

**F. DE PASCALIS, M. NACUCCHI
D. MARSEGLIA, S. CHIOZZI**

Dipartimento Sostenibilità dei Sistemi Produttivi e Territoriali
Divisione Tecnologie e Processi dei Materiali per la Sostenibilità
Laboratorio Materiali Funzionali e Tecnologie
per Applicazioni Sostenibili
Centro Ricerche di Brindisi

ANALISI MORFOLOGICA/STRUTTURALE DI SCHIUME POLIMERICHE MEDIANTE MICRO-TOMOGRAFIA A RAGGI X E TEST MECCANICI IN SITU

RT/2017/3/ENEA



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

F. DE PASCALIS, M. NACUCCHI
D. MARSEGLIA, S. CHIOZZI

Dipartimento Sostenibilità dei Sistemi Produttivi e Territoriali
Divisione Tecnologie e Processi dei Materiali per la Sostenibilità
Laboratorio Materiali Funzionali e Tecnologie
per Applicazioni Sostenibili
Centro Ricerche di Brindisi

ANALISI MORFOLOGICA/STRUTTURALE DI SCHIUME POLIMERICHE MEDIANTE MICRO-TOMOGRAFIA A RAGGI X E TEST MECCANICI IN SITU

RT/2017/3/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 <http://www.enea.it/it/produzione-scientifica/rapporti-tecnici>

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.

ANALISI MORFOLOGICA/STRUTTURALE DI SCHIUME POLIMERICHE MEDIANTE MICRO-TOMOGRRAFIA A RAGGI X E TEST MECCANICI IN SITU

F. De Pascalis, M. Nacucchi, D. Marseglia, S. Chiozzi

Riassunto

Schiуме di materiale polimerico sono comunemente impiegate in numerose applicazioni e settori industriali. Grazie alle loro proprietà termiche e meccaniche e alla loro leggerezza (alto rapporto superficie/volume) esse sono largamente usate per realizzare materiali isolanti, strati protettivi in caso di urti, galleggianti, imbottiture per mobili e altro. Le loro proprietà non dipendono solo dalla composizione chimica del materiale di base, ma sono fortemente influenzate dalla struttura tridimensionale delle celle. La tomografia computerizzata a raggi X appare la tecnica d'indagine più adatta all'analisi delle schiуме, per via delle note proprietà di penetrazione dei raggi X, capaci conseguentemente di fornire informazioni sia sulla struttura interna che sulla superficie degli oggetti esaminati. A differenza però delle schiуме metalliche, nel caso di quelle polimeriche la ricostruzione dei dettagli strutturali più fini è ostacolata dal basso contrasto nelle immagini dovuto al debole assorbimento dei raggi X nel polimero; pertanto, la scelta delle condizioni sperimentali più appropriate è critica. Lo scopo di questo rapporto tecnico è mostrare come sia stato possibile eseguire una completa analisi della microstruttura della schiума esaminata, caratterizzando accuratamente la sua porosità interna, partendo dai dati tomografici, utilizzando sofisticate tecniche di elaborazione di immagini. Allo scopo è stato utilizzato il software di visualizzazione e analisi 3D Avizo Fire, insieme ad un software applicativo realizzato dagli autori. Inoltre, l'analisi tomografica è stata usata anche per valutare le proprietà meccaniche e strutturali delle schiуме sottoposte a test di compressione in situ. Quest'ultimo tipo di analisi è stato possibile grazie a una cella di carico integrabile con lo scanner tomografico. Questo insieme strumentale costituisce una importante risorsa ENEA per l'analisi di oggetti aventi una complessa geometria interna come le schiуме del caso esaminato o parti finite realizzate mediante processi di fabbricazione additivi.

Parole chiave: Tomografia X, schiуме polimeriche, elaborazione digitale immagini

Abstract

Foams of polymeric material are commonly employed in different types of applications and industrial fields. Thanks to their thermal and mechanical properties and their lightness (high surface/volume ratio), they are widely used in the manufacture of insulating materials, absorbing layers for impact protection, floats, furnishings etc. Their properties strongly depend on the three-dimensional cell structure. X-ray computed tomography appears as the more suitable analysis technique to characterize the foams. In fact, thanks to the high depth of penetration of X-rays, it is able to provide complete information on the internal structure of the analyzed objects, as well as on their outer surfaces. Unlike metallic foams, however, the resolution of the reconstructed structural features is hampered by the weak X-ray absorption in the polymer, giving as a result low contrast images. For this reason, the fine tuning of the experimental conditions is critical. The intent of this report is to show how it was possible to carry out a thorough microstructural investigation of these materials and to accurately characterize their internal porosity, starting from the tomographic dataset and employing advanced image processing techniques. The 3D visualization and analysis software Avizo Fire, combined with a custom-made application software, was used. Furthermore, the tomographic analysis has been used to evaluate the mechanical and structural properties of the foams subjected to in situ compression loading. The latter analysis was possible thanks to a particular compression stage integrated with the CT system. The complete system constitutes a powerful facility suitable for the analysis of items having a complex internal geometry like foams - as in this case study - or parts built by additive manufacturing processes

Keywords: X-ray tomography, Polymeric foams, digital image processing

INDICE

1. INTRODUZIONE	7
2. CAMPIONI ANALIZZATI	7
3. MICRO-TOMOGRAFIA A RAGGI X	8
4. TEST DI COMPRESSIONE IN SITU	10
5. ANALISI DEI DATASET TOMOGRAFICI	12
6. CONCLUSIONI	18
RINGRAZIAMENTI	18
BIBLIOGRAFIA	19

1. INTRODUZIONE

Schiume di materiale solido, sia che si tratti di metallo, materiale organico o polimerico sono ormai largamente presenti in diversi tipi di applicazioni e settori industriali. Grazie alle loro proprietà termiche, meccaniche e alla loro caratteristica leggerezza (alto rapporto superficie/volume) trovano largo impiego nella realizzazione di materiali isolanti, dispositivi di protezione da impatto, masse galleggianti, elettrodi per batterie e altro. In questo report mostriamo come una indagine micro-tomografica in combinazione con un software di visualizzazione e analisi di immagini 3D (Avizo Fire) risulti essere uno strumento dall'enorme potenziale nell'analisi e caratterizzazione delle schiume polimeriche. La tomografia computerizzata ad alta risoluzione è divenuta un potente strumento di indagine che sfruttando il potere penetrante dei raggi X consente di ottenere informazioni complete non solo sulla superficie del campione, ma anche sulla sua struttura e morfologia interna. In particolare, dimostreremo come a partire dai dataset tomografici, sia possibile mediante tecniche di elaborazione di immagini riuscire ad effettuare una indagine microstrutturale completa di questi materiali, riuscendo a caratterizzarne in maniera dettagliata la porosità interna [1, 2 e 3]. Le schiume polimeriche flessibili come quelle oggetto del presente studio sono generalmente impiegate nelle imbottiture di materassi, sedie o poltrone, e le loro caratteristiche fisiche e meccaniche dipendono non solo dalla composizione chimica del materiale di base ma sono anche fortemente influenzate dalla particolare microstruttura. In questo lavoro, l'analisi tomografica è estesa inoltre alle stesse schiume sottoposte a compressione in situ, sfruttando una possibilità ancora poco diffusa [1]. L'analisi in situ è possibile grazie ad una particolare cella di carico integrabile con il tomografo.

Per completezza, va detto che, oltre alla tomografia X, esistono altre tecniche sperimentali che possono essere usate per esaminare la struttura delle schiume flessibili, come la risonanza magnetica nucleare MRI [4] e la microscopia confocale [5]. Entrambe presentano però delle lacune; in particolare la MRI molto spesso non raggiunge un contrasto adeguato a meno di non prevedere l'utilizzo di un liquido di contrasto. A sua volta però il liquido può alterare le proprietà meccaniche della schiume rendendo questa tecnologia non adeguata nell'uso combinato con una indagine in compressione. La microscopia confocale ha, invece, come suo limite principale l'impossibilità di misurare zone interne del campione; con tale tecnica infatti si possono visualizzare solo gli strati superficiali.

2. CAMPIONI ANALIZZATI

In questo studio abbiamo preso in considerazione quattro campioni di schiume polimeriche flessibili caratterizzate da formulazione e densità apparente diverse. Sigla e densità dei campioni sono indicate nella tabella 1. L'obiettivo è quello di analizzarne la struttura interna sia in condizioni di riposo, che dopo averle sottoposte ad un carico di compressione. Le proprietà meccaniche, ovvero la risposta agli stress meccanici, dipende infatti non solo alla composizione chimica del materiale di base, ma anche dalla particolare morfologia della schiuma.



Figura 1: schiume polimeriche analizzate, da sinistra a destra: AU_TQ, AU_RIF, AU_LUP, AU_7N

Formulazione	sigla	Densità (Kg/m³)
45 AU riferimento	AU_RIF	46,4 ± 1,3
45 AU tal quale laboratorio	AU_TQ	48,0 ± 2,3
45 AU lupranol balance 50	AU_LUP	49,8 ± 1,9
AU formulazione 7N	AU_7N	44,46 ± 0,31

Tabella 1: sigla e densità dei campioni analizzati

3. MICRO-TOMOGRAFIA A RAGGI X

La caratterizzazione morfologica delle schiume è avvenuta utilizzando il sistema tomografico ad alta risoluzione GE Phoenix Nanotom s (fig. 2). Il tomografo è dotato di un tubo a raggi X a nano-fuoco con tensione massima di 180KV e potenza di 15W, e di un sofisticato detector piano Hamamatsu composto da 2300x2300 pixel, con un *pixel pitch*, *P*, pari a 50µm.

I campioni polimerici da esaminare presentano uno scarso coefficiente di assorbimento che li rende trasparenti ai raggi x più energetici; pertanto, abbiamo deciso di utilizzare un target di molibdeno in grado di emettere un fascio di radiazioni con una banda energetica sufficientemente bassa tale da garantire un adeguato contrasto. La tensione di accelerazione è stata impostata a 40KV, mentre la corrente del fascio elettronico è stata posta uguale a 230µA. Per ogni scansione sono state registrate 2400 radiografie, con un passo angolare di 9 primi d'arco; il tempo totale di acquisizione è stato di circa 2h40min.

Il campione analizzato ed il detector sono stati posizionati ad opportuna distanza dal tubo, (rispettivamente indicata come FOD o FDD) in modo tale da ottenere un ingrandimento geometrico $M=FDD/FOD$ pari a 8.3 ed una conseguente risoluzione (P/M) di 6µm. Tutti i parametri strumentali della scansione sono riportati nella tabella 2.

L'intero stack radiografico è elaborato mediante il software proprietario GE Datos|x al fine di generare le sezioni virtuali trasversali e la ricostruzione 3D dell'oggetto acquisito.

Ogni campione è stato acquisito in condizioni di riposo e, successivamente, a valle di una prova di compressione (deformazione pari al 50%). Il test di compressione è stato effettuato mediante una cella di carico Deben da 500N ottimizzata in modo da potersi integrare con il sistema-CT (fig. 2).

In figura 3 è riportata l'immagine delle sezioni trasversali della schiuma AU_LUP a riposo e quindi sottoposta a schiacciamento. Da una prima e veloce analisi delle sezioni si nota come le celle della schiuma sono caratterizzate dalla classica forma sferoidale, con una direzione principale di sviluppo (vedere le sezioni YZ e XY) lungo l'asse Y. Inoltre, come ci si poteva attendere, la compressione genera un collasso delle celle stesse che assumono una struttura più irregolare e caotica, rendendo la schiuma più compatta e densa [6].

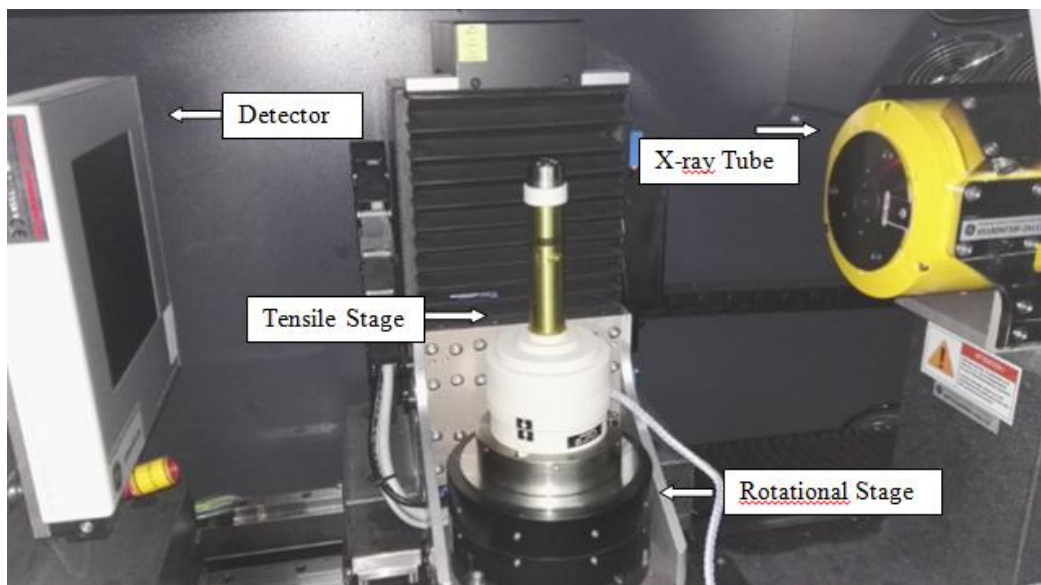
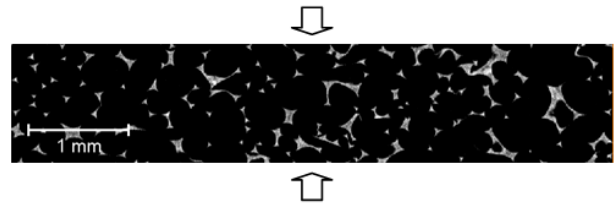
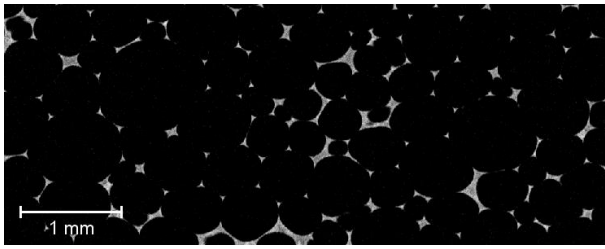


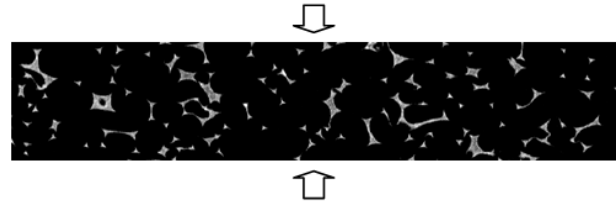
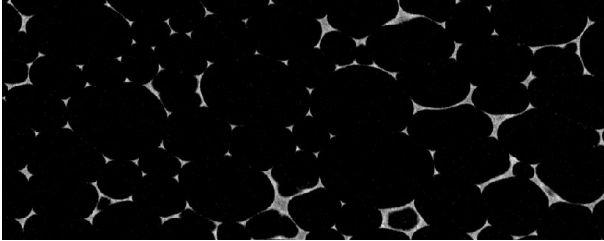
Figura 2: Nanotom-s CT e suoi componenti principali.

Tubo radiogeno			
Target usato: C/W	Tensione: 40 kV	Corrente: 230µA	Filtro:No
Detector			
Area detector: 2284 x2284 pixel	Binning mode: 1 x 1		
Tempo d'integrazione: 1 sec	Numero di immagini mediate per ogni proiezione: 3		
Geometria			
Ingrandimento geometrico 8.3 volte	Risoluzione nominale: 6 µm		
Numero di immagini: 2400			

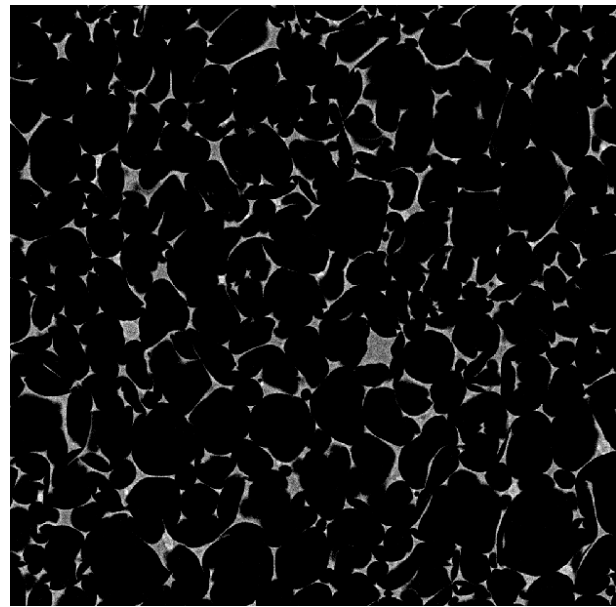
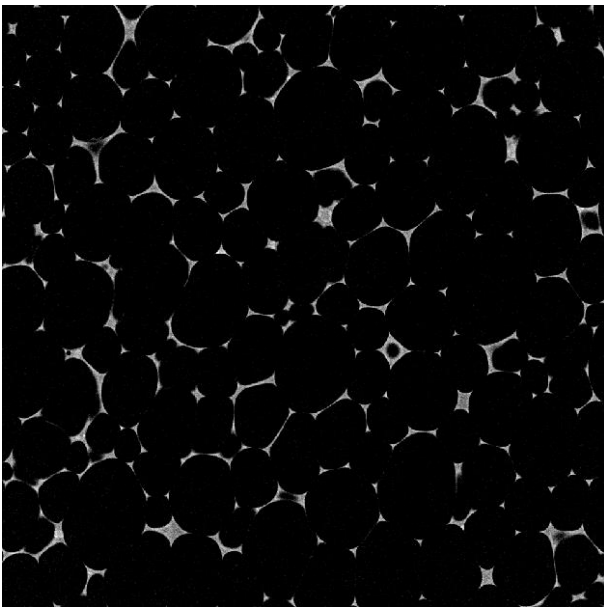
Tabella 2: condizioni sperimentali



Sezioni XZ



Sezioni YZ



Sezioni XY

Figura 3: AU_LUP; sezioni trasversali del campione in condizioni di riposo (sinistra) e a valle del test di compressione (destra)

4. TEST DI COMPRESSIONE IN SITU

L'apparato sperimentale impiegato per i test di compressione è rappresentato da una cella di carico Deben da 500 N ottimizzata per micro-CT, che permette di eseguire prove statiche di trazione e compressione e test a temperatura, in un range compreso tra -20 e +50°C. L'esecuzione di prove di questo tipo consente una immediata interpretazione del comportamento meccanico dei materiali ed il monitoraggio delle loro variazioni sotto carico. La limitazione principale riguarda le dimensioni del provino, in quanto la sua altezza non può superare 10 mm per poter essere alloggiata all'interno della cella di carico.

Nel presente lavoro i campioni sono stati sottoposti, secondo quanto previsto dalla norma ASTM D 3574 “Standard Test Methods for Flexible Cellular Materials – Slab, Bonded, and Molded Urethane Foams”, ad un livello di deformazione pari al 50% della loro dimensione iniziale ed è stata impiegata una velocità di applicazione del carico pari a 2 mm/min. Tale valore elevato della velocità di applicazione del carico fa sì che durante il test non vi siano “assestamenti” da parte del materiale testato, consentendone quindi lo studio nelle condizioni iniziali. La forma dei provini è quella di un parallelepipedo a base quadrata con altezza di 5 mm e spigolo di base con una lunghezza di 8 – 9 mm circa, a seconda del provino. La temperatura è stata mantenuta costante a 24 °C durante tutta l’esecuzione delle prove in situ.

Nella tabella 3 sono mostrati i risultati ottenuti a seguito delle prove di compressione in situ. Media e scarto sono calcolati su 9 provini. Nella prima colonna invece sono indicati i valori misurati su campioni di dimensioni conformi a quanto prevede la norma tecnica citata. I test di compressione standard sono stati eseguiti presso il consorzio CETMA.

Schiuma	Resistenza a Compressione (kPa)	Resistenza a compressione <i>in situ</i> (kPa)	Differenza relativa (%)
AU_RIF	4.81 ± 0.08	6.1 ± 1.0	27
AU_TQ	5.48 ± 0.39	6.9 ± 1.4	25
AU_LUP	5.21 ± 0.17	6.88 ± 0.59	32
AU_7N	4.98 ± 0.33	7.9 ± 1.3	57

Tabella 3: Risultati prove di compressione *in situ* sulle schiume polimeriche e confronto con quelli di prove standard.

Tranne che nell’ultimo caso, i risultati ottenuti sono in linea con quelli delle prove eseguite su campioni di dimensioni maggiori come previsto dalla norma e oggetto di una pubblicazione più estesa in corso di scrittura sulle proprietà meccaniche delle schiume analizzate. Esiste comunque una differenza relativa approssimativamente del 30% tra questi risultati in situ e quelli ottenuti nel pieno rispetto della norma. Questa differenza relativa è sicuramente imputabile alla ridotta dimensione dei campioni sottoposti a prove meccaniche in situ. Anche la deviazione standard relativamente alta che caratterizza le misure in situ è una conseguenza delle piccole dimensioni dei campioni e del conseguente maggior peso delle fluttuazioni nella struttura.

Le misure al nano-tomografo sono state effettuate sia prima dell’applicazione del carico che sul campione deformato, mantenendo costante durante tutta la scansione il valore della deformazione raggiunto al termine della prova.

5. ANALISI DEI DATASET TOMOGRAFICI

Per l'elaborazione dei dataset tomografici è stato impiegato il software Avizo 8 Fire (FEI Company). La procedura di segmentazione ed identificazione dei pori si avvale dei seguenti passi di elaborazione:

- 1) Binarizzazione dell'immagine (BT): si effettua una prima segmentazione stabilendo un valore di soglia (thresholding) con l'intento di separare i pori dal resto del materiale. Il valore di soglia è scelto analizzando l'istogramma dei valori di intensità dell'intero dataset. Poiché l'istogramma mostra un andamento bimodale, il valore di soglia è stato fatto coincidere con l'ascissa del minimo relativo tra i due picchi di distribuzione. La BT produce una immagine binaria contenente solo due valori, nel nostro caso 0 per il materiale (zone nere in fig. 4b) e 1 per i *voids* (zone in azzurro in fig. 4b).
- 2) Distance Map Transform (DMT): attraverso questo algoritmo l'immagine binaria viene convertita in una immagine in scala di grigio in cui i punti assegnati alle celle assumono una intensità proporzionale alla loro distanza dalla struttura della schiuma (fig. 4c). Più nello specifico, la trasformazione utilizzata è stata quella di chamfer [7].
- 3) H-maxima Transform (HMT) [7]: è facile notare come i punti di massimo ottenuti applicando la DMT costituiscano il punto centrale della rispettiva cella. L'utilizzo di tali estremi come origine del processo di separazione "Watershed" spesso porta ad una sovrastima del numero dei pori. Per ovviare al problema, l'immagine DTM viene prima filtrata per il tramite del filtro H-maxima. Tale strumento tende a sopprimere tutti i massimi relativi la cui profondità è al di sotto di un certo fattore di contrasto impostato dall'utente ($h=2$).
- 4) Watershed transformation: è un classico algoritmo di segmentazione che sfrutta due immagini, l'inversa della DTM ed i punti di massimo dell'immagine prodotta dalla HMT, per generare un processo di elaborazione atto a partizionare l'immagine nelle due sue componenti (parte solida fig. 4d, e voids fig. 4e) [7]
- 5) Border Removing: vengono applicate una serie di trasformazioni morfologiche che consentono di scartare le celle incomplete tagliate dai bordi delle immagini [7]. Queste celle incomplete possono infatti alterare i dati statistici.

Una volta segmentate le celle, è possibile studiarne la geometria e morfologia. Nelle figure 5 e 6 si può osservare il *volume rendering* delle schiume e delle relative cavità ottenute dal processo di segmentazione; ad ogni poro è associato un colore proporzionale al corrispondente volume. Per ogni cella sono stati calcolati i seguenti parametri:

Volume (V): ottenuto sommando il numero dei pixel costituenti ogni cella

Anisotropia: $An = \left(1 - \frac{\lambda_{min}}{\lambda_{max}}\right)$; λ_{max} e λ_{min} rispettivamente autovalore minimo e massimo della matrice di covarianza.

Sfericità: $S = \frac{\frac{1}{\pi^3}(6V)^{\frac{2}{3}}}{A}$; A=superficie della cella

Diametro equivalente: $EqD = \left(\frac{6V}{\pi}\right)^{\frac{1}{3}}$

La tabella 4 riassume i risultati ottenuti. Le schiume analizzate presentano caratteristiche morfologiche molto simili, con un numero confrontabile di pori (412-548) caratterizzati per lo più dalla stessa dimensione (il volume medio assume valori tra 0.078 e 0.096 mm³). L'unica eccezione è stata riscontrata nel campione AU_7N (volume medio pari a 0.050 mm³, con circa 900 pori). Tale differenza andrebbe indagata e confermata da indagini più approfondite. Per una analisi più esaustiva si sarebbero infatti dovute effettuare diverse acquisizioni per ogni campione in modo da avere una statistica più attendibile, cosa che però avrebbe richiesto un impegno sproporzionato al valore essenzialmente dimostrativo del presente studio. La similarità nella struttura delle diverse schiume è confermata anche da valori piuttosto simili della resistenza a compressione misurata nelle prove meccaniche (tab. 3). Anche in questo la schiuma 7N comunque si differenzia dalle altre, offrendo una maggiore resistenza alla deformazione. Si noti inoltre come l'applicazione del carico determini, in ogni schiuma, una riduzione non solo del numero di voids, ma anche del relativo valore medio. Questo dato è plausibile ed è probabilmente spiegabile da un lato con l'occlusione delle celle più piccole e dall'altro dal collasso delle pareti e relativo fenomeno di buckling [8]. Dai dati in tabella si evidenzia, inoltre, nelle schiume compresse una riduzione percentualmente bassa (inferiore al 20%) del numero di celle, e nel contempo una diminuzione molto più marcata del volume medio delle stesse (superiore al 50%), che conferma l'approcciarsi della trasformazione del materiale in uno meno poroso, ma più compatto e denso. Il livello di porosità, calcolato come rapporto tra il volume totale dei pori e il volume dell'intero campione, passa dal 90% a riposo a circa l'80% in compressione. Si può infine notare come il valore medio dell'anisotropia dei pori aumenti nelle schiume deformate a causa di uno schiacciamento ed appiattimento degli stessi.

In condizioni di riposo le celle sono chiaramente assimilabili ad una forma sferoidale, pertanto ognuna di esse può essere approssimata con un ellissoide equivalente. E' stato quindi sviluppato un software ad hoc, basato sulle librerie grafiche VTK, in grado di determinare, mediante il calcolo della matrice di covarianza, gli autovalori principali e i tre corrispondenti autovettori [3,9]. Il software infine genera un rendering 3D (fig. 7) e dei diagrammi polari utili a comprendere e a caratterizzare l'anisotropia delle celle. La visualizzazione 3D è ottenuta rappresentando con una freccia la direzione dell'asse principale maggiore di ogni cella, mentre il diagramma polare è ottenuto costruendo un grafico con i punti di proiezione dello stesso asse proiettati sul piano XZ. I colori sono stati associati ai valori di anisotropia, rosso per celle con morfologia all'incirca sferica e blu per le celle caratterizzate da un forte allungamento. Da una analisi dei diagrammi polari si nota, inoltre, come in condizioni di riposo i pori presentano una direzione privilegiata di sviluppo lungo l'asse Y (accumulazione dei punti nell'origine del diagramma polare). La schiuma sottoposta a compressione presenta, invece, celle con una morfologia molto meno regolare e l'approssimazione ad un ellissoide equivalente (per quanto meno attendibile) denota un andamento più eterogeneo e la perdita della direzione principale di sviluppo.

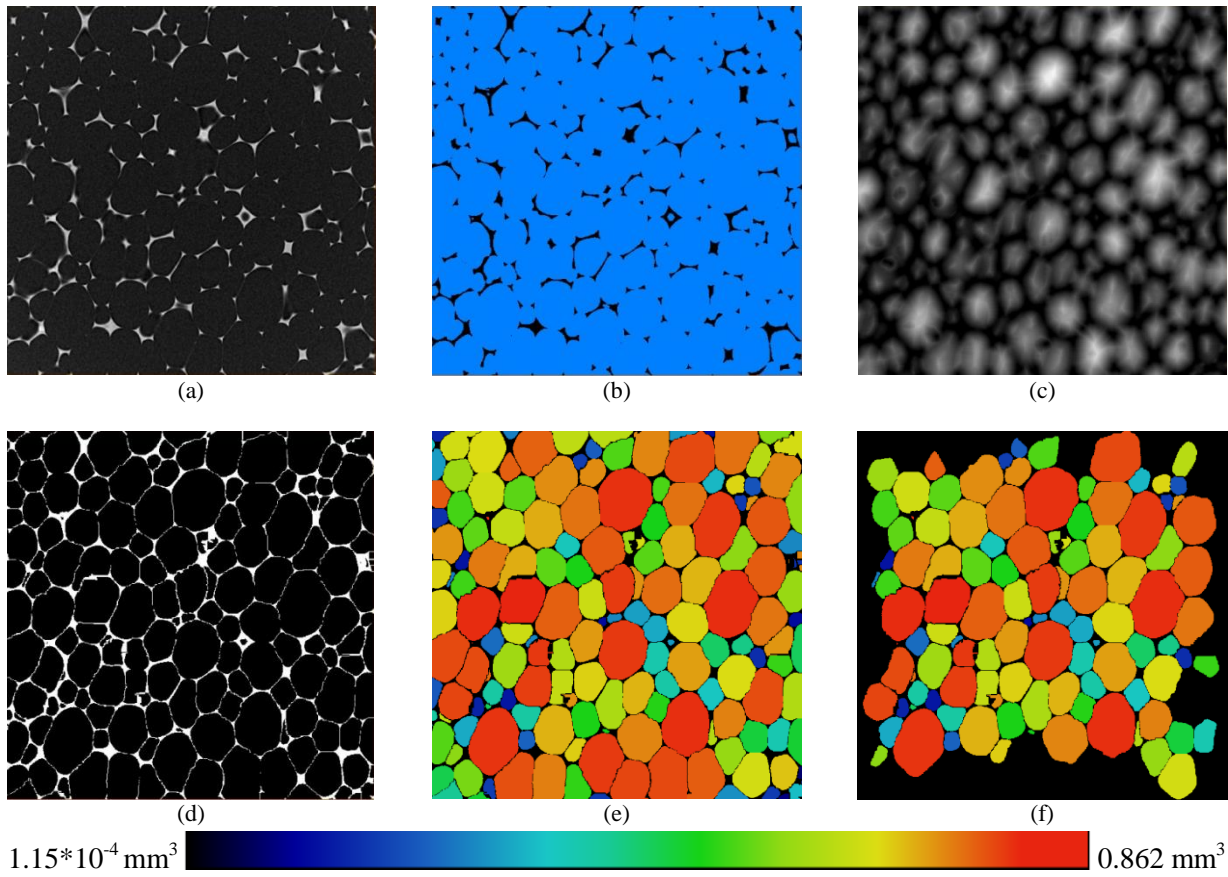


Figura 4. AU_LUP; Algoritmo di segmentazione e labeling: (a) sezione tomografica in scala di grigio, (b) immagine binaria dopo thresholding, (c) distance map transform, (d) watershed separation, (e) labeling delle celle; (f) border removing.

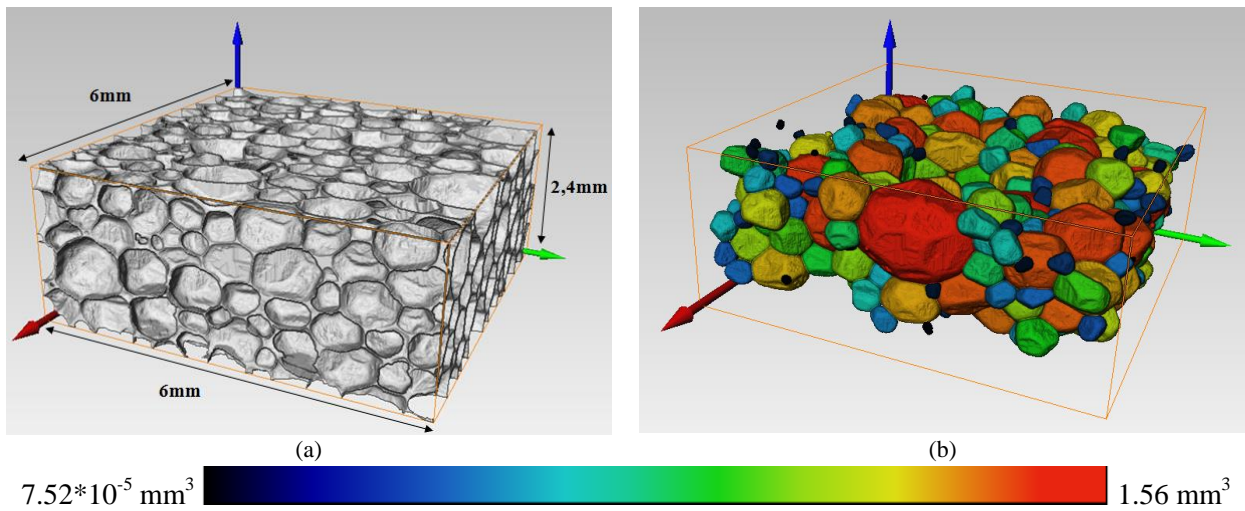


Figura 5: AU_TQ; volume rendering della schiuma a riposo (a) e dei relativi pori (b)

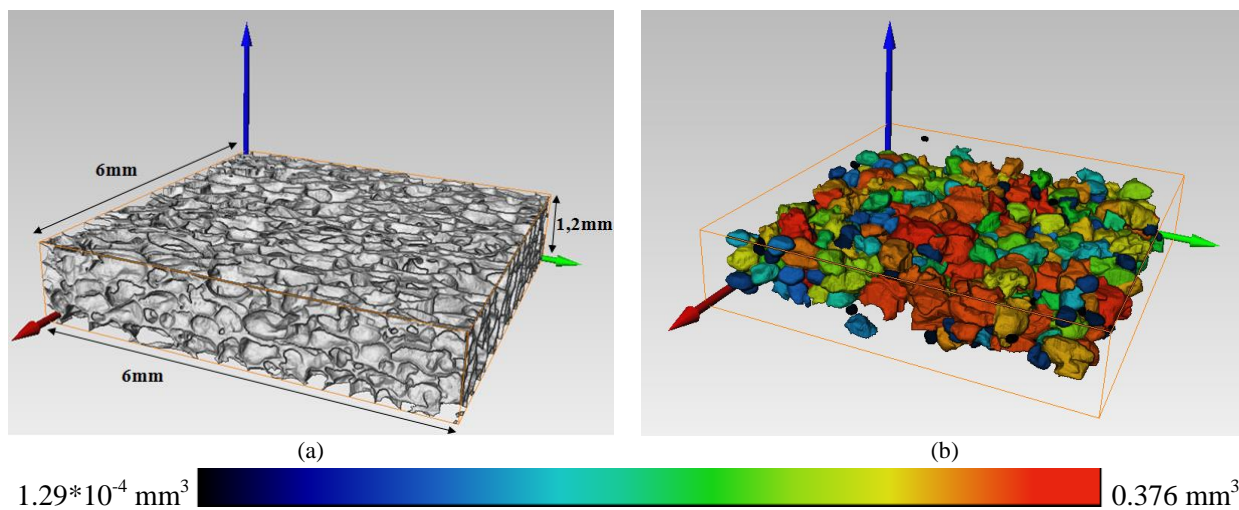


Figura 6: AU_TQ; volume rendering della schiuma soggetta a compressione (a) e dei relativi pori (b)

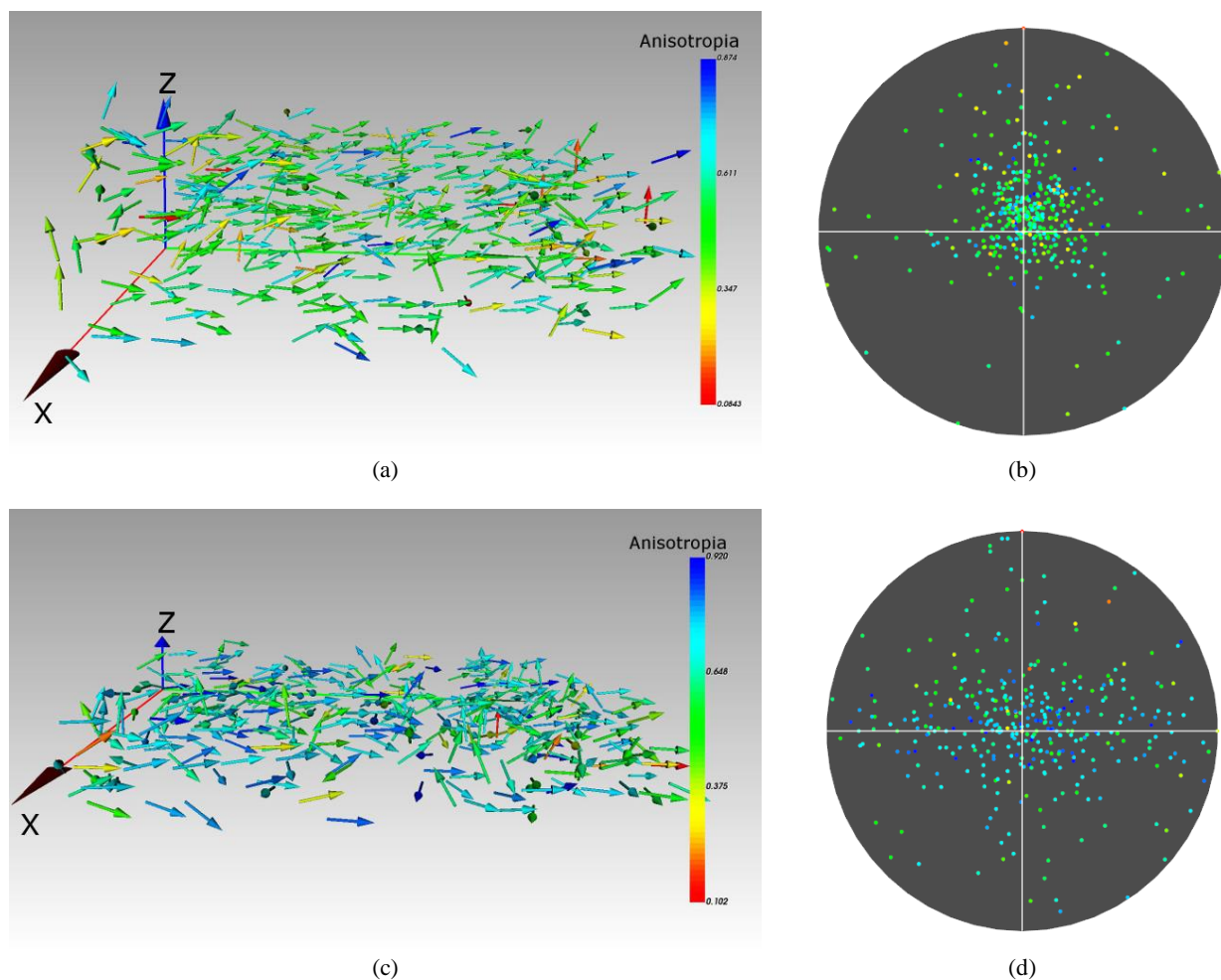


Figura 7: AU_TQ; rendering degli assi principali delle celle con schiuma a riposo (a), in compressione (c) e relativi diagrammi polari (b) e (d)

	V(10⁻³ mm³)	EqD (mm)	S	An
AU_TQ (6x6x2.4 mm³ - 412 celle)				
Average	96	0.471	0.865	0.52
Standard Dev.	144	0.227	0.030	0.14
Median	48	0.452	0.863	0.54
Interquartile range	15.1 – 120.2	0.307 – 0.612	0.847 – 0.878	0.44 – 0.62
AU_TQ in compressione (6x6x1.2 mm³ - 365 celle)				
Average	38.3	0.369	0.745	0.67
Standard Dev.	4.6	0.139	0.093	0.14
Median	23.6	0.356	0.731	0.69
Interquartile range	11.9 – 48.6	0.283 – 0.452	0.683 – 0.801	0.60 – 0.77
AU_RIF (6x6x2.4 mm³ - 548 celle)				
Average	78	0.497	0.869	0.53
Standard Dev.	59	0.136	0.021	0.11
Median	67	0.503	0.873	0.53
Interquartile range	35.0 – 110.7	0.406 – 0.596	0.858 – 0.884	0.46 – 0.60
AU_RIF in compressione (6x6x1.2 mm³ - 422 celle)				
Average	38	0.391	0.698	0.65
Standard Dev.	26	0.101	0.048	0.12
Median	33	0.397	0.696	0.66
Interquartile range	17.4 – 51.4	0.322 – 0.461	0.667 – 0.732	0.58 – 0.74
AU_LUP (6x6x2.4 mm³ - 467 celle)				
Average	91	0.496	0.877	0.57
Standard Dev.	92	0.187	0.026	0.12
Median	67	0.503	0.878	0.57
Interquartile range	25.9 – 127.7	0.367 – 0.625	0.864 – 0.890	0.50 – 0.64
AU_LUP in compressione (6x6x1.2 mm³ - 462 celle)				
Average	30	0.346	0.72	0.66
Standard Dev.	29	0.121	0.10	0.15
Median	22	0.346	0.70	0.69
Interquartile range	9.9 – 39.2	0.266 – 0.421	0.65 – 0.77	0.58 – 0.76
AU_7N (6x6x2.4 mm³ - 902 celle)				
Average	50	0.383	0.877	0.58
Standard Dev.	78	0.177	0.035	0.13
Median	25	0.365	0.876	0.59
Interquartile range	8.4 – 62.6	0.252 – 0.492	0.858 – 0.893	0.51 – 0.66
AU_7N in compressione (6x6x1.2 mm³ - 813 celle)				
Average	18	0.293	0.70	0.66
Standard Dev.	18	0.103	0.11	0.14
Median	12	0.286	0.68	0.68
Interquartile range	6.1 – 25.1	0.227 – 0.363	0.62 – 0.76	0.58 – 0.76

Tabella 4: analisi di porosità e distribuzioni statistiche

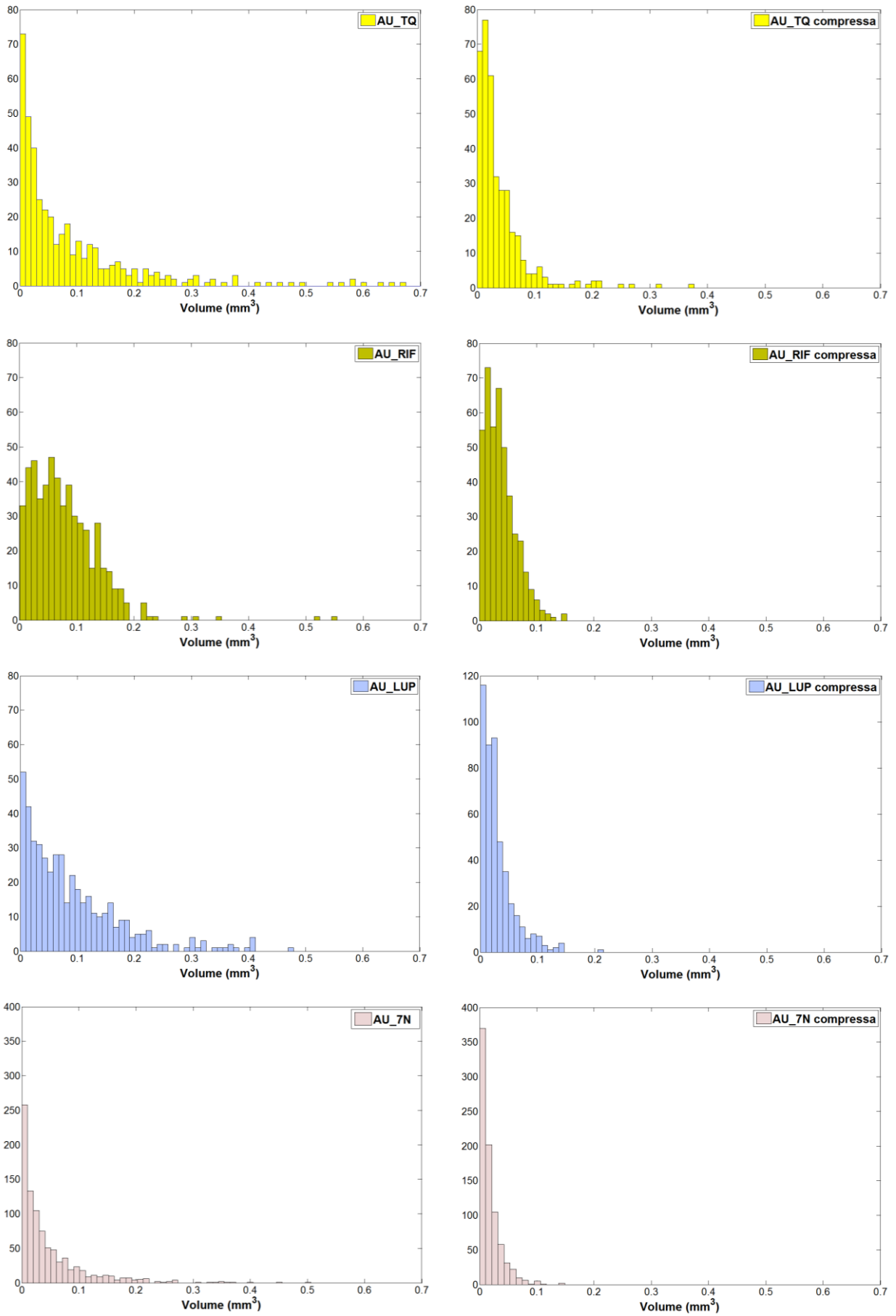


Figura 8: istogramma dei volumi delle celle

6. CONCLUSIONI

In questo lavoro è stata dimostrata l'efficacia di uno strumento d'indagine come la nano-tomografia X nella caratterizzazione e nell'analisi di materiali come le schiume polimeriche. In particolare, viene descritta una procedura di analisi per lo studio e la caratterizzazione della morfologia delle celle e del comportamento meccanico dei suddetti campioni. Considerando che i componenti di tali schiume sono essenzialmente elementi molto leggeri come carbonio, idrogeno ed aria, è stato necessario utilizzare un fascio radiogeno a bassa energia e tempi di acquisizione relativamente lunghi, ma ancora facilmente gestibili, al fine di poter acquisire radiografie ad adeguato contrasto. Il successo dell'indagine si basa sull'uso combinato di diversi strumenti di analisi a corredo del nano-tomografo - tra cui la cella di carico Deben per i test in situ - integrati da software applicativo realizzato dagli autori. L'acquisizione con lo scanner dei campioni sottoposti a stress di deformazione in situ ha permesso di comprendere meglio come il comportamento meccanico sia legato alle caratteristiche microstrutturali e morfologiche della schiuma. I risultati ottenuti dimostrano appieno le potenzialità della risorsa disponibile in ENEA e le sue possibilità d'impiego in vari settori, come quello in forte espansione della qualificazione di componenti realizzati mediante processi di fabbricazione additivi.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori desiderano esprimere il loro più sentito ringraziamento alla Dott.ssa Chiara Rosato del CETMA per aver gentilmente fornito i campioni per questo studio corredati dall'elenco delle loro proprietà meccaniche macroscopiche e all'ing. Marco Scatto della società Nadir s.r.l. per gli utili chiarimenti e suggerimenti dati.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Brian M. Patterson, Kevin C. Henderson, Robert D. Gilbertson, Stephanie Tornga, Nikolaus L. Cordes, Manuel E. Chavez and Zachary Smith. Morphological and Performance Measures of Polyurethane Foams Using X-Ray CT and Mechanical Testing. *Microscopy and Microanalysis*, vol. 20, n° 4, pp. 1284-1293, 2014
- [2] M. Nacucchi, F. De Pascalis, M. Scatto, L. Capodieci, R. Albertoni. Structural analysis of advanced polymeric foams by means of high resolution X-ray computed tomography. *AIP Conference Proceedings* 1749, 020009, 2016.
- [3] F. De Pascalis, M. Nacucchi, M. Scatto, R. Albertoni. Quantitative characterisation of low density, high performance polymeric foams using high resolution X-ray computed tomography and laser confocal microscopy. *NDT&E International*, vol. 83, pp. 123-133, 2016.
- [4] M. Szayna and R. Voelkel. NMR microscopy of polyurethane foams. *Solid State Nuclear Magnetic Resonance*, vol. 15, n°2, pp. 99–102, 1999.
- [5] R. Hamza, X. D. Zhang, C. W. Macosko, R. Stevens, M. Listemann. Imaging Open-Cell Polyurethane Foam via Confocal Microscopy. *ACS Symposium Series*, 669, pp. 165-177, 1997.
- [6] J. A. Elliott, A. H. Windle, J. R. Hobdell, G. Eeckhaut, R. J. Oldman, W. Ludwig, E. Boller, P. Cloetens, J. Baruchel. In-situ deformation of an open-cell flexible polyurethane foam characterised by 3D computed microtomography. *Journal of Materials Science*, vol. 37, n° 8, pp. 1547–1555, 2012
- [7] Soille P. *Morphological image analysis: principles and applications*. 2nd ed. Berlin: Springer-Verlag; 978-3-642-07696-1.
- [8] Brian M. Patterson, Kevin C. Henderson. Measure of morphological and performance properties in polymeric silicone foams by x-ray tomography. *Journal of Material Science*. DOI: 10.1007/s10853-012-6965-2, 2013
- [9] A. H. Benouali, L. Froyen, T. Dillard, S. Forest, F. N’Guyen. Investigation of the influence of cell shape anisotropy on the mechanical performance of closed cell aluminium foams using micro-computed tomography. *Journal of Material Science*, vol.40, pp. 5801–5811, 2005

ENEA
Servizio Promozione e Comunicazione
www.enea.it

Stampa: Laboratorio Tecnografico ENEA - C.R. Frascati
febbraio 2017