



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	101995900453189
Data Deposito	07/07/1995
Data Pubblicazione	07/01/1997

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
D	01	D		

Titolo

PROCEDIMENTO DI FABBRICAZIONE DI UN PRODOTTO COMPOSITO SINTERIZZATO E DI
UN PRODOTTO INTERNEDIO COMPOSITO SINTERIZZABILE

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:
"Procedimento di fabbricazione di un prodotto composto sinterizzato e di un prodotto intermedio composto sinterizzabile"

Di: FIAT AUTO S.p.A., nazionalità italiana, Corso
Giovanni Agnelli 200, 10135 Torino

Inventore designato: Mario DA RE'

Depositata il: 7 Luglio 1995

* * *

TO 95A000577

DESCRIZIONE

La presente invenzione si riferisce ai prodotti di materiale composito, in particolare materiale composito caricato con fibre di carbonio, utilizzabili ad esempio per realizzare componenti con funzione strutturale di veicoli, contraddistinti da elevata resistenza alle sollecitazioni meccaniche unitamente ad un peso contenuto.

Lo scopo principale della presente invenzione è quello di proporre un procedimento che consenta di fabbricare in modo relativamente semplice ed economico prodotti di materiale composito caricato con fibre di carbonio, con caratteristiche di resistenza meccanica e di assorbimento di energia d'urto elevate unitamente ad un peso particolarmente contenuto e buona resistenza termica, aventi forme anche com-

plesse, ad esempio adatti ad essere utilizzati come parti di telai, paratie di separazione fra abitacolo e vano motore, roll-bar o montanti di autoveicoli, per produzioni in piccole serie.

In particolare, l'invenzione riguarda un procedimento di fabbricazione di un prodotto composito sinterizzato, includente una fase di miscelazione di una polvere metallica e/o ceramica con un legante per ottenere una miscela pastosa da sottoporre ad un procedimento di sinterizzazione, caratterizzato dal fatto che comprende le operazioni di incorporare nella miscela filamenti precursori di fibre di carbonio e di sottoporre la miscela con incorporati i filamenti ad un processo di sinterizzazione in condizioni tali per cui i filamenti sono convertiti a fibre di carbonio.

Grazie a tali caratteristiche, i costi di produzione del prodotto composito finito, caricato con fibre di carbonio, risultano notevolmente ridotti rispetto ai costi che sarebbe necessario sostenere nel caso in cui fossero incorporate nella miscela pastosa fibre di carbonio, in quanto il costo delle fibre di carbonio è molto superiore a quello dei filamenti precursori delle fibre di carbonio. Parte del calore elevato necessario all'esecuzione del pro-

cesso di sinterizzazione può essere quindi sfruttato vantaggiosamente per convertire i filamenti precursori delle fibre di carbonio in fibre di carbonio.

Preferibilmente, i filamenti sono costituiti da un polimero a base acrilica preossidato. Tali filamenti presentano il vantaggio di essere facilmente reperibili in commercio e di convertirsi in fibre di carbonio con buone caratteristiche meccaniche se sottoposti alle temperature tipiche necessarie per lo svolgimento della maggior parte dei processi di sinterizzazione dei materiali ceramici.

Forma inoltre oggetto dell'invenzione un procedimento di fabbricazione di un prodotto intermedio composito sinterizzabile, caratterizzato dal fatto che include le operazioni di:

- miscelare una polvere metallica e/o ceramica con un legante per ottenere una miscela pastosa,
- incorporare nella miscela pastosa filamenti precursori di fibre di carbonio,
- conformare preliminarmente la miscela pastosa con incorporati detti filamenti in modo da ottenere una pluralità di elementi semilavorati.

Ulteriori caratteristiche e vantaggi della presente invenzione risulteranno più chiaramente dalla descrizione dettagliata che segue, fatta con riferi-

mento ai disegni allegati, forniti a puro titolo di esempio non limitativo, in cui:

la figura 1 è una vista schematica che illustra una prima fase del procedimento secondo l'invenzione,

la figura 2 è una vista prospettica di un elemento semilavorato ottenibile a seguito dell'esecuzione della prima fase del procedimento illustrata nella figura 1,

le figure 3 a 5 sono viste schematiche che illustrano in successione ulteriori fasi del procedimento secondo l'invenzione,

la figura 6 è una vista schematica che illustra una prima fase di una variante del procedimento secondo l'invenzione, e

la figura 7 è una fase successiva della variante del procedimento illustrato nella figura 6.

Con riferimento iniziale alla figura 1, con 1 è indicato in generale un impianto atto a realizzare un elemento semilavorato di materiale composito.

L'impianto 1 comprende un gruppo mescolatore/estrusore 3 all'imbocco del quale sono alimentati (freccia A della figura 1) una polvere metallica e/o ceramica ed un legante, o binder, per il sopporto della polvere.

La polvere può essere ad esempio un ossido di alluminio, come Al_2O_3 del tipo SOL-GEL o tabulare, o un ossido di magnesio, come MgO , o un ossido di titanio, come TiO_2 oppure Ti_2O_3 .

Come binder può essere utilizzata ad esempio una resina fenolica o una cera poliolefinica.

Le quantità espresse come percentuali in peso, rispettivamente della polvere e del binder, possono essere circa l'80÷90% ed il 20÷10%.

All'uscita del gruppo mescolatore/estrusore 3 è erogata una miscela pastosa sotto forma di nastro 5, includente la polvere ed il binder. Nel caso in cui la miscela pastosa risulti eccessivamente viscosa ad essa può essere convenientemente aggiunto un diluente, ad esempio acido isostearico o olio di palma.

Alla miscela pastosa sono quindi associati rispettivi fogli 7 ed 8 di filamenti precursori delle fibre di carbonio, ad esempio sotto forma di tessuto o di tessuto non tessuto, in corrispondenza delle facce opposte del nastro 5.

Tali tessuti sono reperibili in commercio come tessuti di filamenti acrilici ossidati, o preossidati, particolarmente filamenti poliacrilonitrilici ossidati, ad esempio con il marchio registrato PANOX

prodotti dalla RK Textile Composite Fibres Ltd..

La miscela pastosa nastriforme con associati i fogli 7 e 8, costituente un cosiddetto "mat", è poi alimentata ad un gruppo conformatore 9 nel quale essa è conformata preliminarmente mediante un'operazione di compressione meccanica allo scopo di definire con precisione le sue dimensioni e di incorporare i fogli 7 e 8 nella miscela pastosa 5 in modo tale che i filamenti siano completamente imbevuti della miscela pastosa. In particolare, il gruppo 9 comprende coppie di rulli di calandratura 10 ed un compattatore a catene 12.

A valle del gruppo 9 è presente un'attrezzatura di taglio 14 a lama mobile che seziona porzioni del mat in modo tale da definire in successione elementi semilavorati 16 generalmente conformati a pannello che costituiscono prodotti intermedi del procedimento.

Un pannello 16, per semplicità avente forma in pianta rettangolare, è illustrato nella figura 2 che ne evidenzia la sezione trasversale. Il pannello 16 ha una struttura "a sandwich" comprendente uno strato intermedio sottile di miscela pastosa 5 ed una coppia di strati esterni includenti i fogli 7 e 8 completamente imbevuti della miscela pastosa 5.

I pannelli 16 così ottenuti possono essere quindi stoccati in ambiente idoneo, in attesa di subire trattamenti successivi.

I pannelli 16 subiscono poi un'operazione di conformazione finale in modo da assumere sostanzialmente la conformazione del prodotto finito.

In particolare, con riferimento alle figure 3 a 5, ciascun pannello 16 è preliminarmente riscaldato in un forno 18 all'interno del quale è movimentato per mezzo di un trasportatore 19 in prossimità di elementi riscaldatori 20, in modo da rammollirlo. L'entità del rammollimento può essere variata a piacere intervenendo sulla velocità di avanzamento del trasportatore 19 e/o sulla quantità di calore erogata per unità di tempo dagli elementi 20.

L'operazione di conformazione finale dei pannelli 16 è convenientemente effettuata all'interno di una pressa verticale 22 comprendente una coppia di semistampi riscaldati 22a e 22b, ad esempio per mezzo di resistenze o olio caldo, in modo tale che ciascun pannello 16 subisce un processo di termoformatura durante il quale è soggetto a pressione e calore, fino a costituire un corpo 16a avente la conformazione sostanzialmente finale del prodotto da ottenere.

In alternativa, nel caso in cui il prodotto finale debba avere conformazione tubolare, i pannelli 16 possono essere sottoposti a tale scopo ad un procedimento di formatura noto, ad esempio dalla domanda di brevetto italiana TO94A000358, a nome della stessa Richiedente.

Il corpo 16a conformato è quindi inserito in un forno 24 nel quale subisce il processo di sinterizzazione in condizioni tali per cui il binder viene eliminato ed i filamenti dei tessuti 7 ed 8 si convertono in fibre di carbonio. A seguito dell'eliminazione del binder durante il processo di sinterizzazione, il prodotto finito ha volume ridotto rispetto al corpo 16a, la riduzione di volume essendo funzione del rapporto fra la quantità di binder e la quantità di polvere utilizzate.

Nel seguito è fornito un esempio dettagliato di tale procedimento.

Come polvere si utilizza polvere di allumina (Al_2O_3) del tipo SOL-GEL, con granulometria compresa fra i 20 ed i 200 nanometri. Come binder è utilizzata una resina fenolica del tipo PF con densità di $1,3 \text{ g/cm}^3$, ad esempio commercializzata dalla Rhone con il marchio Progilithe.

Le percentuali in peso della polvere di allumi-

na e del binder nella miscela pastosa sono rispettivamente l'85% ed il 15%.

I filamenti preossidati precursori delle fibre di carbonio utilizzati costituiscono un tessuto del tipo PANOX menzionato sopra, ed hanno le seguenti caratteristiche:

- materiale di partenza: poliacrilonitrile in fibra;
- numero di filamenti: 320000;
- dimensione nominale di tessitura: 44 Ktex;
- diametro nominale del filamento: $11 \cdot 10^{-6}$ m;
- peso specifico: 1,4;
- allungamento: 19%;
- resistenza del singolo filamento: 18 g/tex.

La fase di riscaldamento preliminare avviene a temperatura di circa 400°C per un tempo variabile fra 1 e 2 minuti.

La fase di conformazione per termoformatura è eseguita in un'unica operazione con una pressa verticale standard i cui semistampi sono riscaldati ad una temperatura compresa fra 80°C e 150°C. L'operazione di termoformatura dura da 1 a 2 minuti circa e nel corso del suo svolgimento l'elemento semilavorato è sotto posto ad un pressione di $70 \div 90$ kg/cm³.

Il processo di sinterizzazione comprende tre fasi successive di trattamento in forno. Nella prima

fase, a circa 70°C per 8 ore avviene l'eliminazione del binder in acqua demineralizzata o altro liquido idoneo, la seconda fase comporta un trattamento termico a circa 400°C per 4÷6 ore e l'ultima fase consiste in un ulteriore trattamento termico a circa 1100°C per 6÷8 ore.

Una provetta di prodotto finito così ottenuto presenta le seguenti caratteristiche meccaniche:

- resistenza a flessione: 300÷340 MPa;
- modulo di flessione: 15÷18 GPa;
- resistenza a trazione: 70÷125 MPa;
- modulo di trazione: 11÷17 GPa;
- resistenza all'urto IZOD con intaglio:
180÷210 J/m di intaglio •10;
- peso specifico: 2,3÷2,7 kg/dm³.

Secondo una variante dell'invenzione, e con riferimento alle figure 6 e 7 nelle quali sono stati utilizzati riferimenti uguali o simili per indicare elementi uguali o simili della variante precedente, possono essere utilizzati filamenti precursori delle fibre di carbonio sotto forma di fibre sciolte e invece che tessute, se può essere accettato un prodotto finito avente caratteristiche di resistenza meccanica inferiori rispetto a quelle del prodotto ottenuto utilizzando filamenti tessuti.

In tal caso, si alimentano all'imbocco del gruppo mescolatore/estrusore 3 polvere metallica e/o ceramica ed il binder (freccia A della figura 6), unitamente a filamenti precursori 6 delle fibre di carbonio in forma sciolta (freccia B della stessa figura) con lunghezza nell'ordine del centimetro, ad esempio 3 cm. Tali filamenti sono ancora commercializzati con il marchio PANOX ed hanno pertanto caratteristiche analoghe a quelle sopra riferite a proposito dei filamenti tessuti. Possono essere necessarie varie fasi di mescolamento eseguite in successione prima dell'estrusione, per ottenere una distribuzione perfettamente uniforme dei filamenti 6 nella miscela. Anche in questo caso, se necessario, può essere aggiunto alla miscela un diluente compatibile con il binder.

All'uscita del gruppo mescolatore/estrusore 3 è quindi erogata la miscela pastosa 5a con dispersi i filamenti 6, sotto forma corpo allungato a sezione generalmente cilindrica.

Un'attrezzatura di taglio 14 a lama mobile presente a valle del gruppo 9 seziona porzioni del corpo allungato 5a in modo da definire una successione di elementi semilavorati 16b conformati generalmente come granuli cilindrici con volume del-

l'ordine del mm³, i quali sono raccolti ad esempio in un contenitore 15.

I granuli 16b che costituiscono un prodotto intermedio del processo possono essere stoccati in ambiente idoneo in attesa di subire ulteriori trattamenti.

Successivamente, lotti di granuli 16b sono sottoposti ad un'operazione di conformazione finale in modo da formare corpi 16c aventi sostanzialmente la conformazione del prodotto finito e pronti per il processo di sinterizzazione.

In particolare, sono alimentati lotti di granuli 16b all'imbocco di un gruppo estrusore 3a che può convenientemente essere lo stesso gruppo 3 utilizzato in precedenza al quale è stata applicata una testa di estrusione differente, nel quale i granuli 16b sono riscaldati preliminarmente da elementi riscaldatori 20a in modo da subire un rammollimento.

I granuli 16b rammolliti giungono quindi in corrispondenza di una vite 21 dell'estrusore 3a. La rotazione della vite 21 provoca l'avanzamento della massa costituita dai granuli 16b rammolliti fino alla testa di estrusione che è collegata con la cavità di uno stampo 23 comprendente una coppia di semistampi 23a e 23b definenti la forma del prodotto

finito, in modo tale che l'operazione di conformazione finale avviene per stampaggio ad iniezione. Gruppi riscaldatori 21a associati al gruppo 3a possono essere attivati durante l'estrusione per favorire tale operazione.

Il corpo 16c estratto dallo stampo 23 è quindi inserito in un forno nel quale è sottoposto ad un processo di sinterizzazione simile a quello visto a proposito della variante precedente, in particolare in condizioni tali per cui il binder viene eliminato ed i filamenti 6 si convertono in fibre di carbonio. Naturalmente, anche in questo caso, a seguito dell'eliminazione del binder durante il processo di sinterizzazione il prodotto finito ha volume ridotto rispetto a quello del corpo 16c.

Nel seguito è fornito un esempio del procedimento secondo la presente variante.

Come polvere si utilizza polvere di allumina (Al_2O_3) del tipo tabulare, con granulometria di circa 20 micron. Come binder è utilizzata una cera poliolefinica del tipo del tipo TP-EK-583 commercializzato con il marchio HOEST dalla HOSTAMONT.

La percentuale in peso del binder è circa del 10% rispetto alla polvere. A tale miscela sono aggiunti filamenti precursori delle fibre di carbonio

in forma sciolta, ad esempio del tipo PANOX visto sopra, con una percentuale in volume fino ad un valore massimo del 30%.

La fase di mescolazione nell'estrusore 3 è svolta da un mescolatore, ad esempio del tipo con albero a gomiti, ad una temperatura di $80 \div 90^{\circ}\text{C}$.

Negli estrusori utilizzati per la fase di conformazione preliminare e per la fase di conformazione finale si realizza un rapporto di compressione 1:1 in modo tale che il materiale è solo soggetto ad avanzamento ma non subisce compressione.

I granuli sono preriscaldati ad una temperatura fra 180°C e 250°C prima dell'operazione di conformazione finale.

Il processo di sinterizzazione è analogo a quello visto per l'esempio precedente eccetto per il fatto che l'ultima fase è svolta ad una temperatura variabile fra 1100°C e 1600°C . Il valore medio della temperatura di tale fase è più elevato di quello dell'esempio precedente a causa del fatto che si è utilizzata polvere di allumina del tipo tabulare invece che SOL-GEL.

Una provetta di prodotto finito così ottenuto presenta caratteristiche meccaniche con valori ridotti di $1/3 \div 1/4$ rispetto all'esempio precedente,

mentre il peso specifico rimane sostanzialmente
invariato.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento di fabbricazione di un prodotto composito sinterizzato, includente una fase di miscelazione di una polvere metallica e/o ceramica con un legante per ottenere una miscela pastosa (5; 5a) da sottoporre ad un procedimento di sinterizzazione,

caratterizzato dal fatto che comprende le operazioni di incorporare nella miscela (5; 5a) filamenti precursori di fibre di carbonio (6; 7, 8) e di sottoporre la miscela (5; 5a) con incorporati i filamenti ad un processo di sinterizzazione in condizioni tali per cui i filamenti sono convertiti a fibre di carbonio.

2. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che i filamenti (6; 7, 8) sono costituiti da un polimero a base acrilica preossidato.

3. Procedimento di fabbricazione di un prodotto intermedio composito sinterizzabile, caratterizzato dal fatto che include le operazioni di:

- miscelare una polvere metallica e/o ceramica con un legante per ottenere una miscela pastosa (5; 5a),
- incorporare nella miscela pastosa filamenti precursori di fibre di carbonio (6; 7, 8),

- conformare preliminarmente la miscela pastosa (5; 5a) con incorporati detti filamenti (6; 7, 8) in modo da ottenere una pluralità di elementi semilavorati (16; 16b).

4. Procedimento secondo la rivendicazione 3, caratterizzato dal fatto che i filamenti (6; 7, 8) sono costituiti da un polimero a base acrilica preossidato.

5. Procedimento secondo la rivendicazione 4, caratterizzato dal fatto che gli elementi semilavorati (16; 16b) sono sottoposti ad un'operazione di conformazione finale mediante stampaggio prima del processo di sinterizzazione.

6. Procedimento secondo la rivendicazione 5, caratterizzato dal fatto che gli elementi semilavorati (16; 16b) subiscono una fase di preriscaldamento prima dell'operazione di conformazione finale.

7. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni 3 a 6, caratterizzato dal fatto che la miscela pastosa è estrusa in forma di nastro (5) ed i filamenti costituiscono almeno un foglio di tessuto (7, 8) associato alla miscela pastosa (5) successivamente alla sua estrusione.

8. Procedimento secondo la rivendicazione 7, caratterizzato dal fatto che alla miscela pastosa in

forma di nastro (5) sono associati una coppia di fogli di tessuto (7, 8) di detti filamenti, ciascuno in corrispondenza di una delle facce opposte della miscela pastosa in forma di nastro (5).

9. Procedimento secondo la rivendicazione 7 oppure 8, caratterizzato dal fatto che la miscela pastosa (5) con associato detto almeno un foglio di tessuto di filamenti (7, 8) è sottoposta ad un'operazione di compressione al fine di incorporare detto foglio (7, 8) nella miscela pastosa (5).

10. Procedimento secondo la rivendicazione 9, caratterizzato dal fatto che l'operazione di compressione comprendente una fase di calandratura ed una fase di compattazione.

11. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni 7 a 10, caratterizzato dal fatto che gli elementi semilavorati (16) sono ottenuti a partire da detto nastro a seguito di un'operazione di taglio.

12. Procedimento secondo la rivendicazione 11, caratterizzato dal fatto che l'operazione di conformazione finale mediante stampaggio consiste in un'operazione di termoformatura.

13. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni 3 a 6, caratterizzato dal fatto che i fi-

lamenti sono incorporati nella miscela pastosa sotto forma di fibre sciolte (6).

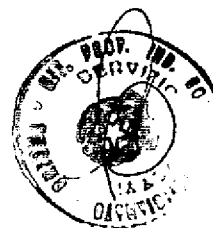
14. Procedimento secondo la rivendicazione 13, caratterizzato dal fatto che la miscela pastosa (5a) incorporante dette fibre sciolte (6) è estrusa in modo da ottenere un elemento allungato di forma generalmente cilindrica il quale è sottoposto ad un'operazione di taglio per ottenere una pluralità di elementi semilavorati conformati a granuli cilindrici (16b).

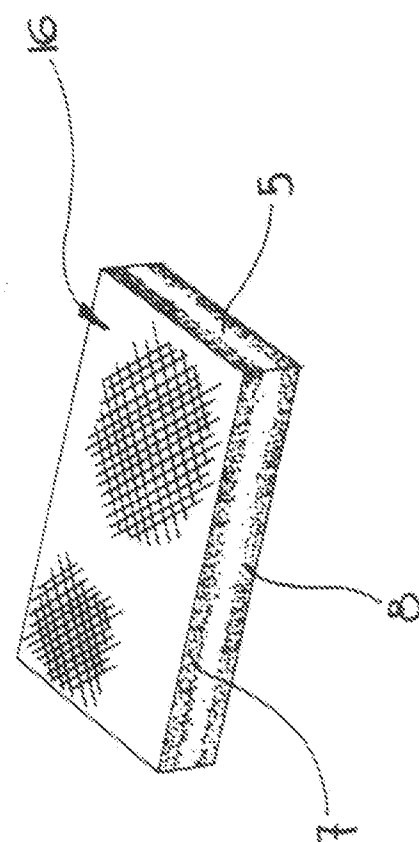
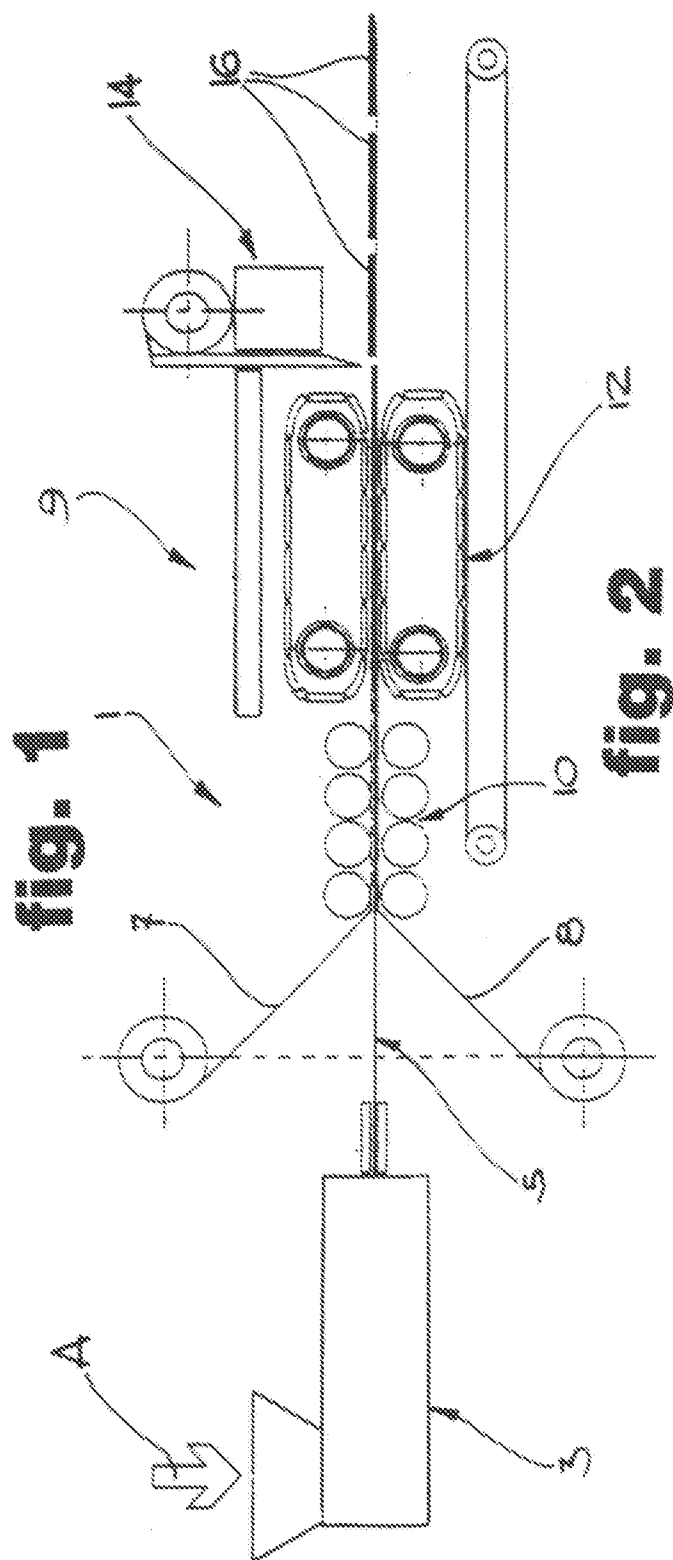
15. Procedimento secondo la rivendicazione 14, caratterizzato dal fatto che detti granuli cilindrici (16b) sono estrusi a lotti all'interno di uno stampo (23) per cui detta operazione di conformazione finale mediante stampaggio consiste in un'operazione di stampaggio per iniezione.

16. Procedimento secondo la rivendicazione 15, caratterizzato dal fatto che detti granuli cilindrici (16b) sono preriscaldati prima di essere estrusi in detto stampo (23).

PER INCARICO

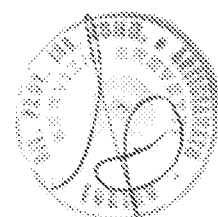
Ing. Angelo GEREINO
N. Iscriz. ALBO 488
Propr. e poss. di altri





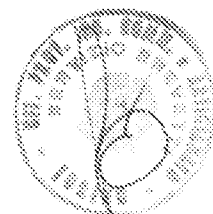
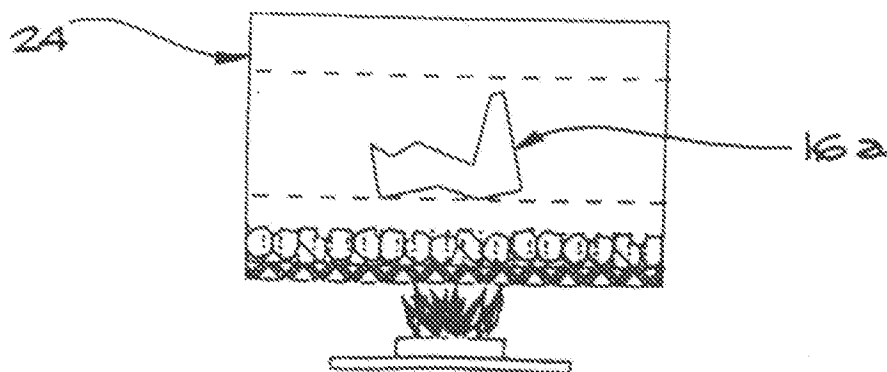
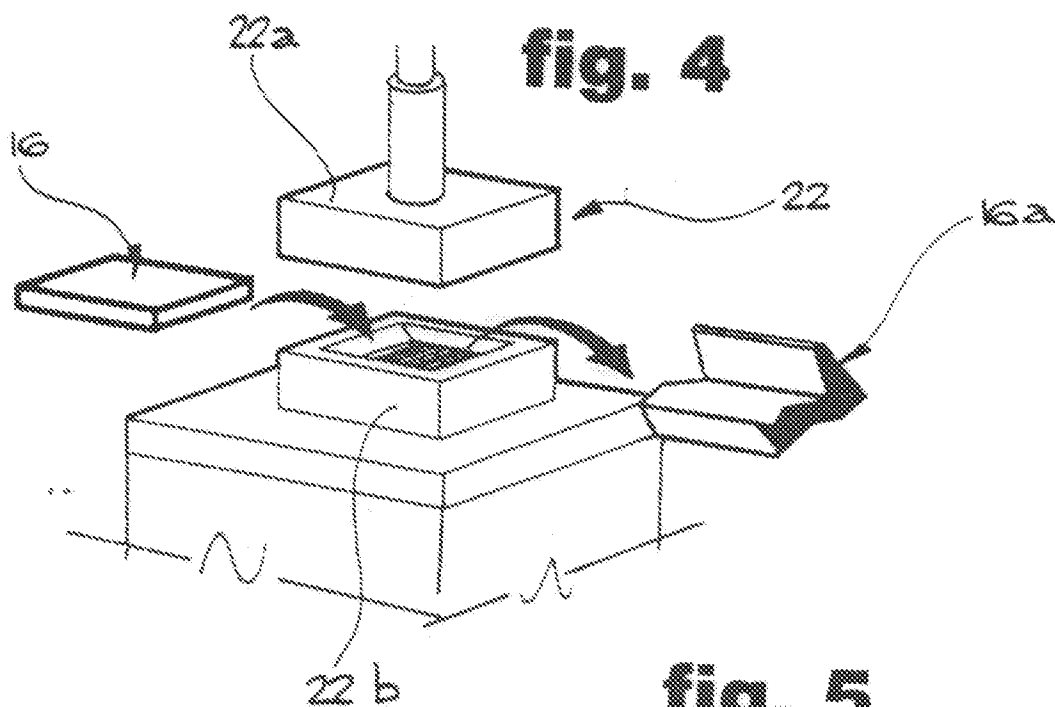
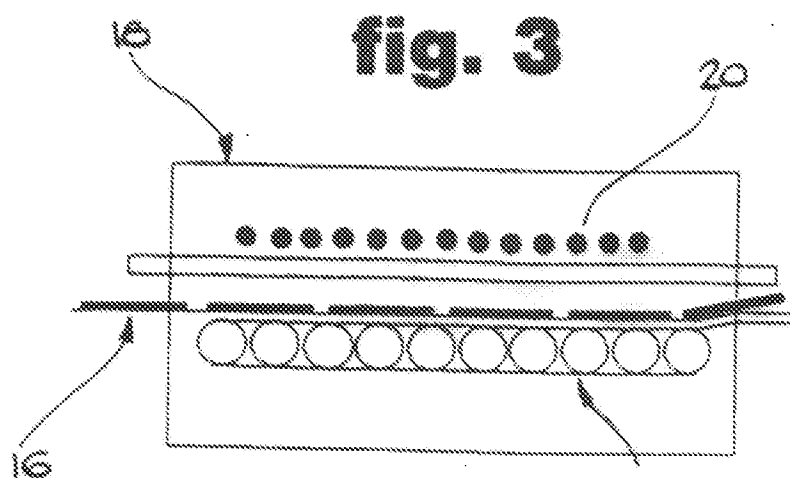
Per incarico di : FIAT AUTO S.P.A.

Francesco Serra
Dott. Francesco SERRA
N. iscr. ALBO 90
(in proprio e per gli altri)



FIAT-AUTO

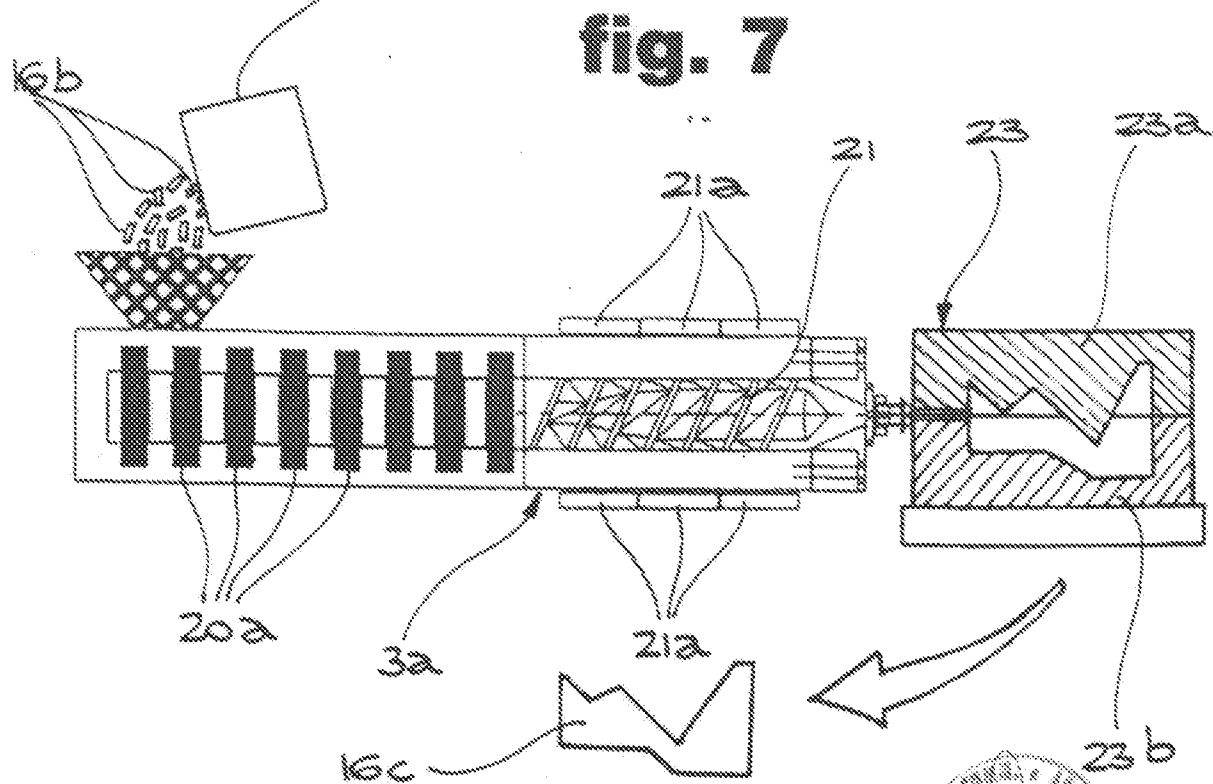
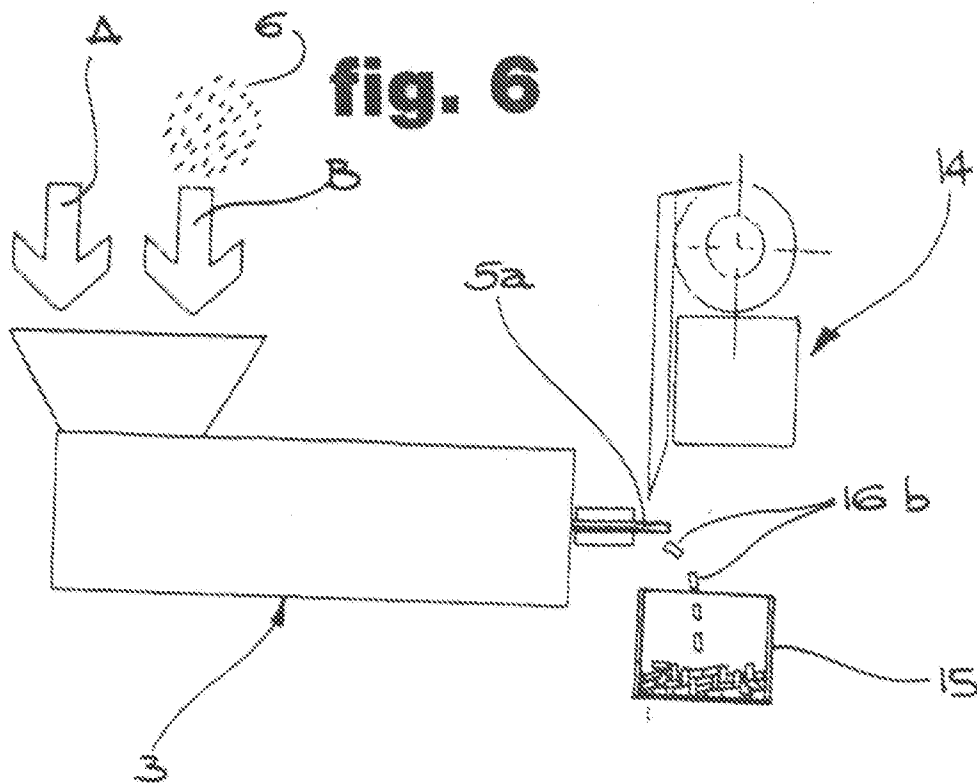
11/3



L
Per incarico di : FIAT AUTO S.P.A.

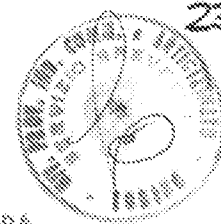
Ferrari
Dott. Francesco SERRA
N. Iniz. ABO 90
(in privato e per gli atti)

12/3
FIAT-AUTO



Per incarico di : FIAT AUTO S.P.A.

Dott. Francesco SERRA
N. Iscr. ALBO 90
(in proprio e per gli altri)



FIAT-AUTO

3/3