a trazione

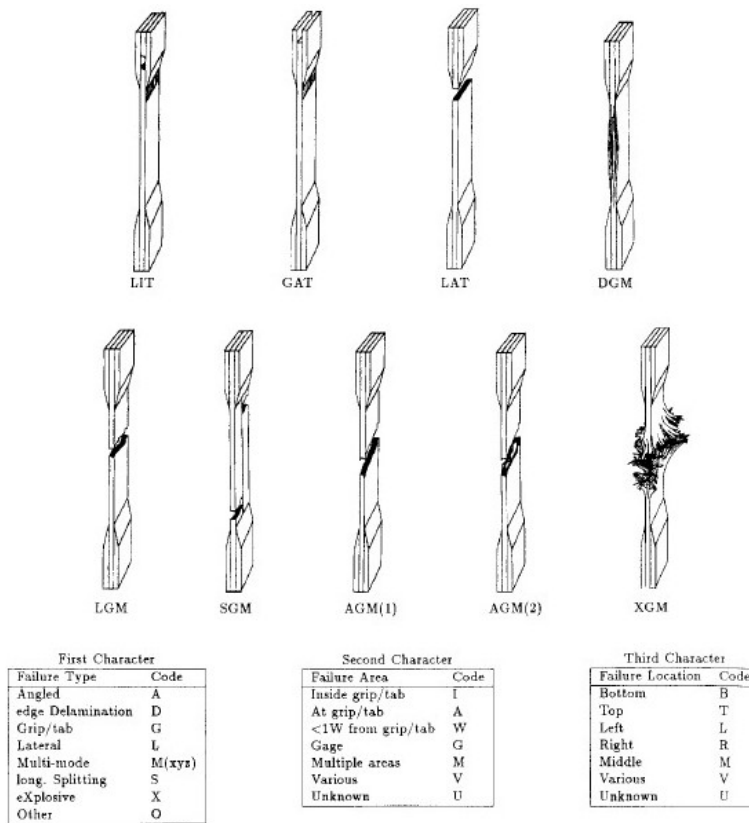


Figura 25. Tipiche modalità di rottura a trazione e relativi codici (ASTM 3039).

Nelle figure 26, 27 e 28 sono mostrati i trenta provini sottoposti al test di trazione statica e portati a rottura.



Figura 26. Provini da pannelli P1 post test di rottura a trazione

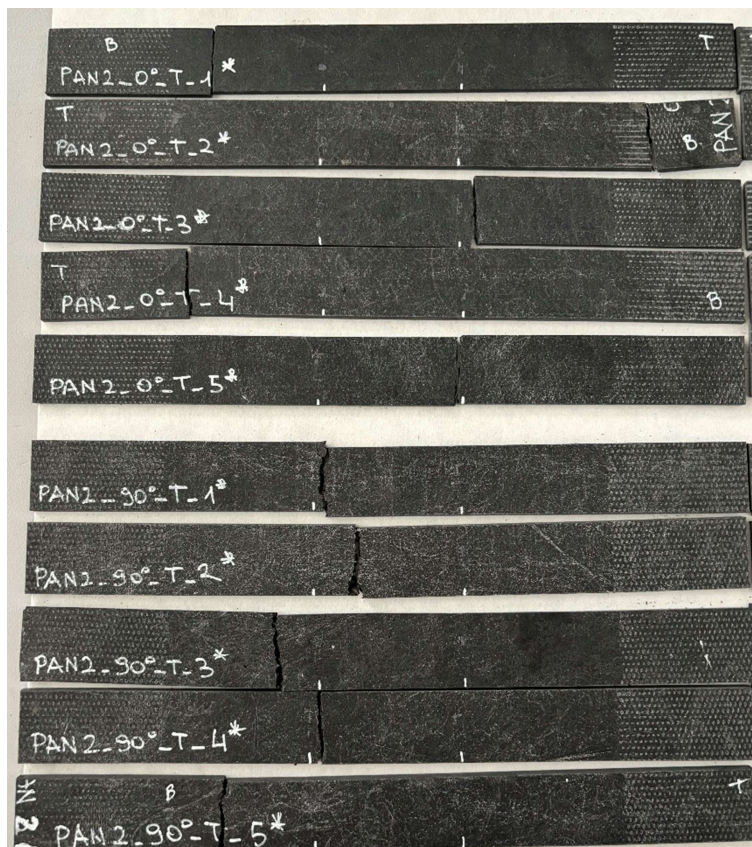


Figura 27. Provini da pannelli P2 post test di rottura a trazione

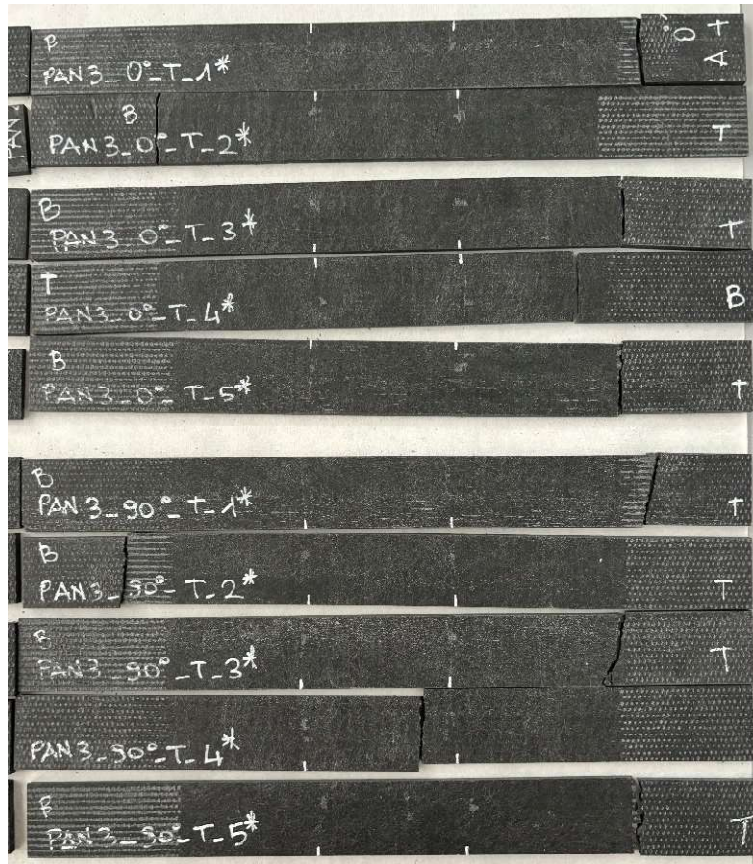


Figura 28. Provini da pannelli P 3 post test di rottura a trazione

3. Studio della porosità

3.1. Metodi di valutazione della porosità: tecniche utilizzate

La porosità è una caratteristica che influenza la risposta meccanica di un materiale composito di questo tipo e dà indicazioni anche sulla qualità del processo di produzione del laminato. Nella fase di stampa a compressione, infatti, la resina fusa deve permeare sia le fibre del TNT di ogni singolo strato sia deve garantire con l'effetto della pressione l'adesione tra gli strati.

Nel lavoro svolto sono state utilizzate due metodologie molto differenti tra loro, anche per il tipo di informazione fornita circa la porosità e cioè mediante osservazioni al microscopio ottico delle sezioni dei pannelli e mediante processo di digestione secondo la norma ASTM D 3171 - 99 "Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials".

Nel primo caso la valutazione della porosità avviene su immagini che sono una proiezione bidimensionale del campione esaminato attraverso il rapporto delle aree di vuoto rispetto all'area totale del campione nell'immagine, mentre nel secondo caso la matrice e le fibre devono essere separate con opportuna digestione e la porosità è calcolata utilizzando proprio la quantità dei singoli componenti del composito ricavate sperimentalmente.

3.2. Analisi micrografiche

Tutti e tre i tipi di campione laminati prodotti con la stampa a compressione sono stati osservati con un microscopio ottico digitale, Leica DVM6; in particolare i provini esaminati sono stati ricavati dai residui del taglio dei tre pannelli, P 1, P 2 e P 3, per le prove meccaniche.

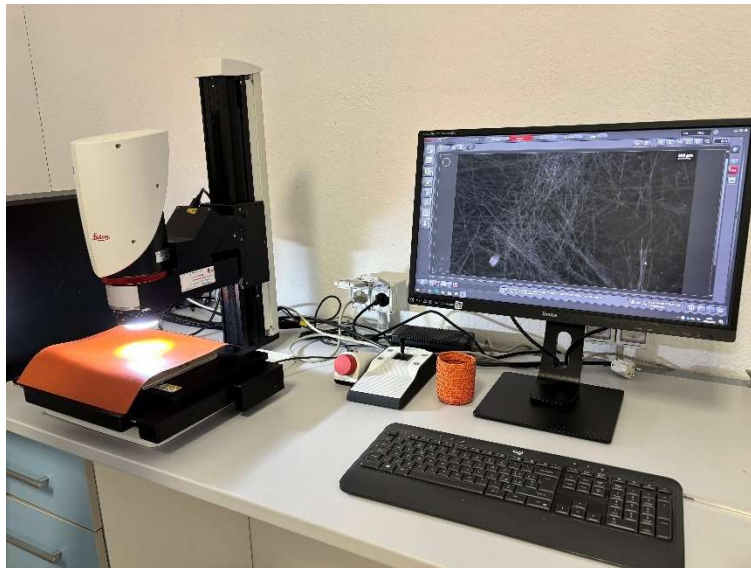


Figura 29. Microscopio ottico digitale Leica DVM6

Sono state esaminate più aree di ciascun campione sia nella visione planare, che in sezione, al fine di individuare la presenza di porosità e la loro eventuale distribuzione.

Poiché le immagini al microscopio mostrano solo la superficie bidimensionale, è possibile solo individuare se sono presenti dei "vuoti", vedere la forma delle porosità alla superficie, ma nulla si può dedurre su come e quanto si sviluppi in profondità. Calcolando l'area totale di tutti i vuoti superficiali presenti rispetto all'area totale della regione nell'immagine considerata, si ricava solo un valore

indicativo della frazione di vuoti. Inoltre, le immagini danno una immediata indicazione visiva della “compattezza” del campione, in particolare le immagini delle sezioni mostrano se gli strati (*plies*) sono ben aderenti.

Più immagini di uno stesso campione sono state analizzate con il software di elaborazione di immagini Image J (sviluppato dal National Institutes of Health degli Stati Uniti, <https://imagej.net/ij/index.html>) di dominio pubblico.

Per ogni singola immagine acquisita è stata effettuata la calibrazione a partire dalla barra di scala dimensionale riportata. Sono stati selezionati i pori visibili, valutata la loro area e successivamente la somma di tutte queste aree è stata riportata all’area totale esaminata in percentuale.

3.2.1. Risultati e discussione

Partendo dal campione del pannello laminato P 1, nella figura 30 è mostrata una panoramica di parte della sezione del campione P1 esaminato. Escludendo la regione all’estrema sinistra, in cui la delaminazione in basso può essere stata causata dal taglio, appare abbastanza compatto, anche se in alcuni punti ci sono delle fessurazioni, talvolta proprio all’interfaccia tra due strati sovrapposti. Questa caratteristica appare in parte anche nella immagine della figura 31.



Figura 30. Panoramica di una parte della sezione del campione P1

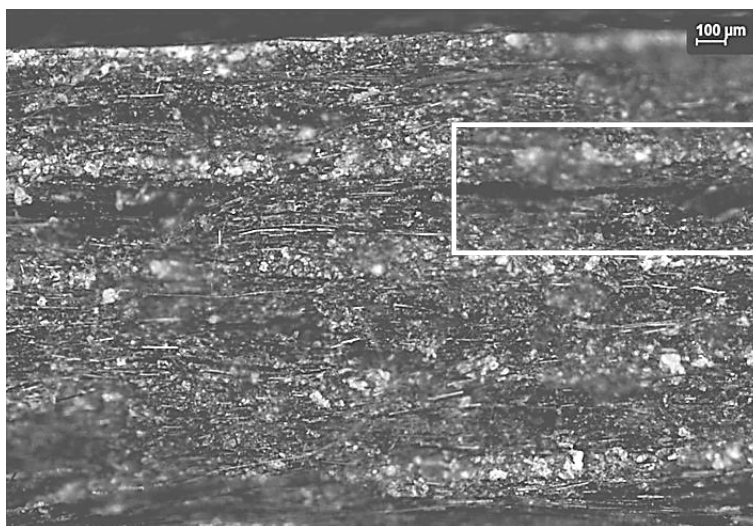


Figura 31. Immagine di un’area della sezione in cui si vedono delle fessure tra due strati vicini (riquadro con il bordo bianco)

In altre regioni, come già evidenziato, il campione sembra non avere molte porosità; nelle figure 32 e 33 sono mostrate alcune di queste aree differenti.

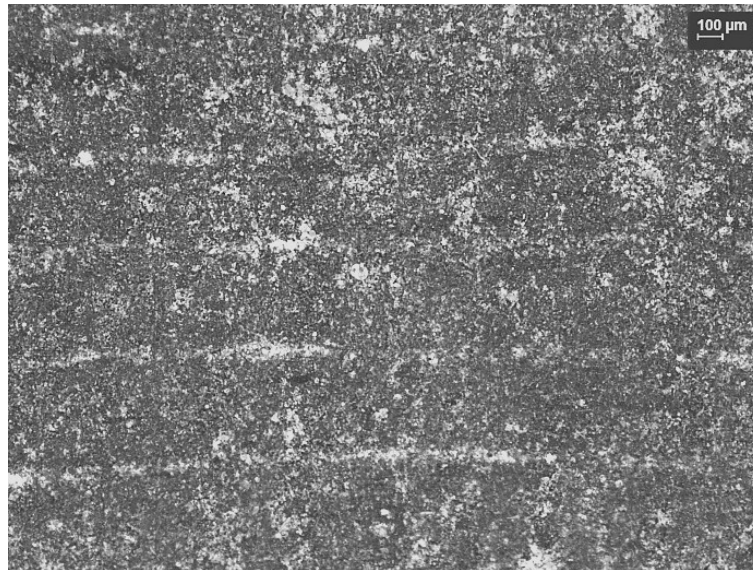


Figura 32. Sezione in una area più compatta



Figura 33. Immagine di una porzione di sezione ad ingrandimento maggiore

Utilizzando il metodo già esposto, è stata stimata qualitativamente la porosità in termini di area complessiva dei pori, presenti nella regione esaminata, rispetto all'area della regione stessa. Il valore medio della "porosità" ricavato da più aree della sezione è pari a 1.2%.

Considerando, poi, la visione in piano, il campione sembra abbastanza uniforme: la figura 34 mostra una regione tipica, in cui sono visibili le fibre ben delineate. Non è possibile, però, valutare la presenza di vuoti. Nelle figure 35a e 35b ci sono le immagini della stessa regione ottenute con illuminazione anulare a sinistra (campo scuro) ed illuminazione coassiale a destra (campo chiaro).

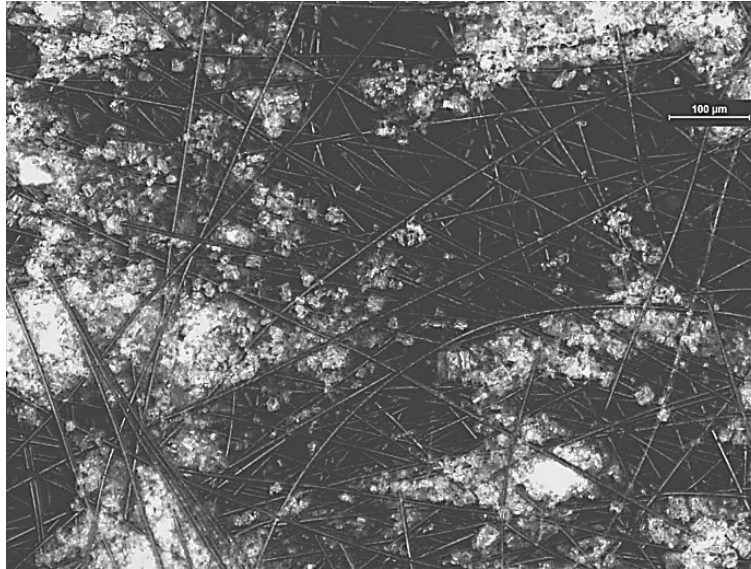


Figura 34. Immagine di una regione planare

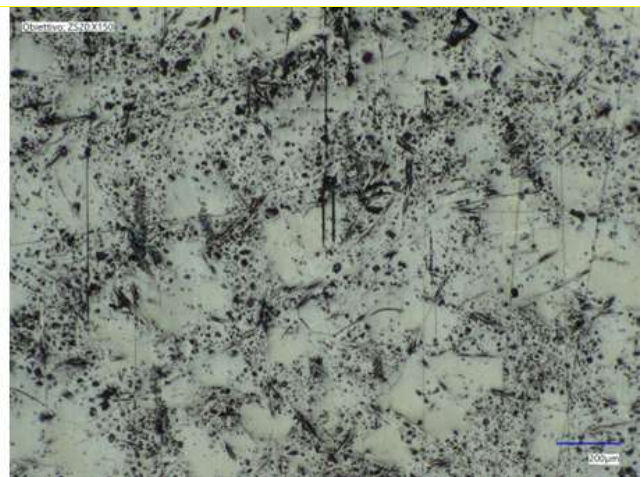
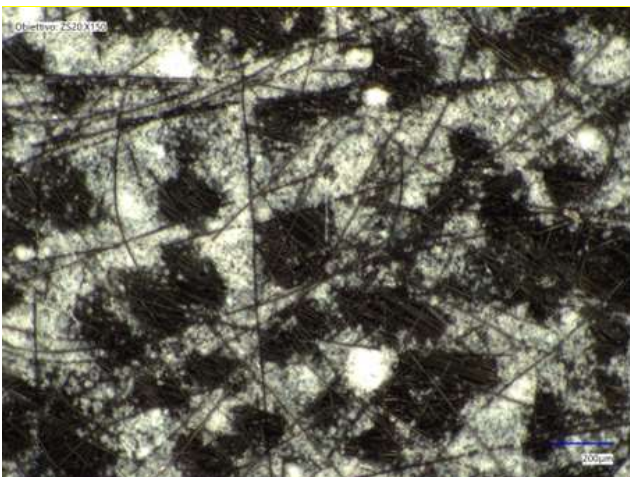


Figura 35a e 35b: immagine della stessa regione planare con illuminazione anulare a sinistra e coassiale a destra

Nelle figure successive sono riportate le immagini relative al campione P 2, procedendo analogamente a quanto fatto per il campione P 1. Nella figura 36 si vede una panoramica di buona parte della sezione del campione P 2 osservata con il microscopio ottico. Come nel caso precedente, sono visibili gli strati impilati per la produzione del pannello.

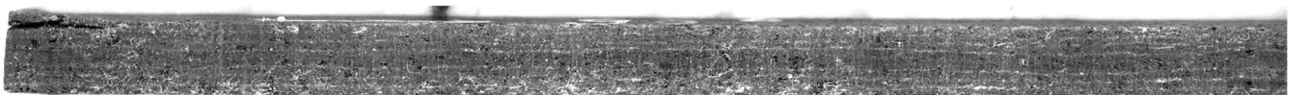


Figura 36. Panoramica di una parte della sezione del campione P 2

Nelle figure 37a, 37b e 37c sono riportate alcune delle aree esaminate. Come si può notare, sono presenti delle porosità di dimensione e forma variabile, alcune abbastanza grandi.

Dalla valutazione delle diverse aree osservate e dalla somma delle aree dei pori in ciascuna immagine, sono stati ricavati dei valori indicativi della porosità percentuale, riferendosi al rapporto tra l'area dei pori e l'area osservata. Il valore di "porosità" percentuale medio calcolato è 5.1%.

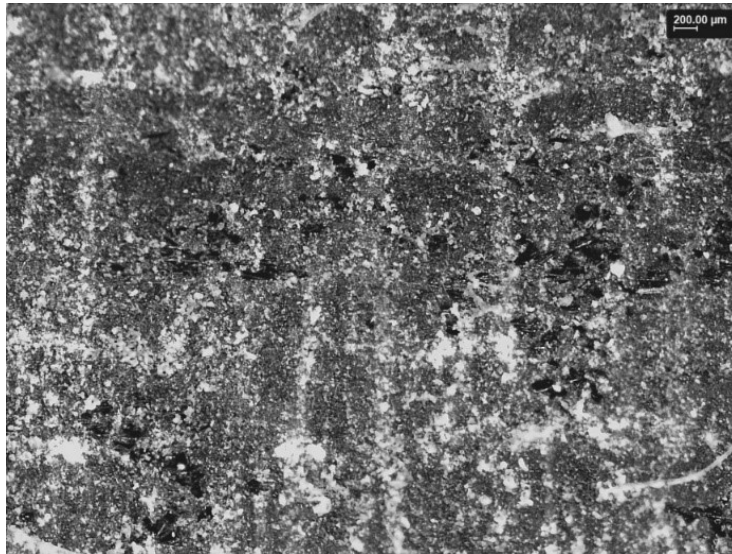


Figura 37a. Immagine di una regione della sezione del campione P 2

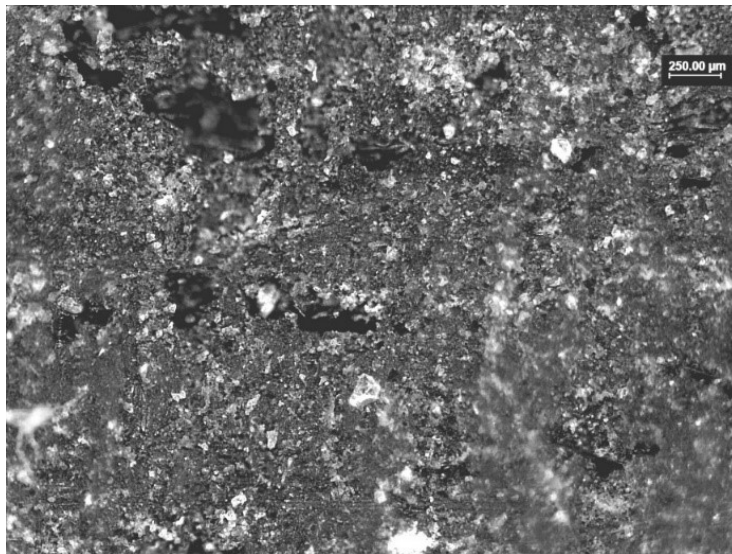


Figura 37b. Immagine di un'area in cui è presente una zona di vuoto

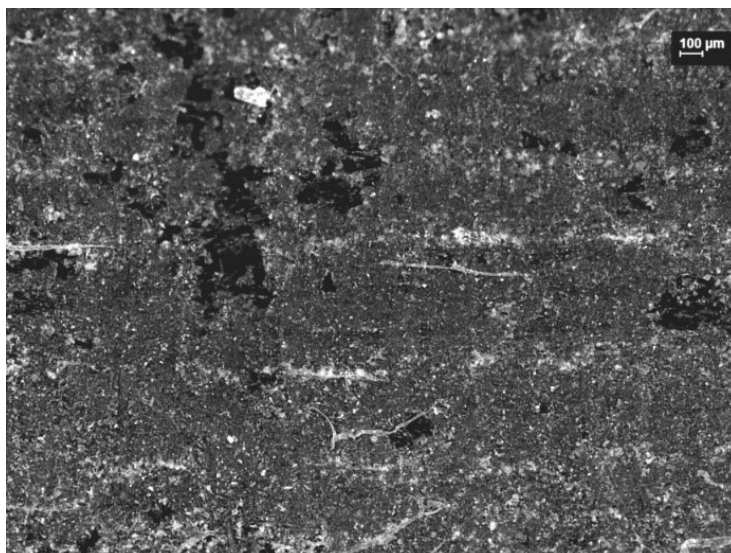


Figura 37c. Immagine di una zona con più vuoti

Confrontando questo campione P 2 con il primo, P 1 sia visivamente che dal valore medio indicativo della porosità percentuale ricavati, è evidente quanto sia meno compatto, con un numero maggiore di vuoti tra gli strati impilati del pannello.

Per quanto riguarda l'osservazione del campione P2 nel piano, è ancora molto più evidente la presenza di zone "vuote" e quindi ciò dà quindi indicazioni di una disomogeneità del materiale.

Le immagini di una stessa regione rappresentativa planare nelle figure 38a e 38b sono state ottenute con illuminazione anulare a sinistra e coassiale a destra, esse mostrano proprio questa disomogeneità è la presenza di zone vuote.

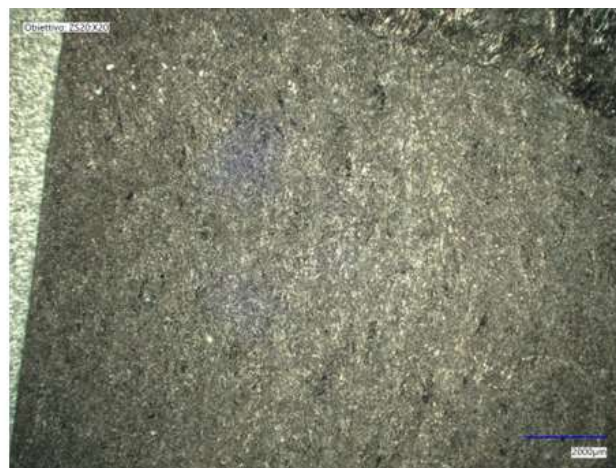
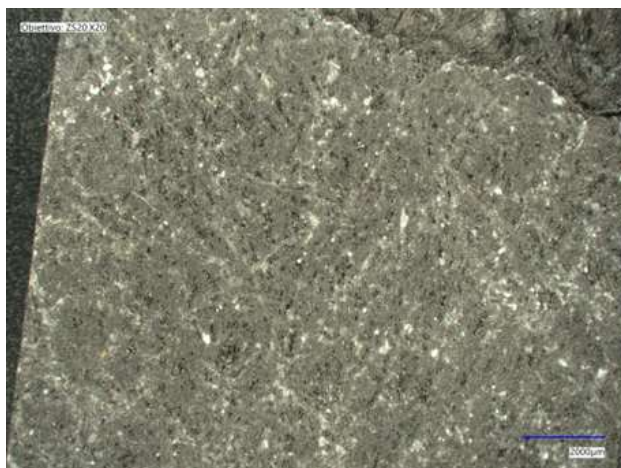


Figura 38a e 38b. immagine della stessa regione planare con illuminazione anulare a sinistra e coassiale a destra

Procedendo analogamente per il campione P3, la figura 39 mostra una panoramica della sezione in cui si individuano i vari strati impilati per formare il pannello. Anche qui sono presenti delle porosità di dimensione variabile. Tutto ciò è evidente in alcune delle immagini delle zone osservate, riportate nelle figure 40a, 40b e 40c. In alcune immagini si possono individuare delle porosità profonde tanto che si vedono le fibre sottostanti.

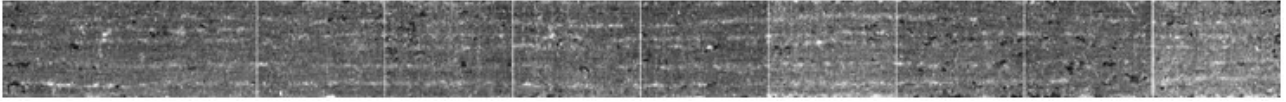


Figura 39. Panoramica di una parte della sezione del campione P3



Figure 40a. Immagine di una zona della sezione

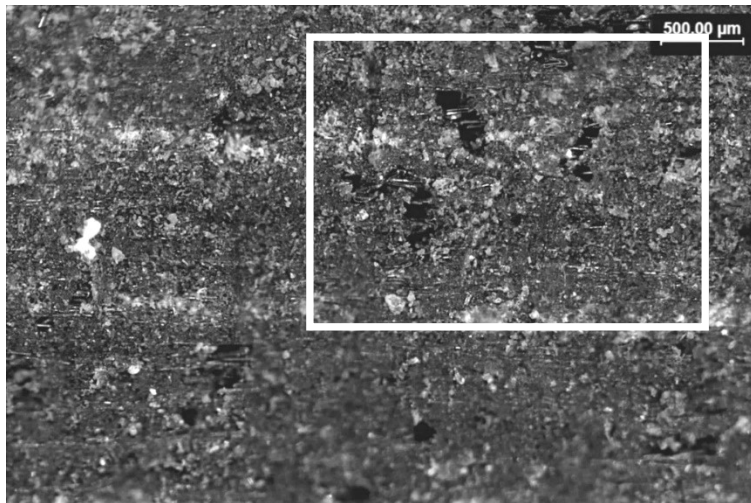


Figura 40b. Immagine di un'area della sezione in cui si vedono le fibre sottostanti (riquadro bianco)

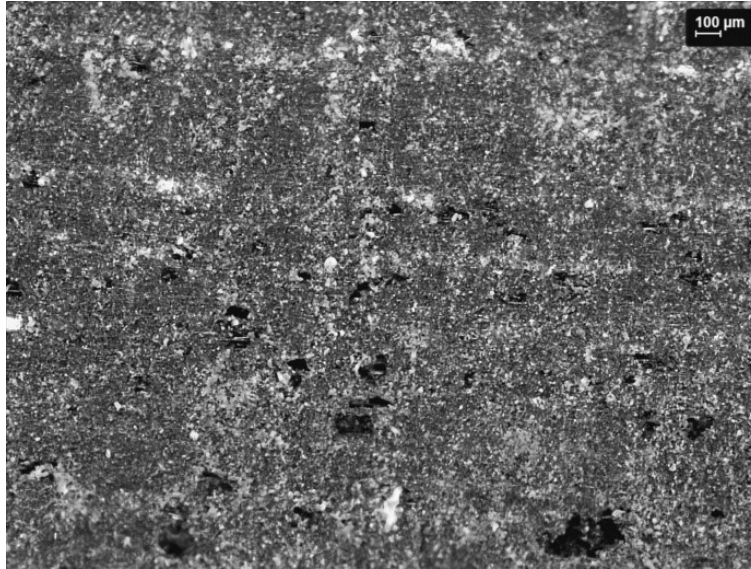


Figura 40c. Immagine di un'altra regione della sezione

Il valore medio calcolato della porosità percentuale in termini del rapporto tra tutte le aree "vuote" rispetto all'area totale delle regioni esaminate è pari a 2.6%

Analogamente al caso del campione P 2, anche qui l'osservazione in piano del campione mostra come siano esposte alcune fibre e come ci siano dei pori molto evidenti sulla superficie, come si vede nelle immagini delle figure 41a e 41b. Analogamente appare nelle immagini con illuminazione anulare a sinistra e coassiale a destra nelle figure 41c e 41d.

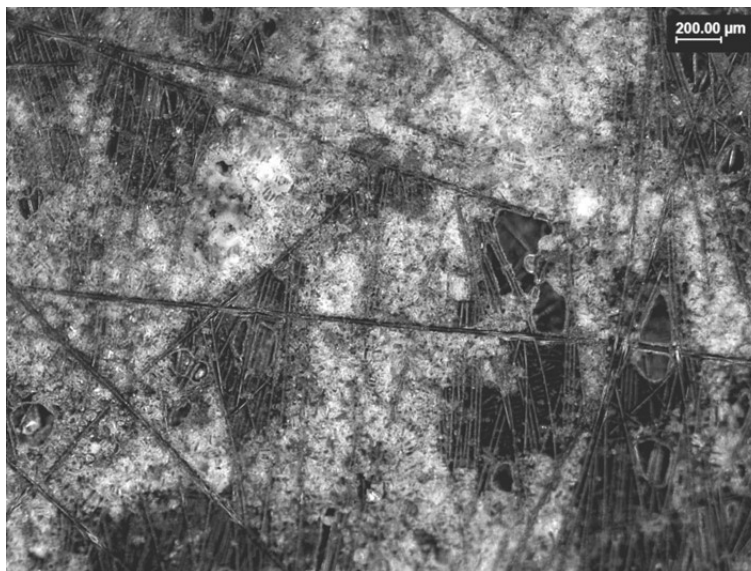


Figura 41a. Immagine di una regione del campione vista in geometria planare

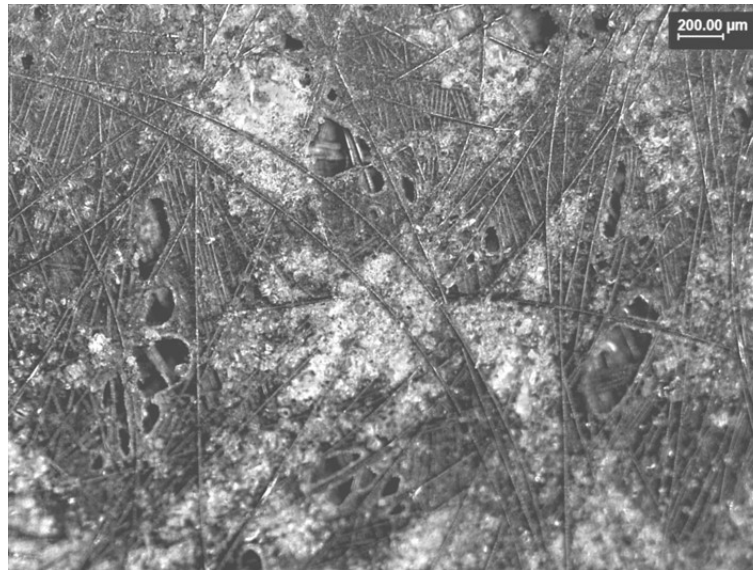


Figura 41b. Immagine di un'altra area della superficie in visione planare

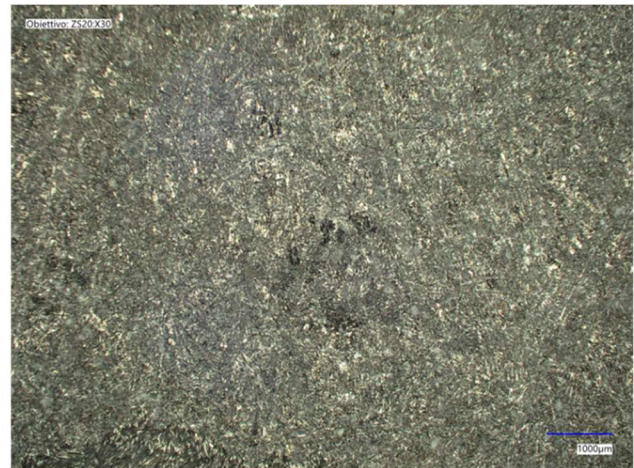
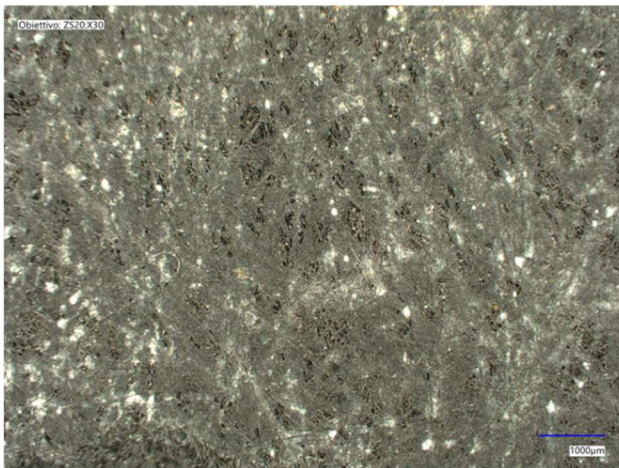


Figura 41c e 41d. Immagine della stessa regione planare con illuminazione anulare a sinistra e coassiale a destra

Complessivamente le osservazioni al microscopio ottico hanno consentito di verificare quanto compatti siano i pannelli laminati ottenuti; tutti mostrano porosità di forma e dimensioni variabili, sebbene quello che si può vedere con questa tecnica sia solo la porosità che affiora sulla superficie, ma nulla si può dedurre sulla dimensione tridimensionale dei vuoti, cioè come essi sviluppano in profondità.

In tutti i tre casi gli strati sovrapposti sembrano abbastanza "legati" tra loro, sebbene il campione P 2 sia quello con più fessurazioni visibili tra gli strati, mentre le immagini della superficie in geometria planare mostrano come le fibre in superficie rimangono scoperte e non inglobate nella resina epossidica (figura 42). Nella tabella 8 sono riportati i valori di "porosità" percentuale dei tre campioni per un immediato confronto.

Campione	$(A_{vuoti}/A_{tot})\%$
P 1	1.2
P 2	5.1
P 3	2.6

Tabella 8. Valori di porosità dei tre campioni prelevati

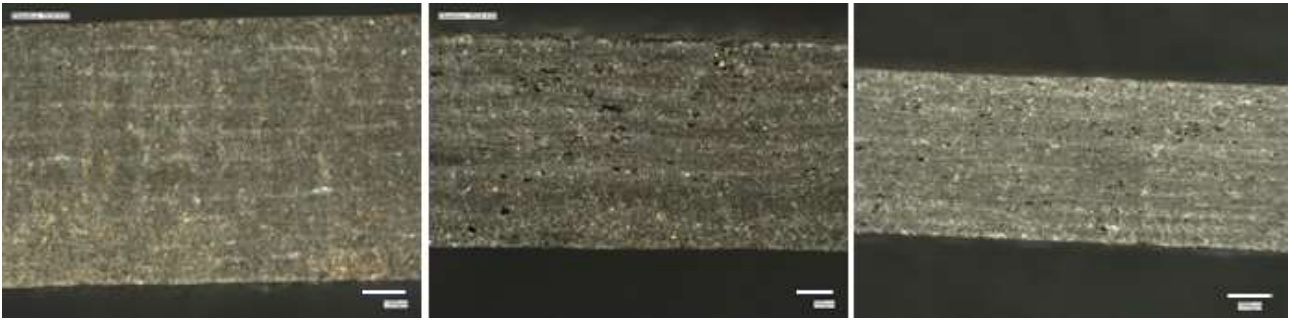


Figura 42. Immagini di porzioni di sezione dei tre pannelli P1, P2 e P3 da sinistra a destra rispettivamente.

3.3. Metodo di digestione per indagine di porosità

Il metodo utilizzato per la valutazione della porosità più idoneo è indicato dalla norma ASTM D3171-22 "Standard Test Methods for Constituent Content of Composite Materials", il cui procedimento prevede di ricavare, partendo dal peso del campione composito integro, la percentuale in peso delle fibre e quella della matrice, previa rimozione della matrice proprio mediante il processo di "digestione" [27][28]. Nel caso dei campioni P 1, P 2 e P 3, sono state seguite le indicazioni dell'allegato A1 della stessa norma, impiegando acido nitrico HNO_3 al 68%. La scelta del metodo adottato è stata fatta in modo da operare in sicurezza e prevenire i rischi associati alla manipolazione ed allo stoccaggio dei prodotti chimici. I campioni utilizzati nei test sono i residui dei provini distrutti a seguito delle prove meccaniche; per ciascuno dei tre pannelli compositi (P 1, P 2 e P 3), sono quindi stati sottoposti a digestione 4 campioni. Inoltre, è stata ricavata la densità di ciascun composito, parametro fondamentale per ricavare il volume totale dei vuoti a partire dal peso delle fibre, della matrice e del composito di partenza.

Procedura per la determinazione della densità

Per ogni tipologia di composito, quattro campioni sono stati condizionati alla temperatura di 105°C e pesati fino al raggiungimento della massa costante (massa iniziale M_i), utilizzando una bilancia analitica con precisione di ± 0.1 mg. Successivamente è stata determinata la densità come rapporto fra massa e volume. I risultati sono riportati nella tabella 9, insieme alla densità delle fibre e della matrice.

Campione	Densità composito ρ_c (g/cm^3)	Densità della resina ρ_m (g/cm^3)	Densità delle fibre ρ_f (g/cm^3)
P 1	1.48	1.16-1.20	1.56
P 2	1.80	1.16-1.20	1.78
P 3	1.36	1.16-1.20	1.78

Tabella 9. Dati di densità di composito, matrice e rinforzo.

Procedura di digestione

I quattro campioni, utilizzati per la valutazione della porosità, per ciascun pannello sono stati trattati per 48 h con 250 ml di una soluzione di HNO_3 al 68%. In particolare, il ciclo impiegato per la digestione è stato articolato in quattro step:

1° step - 12 h a 70°C ;

2° step - 12 h a temperatura ambiente;

3° step - 12 h a 70°C;

4° step - 12 h a temperatura 70°C.

Durante questo processo, sulla parte superiore della beuta usata, è stato montato un reattore di reflusso per raccogliere i vapori dell'acido e convogliarli nuovamente in essa come mostrato nella figura 43.

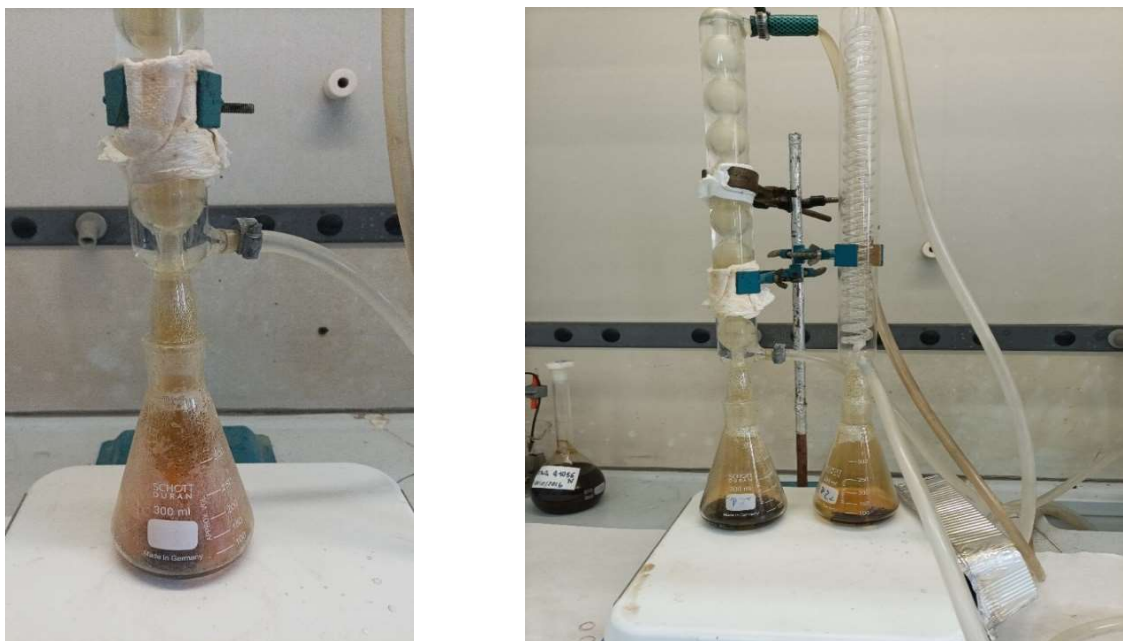


Figura 43. Strumentazione utilizzata per la prova di digestione acida

Durante il tempo di reazione, la soluzione cambia colore e diventa scura, gorgoglia fino a ridurre al minimo la sua attività e dopo le 48 h il campione è visibilmente sfaldato come mostrato nelle immagini della figura 43.

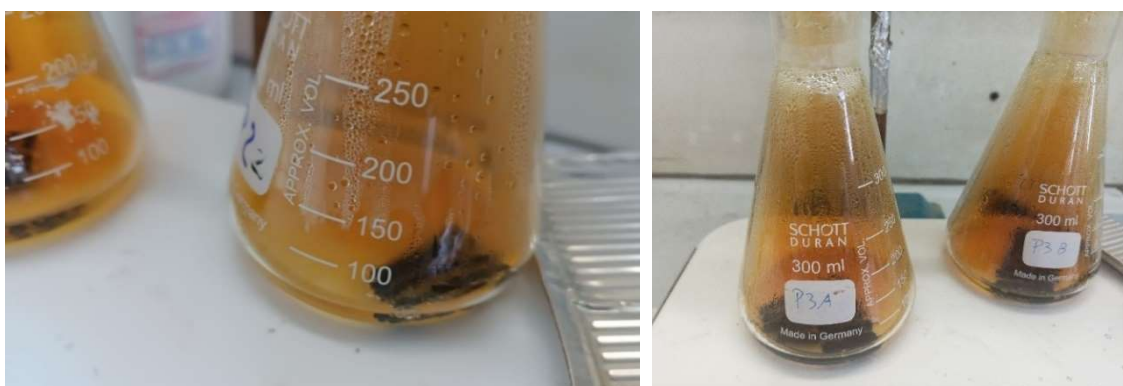


Figura 44. Composito polimerico dopo la prova di digestione con acido nitrico.

La soluzione finale è stata filtrata utilizzando un filtro di vetro con la granulometria di 1.5 μm (figura 45a e 45b); la procedura di filtrazione ha previsto il lavaggio con 60 ml di HNO_3 al 68 % e acqua distillata fino a quando il pH delle fibre si è neutralizzato.



Figura 45. Filtrazione e lavaggio delle fibre dopo la prova di digestione.

Le immagini in figura 45 evidenziano bene la separazione della matrice dalle fibre.

Le fibre con il loro filtro sono state recuperate e messe in stufa a 50°C fino all'asciugatura e al raggiungimento della massa costante. Nella figura 46 sono mostrate le fibre ricavate da vari campioni.



Figure 46. Fibre dopo l'essiccamento in stufa.

3.3.1 Risultati e discussione

La massa delle fibre e quella della matrice sono state ottenute partendo dalla massa del campione iniziale M_i , pesando il contenitore con il filtro prima dell'uso ($M_{\text{filtro+cont}}$) e poi dopo aver filtrato la soluzione finale ($M_{\text{filtro+cont+fibre}}$) la digestione. Da qui si è ricavata la massa delle fibre M_f :

$$M_f = M_{\text{filtro+cont+fibre}} - M_{\text{filtro+cont}}$$

La massa della matrice è data da:

$$M_m = M_i - M_f$$

Nella successiva Tabella 10 sono riportati la massa iniziale (M_i) del campione, quella del filtro con contenitore, quella del filtro, contenitore e fibre ottenuta iniziale dopo il processo di digestione.

CAMPIONE	Massa iniziale, M_i (g)	$M_{\text{filtro+cont}}$ (g)	$M_{\text{fibre+filtro+cont}}$ dopo trattamento e asciugatura (g)	M_f (g)
P 1-a	5.0613	2.2988	5.6800	3.3812
P 1-b	4.9424	2.4566	5.5804	3.1238
P 1-c	5.2622	2.3232	7.0041	4.6809
P 1-d	4.9140	2.4369	5.5611	3.1242
P 2-a	0.5937	2.5466	2.7866	0.2400
P 2-b	0.6147	2.6561	2.9014	0.2453
P 2-c	0.7191	2.1976	2.6112	0.4136
P 2-d	1.2220	2.4929	3.2239	0.7310
P 3-a	4.2509	2.2013	4.3245	2.1232
P 3-b	4.1607	2.1423	4.3645	2.2222
P 3-c	4.5607	2.4654	5.3649	2.8995
P 3-d	4.1743	2.1215	4.3650	2.2435

Tabella 10. Pesi delle varie componenti prima e dopo il processo di digestione.

Infine, sono state calcolate le percentuali dei vuoti, delle fibre e della matrice secondo il metodo I della norma ASTM D3171-22, avendo calcolato la densità del composito, ρ_c , e con i dati di densità delle fibre (ρ_f) e della matrice (ρ_m):

$$V_f \% = (M_f/M_i) \times 100 \times (\rho_c/\rho_f),$$

$$V_m \% = (M_m/M_i) \times 100 \times (\rho_c/\rho_m),$$

La percentuale dei vuoti è calcolata mediante la formula:

$$V_v \% = 100 - (V_f + V_m),$$

mentre la massa percentuale della matrice è data dalla formula:

$$W_m = (M_i - M_f)/M_i \times 100$$

e la massa percentuale delle fibre è data dalla formula:

$$W_f = (M_f/M_i) \times 100.$$

La successiva tabella 11 riassume i risultati ottenuti, riportando una stima per difetto dell'errore della percentuale di volume.

CAMPIONE	V _v Volume vuoti [%]	V _f Volume fibre [%]	V _m volume matrice [%]
P 1-a	1.372 ± 0.005	59.525 ± 0.005	39.1026 ± 0.0002
P 1-b	0.3392 ± 0.0003	56.3165 ± 0.0001	43.3443 ± 0.0002
P 1-c	0.7277 ± 0.0006	79.2597 ± 0.0001	13.0127 ± 0.0005
P 1-d	0.4430 ± 0.0003	56.6388 ± 0.0001	42.9181 ± 0.0002
P 2-a	0.451 ± 0.002	30.886 ± 0.001	68.663 ± 0.001
P 2-b	0.249 ± 0.002	30.490 ± 0.001	69.261 ± 0.001
P 2-c	7.091 ± 0.002	43.9451 ± 0.0006	48.964 ± 0.001
P 2-d	7.986 ± 0.001	45.7051 ± 0.0004	46.3092 ± 0.0007
P 3-a	6.2644 ± 0.0003	37.3200 ± 0.0001	56.4156 ± 0.0002
P 3-b	7.5798 ± 0.0003	39.9069 ± 0.0001	52.5133 ± 0.0002
P 3-c	11.4423 ± 0.0003	47.5032 ± 0.0001	41.0544 ± 0.0002
P 3-d	7.7076 ± 0.0003	40.1582 ± 0.0001	52.1343 ± 0.0002

Tabella 11. Percentuale in volume con stima dell'errore

I valori riportati evidenziano quanto sia variabile il valore ottenuto per ciascun tipo di campione. È importante evidenziare alcune criticità del metodo di digestione incontrate, che possono indurre errori nella stima della porosità.

In particolare:

- i campioni non sono omogenei nella loro consistenza: come evidenziato anche nell'immagine dei campioni al microscopio ottico, ci sono zone con molti vuoti, sia tra gli strati impilati come appare nelle sezioni, ma ancora di più la disomogeneità è evidente nella visione planare dei pannelli;
- dopo il trattamento di digestione con l'acido, si possono trovare ancora dei residui di matrice sulle fibre, come appare nella figura 47;
- lo spessore del laminato è variabile da punto a punto e questo influenza la valutazione della densità del composito.

Il confronto dei valori di porosità ricavati, a parità di condizioni operative, da più campioni dello stesso pannello dimostrano la grande variabilità, correlata ad una certa disomogeneità, sebbene i provini scelti apparentemente potessero sembrare rappresentativi dei tre compositi P 1, P 2 e P 3.



Figura 47. Immagine di alcune fibre dopo la digestione: sono presenti su di esse dei residui di resina

I pannelli P 1, P 2 e P 3 sono stati realizzati mediante stampa a compressione di strati di TNT costituiti da fibre di carbonio riciclato e pre-impregnati. Sono state analizzate le caratteristiche meccaniche di essi ed allo scopo di comprenderne la correlazione con i parametri di processo, sono state avviate delle analisi preliminari, partendo dalla morfologia da immagini al microscopio ottico del materiale sia in sezione che in geometria planare e dalla valutazione della porosità dei laminati stampati.

I tre campioni hanno evidenziato una notevole disomogeneità e la presenza di svariate regioni di vuoto, in modo più evidente nel caso dei pannelli P 2 e P 3.

La percentuale di porosità è stata valutata in modo qualitativo dall'esame di immagini di più zone in sezione di ciascun pannello. Tale metodo fornisce solo una indicazione molto approssimata, in quanto si considerano solo le aree dei pori visibili in superficie, ma in effetti nulla si può determinare su come si sviluppino in profondità sia come forma che come grandezza. Il metodo della digestione è quello preferibile, sebbene nel calcolo finale intervengano alcune criticità, quali l'errore introdotto nella valutazione della densità del composito, il cui spessore non è regolare ed in cui non si conosce bene la dispersione delle fibre; nella fase di digestione, scegliendo la metodologia più sicura per la salute e senza riscaldare troppo la soluzione per evitare effetti termici indesiderati sulle fibre, la resina della matrice in realtà non è eliminata del tutto. Tutto ciò non permette di correlare le caratteristiche meccaniche dei pannelli con la porosità determinata.

CONCLUSIONI

L'obiettivo di questo lavoro è stato quello di studiare il processo di realizzazione di pannelli laminati ottenuti a partire da strati di tessuto non tessuto (TNT) di fibre di carbonio da riciclo pre-impregnati commerciali, mediante stampa a compressione. Pertanto, una volta messa a punto la procedura di stampaggio, è stato realizzato un certo numero di provini successivamente sottoposti a prove meccaniche, test di impatto e di trazione statica e al fine di valutare le prestazioni del materiale ottenuto. Le prove sono state svolte utilizzando provini tagliati in direzioni perpendicolari. A partire da questi risultati, si è avviata inoltre una serie di studi preliminari, indagini micrografiche e metodo di digestione per indagine di porosità, di altre caratteristiche fisiche dei pannelli realizzati.

È importante considerare che i risultati delle prove meccaniche dei pannelli realizzati mediante stampa a compressione non dipendono solo dalla porosità e dai parametri sperimentali del processo di stampa a compressione, bensì sono correlati a molteplici fattori che giocano un ruolo fondamentale; è importante, ad esempio, conoscere le caratteristiche delle fibre riciclate in termini di dimensioni e del processo di riciclo subito, la presenza o meno del *sizing* sulla superficie delle fibre, il cui scopo è quello di migliorare l'interazione con la matrice e quindi comportando anche un incremento della resistenza meccanica del composito [29][30][31][33].

Altre fasi determinanti sono l'impregnazione con la resina, la quantità percentuale effettivamente infiltrata, il tipo di processo usato per formare il *pre-preg*, se il film di resina è stato applicato su entrambi i lati del TNT o solo su uno, come e quanto è penetrata la resina, la condizione in cui il *pre-preg* è stato conservato per assicurare che la resina sia del tutto curata, ecc. [33].

Tutto ciò fa comprendere come sia fondamentale approfondire ciascuno di questi aspetti, valutando il risultato ottenuto dalla stampa a compressione partendo da TNT pre-impregnato. In tal senso sono da indirizzare le prossime investigazioni. Si partirà pertanto dallo studio mediante microscopia ottica: nelle figure 48a, 48b e 48c sono mostrate alcune immagini preliminari di aree superficiali dei TNT *pre-preg*, T1, T2 e T3, che evidenziano il diverso aspetto dei campioni di partenza e confermano, quindi, la necessità di ulteriori analisi in futuro.

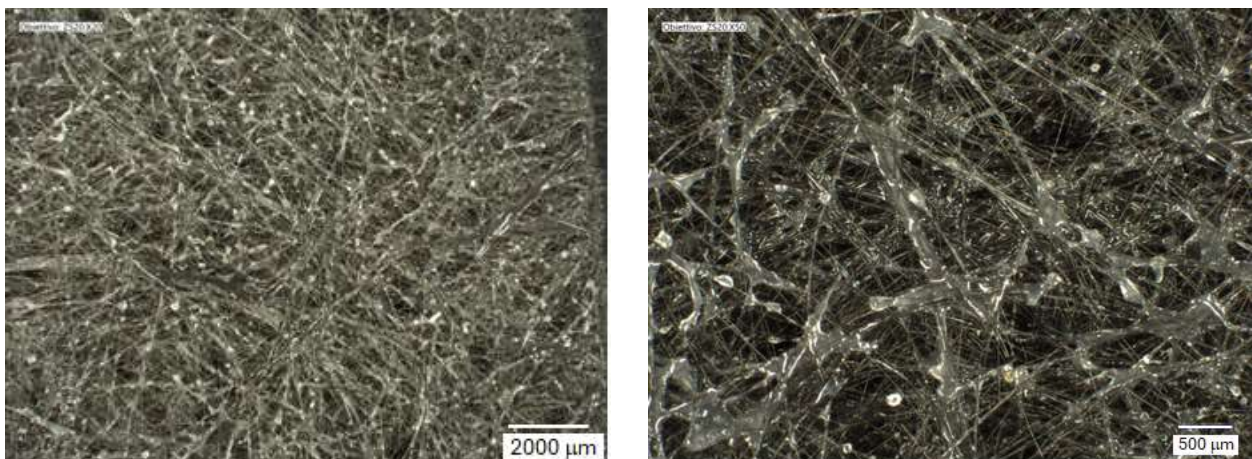


Figura 48a. Immagini a diverso ingrandimento del campione T1 preimpregnato

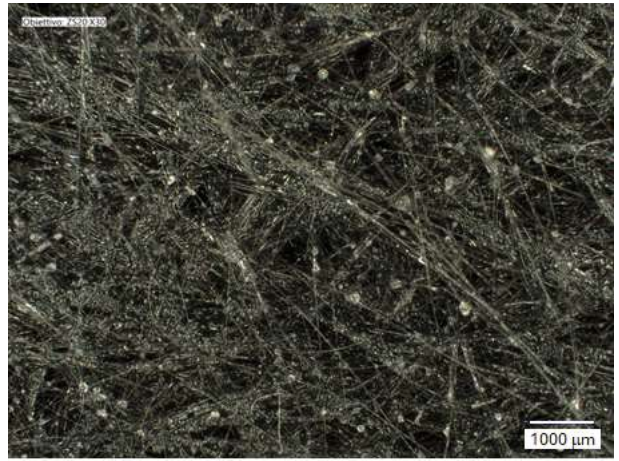
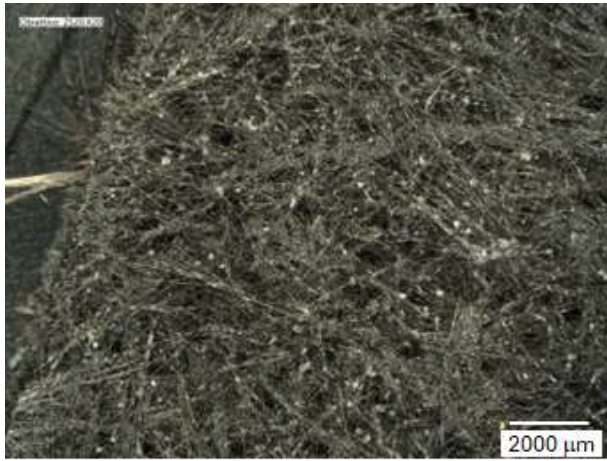


Figure 48b. Immagini a diverso ingrandimento del campione T2 preimpregnato

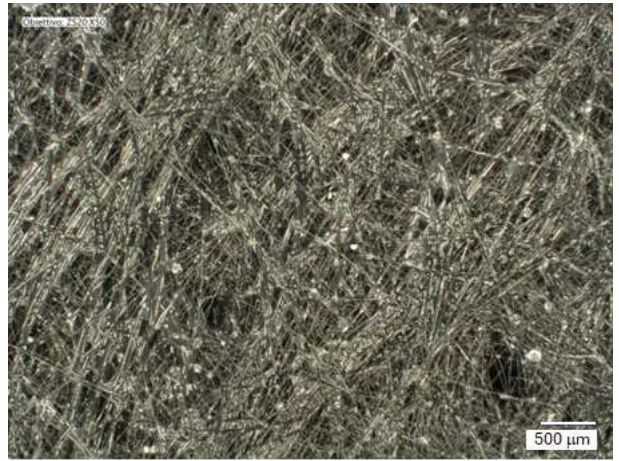
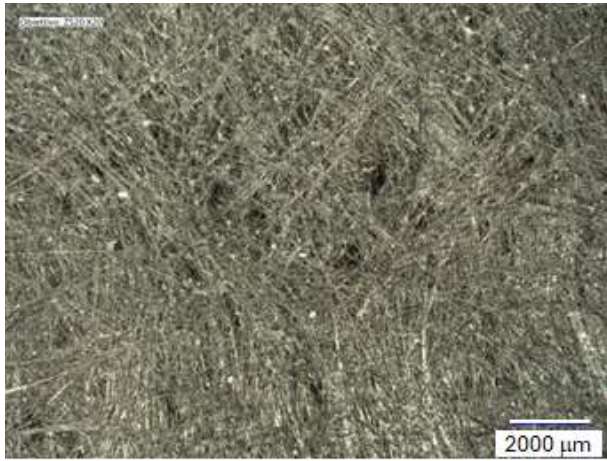


Figure 48c. Immagini a diverso ingrandimento del campione T3 preimpregnato

BIBLIOGRAFIA

- [1] Christiane S R Souza, Geraldo M Cândido, Wellington Alves, José Maria F Marlet and Mirabel C Rezende, *Morphological and mechanical analyses of laminates manufactured from randomly positioned carbon fibre/epoxy resin prepreg scraps*, *Mater. Res. Express* (2017), 4, 105601
- [2] S.-S. Yao, F.-L. Jin, K.Y. Rhee, D. Hui, S.-J. Park, *Recent advances in carbon-fiber-reinforced thermoplastic composites: a review*, *Compos B Eng* (2018), 142, 241-250
- [3] P. Wu, L. Xu, J. Luo, X. Zhang, W. Bian, *Tension-tension fatigue performances of a pultruded carbon fiber reinforced epoxy plate at elevated temperatures*, *Compos Struct* (2019), 215, 421-431
- [4] E.J. Ekoi, A.N. Dickson, D.P. Dowling, *Investigating the fatigue and mechanical behaviour of 3D printed woven and nonwoven continuous carbon fibre reinforced polymer (CFRP) composites*, *Compos B Eng.* (2021), 212, 108704
- [5] Yehia F. Khalil, *Eco-efficient lightweight carbon-fiber reinforced polymer for environmentally greener commercial aviation industry*, *Sustainable Production and Consumption* (2017), 12, 16-26, <https://doi.org/10.1016/j.spc.2017.05.004>
- [6] A. Al-Lami, P. Hilmer, M. Sinapius, *"Eco-efficiency assessment of manufacturing carbon fiber reinforced polymers (CFRP) in aerospace industry"*, *Aero Sci Technol* (2018), 79, 669-678
- [7] N. Hiremath, S. Young, H. Ghossein, D. Penumadu, U. Vaidya, M. Theodore, *Low cost textile-grade carbon-fiber epoxy composites for automotive and wind energy applications*, *Compos B Eng.* (2020), 198, 108156
- [8] Jin Zhang, Gang Lin, Uday Vaidya, Hao Wang, *Past, present and future prospective of global carbon fibre composite developments and applications*, *Composites Part B: Engineering* (2023), 250, 110463, <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.110463>
- [9] Alaeddin Burak Irez, | Hasan Yakar, Katharina, *Transformation of waste carbon fiber prepreg into sustainable composites: Application in the automotive industry components*, *Polymer Composites* (2024), 45, 9471-9486
- [10] Heilos, Holger Fischer, Marcel Hofmann and Andrea Miene, *Nonwoven made of recycled Carbon fibres (rCF) used for production of sophisticated Carbon fibre-reinforced plastics"*, *Fibres and Textiles* (2020), 3, 65-75
- [11] D. May, C. Goergen, K. Friedrich, *Multifunctionality of polymer composites based on recycled carbon fibers: A review*, *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research* (2021), 4, 70-81
- [12] F. Goethals, E. Demeyer, I. De Schrijver, M. Vanneste, *Pretreating Recycled Carbon Fiber Nonwoven with a Sizing Formulation to Improve the Performance of Thermoplastic Recycled Fiber-Reinforced Composites Polymers* (2024), 16, 561 <https://doi.org/10.3390/polym16040561>
- [13] Mehdikhani M, Gorbatiikh L, Verpoest I, Lomov SV, *Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance*, *Journal of Composite Materials* (2019), 53(12), 1579-1669 <https://doi:10.1177/0021998318772152>
- [14] Z.C. He, S.L. Huo, Eric. Li, H.T. Cheng, L.M. Zhang, *Data-driven approach to characterize and optimize properties of carbon fiber non-woven composite materials*, *Composite Structures* (2022), 297, 115961, <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2022.115961>
- [15] D. Dixit, R. Pal, G. Kapoor, M. Stabenau, *Lightweight composite materials processing*, Editor(s): Ashok Bhatnagar, *In Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering, Lightweight*

Ballistic Composites (Second Edition), Woodhead Publishing, 2016, 157-216, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100406-7.00006-4>

- [16] Sobri, S.A., Heinemann, R., Whitehead, D. (2020). *Carbon Fibre Reinforced Polymer (CFRP) Composites: Machining Aspects and Opportunities for Manufacturing Industries*. In: Siddiquee, S., Gan Jet Hong, M., Mizanur Rahman, M. (eds) *Composite Materials: Applications in Engineering, Biomedicine and Food Science*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-45489-0_2.
- [17] M.N.M. Azlin, S.M. Sapuan, E.S. Zainudin, M.Y.M. Zuhri, R.A. Ilyas, Chapter 3 - *Natural Poly(lactic Acid)-Based Fiber Composites: A Review*, Editor (s): Faris M. Al-Oqla, S.M. Sapuan, *Advanced Processing, Properties, and Applications of Starch and Other Bio-Based Polymers*, Elsevier, 2020, Pages 21-34, ISBN 9780128196618, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819661-8.00003-2>.
- [18] Mallick, P.K. (2007). *Fiber-Reinforced Composites: Materials, Manufacturing, and Design, Third Edition (3rd ed.)*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781420005981>.
- [19] Mallick, P.K. (2017). *Processing of Polymer Matrix Composites (1st ed.)*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781315157252>.
- [20] C. Park, *Compression molding in polymer matrix composites*, Woodhead Publishing (2012), pp. 47 - 93. In book: *Manufacturing Techniques for Polymer Matrix Composites (PMCs)*, Publisher: Woodhead, Publishing Editors: Suresh G. Advani and Kuang-Ting Hsiao, DOI: 10.1016/B978-0-85709-067-6.50003-1.
- [21] Prof. Antonio Licciulli; *Lezione numero 12 del corso di "Scienza e Ingegneria dei Materiali"*, Università del Salento, <https://sites.google.com/unisalento.it/ingegneria-dei-materiali/lezioni?authuser=0>.
- [22] Gay, D., Hoa, S.V., & Tsai, S.W. (2002). *Composite Materials: Design and Applications (1st ed.)*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781420031683>.
- [23] Prof. Daniele Fanteria, *Appunti del corso di Tecnologia Delle Costruzioni Aeronautiche*, Università di Pisa.
- [24] Yu, H., Longana, M.L., Jalalvand, M., Wisnom, M.R., Potter, K.D., *Pseudo-ductility in intermingled carbon/glass hybrid composites with highly aligned discontinuous fibres*, *Composites: Part A* (2015), Doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.02.014>.
- [25] Tim. J. Aspinall, Emmajane L. Erskine, Derek Taylor, and Rory M. Hadden, *Influence of thermal exposure and carbon fibre orientation on the post-fire tensile behaviour of CFRP laminates*. *Defence and Security Doctoral Symposium, Cranfield University, Shrivenham, 9-10 Nov 2022.*, pp.1-13.
- [26] Amit Kumar, Kamal Sharma, Amit Rai Dixit, *Tensile, flexural and interlaminar shear strength of carbon fiber reinforced epoxy composites modified by graphene* *Polymer Bulletin* (2023) 80:7469-7490, <https://doi.org/10.1007/s00289-022-04413-w>.
- [27] Pemberton. Rg, Edset, D And Gower, *NPL Report MN 12 "Optimisation of acid digestion conditions for volume fraction measurements of hard to digest fibre-reinforced polymer composites"* <https://doi.org/10.47120/npl.MN12>
- [28] J. E. Little, X. Yuan, and M. I. Jones. *Characterisation of voids in fibre reinforced composite materials*. *NDT & E International*, 46:122-127, 2012.
- [29] Géraldine Oliveux, Luke O. Dandy, Gary A. Leeke, "Current status of recycling of fibre reinforced polymers: Review of technologies, reuse and resulting properties", *Progress in Materials Science* (2015), 72, 61-99
- [30] Jakob Wölling, Maren Schmiege, Frank Manis and Klaus Drechsler, "Nonwovens from recycled carbon fibres - comparison of processing technologies", *Procedia CIRP* (2017), 66, 271 - 276

- [31] F. Goethals, E. Demeyer, I. De Schrijver, M. Vanneste, "Pretreating Recycled Carbon Fiber Nonwoven with a Sizing Formulation to Improve the Performance of Thermoplastic Recycled Fiber-Reinforced Composites", *Polymers* (2024), 16, 561 - <https://doi.org/10.3390/polym16040561>
- [32] F. Manis, G. Stegschuster, J. Wölling, S. Schlichter, "Influences on Textile and Mechanical Properties of Recycled Carbon Fiber Nonwovens Produced by Carding", *J. Compos. Sci.* (2021), 5, 209 <https://doi.org/10.3390/jcs5080209>
- [33] William T. Edwards, Patricio Martinez & Steven R. Nutt, "Process robustness and defect formation mechanisms in unidirectional semipreg", *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science* (2020), 6(4), 198-211, DOI:10.1080/20550340.2020.1834789.

ENEA
Servizio Promozione e Comunicazione
www.enea.it

Stampa: Laboratorio Tecnografico ENEA - C.R. Frascati
maggio 2025