

3. DESCRIZIONE DEL PIANO DI ATTIVITA'

3.1 Descrizione del piano di attività

Il progetto porterà all'ottenimento di una procedura prototipale per la produzione di piastrelle smaltate speciali destinate ad essere utilizzate in zone ad alto calpestio, in zone soggette a usura abrasiva, in applicazioni in campo alimentare (antibattericità) o residenziale in genere, anche diverse dal solo rivestimento o pavimentazione. Tale procedura si andrà ad inserire sulla normale linea produttiva della proponente, almeno fino alle fasi di smaltatura e cottura, dopodiché si avrà una differenziazione dovuta all'introduzione del trattamento di scambio ionico. In particolare, si prevede di modificare il ciclo di cottura di piastrelle smaltate in modo da poterle estrarre dal forno a temperatura poco superiore ai 450°C, per inserirle direttamente in un bagno di sali fusi.

Il progetto è pertanto articolato in cinque moduli, cui corrispondono altrettanti obiettivi realizzativi, che coprono le attività che vanno dall'identificazione dei sistemi scambiabili (OR1) fino all'implementazione del processo di scambio ionico e del recupero dei Sali post lavaggio del prodotto trattato (OR5).

La maggior parte delle attività saranno condotte autonomamente dal proponente stesso, mentre per le parti più lontane dalle competenze aziendali ci si avvarrà di consulenze esterne di magistrale competenza, quale il dipartimento di Ingegneria "Enzo Ferrari" dell'Università degli Studi di Modena e Reggio Emilia, relativamente alla definizione di scambiabilità dei sistemi identificati, allo sviluppo di modelli predittivi di scambio e alla realizzazione del bagno di Sali fusi.

3.2 Sintesi Obiettivi realizzativi

	Titolo dell'OR	Mese avvio	Mese fine	Tipologia RI/SS
OR1	identificazione di sistemi di scambio ionico (ioni in smalti-ioni in bagno di sali fusi)	1	10	RI
OR2	realizzazione di bagno di sali fusi per scambio ionico con recupero di calore	5	14	SS
OR3	prove di scambio su prodotti riscaldati e caratterizzazione dei prodotti scambiati e ottimizzazione del processo di scambio	12	28	RI
OR4	modifica alla curva del forno a rulli per estrazione di pezzi a 450°C e immissione in sali fusi	18	25	SS
OR5	progettazione e realizzazione sistema di raffreddamento rapido post scambio, lavaggio piastrelle e recupero sali	20	30	SS

3.3 Descrizione degli obiettivi realizzativi

OR1

<p><i>Titolo:</i> identificazione di sistemi di scambio ionico (ioni in smalti-ioni in bagno di sali fusi)</p>
<p><i>Obiettivi:</i> analizzare le tipologie di smalti esistenti, anche differenti da quelli attualmente in uso per piastrelle ceramiche causa non opportuno coefficiente di dilatazione termica, e stimarne la scambiabilità in bagni di Sali fusi, sulla base della composizione dichiarata o misurata, al fine di arrivare ad identificare coppie smalto-sistema di Sali fusi più idoneo al processo di scambio ionico. Verificare la fattibilità in azienda di smalti dedicati allo scambio ionico o in alternativa richiedere la collaborazione di colorifici esterni</p>
<p><i>Attività previste:</i></p> <ol style="list-style-type: none">1. ricerca bibliografica e di mercato su smalti ricchi di ioni scambiabili di piccole dimensioni, ed in particolare di Li e Na2. compilazione di database di tali smalti e loro classificazione in base al grado di scambiabilità prevista con bagni di Sali di riferimento (nitrato di potassio, nitrato di argento,..)3. definizione di composizione ideale di smalto scambiabile e contatto con colorifici e smaltifici per verificarne la fattibilità produttiva4. selezione di materiali idonei per il contatto ad alta temperatura con i sistemi scambianti identificati
<p><i>Risultati attesi:</i> I risultati delle attività previste sono i seguenti, numerati in accordo con le attività di cui al punto precedente:</p> <ol style="list-style-type: none">1. articoli scientifici e/o brevetti riportanti esperienze di scambio ionico su vetri di natura differente ed individuazione delle condizioni di scambio ionico applicate e valutazione dei risultati ottenuti; reperimento di schede tecniche di almeno 50 tipologie di smalti, riportanti il tenore di ioni scambiabili, ordinati in base alla loro dimensione (raggio ionico)2. database consultabile in cui gli smalti individuati al punto 1 possono essere ordinati sulla base di criteri di scambiabilità definiti; inclusione del database in un database più ampio riportante anche altre proprietà di interesse applicativo e di processo degli smalti (densità, coefficiente di dilatazione termico lineare, temperature di rammolimento, viscosità, colore, durezza, modulo elastico,...)3. compilazione di scheda di requisiti di progetto per una nuova serie di smalti a scambiabilità migliorata, che non penalizzino altre proprietà di interesse, utilizzando modelli predittivi di tali proprietà reperibili in letteratura. Proposizione di almeno 3 composizioni di smalto a colorifici o smaltifici fornitori della proponente per verificarne la possibilità di produzione e fornitura.4. Utilizzo di procedura di selezione dei materiali assistita dal calcolatore per individuare materiali (o rivestimenti) idonei al contatto con Sali fusi ad alta temperatura, in presenza di aria

OR2

Titolo: Realizzazione di bagno di sali fusi per scambio ionico con recupero di calore

Obiettivi

Realizzare un sistema per la fusione dei sali scambianti, utilizzando calore recuperato dalla cottura delle piastrelle e dalle piastrelle stesse, estratte calde dal forno. Inizialmente il sistema sarà utilizzato fuori linea per condurre le prove dell'OR3, dopodiché costituirà la stazione di scambio ionico della linea procedurale. Lo scopo è ottenere un bagno di Sali fusi di composizione pressoché costante, questo anche grazie all'impiego di sensori atti a verificare la contaminazione del bagno e ad attuatori per la correzione della composizione. Analogamente, il sistema di Sali fusi dovrà essere termostato a temperatura pressoché costante, nonostante la introduzione periodica di piastrelle uscenti dal forno, il loro prelievo e la immissione dei Sali di ripristino nel bagno di fusione.

Attività previste

1. Progettazione e realizzazione di vasca per bagno di Sali fusi, ad immersione minima del prodotto smaltato, collegata al recupero di calore dal raffreddamento forno di cottura
2. Identificazione e installazione di sensore o rete di sensori per il controllo della temperatura e della purezza del bagno di fusione
3. Realizzazione del sistema di controllo del bagno di fusione
4. Progettazione e realizzazione di sistema di carico/scarico automatico della stazione di scambio ionico, in grado di manipolare piastrelle a temperature fino a 500°C

Risultati attesi

I risultati delle attività previste sono i seguenti, numerati in accordo con le attività di cui al punto precedente:

1. Vasca per scambio ionico in grado di ospitare piastrelle ceramiche smaltate, con immersione minima (spessore del bagno inferiore ai 30 mm). Il riscaldamento iniziale dei Sali fusi verrà effettuato unicamente con calore recuperato dal forno di cottura. L'isolamento termico del bagno di sali fusi potrebbe permettere di minimizzare le perdite di calore attraverso le pareti. IL bagno di Sali fusi potrà ospitare un massimo di 6 metri quadrati di piastrelle
2. Sensore di contaminazione del bagno (misura di conducibilità, proprietà dielettriche o colore) e termocoppie + termoregolatori
3. Sistema di controllo del bagno di fusione, in grado di mantenere la temperatura impostata con un errore massimo di 20 °C e di ripristinare automaticamente il bagno di fusione mediante introduzione di sali
4. Trasporto metallico in grado di permettere il transito o la permanenza del prodotto smaltato per il tempo richiesto; tempo di attraversamento regolabile da 15 minuti a 4 ore.

OR3

<p>Titolo: Prove di scambio su prodotti riscaldati e caratterizzazione dei prodotti scambiati e ottimizzazione del processo di scambio</p>
<p><u>Obiettivi</u></p> <p>sviluppare modelli predittivi del processo di scambio ionico su superfici ceramiche smaltate, al variare del tipo di smalto (anche utilizzando l'eventuale smalto dedicato sviluppato nell'OR1), tempo di scambio e temperatura del bagno di scambio. Tecniche di Design of Experiment (DoE) verranno applicate per minimizzare il numero di prove da effettuare e il metodo delle superfici di risposta verrà utilizzato per ricavare modelli predittivi. Seguirà la caratterizzazione dei prodotti scambiati, in termini di durezza, resistenza all'abrasione, resistenza al graffio, assorbimento d'acqua. L'analisi statistica dei dati fornirà anche informazioni relative alla robustezza del processo, in termini di ripetibilità dei risultati. I dati ricavati serviranno quindi per identificare le condizioni ottimali di scambio ionico e la ripetizione dei tests nelle condizioni ottimizzate permetterà di validare i modelli predittivi sviluppati. In questa fase le piastrelle da sottoporre a test verranno prelevate dalla normale produzione e riscaldate a temperature predefinite, in forni a muffola, onde implementare l'estrazione a caldo alle temperature ottimali, nell'OR4</p>
<p><u>Attività previste</u></p> <ol style="list-style-type: none">1. Definizione del piano sperimentale mediante DoE2. Effettuazione delle prove e caratterizzazione dei risultati ottenuti3. Analisi statistica dei risultati ottenuti e sviluppo di modelli predittivi4. Ottimizzazione del processo di scambio ionico sulla base di una funzione obiettivo (massima resistenza, minimo tempo,...)5. Prove di validazione dei modelli predittivi
<p><u>Risultati attesi</u></p> <p>I risultati delle attività previste sono i seguenti, numerati in accordo con le attività di cui al punto precedente:</p> <ol style="list-style-type: none">1. Piano sperimentale, con ripetizione di almeno 5 punti sperimentali per campione, al fine di valutare riproducibilità dei risultati e fornire un numero di campioni sufficienti alla caratterizzazione. Almeno 3+1 tipologia di smalto, 4 temperature, 5 tempi di permanenza verranno studiati, su due tipologie di supporti ceramici differenti.2. Schede di prova dei materiali riportanti i valori di durezza (almeno del 10% superiore a piastrella non scambiata), resistenza al graffio (Scratch hardness number almeno 50% superiore a piastrella non trattata), assorbimento d'acqua (minore uguale a piastrella non scambiata), profondità di scambio.3. Modelli predittivi di profondità di scambio, durezza e resistenza al graffio, al variare delle variabili libere e valutazione della robustezza del modello sviluppato (valore di R^2 e valore previsto di R^2).4. Condizioni ottimali di scambio, per tipologia di prodotto-sistema scambiante e risultati previsti dal modello5. Verifica della validità del modello o affinamento del modello attraverso incremento dei punti sperimentali ripercorrendo le attività 1-4

OR4

<p><i>Titolo:</i> Modifica alla curva del forno a rulli per estrazione di pezzi a 450°C e immissione in sali fusi</p>
<p><i>Obiettivi</i></p> <p>Modificare la curva di cottura e di raffreddamento del prodotto, o, nell'impossibilità, modificare il forno a rulli in modo da consentire l'estrazione dei pezzi a temperature superiori a 450°C e immettere rapidamente i pezzi entro il bagno di Sali fusi. In questa fase si provvederà anche alla messa in linea del bagno di Sali fusi di cui all'OR2, in modo da testare il funzionamento congiunto di questi due elementi chiave della linea procedurale.</p>
<p><i>Attività previste</i></p> <ol style="list-style-type: none">1. Modifica della curva di cottura e raffreddamento, in particolare della velocità di attraversamento della zona di raffreddamento del forno, per permettere estrazione a caldo del prodotto; alternativamente, creazione di derivazione per l'estrazione di parte della carica del forno ad alta temperatura.2. Spostamento del bagno di sali fusi dell'OR2 e connessione ad uscita forno3. Prove di funzionamento
<p><i>Risultati attesi</i></p> <p>I risultati delle attività previste sono i seguenti, numerati in accordo con le attività di cui al punto precedente:</p> <ol style="list-style-type: none">1. Curva di cottura modificata per estrazione dei pezzi attorno a 450°C; eventuale progettazione realizzazione di derivazione della zona di raffreddamento finale del forno a rulli per l'estrazione dei pezzi caldi.2. Posizionamento in linea del sistema di scambio ionico e suo collegamento ai recuperi energetici del forno (aria di raffreddamento) e alla movimentazione3. Report di prova di funzionamento al variare del tipo di materiale e relativo formato, modificando i tempi di attraversamento o permanenza nel bagno di scambio ionico; valutazione della contaminazione del bagno con prodotto uscente dalla cottura e non preriscaldato.

OR5

<i>Titolo: Progettazione e realizzazione sistema di raffreddamento rapido post scambio, lavaggio piastrelle e recupero sali</i>
<i>Obiettivi</i> Procedere al raffreddamento rapido post scambio ionico del prodotto e alla pulizia finale delle superfici delle piastrelle, mediante lavaggi con recupero dei Sali eventualmente rimasti adesi al prodotto. IL raffreddamento rapido permetterà di solidificare rapidamente i Sali fusi che quindi potranno essere recuperati per via meccanica (spazzolatura). L'eventuale lavaggio finale, se richiesto dai prodotti maggiormente porosi, verrà progettato e realizzato in questa fase, insieme al sistema per il recupero dei Sali da reimmettere nel bagno di fusione
<i>Attività previste</i> <ol style="list-style-type: none">1. Progettazione e realizzazione di sistema di raffreddamento rapido mediante aria a percussione e recupero dei Sali solidificati2. Installazione di sistema di spazzolatura e recupero dei Sali solidificati eventualmente ancora adesi3. Progettazione e realizzazione di vasca di lavaggio finale in acqua del prodotto
<i>Risultati attesi</i> <ol style="list-style-type: none">1. Stazione di raffreddamento rapido ad aria, funzionante, con filtraggio di aria e recupero di solidi eventualmente in sospensione o raccogliibili a fondo vasca per la loro reimmissione nel bagno di fusione2. Sistema di spazzolatura superficiale (fronte e retro) della piastrella con recupero di eventuali sali3. Vasca di lavaggio in acqua del prodotto, da utilizzarsi opzionalmente per prodotti fortemente strutturati o porosi

3.4 Descrizione del prototipo/Impianto pilota

Il sistema prestazionale sarà inserito lungo una delle linee produttive della proponente, in derivazione o a valle del forno a rulli, a seconda che risulti più opportuno per il prelievo del prodotto caldo (temperatura superiore a 450°C) modificare una sezione del forno o viceversa modificare l'intera curva di cottura e raffreddamento. Il sistema sarà costituito da una linea di trasporto del materiale caldo verso la vasca di scambio ionico, e da una vasca di scambio ionico e relativo modulo di lavaggio finale con recupero dei sali.

linea di trasporto:

Utilizzando rulli in acciaio o superlega a base nichel, sarà realizzata una linea di trasporto idonea alla movimentazione in continuo o in discontinuo di piastrelle a temperature massime di 500°C. Scopo di tale linea è il trasporto delle piastrelle, con minimo abbassamento di temperatura, verso la vasca di scambio ionico. Per tale ragione, la linea di trasporto avrà altezza minima (30 mm massimo) e sarà isolata termicamente da materiali isol-refrattari a bassa conducibilità termica, come pannelli di fibra di mullite. La velocità del trasporto sarà regolabile mediante inverter, che controlla il motore di traino dei rulli. Due porte di carico e scarico potranno essere aperte o chiuse a seconda della presenza o meno di materiale da prelevare. Il prelievo avviene, dal forno a rulli, o semplice giustapposizione della linea di trasporto all'uscita del forno o, in caso di derivazione, mediante un traslatore dotato di afferraggio rivestito in materiale isol-refrattario alle estremità

vasca di scambio ionico:

La vasca di scambio ionico sarà realizzata prevedibilmente in metallo resistente all'azione a caldo dei sali fusi, come l'acciaio inossidabile austenitico, o altra tipologia di acciaio rivestito. La vasca ospiterà al proprio interno un bagno di sali della profondità massima di 30 mm, attraversato dalla linea di trasporto, che permetterà l'immersione controllata del prodotto. Il prodotto entrerà nel bagno di sali fusi limitatamente alla faccia a vista. Nella zona di scambio, rulli in metallo, a passo molto superiore a quello presente nel forno di cottura, in modo che il prodotto risulti sempre supportato da un massimo di 3 rulli, permetteranno l'immersione controllata del prodotto e l'eventuale brandeggio, se necessario. La vasca presenterà due porte di carico e scarico normalmente chiuse, la cui apertura, a doppia ghigliottina, avverrà solamente in fase di introduzione o estrazione del materiale trattato. Anche la vasca di scambio ionico sarà isolata esternamente da pannelli isol-refrattari ad alte prestazioni, mentre il calore verrà fornito sia dal prodotto stesso in transito, sia prelevando aria calda dal vicino forno a rulli, dalla sezione di raffreddamento. In particolare, quest'ultimo aspetto servirà all'avviamento dell'impianto, quando i sali si trovano allo stato solido e l'introduzione di prodotto caldo ne fonderebbe solamente una piccola percentuale. La vasca di scambio ionico è altresì equipaggiata da sensori di temperatura e da un sen-

sore in grado di misurare il grado di contaminazione del bagno di sali fusi e apportare correzioni in tempo reale mediante introduzione controllata dei sali necessari.

modulo di lavaggio finale:

il materiale uscente dalla vasca di scambio ionico verrà rapidamente raffreddato da getti di aria a percussione, in modo da solidificare velocemente i sali ancora presenti e rimuoverli meccanicamente. Eventuali sali rimasti adesi dopo questo trattamento, entreranno in una sezione di spazzolatura, ove spazzole metalliche o polimeriche, a seconda del prodotto e della temperatura, rimuoveranno l'eccesso di sale eventualmente rimasto sulla piastrina. Seguirà un lavaggio in acqua per la completa eliminazione del sale eventualmente assorbito dalla porosità del prodotto. Il sale asportato per via meccanica verrà recuperato e reinserito nel bagno di fusione, previa separazione dal sodio. Ciò avverrà utilizzando le acque del lavaggio e introducendo cloruro di potassio, quest'ultimo con lo scopo di allontanare il sodio secondo la reazione $\text{NaNO}_3 + \text{KCl} \rightarrow \text{KNO}_3 + \text{NaCl}$ e sfruttando la differente solubilità del nitrato di potassio e del cloruro di sodio al calare della temperatura (cristallizzazione del nitrato di potassio).

