

AFFIDATARIO CNR

Tema - Titolo del progetto: 1.3 Materiali di frontiera per usi energetici

Durata: 36 MESI

Semestre n. 2 – Periodo attività: M07-M12

ABSTRACT ATTIVITA' SEMESTRALE

WP2 (Sviluppo e sperimentazione di membrane metalliche e ceramiche per la separazione selettiva di H₂)

- Attività LA2.1 (m1-m12) Sviluppo di film ceramici a base di nitruri come membrane attive permeabili all'idrogeno e caratterizzazione chimico-fisica in temperatura

Scopo dell'attività PAR 2019, è stato lo sviluppo di film densi a base di nitruri di metalli del IV/V gruppo di spessore micrometrico, depositati via PVD che fungano da membrane per la separazione selettiva di idrogeno. Si tratta della prosecuzione di quanto svolto nel precedente Accordo di Programma (PAR 2016-2017) per intervenire sulla dematerializzazione in termini di minore uso di materie prime critiche (palladio). In particolare, è stato intrapreso lo studio dei processi di preparazione via High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS) di film di nitruri di titanio e vanadio come strati attivi su substrati ceramici porosi di allumina. Ne sono state valutate l'adesione al substrato, le proprietà chimico-fisiche, la stabilità e la selettività a diverse temperature comprese tra 25 °C e 350 °C. Inoltre, per una selezione di tali rivestimenti è stata valutata anche la permeanza nel range di temperatura da 25 °C a 250 °C. L'apparato del laboratorio ICMATE non è stato progettato per misurare le basse permeabilità delle membrane ceramiche e quindi i primi campioni di TiN_x e VN_x depositati su Al₂O₃ porosa sono stati inviati in Spagna presso l'Istituto de Tecnología Química (UPV-CSIC) di Valencia per l'esecuzione delle misure di permeabilità all'idrogeno.

- LA2.2 (m1-m12) Membrane Cer-Cer: produzione di strutture asimmetriche aventi supporto poroso realizzato mediante tecnologie convenzionali

Scopo dell'attività PAR 2019, è stata l'identificazione di metodi validati e standardizzati per la caratterizzazione termo-meccanica di nastri ceramici in verde ottenuti mediante colaggio su nastro, necessari alla produzione di membrane ceramiche asimmetriche a base di BaCe_{0.65}Zr_{0.2}Y_{0.15}O_{3-δ} (BCZY) – Gd_{0.2}Ce_{0.8}O_{2-δ} (GDC). La messa a punto di un metodo di analisi in questa fase del processo risulta, infatti, di fondamentale importanza per l'ottimizzazione e progettazione della membrana

finale, al fine di definire in maniera univoca le condizioni di processo necessarie per l'ottenimento delle adeguate caratteristiche morfologiche e funzionali. Questo obiettivo, se raggiunto, porterà, per la prima volta, alla messa a punto di un protocollo univoco di caratterizzazione di nastri in verdi aventi diverse composizioni (contenuto in solido, quantità agenti porizzanti), comportando di conseguenza un risparmio di prove trial-and-error altrimenti necessarie al fine di rimodulare l'intero processo di produzione della membrana. Il protocollo di produzione ottimizzato permetterà di produrre membrane asimmetriche (denso/poroso) a conduzione mista protonica-elettronica con adeguate caratteristiche morfologiche (densità dello strato attivo $\geq 95\%$, porosità del supporto $\geq 40\%$), meccaniche (carico di rottura a flessione ≥ 20 MPa) e funzionali (flusso di H₂ permeato ≥ 0.4 mL min⁻¹ cm⁻²).

ATTIVITA' SVOLTE	
AFFIDATARIO / COBENEFICIARIO	SINTESI DELLE ATTIVITÀ DI RICERCA SVOLTE, RISULTATI CONSEGUITI E RICADUTE SUL SETTORE PRODUTTIVO
CNR	➤ Attività LA2.1 (m1-m12) Sviluppo di film ceramici a base di nitruri come membrane attive permeabili all'idrogeno e caratterizzazione chimico-fisica in temperatura (I semestre)
CNR	➤ LA2.2 (m1-m12) Membrane Cer-Cer: produzione di strutture asimmetriche aventi supporto poroso realizzato mediante tecnologie convenzionali (I semestre)

Responsabile scientifico: CNR

Progetto: 1.3 Materiali di frontiera per usi energetici

WP2 Sviluppo e sperimentazione di membrane metalliche e ceramiche per la separazione selettiva di H₂

LA2.1 (m1-m12) Sviluppo di film ceramici a base di nitruri come membrane attive permeabili all'idrogeno e caratterizzazione chimico-fisica in temperatura

1) Premessa

Scopo dell'attività PAR 2019, è stato lo sviluppo di film densi a base di nitruri di metalli del IV/V gruppo di spessore micrometrico, depositati via PVD che fungano da membrane per la separazione selettiva di idrogeno. Si tratta della prosecuzione dell'attività svolta nel precedente Accordo di Programma (PAR 2016-2017) per intervenire sulla dematerializzazione in termini di minore uso di materie prime critiche (palladio). In particolare, è stato intrapreso lo studio dei processi di preparazione via High Power Impulse Magnetron Sputtering (HiPIMS) di film di nitruri di titanio e vanadio come strati attivi su substrati ceramici porosi di allumina. Ne sono state valutate l'adesione al substrato, le proprietà chimico-fisiche, la stabilità e la selettività a diverse temperature comprese tra 25 °C e 350 °C. Inoltre, per una selezione di tali rivestimenti è stata valutata anche la permeanza nel range di temperatura da 25 °C a 250 °C. L'apparato del laboratorio ICMATE non è stato progettato per misurare le basse permeabilità delle membrane ceramiche e quindi i primi campioni di TiNx e VNx depositati su Al₂O₃ porosa sono stati inviati in Spagna presso l'Instituto de Tecnología Química (UPV-CSIC) di Valencia per l'esecuzione delle misure di permeabilità all'idrogeno.

2) Obiettivi

Grazie ai risultati ottenuti nel primo semestre in seguito all'analisi di alcuni campioni a distanza di 12 mesi rispetto alla deposizione (verifica della stabilità nel tempo) e di quelli sottoposti ai test di permeabilità all'idrogeno in Spagna, nel secondo semestre di lavoro sono stati preparati ed estesamente caratterizzati ulteriori campioni di nitruri di titanio e vanadio depositati su substrato poroso di allumina modificata. In particolare, l'esperienza pregressa ha suggerito la necessità della messa a punto della deposizione di un interlayer permeabile all'idrogeno, in grado di ostacolare la formazione di ossido all'interfaccia nitruro/Al₂O₃ e di favorire l'adesione film-substrato e di un top layer con funzioni catalitiche e protettive.

3) Risultati conseguiti

Nel caso delle membrane TiNx, è stata ipotizzata una configurazione Pd/TiNx/V-Pd/Al₂O₃ in cui il substrato è stato utilizzato senza alcun tipo di preparazione, pertanto provvisto dello strato mesoporoso liscio terminale. In questo tipo di architettura è fondamentale ottenere un interlayer a base di V e Pd avente composizione tale da promuovere contemporaneamente adesione e permeabilità all'idrogeno. Allo stato attuale sono stati realizzati interlayer ad elevato contenuto di

palladio per i quali la permeabilità si è rivelata buona, ma l'adesione non è risultata del tutto soddisfacente.

Inoltre, è stato ottenuto un doppio strato $TiNx/Pd/Al_2O_3$ (dopo adeguata lavorazione meccanica superficiale) dalle buone caratteristiche complessive che però durante i test di permeabilità a 300 °C in presenza di idrogeno si è delaminato, presumibilmente a causa di un infragilimento da idrogeno del Pd, fenomeno che avviene intorno a tale temperatura. Prima dell'introduzione di H_2 , il sistema è risultato sigillante e stabile sia a 200 °C che a 300 °C.

Nel caso delle membrane VNx è stata ottenuta una architettura a sandwich $Pd/VNx/Pd/Al_2O_3$ che è risultata sigillante e stabile a temperatura ambiente, a 350 °C e a 350 °C in atmosfera contenente idrogeno.

È stata anche studiata l'influenza dei diversi parametri sperimentali adottati sulla composizione chimica, sulla microstruttura e la composizione di fase del nitrato.

La complessa attività sperimentale fin qui svolta ci ha permesso di individuare delle possibili architetture ottimali. Un'eventuale attività futura sarà destinata alla produzione di membrane di nitrato con diverse caratteristiche, in particolare saranno variate la composizione (chimica e di fase) e la microstruttura dei film di nitrato in modo da correlarle alla permeabilità all'idrogeno.

3.1) Descrizione delle procedure, della sperimentazione e dei risultati

I materiali utilizzati, le procedure ed i risultati conseguiti sono stati ampiamente descritti nel deliverable "Film densi a base di nitrati di metalli del IV/V gruppo di spessore micrometrico, depositati via PVD su substrati ceramici porosi."

3.2) Confronto con i risultati attesi

Alla luce di quanto osservato nel primo semestre di attività, sono state sviluppate strategie opportune volte alla produzione di architetture multistrato in cui il film ceramico risulta interposto tra due layer sottili a base di Pd (in minima quantità) con funzione protettiva contro l'ossidazione all'interfaccia film/substrato e di strato protettivo contro l'ossidazione e catalitico per l'idrogeno sulla superficie esterna. Le membrane multilayer così ottenute sono poi state sottoposte a test preliminari di sigillatura e stabilità termica in N_2 , Ar ed in presenza di idrogeno presso i laboratori CNR-ICMATE.

L'attività prevista può essere così schematicamente confrontata con l'attività svolta:

Attività PREVISTA	Attività SVOLTA
Preparazione di film densi su substrati porosi di allumina di geometria planare mediante tecniche PVD.	Preparazione di film densi interposti tra due layer sottili a base di Pd (in minima quantità) su substrati porosi di allumina di geometria planare mediante tecniche PVD.
Caratterizzazione estesa dei materiali ottenuti dal punto di vista chimico, morfologico e strutturale.	Caratterizzazione estesa dei materiali ottenuti dal punto di vista chimico, morfologico e strutturale.
Valutazione della resistenza a infragilimento e dell'inerzia chimica in syngas e in atmosfera solforata.	Valutazione preliminare di sigillatura e stabilità termica in N_2 , Ar ed in presenza di H_2 delle architetture multistrato ottenute.

Misura di proprietà e stabilità meccaniche e strutturali degli strati attivi alla permeazione di idrogeno prima e dopo l'esposizione alle atmosfere di lavoro.	Misura delle proprietà meccaniche di alcuni coatings. Verifica dell'adesione e della stabilità microstrutturale degli strati attivi alla permeazione di idrogeno prima e dopo il test di permeabilità.
--	--

3.3) Criticità

Analizzando i campioni testati a Valencia è stata verificata l'avvenuta ossidazione dei rivestimenti. Dunque, è stato ritenuto opportuno depositare un top layer molto sottile di Pd protettivo contro l'ossidazione e catalitico per l'idrogeno. Inoltre, ritenendo plausibile la formazione di uno strato ossidato all'interfaccia film di nitruro/substrato di allumina, è stato deciso di utilizzare un interlayer (Pd o V-Pd) con funzione di barriera all'interdiffusione. L'ottenimento di tali architetture a sandwich ha comportato notevoli difficoltà legate principalmente all'accoppiamento di materiali molto diversi tra loro con diversi coefficienti di dilatazione e in alcuni casi scarsa bagnabilità, quali i nitruri, il Pd (o V-Pd) e l'allumina porosa di cui è costituito il substrato. Infatti, è necessaria una grande attenzione a causa di deformazioni e stress che si possono generare sia nel corso della deposizione, sia durante la vita operativa del prototipo, dati i cicli termici a cui viene sottoposto. Gli stress a loro volta influiscono sull'adesione, che è un requisito imprescindibile poiché una delaminazione, anche solo parziale, renderebbe la membrana del tutto inefficace. È stata pertanto necessaria una rilevante mole di lavoro che ha comportato l'utilizzo della tecnologia HiPIMS accoppiata al catodo e all'anodo per riuscire ad ottenere prototipi aderenti e stabili in temperatura ed in presenza di idrogeno. Ad oggi è stata definita l'architettura multistrato necessaria per poter testare le performance delle membrane nitruro: il prossimo step sarà l'ottimizzazione della composizione, della microstruttura e della fase più performante.

3.4) Eventuali scostamenti rilevanti e aggiustamenti

Non si sono evidenziati scostamenti dalle attività previste, ma sono stati messi in atto alcuni aggiustamenti che si sono resi necessari quando ci si è resi conto dalla complessità del materiale allo studio e delle condizioni operative necessarie per le misure di permselectività all'idrogeno.

Per proteggere il film da possibili contaminazioni, ed in particolare dall'ossidazione ad alta temperatura causata dall'ossigeno, anche se presente solo in tracce, è stato deciso di depositarlo fra due film di Pd ottenendo così multistrato complesso Pd/nitruro/Pd (o lega a base di Pd) su allumina. Durante questo progetto sono state individuate e testate architetture che hanno dimostrato una buona stabilità termica, anche in presenza di idrogeno. Di questi campioni, non sono ancora state condotte le misure di permeabilità all'idrogeno.

3.5) Deliverables

È stato raggiunto il seguente deliverable:

"Film densi a base di nitruri di metalli del IV/V gruppo di spessore micrometrico, depositati via PVD su substrati ceramici porosi."

La dettagliata descrizione di esso è riportata nel corrispettivo allegato.

4) Conclusioni

I flussi di H₂ ottenuti per i tre campioni testati (primo semestre) sono risultati inferiori a quanto riportato dagli autori che per primi hanno condotto la sperimentazione su questi materiali. Dalle analisi condotte ex-post, possiamo ragionevolmente identificare come principale causa l'ossidazione dei rivestimenti. Per proteggere i film si è quindi deciso di mettere a punto un'architettura a sandwich in cui la membrana di nitruro si trova all'interno di un sistema multilayer Pd/nitruro/Pd (o lega a base di Pd) depositato su allumina porosa.

Nel caso del TiNx, è stata prevista una configurazione Pd/TiNx/V-Pd su Al₂O₃ tal quale, con strato mesoporoso liscio dove un interlayer a base di V e Pd di composizione opportuna potesse contemporaneamente promuovere l'adesione e favorire la permeabilità all'idrogeno, limitando i fenomeni di ossidazione dovuti al contatto con Al₂O₃. Inoltre, nell'ambito dello sviluppo di un sistema Pd/TiNx/Pd su Al₂O₃ è stato ottenuto un buon doppio strato TiNx/Pd/Al₂O₃ (dopo adeguata lavorazione meccanica superficiale del substrato) che è risultato sigillante e stabile sia a 200 °C che a 300 °C.

I risultati più interessanti sono stati conseguiti con i film di VNx. Il sandwich Pd/VNx/Pd/Al₂O₃ è risultato sigillante e stabile a temperatura ambiente fino a 350 °C, anche in atmosfera contenente idrogeno. Si prevede di proseguire l'attività anche al di fuori dell'accordo di programma procedendo ad una opportuna razionalizzazione delle proprietà microstrutturali e della composizione in funzione delle indicazioni che verranno date dalle misure di permeabilità.

5) Apparecchiature utilizzate

- Apparat (modificati e/o progettati e realizzati presso CNR-ICMATE), per la deposizione di film con tecnologia HiPIMS che comprendono due generatori HiPIMS (TRUMPF-Hüttinger, True Plasma High Pulse 4002 e Ionautics, HiPSTER 6 HiPIMS Pulser 6 kW + HiPSTER DC 6MP DC Power Supply 6 kW), e due alimentatori bias (TRUMPF-Hüttinger model 3018 HBP - 18 kW e Ionautics, HiPSTER 1 HiPIMS Pulser 1 kW + HiPSTER DC 1 DC Power Supply 1,5 kW + unità di sincronizzazione HiPSTER Sync HiPIMS Synchronisation unit), sistemi da alto vuoto e sistemi di riscaldamento e movimentazione del portacampioni.
- Difrattometro XRD Philips PW 1830.
- Microscopio elettronico (FE-SEM) SIGMA Zeiss con analisi Energy Dispersive Spectroscopy (EDS, Oxford X-MAX).
- Apparat per la valutazione della permeabilità all'idrogeno, progettato e realizzato da CNR-ICMATE, che comprende una fornace Nabertherm N11/HR, alcuni mass flow controller e un misuratore di pressione per impostare e misurare flussi e pressione, un modulo opportunamente progettato in acciaio dove sigillare le membrane e realizzare i test, un elettrolizzatore Perkin Elmer PGX Plus H2 160 e un gascromatografo Agilent 490 Micro GC.

5) Profili delle risorse umane impegnate

- Ricercatore con laurea in Chimica
- Due Ricercatori con laurea in Ingegneria

- Ricercatore con Laurea in Scienza dei Materiali
- Collaboratore tecnico con laurea in Ingegneria Meccanica
- Dirigente di Ricerca con laurea in Chimica

6) Diffusione dei risultati

I risultati sono riassunti in un articolo scientifico di cui è in corso la redazione.

Responsabile scientifico: CNR

Progetto: 1.3 Materiali di frontiera per usi energetici

WP2 Sviluppo e sperimentazione di membrane metalliche e ceramiche per la separazione selettiva di H₂

LA2.2 (m1-m12) Membrane Cer-Cer: produzione di strutture asimmetriche aventi supporto poroso realizzato mediante tecnologie convenzionali

1) Premessa

Scopo dell'attività PAR 2019, è stata l'identificazione di metodi validati e standardizzati per la caratterizzazione termo-meccanica di nastri ceramici in verde ottenuti mediante colaggio su nastro, necessari alla produzione di membrane ceramiche asimmetriche a base di $\text{BaCe}_{0.65}\text{Zr}_{0.2}\text{Y}_{0.15}\text{O}_{3-\delta}$ (BCZY) – $\text{Gd}_{0.2}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_{2-\delta}$ (GDC). La messa a punto di un metodo di analisi in questa fase del processo risulta, infatti, di fondamentale importanza per l'ottimizzazione e progettazione della membrana finale, al fine di definire in maniera univoca le condizioni di processo necessarie per l'ottenimento delle adeguate caratteristiche morfologiche e funzionali. Questo obiettivo, se raggiunto, porterà, per la prima volta, alla messa a punto di un protocollo univoco di caratterizzazione di nastri in verdi aventi diverse composizioni (contenuto in solido, quantità agenti porizzanti), comportando di conseguenza un risparmio di prove trial-and-error altrimenti necessarie al fine di rimodulare l'intero processo di produzione della membrana. Il protocollo di produzione ottimizzato permetterà di produrre membrane asimmetriche (denso/poroso) a conduzione mista protonica-elettronica con adeguate caratteristiche morfologiche (densità dello strato attivo $\geq 95\%$, porosità del supporto $\geq 40\%$), meccaniche (carico di rottura a flessione ≥ 20 MPa) e funzionali (flusso di H₂ permeato ≥ 0.4 mL min⁻¹ cm⁻²).

2) Obiettivi

Non esistendo nel panorama scientifico attuale studi puntuali riguardanti la stabilità meccanica di membrane ceramiche asimmetriche per la separazione di idrogeno, scopo dell'attività del secondo semestre PAR 2019 è stata la determinazione delle proprietà meccaniche in termini di resistenza a flessione e durezza, di membrane a base di BCZY-GDC. Obiettivo dell'attività è stato inoltre investigare l'influenza di fenomeni di invecchiamento su proprietà meccaniche, morfologiche e microstrutturali delle membrane, prodotte per colaggio su nastro o pressatura, quando esposte in diverse atmosfere operative.

I principali obiettivi dell'attività sono, in particolare, elencati di seguito:

- Determinazione dei valori di resistenza a flessione di membrane asimmetriche sottoposte o meno ad invecchiamento termico a 750°C x 100h in diverse atmosfere operative (H₂, CO₂, H₂+CO₂).
- Determinazione dei valori di durezza per membrane sottoposte o meno ad invecchiamento termico a 750°C x 100h in diverse atmosfere operative (H₂, CO₂, H₂+CO₂).
- Studio dell'influenza dell'atmosfera di invecchiamento su proprietà meccaniche, morfologiche e microstrutturali attraverso analisi XRD, SEM, nanoindentazione.

3) Risultati conseguiti

L'attività svolta ha permesso di effettuare la caratterizzazione meccanica di membrane ceramiche BCZY-GDC per la separazione di idrogeno, prodotte mediante colaggio su nastro, valutando l'influenza di fenomeni di invecchiamento quando esposte in diverse atmosfere operative.

I principali risultati, finora mai riportati in letteratura, si possono riassumere come segue:

- Il valore di resistenza a flessione alla temperatura operativa di 750°C per membrane asimmetriche appena prodotte risulta pari a 69.9 ± 6.4 MPa. Quando sottoposte ad invecchiamento alla temperatura di 750°C x 100h in atmosfera di H₂, CO₂, H₂+CO₂, i valori di resistenza delle membrane risultano pari a 22.1 ± 1.8, 81.3 ± 9.8, 45 ± 15 MPa rispettivamente. In linea coi risultati attesi dal progetto, i valori di resistenza a flessione di membrane asimmetriche sia invecchiate che non, risulta superiore a 20 MPa, indipendentemente dalla tipologia di atmosfera operativa utilizzata.
- Il valore di durezza per membrane BCZY-GDC appena prodotte risulta pari a 543 ± 26 HV. Quando sottoposte ad invecchiamento alla temperatura di 750°C x 100h, in atmosfera di H₂, CO₂, H₂+CO₂, i valori di durezza delle membrane risultano pari a 354 ± 32, 704 ± 68, 578 ± 24 HV rispettivamente.
- È stato dimostrato che la diminuzione delle proprietà meccaniche associate all'invecchiamento delle membrane in H₂ è imputabile a fenomeni noti di espansione/contrazione del volume di cella della GDC (causa reazioni redox Ce^{III}-Ce^{IV}) che causano un indebolimento del grano per fenomeni di microfessurazione.
- È stato dimostrato che l'aumento delle proprietà meccaniche associate all'invecchiamento delle membrane in atmosfera satura di CO₂ è imputabile alla formazione di bario carbonato per reazione della stessa con la fase di BCZY. La formazione della nuova fase witherite sottoforma di grani/cristalliti di dimensioni submicrometriche è responsabile dell'implemento della resistenza a flessione.
- Un trattamento delle membrane in un flusso di gas (H₂+CO₂) avente concentrazione di H₂ e CO₂ paragonabile alle condizioni reali di esercizio, non determina un sostanziale invecchiamento/degradazione delle caratteristiche meccaniche, morfologiche e microstrutturali.

3.1) Descrizione delle procedure, della sperimentazione e dei risultati

I materiali utilizzati, le procedure ed i risultati conseguiti sull'attività volta alla caratterizzazione termo-meccanica di membrane ceramiche a base di BCZY-GDC per la separazione di idrogeno sono stati ampiamente descritti nel deliverable 2.2.2 "Data-sheet delle proprietà meccaniche di membrane asimmetriche prodotte mediante colaggio su nastro".

3.2) Confronto con i risultati attesi

In accordo con gli obiettivi prefissati, le attività svolte hanno permesso di individuare un protocollo di produzione di membrane per la separazione di idrogeno mediante colaggio su nastro, caratterizzate da una resistenza meccanica a flessione alla temperatura operativa di 750°C superiore a 20 MPa. In linea con quanto atteso, infatti, il valore di resistenza a flessione di membrane non sottoposte a ciclo di invecchiamento risulta essere pari a 69.9 ± 6.4 MPa. Quando sottoposte ad invecchiamento alla temperatura di 750°C x 100h in atmosfera di H₂, CO₂, H₂+CO₂, i valori di resistenza delle membrane risultano pari a 22.1 ± 1.8 , 81.3 ± 9.8 , 45 ± 15 MPa rispettivamente.

In accordo ai risultati attesi, sono state investigate ed individuate correlazioni tra proprietà meccaniche-morfologiche e microstrutturali in membrane a base di BCZY-GDC sottoposte ad un ciclo termico in temperatura (750°C x 100h) in diverse atmosfere operative.

3.3) Criticità

Non si segnalano particolari criticità rispetto all'attività svolta in questo semestre.

3.4) Eventuali scostamenti rilevanti e aggiustamenti

Non si segnalano scostamenti rispetto a quanto atteso.

3.5) Deliverables

È stato raggiunto il seguente deliverable:

- 2.2.2 "Data-sheet delle proprietà meccaniche di membrane asimmetriche prodotte mediante colaggio su nastro".

La sua descrizione dettagliata è riportata nel corrispettivo allegato.

4) Conclusioni

I risultati raggiunti con questa attività sono in linea con quelli attesi; sono state infatti caratterizzate dal punto di vista termo-meccanico le membrane asimmetriche, prodotte mediante colaggio su nastro, per la separazione di idrogeno. L'influenza dell'atmosfera operativa sulle suddette proprietà è stata approfonditamente investigata.

5) Apparecchiature utilizzate

Apparecchiature per il processo:

- Miscelatori a rulli per la preparazione di sospensioni ceramiche;
- Banco di colaggio;
- Pressa per la laminazione;
- Pressa lineare e isostatica per la produzione di pellets;
- Fornaci e forni (in aria o in atmosfera controllata).

Apparecchiature per la caratterizzazione:

- Macchina per Test di resistenza a flessione (Instron mod. 1195, Instron) a 4 punti in temperatura.
- Indentatore per micro- e nano-durezza;
- Microscopio elettronico FE-SEM completo di sonda EDS;
- Diffrattometro ai raggi X

6) Profili delle risorse umane impegnate

L'attività ha coinvolto personale strutturato, più precisamente due ricercatori ed un tecnico, esperti nella formatura di materiali ceramici e nella caratterizzazione chimico-fisica-strutturale delle membrane prodotte.

7) Diffusione dei risultati

I risultati sono riassunti in un articolo scientifico di cui è in corso la redazione.