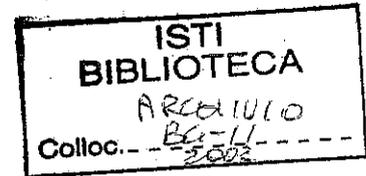


BG-11
2002

Un metodo per la misura on-line delle variazioni di porosità all'interno di piastrelle di ceramica

Guido Gagliardi, Alessandra Zucchelli
I.S.T.I. - CNR Pisa



Sommario

In questa nota vengono affrontati i problemi relativi alle misure di porosità in materiali ceramici in ambito industriale. In modo particolare viene descritta una procedura di misura basata su tecniche non distruttive con l'utilizzo di dispositivi operanti nel range frequenziale delle microonde (banda ISM) e basati sulla misura della frequenza di risonanza di tali dispositivi.

1 - Introduzione

Negli ultimi anni si è fatta sempre più presente la necessità di effettuare misure *non distruttive* su vari tipi di materiali, che consistono nell'utilizzo di apparecchiature di nuova concezione in grado di rilevare le caratteristiche fisiche relative al materiale sotto indagine, evitandone un contatto diretto. Nel corso degli anni sono state sviluppate varie tecniche basate su principi sempre diversi, in base ai tipi di materiale da esaminare (solido o liquido), prestando sempre particolare attenzione alle grandezze da rilevare in fase di misura.

Relativamente alla misura delle caratteristiche delle piastrelle di ceramica (ma questo vale anche per altri materiali) è necessario sottostare a particolari condizioni dettate dall'ambiente in cui la misura viene effettivamente eseguita. Infatti quando si parla di misure on-line ci riferiamo a misure da effettuare in processo di fabbricazione del manufatto, cercando di individuare un momento ideale per eseguire tale misura.

L'utilizzo di alcune tecniche, come ad esempio la termografia o gli ultrasuoni, non hanno portato a risultati molto soddisfacenti a causa dei limiti che esse presentano.

Infatti, per eseguire misure termografiche abbiamo bisogno di rilevare le variazioni di temperatura relative al campione: se il campione è posto su un piano metallico, questo andrà ad influire sulla temperatura totale, con un conseguente errore nella misura.

Invece quando si utilizzano dispositivi ad ultrasuoni è sempre necessario porre un'interfaccia, di tipo acquoso, fra il sensore e il materiale da indagare e, ovviamente, questa è una misura di difficile realizzazione pratica in molti ambienti industriali.

E' per questo motivo che abbiamo pensato all'utilizzo di radiazioni elettromagnetiche (non ionizzanti, al pari degli ultrasuoni), con frequenza sufficientemente alta e che non necessitano di nessun materiale di accoppiamento. In questo modo si può ottenere una focalizzazione che permette una buona risoluzione di indagine e, allo stesso tempo, un adeguato potere di penetrazione nel materiale esaminato: ciò è ottenibile usando *microonde* nella gamma di frequenze che le attuali normative di allocazione spettrale riservano alle applicazioni *ISM (Industrial, Scientific, Medical)*, quindi microonde in una banda nell'intorno di 2.45 GHz.

La possibilità di utilizzare microonde per misure di porosità di materiali è riportata in diversi riferimenti della letteratura tecnica di settore. La misura della porosità è in questo caso ricondotta alla misura della permittività dielettrica del materiale.

Dai risultati sperimentali si dimostra che variazioni di porosità determinano variazioni sia nella parte reale sia nella parte immaginaria della permittività stessa. Pertanto ogni procedura capace di misurare la permittività del materiale è, in linea di principio, capace di misurarne anche la porosità.

Gli esempi di impiego di microonde per indagini di questo tipo si riferiscono, peraltro, a misure su campioni di materiali opportunamente conformati ed inseriti all'interno di un mezzo guidato; la misura si articola in successivi interventi dell'operatore sulla strumentazione del banco. Le procedure di misura usate non sono pertanto trasferibili ad applicazioni industriali che richiedano le già ricordate caratteristiche operative di misura on-line, in tempo reale e con postazioni di misura di tipo unattended.

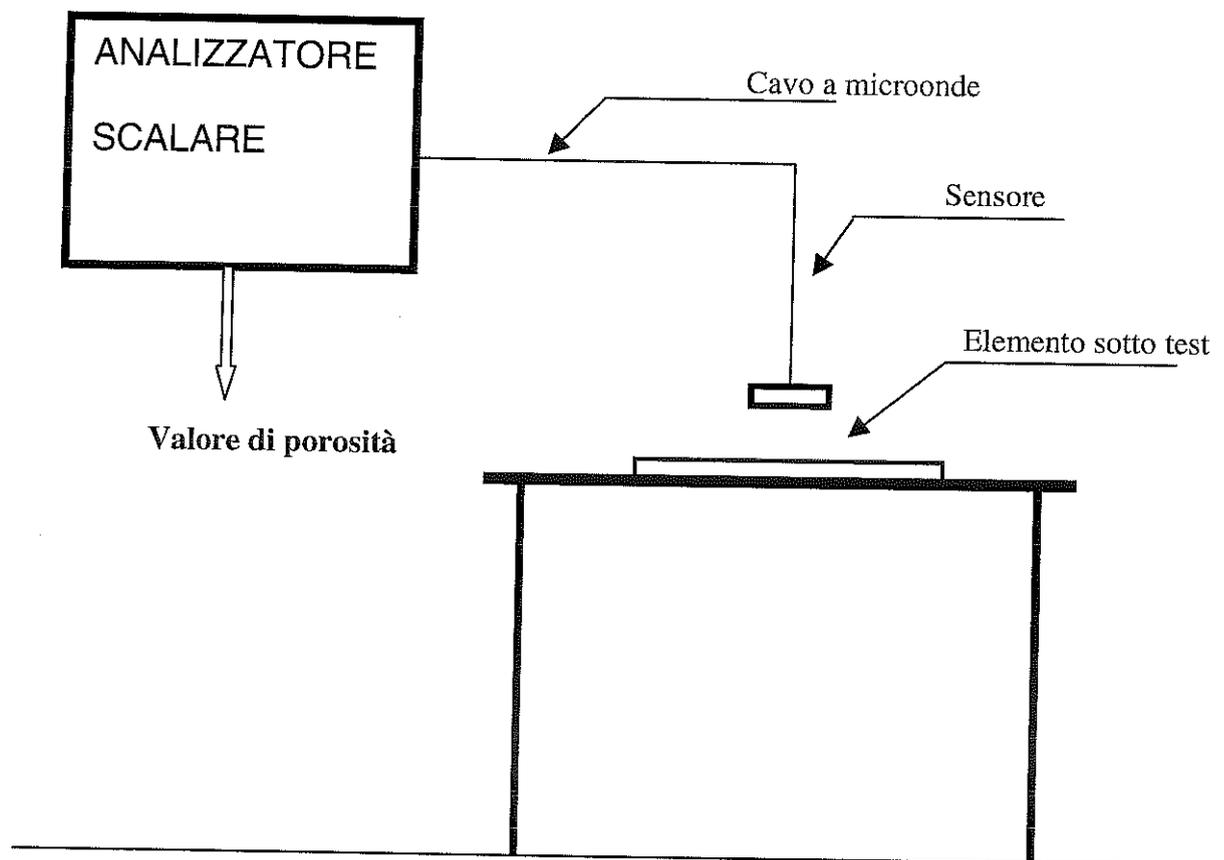
Quello che è necessario, quindi, è il progetto di una procedura di misura che, basata sull'impiego di microonde, conferisca alla medesima la possibilità di operare in tempo reale, in forma non presidiata, in assenza di qualsiasi contatto col pezzo esaminato, lasciando che questo segua il suo iter lungo la linea del processo.

A tale proposito è stato sviluppato il progetto di un sensore a microonde, che è in grado di soddisfare alle esigenze sopra elencate.

Il dispositivo lavora nella banda ISM, è facilmente adattabile in ambienti industriali ed è in grado di eseguire misure in tempo reale ad una distanza opportuna dal materiale sotto indagine, non richiede la presenza continua di un operatore, fornisce la grandezza di riferimento con un buon grado di precisione e non implica ritardi nel processo di produzione. Perciò si ritiene che un sensore di questo tipo possa essere utilizzato, con eventuali opportune particolarizzazioni costruttive, per il

rilievo delle variazioni di porosità nel caso qui di interesse, senza sostanziali incompatibilità con l'ambiente tipico del processo.

Nella figura di seguito, forniamo uno schema di principio relativo alla procedura di misura (fig. 1).



- Fig. 1 -

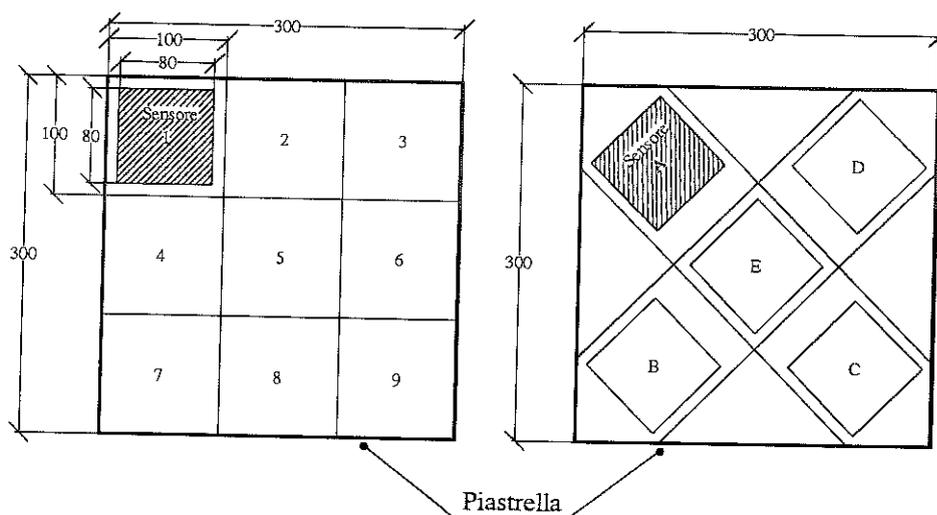
2 - Misure sperimentali e risultati

Dopo una prima fase di testing, necessaria per verificare il buon funzionamento del dispositivo, abbiamo proceduto con una serie di misure sperimentali eseguite su campioni di piastrelle ceramiche di diversa conformazione: due realizzate con i difetti voluti al momento della produzione ("inquinata" con l'aggiunta di porosità oppure attraverso l'inserimento di altri materiali), e due prelevate dal processo di produzione standard.

Le misure si sono svolte con lo scopo principale di rilevare differenze di porosità all'interno di una stessa mattonella, che significa rilevare variazioni della permittività dielettrica propria del materiale

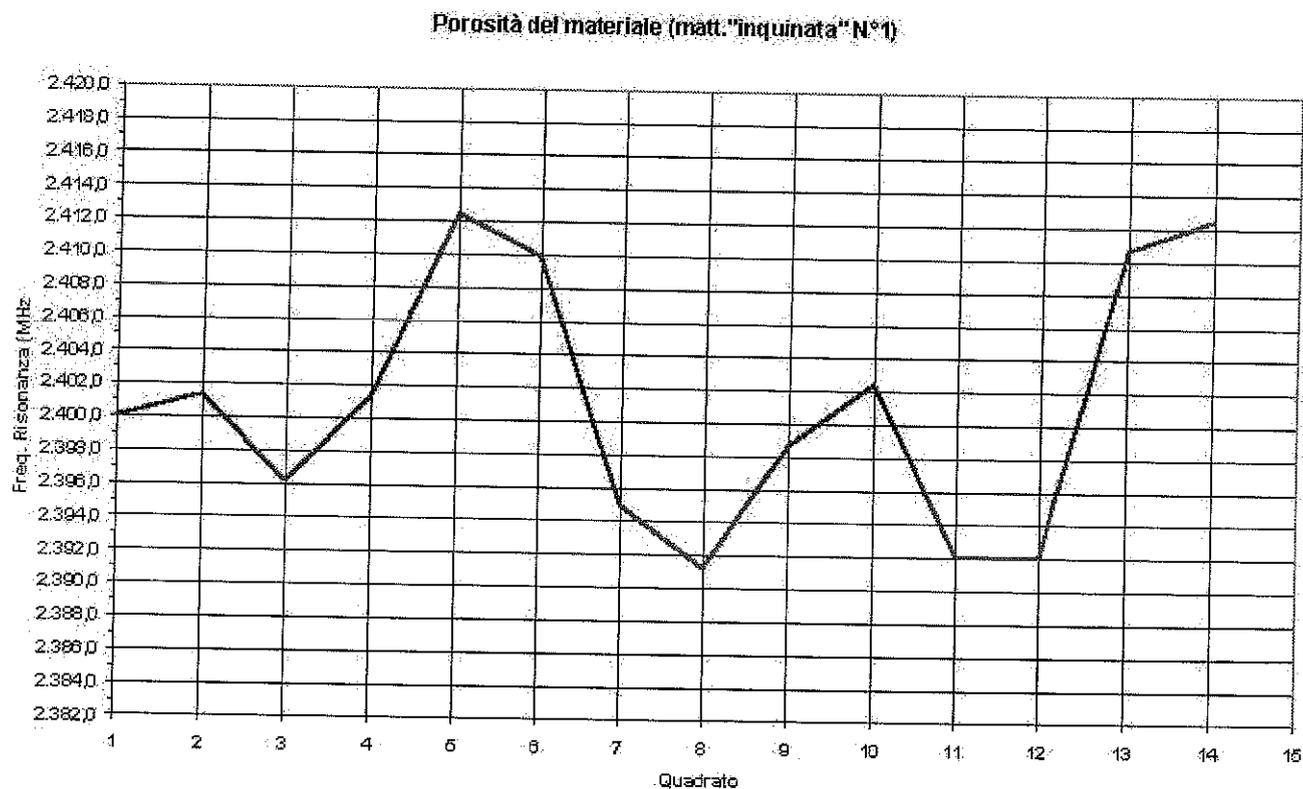
Le misure si sono svolte con lo scopo principale di rilevare differenze di porosità all'interno di una stessa mattonella, che significa rilevare variazioni della permittività dielettrica propria del materiale in esame, in virtù dello stretto legame tra le due. Attraverso la misura delle variazioni di una seconda grandezza, chiamata frequenza di risonanza, anch'essa direttamente correlata con le variazioni di porosità, siamo riusciti a raggiungere lo scopo prefissato entro gli errori sperimentali.

Il banco di misura utilizzato fa riferimento allo schema illustrato in figura 1 ed è perciò composto da una strumentazione molto semplice: l'analizzatore scalare, il cavo a microonde, il sensore posizionato a distanza opportuna dal materiale e il campione posto su un piano di materiale con permittività dielettrica minore, in modo da eliminare ogni interazione indesiderata con le misure. Per ottenere un numero sufficiente di dati che ci permettesse di individuare variazioni di porosità all'interno di un campione, abbiamo pensato di suddividere ogni piastrella in tante sezioni di uguale dimensione, in modo tale da osservare sia variazioni di porosità tra una sezione e l'altra dello stesso campione, sia variazioni di porosità tra una sezione di un campione e quella corrispondente su un campione diverso. Le suddivisioni effettuate su ciascuna piastrella sono di due tipi: una prima è stata realizzata considerando la piastrella come una matrice 3x3, mentre l'altra divisione è stata effettuata in modo obliquo, andando a rilevare la misura sugli angoli e al centro della piastrella. Nella figura seguente (fig. 2) sono mostrate le due diverse suddivisioni.



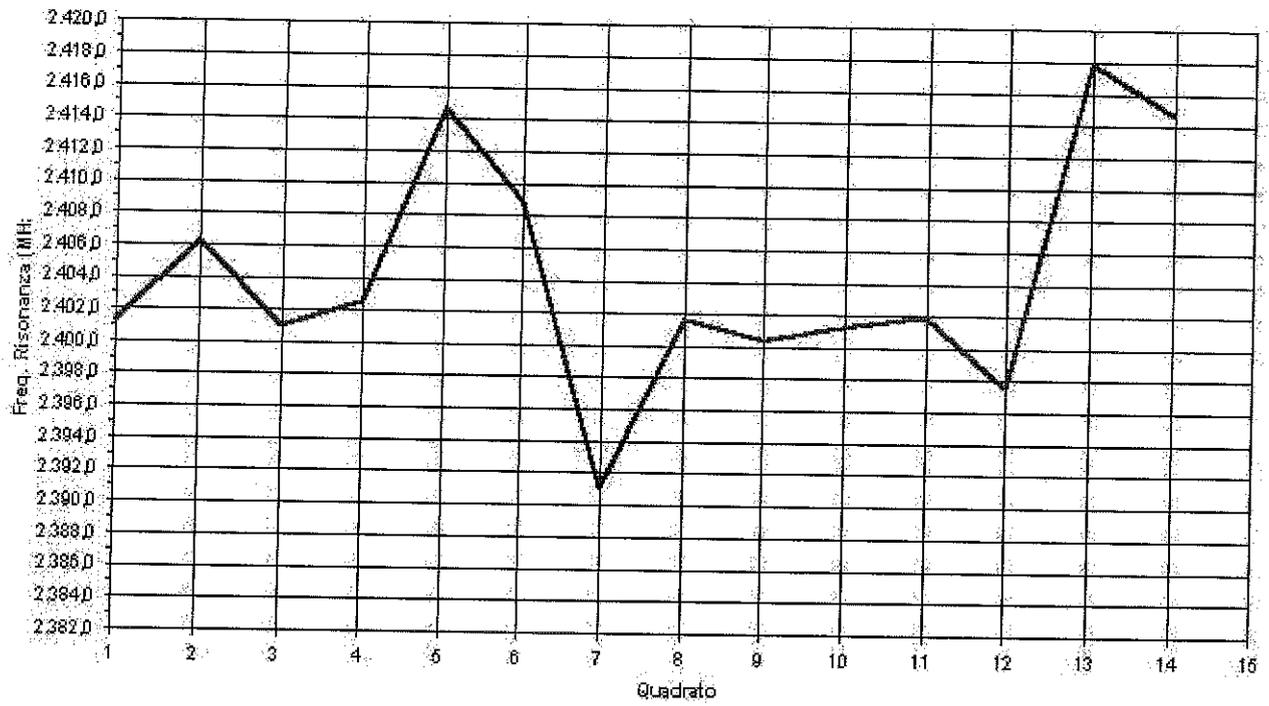
- Fig. 2 -

Nei grafici in calce riportati si può osservare l'andamento della frequenza di risonanza in funzione della sotto area considerata in ciascuna misura. Vi sono ovviamente molte osservazioni da fare; una prima osservazione è che l'aumento della frequenza di risonanza, essendo direttamente legato all'incremento della permittività dielettrica del materiale indagato, indica un aumento della percentuale di porosità all'interno dei quattro campioni presi in esame. Infatti nelle due mattonelle "inquinata" sono presenti valori di frequenza molto elevati, (vedi grafico riassuntivo di fig. 3a e 3b) che corrispondono alla presenza dei difetti voluti; mentre per le due mattonelle "buone", si osservano andamenti molto simili delle curve (vedi grafico riassuntivo di fig. 4a e 4b), fatto che sta ad indicare una discreta omogeneità della distribuzione di porosità all'interno delle mattonelle prodotte.



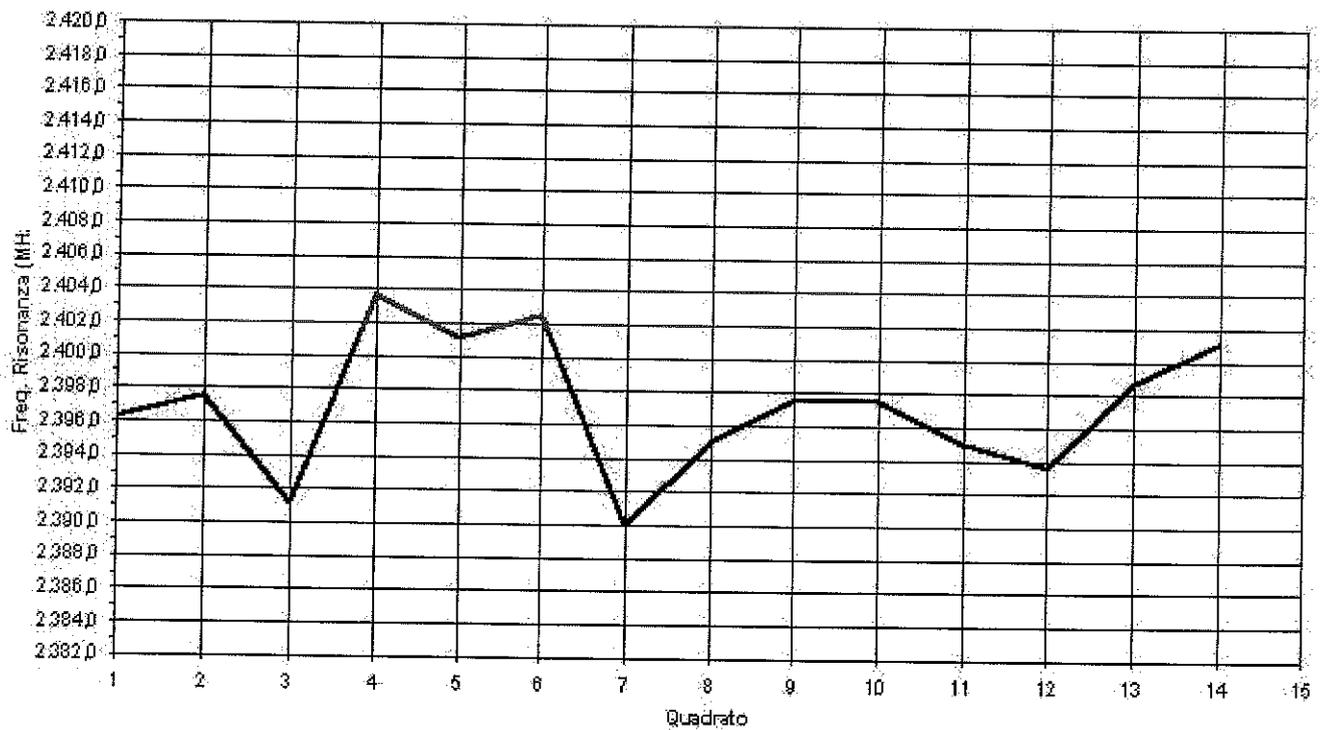
- Fig. 3a -

Porosità del materiale (matt. "inquinata" N°2)



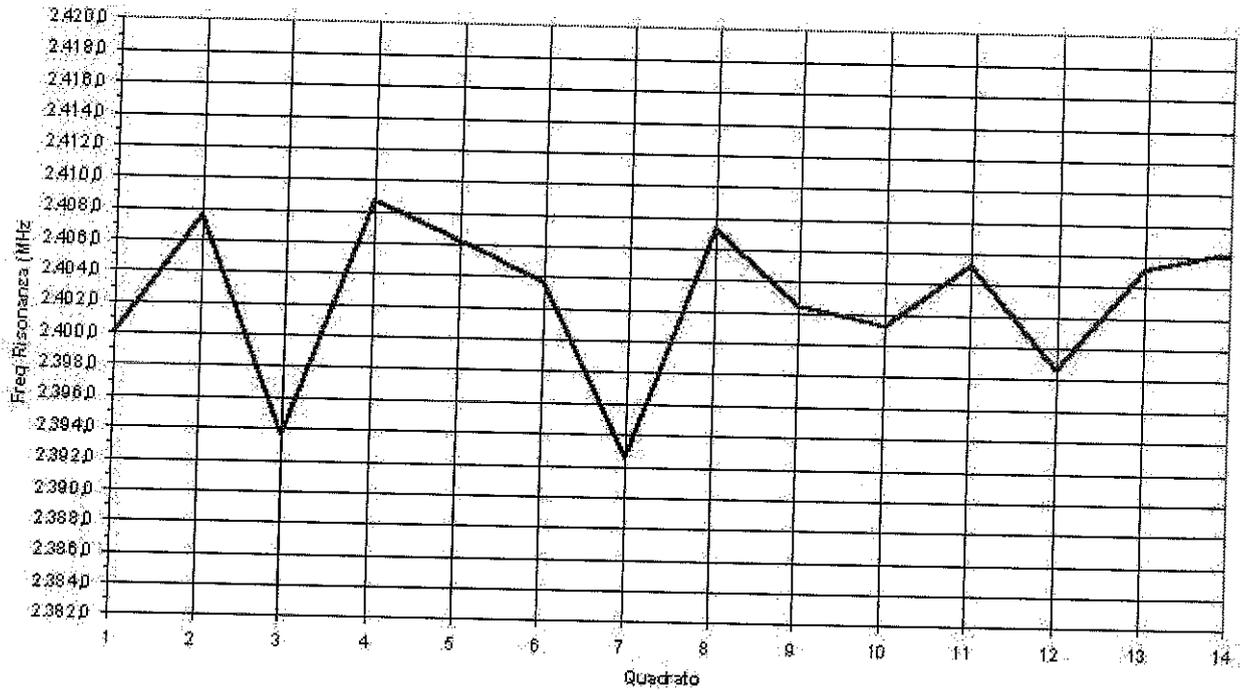
- Fig. 3b -

Porosità del materiale (matt. buona N°1)



- Fig. 4a -

Porosità del materiale (matt. buona N°2)



- Fig. 4b -

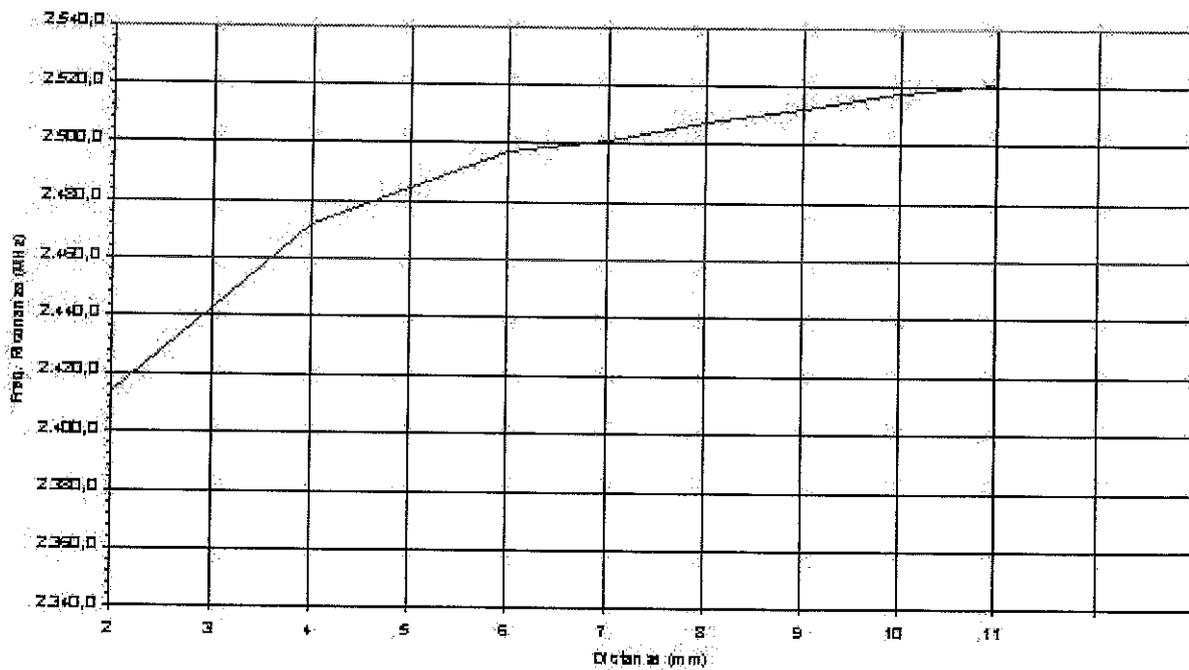
Si deve però prestare attenzione ai valori ottenuti nella mattonella “inquinata” N° 2 relativi ai quadri numero 2, 5, 8 e 14, nei quali è presente una fessura verticale verificatasi in seguito alla rottura accidentale del campione. Quindi i valori in questione sono da considerarsi poco affidabili, in quanto il sensore risente enormemente della presenza del vuoto in quei punti. Come seconda osservazione si deve ricordare che i sensori a microonde dedicati alla misura delle caratteristiche dei materiali, devono essere posizionati a distanza molto ravvicinata dal campione esaminato, perciò è importante eseguire le misure nell’intorno di pochi millimetri. A conferma di questa osservazione, abbiamo ripetuto le prove sui campioni, allontanando ogni volta il sensore di un millimetro. Nella tabella di fig. 5 sono riepilogati i risultati relativi alle misure eseguite sul quadro n. 3 della mattonella “buona N°2” e nella figura 5a è riportato graficamente il relativo andamento (le misure effettuate sugli altri quadri hanno fornito risultati simili).

Dist. Patch-Matton. (mm)	Freq. di risonanza (MHz)
2	2.413,7
3	2.442,8
4	2.472,4
5	2.484,3
6	2.497,5
7	2.501,1
8	2.507,5
9	2.512,5
10	2.517,5
11	2.521,2

- Fig. 5 -

Tabella dei valori della frequenza a distanze diverse

MISURE A DISTANZA VARIABILE (eseguite su quadro -3- mattonella -2-)



- Fig. 5a -

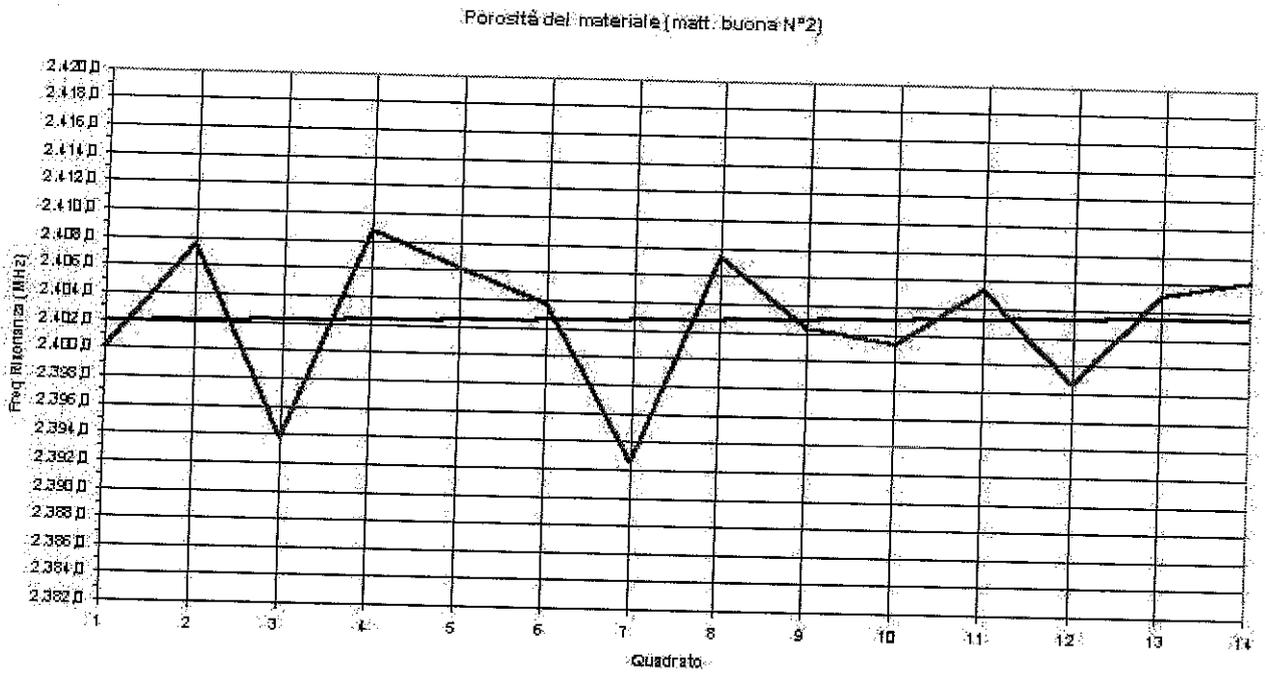
Dai valori sperimentali ottenuti salta subito all'occhio che per distanze dal campione maggiori di 7mm, il sensore non fornisce una risposta che ne indichi il buon funzionamento. Questo è dovuto al fatto che la frequenza di risonanza nel funzionamento a vuoto del sensore (in spazio libero) è pari a $f_r = 2504.1 \text{ MHz}$ ed è impensabile ottenere valori superiori, visto che tale valore è relativo ad una percentuale di porosità pari al 100%.

Un'ultima serie di misure è stata eseguita allo scopo di verificare l'influenza delle variazioni di umidità presenti nell'ambiente esterno: le misure sono state eseguite in diverse condizioni climatiche ed hanno fornito un risultato soddisfacente, anche dal punto di vista della ripetibilità, in quanto il sensore ha continuato a fornire la stessa risposta ad ogni misura.

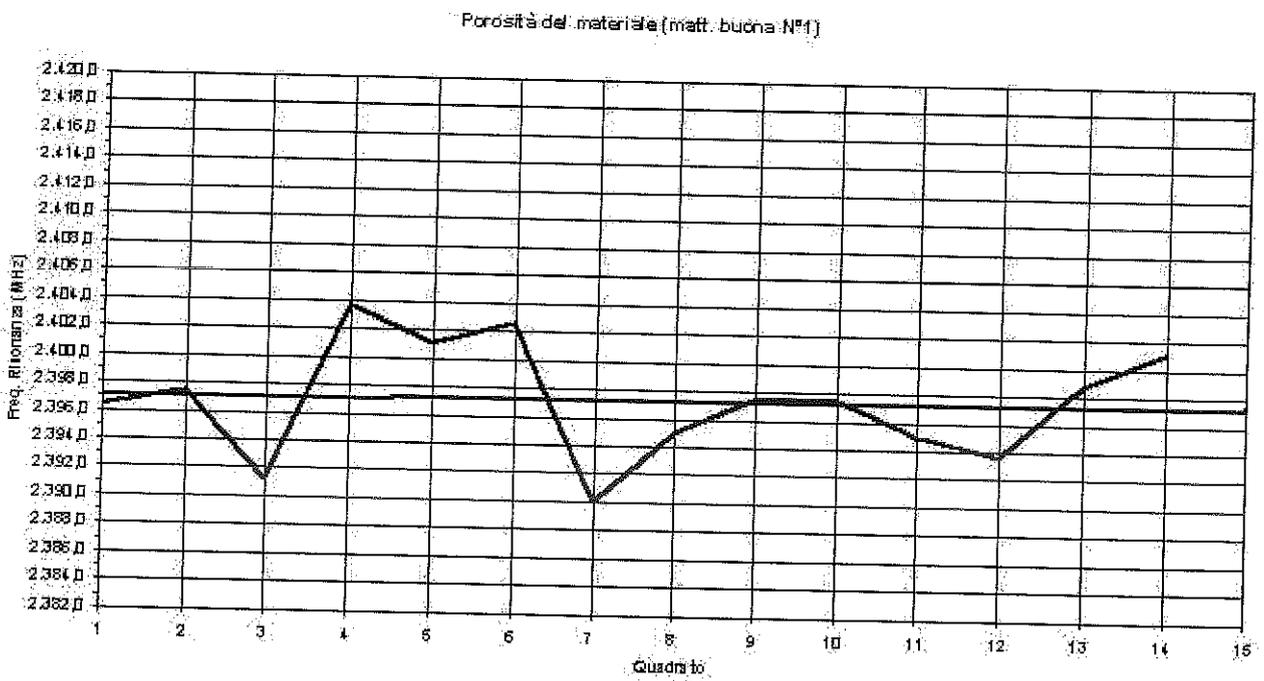
3 - Conclusioni e sviluppi futuri

Dalle misure sperimentali emerge il buon funzionamento del sensore, come risonatore a microonde, il quale è in grado di rilevare con buona precisione le variazioni della frequenza di risonanza direttamente correlate alle variazioni della percentuale di porosità (osservate all'interno delle piastrelle prese in esame). Dalla linea di tendenza tracciata all'interno dei grafici successivi (figg. 6a, 6b, 7a, 7b) si ricava l'andamento medio della variazione nella percentuale di porosità relativa ai campioni esaminati: le due piastrelle "buone" mostrano una pendenza della retta quasi nulla, mentre per le due piastrelle "inquinata" la pendenza aumenta, e tale andamento è indice della presenza di maggiore porosità all'interno di esse.

Il sensore è applicabile in ambienti industriali ed in particolare è adattabile al processo di fabbricazione delle piastrelle, attraverso l'implementazione di un sistema di controllo. Inoltre la semplicità di funzionamento su cui è basato lo rende facilmente utilizzabile da un qualsiasi operatore.

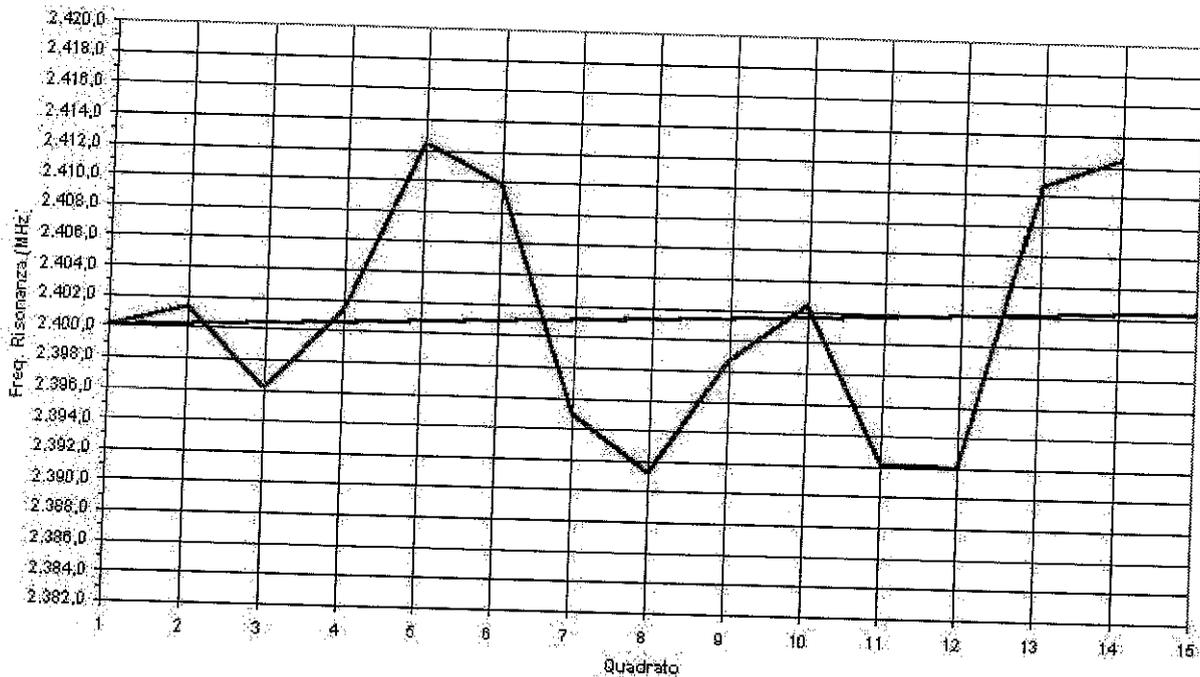


- Fig. 6a -



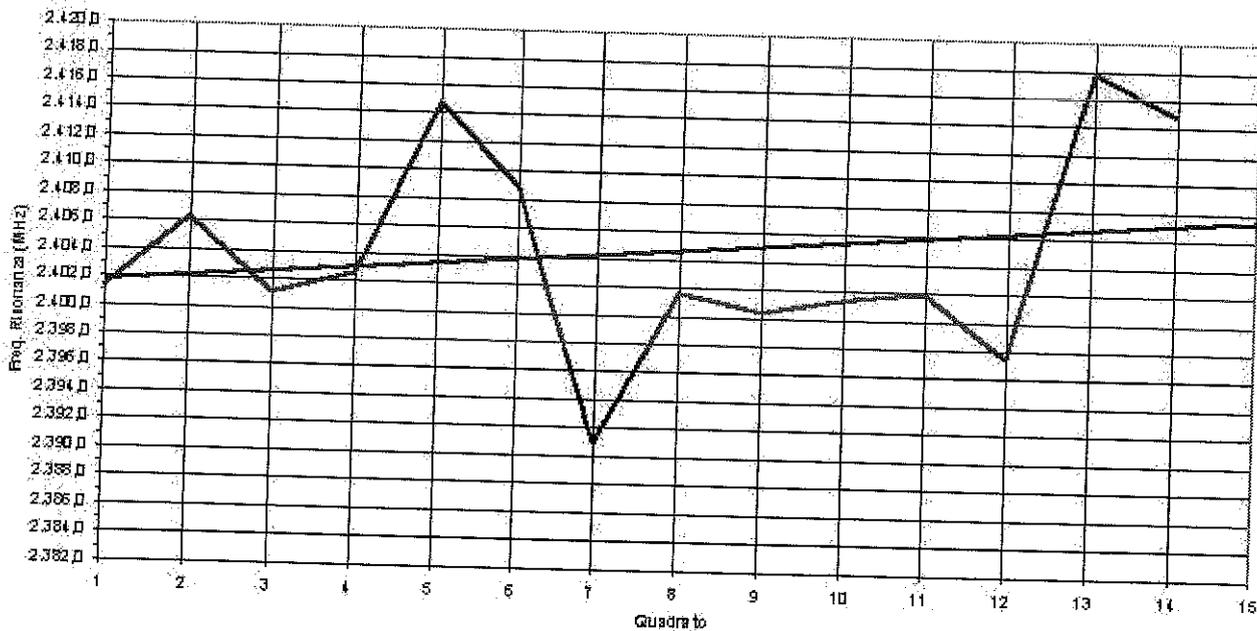
- Fig.6b -

Porosità del materiale (matt. "inquinata" N°1)



- Fig. 7a -

Porosità del materiale (matt. "inquinata" N°2)



- Fig. 7b -