

**PIANO TRIENNALE DI REALIZZAZIONE 2022-24 - RICERCA DI SISTEMA
ELETTRICO NAZIONALE**
Progetti di ricerca di cui all'art. 10 comma 2, lettera a) del decreto 26 gennaio 2000

ENEA

Tema 1.4 Materiali di frontiera per usi energetici

Durata: 36 mesi

Semestre n. 3 – Periodo attività: 01/01/2023 – 30/06/2023

ABSTRACT ATTIVITA' SEMESTRALE:

Il progetto 1.4 è strutturato in cinque WP: nel WP1, "Sviluppo di materiali e dispositivi termoelettrici per energy harvesting", e WP2, "Sviluppo di materiali e dispositivi per il recupero piroelettrico di energia da sorgenti di calore variabili", sono sviluppati materiali per l'energy harvesting, quali termo- e piro-elettrici e relativi microgeneratori e dispositivi dimostratori di interesse per il sistema elettrico. Nel WP3, "Stampa 3D di metalli e polimeri per dimostratori per scambio termico e produzione di energia" e WP4, "Additive manufacturing di materiali ceramici avanzati per incrementare l'efficienza di sistemi di produzione di energia" sono sviluppati materiali e dimostratori prototipali per applicazioni nel settore della produzione energetica, utilizzando tecniche di additive manufacturing. Nel WP5, "Catalizzatori sostenibili, riguardo a materie prime e consumo di energia", verranno studiati e sviluppati nuovi catalizzatori.

L'attività del WP1 ha il primario obiettivo di sviluppare materiali alternativi alle leghe di tellurio (attualmente in commercio) e realizzare dimostratori termoelettrici per il recupero e valorizzazione di forme energetiche a bassa temperatura ponendo attenzione anche all'accoppiamento del dispositivo con la sorgente termica.

Nel primo semestre 2023 è stata condotta attività sperimentale e di studio per:

- messa a punto dei processi di post deposizione (iodurazione e annealing termico sotto vuoto e sviluppo di cap layer) applicati ai film sottili di ioduro di rame (materiale inorganico di tipo p) ed analisi delle proprietà funzionali;
- simulazione ed ottimizzazione di un layout geometrico di tipo verticale a base della coppia n-p di materiali trasparenti con prestazioni ottimizzate;
- ottimizzazione delle prestazioni dei dispositivi realizzati tramite stampa serigrafica, aumento del numero di elementi dei dispositivi per incrementare l'area di contatto e quindi l'energia raccolta e massimizzare la potenza elettrica trasferita dal dispositivo su un carico adattato;
- Studio delle problematiche di accoppiamento metallo\semiconduttore a base dei materiali trasparenti ed integrazione al dispositivo trasparente;
- Valutazione della fattibilità operativa dei trattamenti di nanofabbricazione e post deposizione all'interno dell'intero processo di realizzazione di un dispositivo TEG verticale;

Nel WP2 si prevede di realizzare dispositivi piroelettrici che saranno integrati con componenti cilindrici a spessore sottile in materiale ceramico a base di Ossido di Zinco (ZnO). I componenti saranno realizzati sia mediante processo ceramico convenzionale che tecnologie di Additive Manufacturing (AM). Saranno, inoltre, sviluppati e realizzati dispositivi piroelettrici a film sottile stampati a base di PVDF. Verrà progettato e realizzato un dimostratore PENG, utilizzando i

materiali piroelettrici prodotti, che consenta di estendere l'autonomia di un sistema sensore low power wireless autoalimentato.

Nel corso dell'ultimo semestre della LA 2.1 svolta presso il laboratorio di Faenza, sono stati realizzati provini ceramici a base di ZnO, per la fornitura come componenti di dispositivi piroelettrici. I provini sono stati fabbricati con le condizioni operative ottimizzate nel I e II semestre. È stato fornito un numero di componenti superiore a quello richiesto da progetto. Il processo ceramico convenzionale sviluppato è risultato idoneo alla fabbricazione di componenti ceramici piroelettrici a densità elevata e spessore sottile.

All'interno della LA 2.1 condotta nel laboratorio di Casaccia è stato messo a punto il dispositivo piroelettrico per la caratterizzazione dal punto di vista funzionale dei provini di ZnO di spessore sottile.

Per quanto riguarda invece la LA 2.2, in Casaccia sono state effettuate prove preliminari sul processo di sintesi di ZnO puro e con un drogaggio di ioni metallici utilizzando il metodo di sintesi di chimica acquosa.

Le attività di competenza TEMAF prevedono la realizzazione di componenti ceramici di forma cilindrica a spessore sottile a base di ZnO, ottenuti da stampa 3D (Additive Manufacturing, AM), da integrare nei dispositivi piroelettrici. L'attività in questo primo semestre è stata duplice, affiancando l'ottimizzazione della formatura mediante pressatura convenzionale di una nanopolvere di sintesi di ZnO, alle prove preliminari di preparazione degli slurry per AM, volte alla scelta del disperdente e alla definizione della procedura per la caratterizzazione reologica.

All'interno della LA 2.3, sono stati messi a punto su scala laboratorio i parametri di processo per la realizzazione di film piroelettrici stampati rotocalco, raggiungendo un'adeguata qualità dei film stampati.

All'interno della LA 2.4, sono state individuate le attrezzature con cui provare ad indurre una polarizzazione significativa nei film stampati ed è stata effettuata la progettazione di un setup sperimentale per la caratterizzazione delle curve polarizzazione-campo elettrico e di un apparato sperimentale per la caratterizzazione funzionale dei dispositivi piroelettrici stampati sottoposti ad irraggiamento. Nella LA 2.5 sono stati caratterizzati diversi nanogeneratori basati su LDH, che hanno confermato la presenza di piroelettricità secondo i test e i criteri standard, per numerosi campioni aventi 2 diverse stechiometrie e circa 6 diversi parametri di sintesi. Misure sistematiche hanno portato allo studio degli andamenti del coefficiente piroelettrico, in funzione delle differenti morfologie e temperature di lavoro.

Il WP3 prevede lo studio di materiali metallici, compositi e ceramici, per processi di manifattura additiva.

All'interno della LA 3.1, è prevista: la realizzazione di scambiatori di calore alleggeriti mediante processi laser a letto di polvere, la definizione di una lega ferritica per applicazione nel campo dello scambio termico in ambiente corrosivo alcalino, la preparazione di materiali compositi ad alta conducibilità termica per applicazioni nei processi di scambio termico, la progettazione di uno scambiatore di calore da realizzare mediante tecnologie EBM.

All'interno della LA 3.3, è previsto il miglioramento della produzione e della selezione delle polveri prodotte mediante prototipo plasma termico DC, progettato presso il Centro Ricerche ENEA Portici, rispetto a quelle ottenute durante il precedente PTR 2019-2021. L'attenzione della LA è rivolta ad effettuare test sperimentali in diverse condizioni di processo, per aumentare le quantità di polvere prodotta, e ad effettuare test di purificazione e selezione delle polveri di acciaio ed allumina.

La LA 3.5 è invece focalizzata sulla realizzazione, mediante additive manufacturing, di turbine per impianti ORC. L'attività ha visto la realizzazione in lega di titanio Ti6Al4V, mediante stampa con

processo a letto di polvere a fascio elettronico (EBM), di una turbina per impianti ORC di potenza di 10kW.

Il WP4 prevede lo studio e sviluppo di una feedstock ceramica destinata alla realizzazione, mediante additive manufacturing (AM), di un componente ceramico operante in ambito energetico, in particolare, in una microturbina a gas (MTG).

ENEA ha svolto le attività conclusive dalla LA 4.1, in particolare la completa caratterizzazione del materiale di riferimento ottenuto con processo convenzionale.

Nell'ambito della LA 4.2, ENEA ha messo a punto una miscela di polveri ottimale per la tecnica di AM scelta, cioè la DLP, che servirà per la realizzazione della feedstock ceramica. Si sono inoltre iniziati i test di ossidazione sul materiale di riferimento (attività aggiuntiva).

All'interno della LA 4.3, UNIBO ha sviluppato strumenti per la simulazione e la verifica sperimentale dei benefici ottenibili in termini di aumento di rendimento dall'utilizzo di materiali ceramici in microturbine a gas (MTG) per la produzione di energia.

Il WP5 prevede lo studio di catalizzatori sostenibili, riguardo a materie prime e consumo di energia. Le attività previste nel WP5 saranno quindi dedicate: (i) all'ottenimento di elettrocatalizzatori Pt-free, da impiegare in dispositivi per l'accumulo e la conversione dell'energia.; (ii) alla sintesi di nanoparticelle magnetiche supportate da utilizzare come catalizzatori in processi termochimici alimentati mediante induzione elettromagnetica per la produzione distribuita di idrogeno.

All'interno della LA 5.1, mira ad ottenere mat di nanofibre polimeriche, mettendo a punto i parametri del processo di Electrospinning. Saranno utilizzati vari polimeri, in forma pura o in miscele/bend, con e senza nanocariche, anche a base di metalli transizione, al fine di individuare una o più formulazioni più promettenti come precursori di elettrocatalizzatori. Rispetto allo stato dell'arte, questi materiali sarebbero di facile produzione e potrebbero facilitare la diffusione di sistemi per la conversione o immagazzinamento di energia.

La LA 5.2 ha come obiettivo quello di individuare, testare e mettere a punto dei trattamenti chimici e/o termici da effettuare sui mat elettrofilati ottenuti nella precedente LA, al fine di massimizzare la loro attività elettrocatalitica, possibilmente su più di una reazione elettrochimica.

All'interno della LA 5.3, vengono studiati materiali magnetici catalitici per applicazione nelle reazioni di reforming e bi-reforming. E' stato sintetizzato un catalizzatore con composizione della lega $Ni_{30}Co_{70}$ e caricamento in peso 25% finalizzato ad aumentare ulteriormente l'attività dissipativa del materiale magnetico. Nel primo semestre della LA 5.4 è continuato, in collaborazione con Uniroma1Chi, il processo di caratterizzazione chimico-fisica dei catalizzatori prodotti.

ATTIVITA' SVOLTE

<i>AFFIDATARIO / COBENEFICIARIO</i>	<i>SINTESI DELLE ATTIVITÀ DI RICERCA SVOLTE</i>
ENEA	<u>LA 1.1</u> Le attività sperimentali condotte nel periodo di riferimento hanno permesso di ottimizzare le prestazioni di film sottili inorganici di ioduro di rame (materiale trasparente di tipo p) anche in termini di stabilità delle proprietà funzionali. In particolare, sono stati studiati ed implementati sia

	<p>processi di iodurazione che di annealing termico sotto vuoto ed è stato sviluppato un cap layer polimerico compatibile con la tecnica di realizzazione di un dispositivo TEG del tipo ORIGAMI. Inoltre sono state implementate le routine di calcolo sviluppate nel precedente PT2019-2021 ed applicate alla coppia di materiali inorganico trasparente (CuI/AZO) oggetto di studio della presente proposta progettuale ai fini dell'ottimizzazione del dispositivo di tipo verticale in termini di layout geometrico.</p> <p><u>LA 1.2</u></p> <p>Durante il periodo di riferimento sono state analizzate e studiate le principali problematiche di accoppiamento del singolo materiale inorganico trasparente (CuI o AZO) con un metallo in vista della realizzazione di un TEG verticale. Inoltre in considerazione dello scale-up industriale è stata valutata la fattibilità operativa dei trattamenti di ingegnerizzazione (vedi deposizione GLAD) e post deposizione e la loro integrazione all'interno di un processo di fabbricazione del dispositivo TEG.</p> <p><u>LA 1.3</u></p> <p>L'attività sperimentale condotta in questo semestre ha permesso di ottenere dispositivi termoelettrici con potenza di uscita maggiore rispetto a quelli realizzati nel semestre di attività precedente. Per tale scopo sono stati realizzati su substrati flessibili dispositivi con struttura PEDOT:PSS/20%SWCNT – Ag che, pur essendo realizzati mediante deposizione di strutture planari in forma di film, presentano, dopo opportune piegature del substrato, una forma finale di tipo verticale comunemente detta “origami”. Per facilitare la piegatura, la stampa dei film è stata effettuata su substrati di spessore pari a 25 mm, più sottili rispetto a quelli utilizzati per i dispositivi precedenti (125 mm). Sono state effettuate modifiche al sistema di misura, necessarie per la differente forma finale del dispositivo. I dispositivi realizzati hanno mostrato una potenza massima con carico adattato di circa 40 nW.</p> <p><u>LA 1.4</u></p> <p>In questa linea di attività è stato fatto uno studio preliminare su materiali polimerici di tipo n da utilizzare nella realizzazione di dispositivi termoelettrici completamente organici. I materiali polimerici candidati sono inizialmente materiali di tipo p che dopo trattamento con n-dopanti si convertano in materiali di tipo n. L'attività ha riguardato principalmente l'individuazione del materiale n più idoneo per la preparazione di un inchiostro stampabile e la realizzazione di film uniformi da inserire in dispositivi TEG totalmente organici e stampati.</p>
UniMi	<p><u>LA 1.5</u></p> <p>Nel 1° semestre 2023 si è proceduto ad un affinamento dello studio delle tecnologie di modulazione dei flussi termici. Per la regione di basse frequenze sono state condotte simulazioni numeriche di modulatori elettromeccanici (“buzzer termici”) basati sulla retroazione di un ponte termico. Due conduttori termici solidali rispettivamente alla parete calda della sorgente primaria di calore e al lato caldo del TEG inizialmente poste in prossimità l'una dell'altra ma non in contatto entrano in contatto a seguito del riscaldamento del conduttore solidale alla parete calda che ne determina la dilatazione. La chiusura della catena termica causa il raffreddamento del primo conduttore, che si contrae rompendo il contatto</p>

	<p>con il secondo conduttore. La frequenza di ciclo è stata determinata dipendere dai coefficienti di dilatazione dei due conduttori e dalla geometria del sistema. Per la regione di alte frequenze (tra 100 Hz e 1 MHz) le simulazioni numeriche si sono focalizzate su modulatori magnetocalorici che sfruttano la variazione di comportamento magnetico (transizione ferro/paramagnetico) di un idoneo materiale. La barra ferro/paramagnetica è posta tra le espansioni di un magnete ed è in contatto con la parete calda. Ciò porta al riscaldamento di una parte della barra la cui temperatura supera la temperatura di Curie, generando uno sbilanciamento delle forze agenti sulla barra stessa che trasla normalmente alle linee di forza del campo magnetico. Il contatto termico viene quindi interrotto e la barra dissipa il calore verso il lato caldo del TEG, riportandosi nella posizione iniziale. La frequenza di modulazione risulta determinata dal rapporto tra le suscettività magnetiche nei due stati mentre è indipendente dalle dimensioni della barra.</p> <p><u>LA 1.6</u></p> <p>Nel corso del semestre si è proceduto alla messa a punto di metodologie per il controllo del bundling di nanopillar di silicio ottenuti per Metal-Assisted Chemical Etching (MACE) sia utilizzando una unica soluzione di attacco contenente AgNO₃ e HF (c.d. one-pot) sia due soluzioni impiegate in sequenza (c.d two-pot) di cui la prima contenente AgNO₃ e HF e la seconda contenente H₂O₂ e HF. In entrambi i casi si è verificato che il bundling dei nanopillar è controllato dallo step finale di asciugatura. La presenza di forze capillari induce la flessione dei nanopillar che si raggruppano alle estremità libere. Per prevenire tale fenomeno (inopportuno per la realizzazione di contatti elettrici) si è sviluppato un semplice processo consistente in un ulteriore step di attacco chimico con HF diluito che, rimuovendo lo strato di ossido dalle superfici dei nanofili, evita lo stabilirsi di interazioni tra i nanopillar. Sono così state ottenute ‘foreste’ di nanopillar disaggregati. Tali sistemi sono stati quindi sottoposti ad un processo di electroplating in soluzioni di Cu²⁺, realizzando contatti metallici che sono stati testati. Si è verificato che lo stress chemiomeccanico indotto dal MACE inietta stati superficiali nei nanopillar che garantiscono contatti lineari (tunnelling) a tutte le densità di drogaggio sia nel materiale p sia in quello n.</p> <p>Sul versante dei film sottili sono state condotte deposizioni di film sottili di silicio con tecniche di sputtering a partire da target di silicio fortemente drogato con boro. Il materiale ottenuto è stato caratterizzato sia prima sia dopo annealing a 1000 °C con misure di caratteristiche corrente-tensione, effetto Seebeck e effetto Hall (per determinare mobilità e densità dei portatori). I film sono risultati nanocristallini, anche se le dimensioni e la forma dei grani è risultata significativamente differente da quella riscontrata negli anni passati in film cresciuti per CVD.</p>
UniSalenIngInd1	<p><u>LA 1.7</u></p> <p>Durante questo semestre, si è dapprima approfondita la letteratura riguardante, da una parte, il posizionamento di TEG in involucri edilizi con la finalità di alimentare nodi sensore per la gestione energetica; dall'altra, l'utilizzo di PCM per migliorare le prestazioni del sistema di harvesting nel suddetto contesto; infine, le modalità attraverso le quali sia possibile modellare il suddetto sistema, coniugando affidabilità dei</p>

	<p>risultati con semplicità del modello e delle modalità di utilizzo dello stesso.</p> <p>Tale ricerca preliminare ha permesso di individuare la disposizione dei vari blocchi costituenti il sistema TEG-PCM rispetto al gradiente termico (differenza tra la temperatura all'interno e l'esterno dell'involucro) nonché un modello con le suddette caratteristiche. Si è proceduto pertanto con l'implementazione del modello, di tipo unidimensionale a parametri concentrati, optando per il linguaggio Python. Il modello è stato concepito in maniera tale da permettere la modifica della disposizione dei blocchi costituenti rispetto al gradiente di temperatura, della temperatura di fusione e del volume del PCM, nonché del profilo della temperatura esterna all'involucro, sia in periodo diurno che in periodo notturno. Una volta assegnato il profilo della temperatura esterna, il modello è in grado di calcolare la temperatura del PCM ed in corrispondenza delle facce del TEG; in funzione di queste, poi, è possibile stimare la potenza prodotta dal dispositivo e l'efficienza di conversione.</p>
<p>UniNapDipFisica</p>	<p><u>LA1.8</u></p> <p>Nel primo semestre della linea di attività, lo studio ha previsto la messa a punto dei protocolli di integrazione eumelanina/PEDOT/additivi a guscio aperto, ed uno studio preliminare delle caratteristiche elettroniche. In particolare le eumelanine mostrano un segnale EPR persistente a causa della presenza di radicali liberi eccezionalmente stabili situati sulla struttura del pigmento, e la loro integrazione con PEDOT:PSS può essere investigata combinando la spettroscopia EPR e le misurazioni elettriche.</p> <p>Nella prima fase dello studio, l'analisi EPR indica un diverso comportamento paramagnetico esercitato dalla miscela polimerica PEDOT:PSS in funzione della presenza e del contenuto di eumelanina da 5,6-diidrossindolo (DHI) preparata in situ. Infatti, la miscela PEDOT:PSS pura presenta un picco EPR bicomponente che indica la presenza di radicali centrati sul carbonio con tempi di rilassamento diversi. La formazione di eumelanina DHI porta alla progressiva scomparsa del componente secondario (meno intenso). Questo effetto è descritto quantitativamente dai cambiamenti nei parametri spettrali, come la larghezza della linea del segnale (ΔB) e l'area (A). La correlazione tra questi parametri ed i coefficienti di Seebeck ottenuti mediante analisi elettrica viene indagata con l'obiettivo di definire una relazione tra il comportamento paramagnetico e la conducibilità elettrica del materiale composito.</p>
<p>ENEA</p>	<p><u>LA 2.1</u></p> <p>L'attività svolta nell'ultimo semestre presso il laboratorio di Faenza ha riguardato la realizzazione di provini ceramici a partire da polvere di ZnO commerciale, per la fornitura come componenti di dispositivi piroelettrici. I provini sono stati fabbricati mediante processo ceramico convenzionale con i parametri operativi delle fasi di formatura e sinterizzazione ottimizzati nei precedenti semestri, in relazione sia alle caratteristiche richieste dal progetto che a quelle morfologiche e microstrutturali attese per il materiale piroelettrico.</p> <p>Come componenti sono stati forniti 16 provini, rispetto ai soli 4 richiesti nei prodotti, realizzati con il processo a singolo stadio (SSS) e, seppur non esplicitamente richiesto dal progetto, anche con il processo a due</p>

stadi (TSS) che ha consentito da un lato di ottenere un materiale con morfologia più fine, e dall'altro di abbassare la temperatura di processo. I parametri fisici di densità e spessore dei componenti prodotti sono risultati al di sopra dei valori degli indicatori di verifica e l'uniformità di spessore ha mostrato buoni risultati. La caratterizzazione della morfologia e della microstruttura ha confermato un materiale ceramico con le caratteristiche di densità e struttura richieste. Tutti i risultati ottenuti hanno evidenziato come il processo ceramico convenzionale, ottimizzato nel corso dell'intera LA, sia risultato idoneo per la fabbricazione di componenti in materiale ceramico piroelettrico a spessore sottile e densità elevata.

Nel laboratorio di Casaccia sono stati realizzati dispositivi piroelettrici per accumulo di energia (corrente generata $i_P \geq 0.2$ nA/cm² per gradienti di temperatura di 1-10 K/s) ed è stato dimostrato l'utilizzo dell'energia in resistori e circuiti esterni.

LA 2.2

In Casaccia sono state effettuate prove preliminari sul processo di sintesi di ZnO puro e con un drogaggio di ioni metallici inferiore al 10% atomico utilizzando il metodo di sintesi di chimica acquosa utilizzando come precursori lo Zn acetato, il Mg acetato e come agenti precipitanti NaOH o KOH.

Per quanto riguarda il laboratorio TEMAF di Faenza, nella LA 2.2 è previsto lo sviluppo di sospensioni ceramiche fotosensibili, da caricare con polvere micrometrica commerciale di ZnO, per la messa a punto di tecniche di formatura di Additive Manufacturing (AM), mediante tecnologia Digital Light Processing (DLP). La DLP verrà utilizzata per la stampa di componenti cilindrici di spessore sottile da integrare in dispositivi piroelettrici. In questo primo semestre di attività è stato condotto uno studio dello stato dell'arte, finalizzato principalmente all'individuazione di monomeri e disperdenti, compatibili con ZnO, idonei all'ottenimento di sospensioni fluide. La scelta è stata fatta sulla base delle caratteristiche reologiche necessarie per la stampa ma anche del ritiro dimensionale che si verifica inevitabilmente nella successiva fase di sinterizzazione. Sono state effettuate prove sperimentali preliminari, nelle quali sono stati testati alcuni monomeri e disperdenti, ed è stata messa a punto la procedura per la caratterizzazione reologica. Parallelamente, anche se non previsto dai deliverables del progetto, sono stati ottimizzati i parametri di formatura del processo ceramico convenzionale a partire da polvere di ZnO nanometrica di sintesi. Sono stati individuati i parametri di pressatura uniassiale ottimali (pressione di esercizio e tipologia di stampo) per realizzare componenti piroelettrici che rispettassero gli stessi vincoli di progetto richiesti nella LA 2.1 per la polvere commerciale ed il processo ceramico convenzionale. I provini dopo pressatura (verde) sono stati caratterizzati dal punto di vista geometrico e della densità.

LA 2.3

Nel corso del semestre di progetto, utilizzando gli inchiostri sviluppati nel precedente semestre, sono state effettuate numerose campagne di stampa con tecnica rotocalco su scala laboratorio, utilizzando alluminio e PET-

	<p>ITO come substrati di stampa conduttivi, per mettere a punto i diversi parametri di processo coinvolti (viscosità degli inchiostri, pretrattamento dei substrati, pressione e velocità di stampa, condizioni di evaporazione dei solventi), allo scopo di raggiungere un'adeguata qualità di stampa dei film piroelettrici. La sperimentazione ha permesso di realizzare strati privi di difetti morfologici critici, mettendo a punto metodi di deposizione strato su strato di film piroelettrici in grado di garantire basse rugosità e variazioni di spessore dei film stampati, al fine di evitare il manifestarsi di possibili micro-cortocircuiti in dispositivo e migliorare l'interfaccia film-elettrodi.</p> <p><u>LA 2.4</u></p> <p>Nel corso del semestre di progetto, sono state individuate le attrezzature con cui provare a indurre (corona poling) e misurare (piezometro) una polarizzazione significativa nei film stampati, allo scopo di migliorare le prestazioni dei dispositivi piroelettrici. In parallelo, sono stati effettuati lo studio e la progettazione di un setup sperimentale per la caratterizzazione delle curve polarizzazione-campo elettrico di dispositivi basati su strati ferroelettrici e di un apparato sperimentale per la caratterizzazione funzionale dei dispositivi piroelettrici stampati per i quali le fluttuazioni termiche siano provocate mediante scambio termico per irraggiamento.</p>
Uniroma2	<p><u>LA 2.5</u></p> <p>Considerati i primi risultati in termini di coefficiente piroelettrico ottenuti nel semestre precedente, si decide in questa fase di concentrare le misure su alcune tipologie di campioni, tutti realizzati su foil di alluminio mediante crescita idrotermale. In particolare sono stati investigate le proprietà piroelettriche di nanopetali di (Mg,Al) LDH, e (Zn,Al) LDH. Per verificare gli effetti della morfologia dei nanopetali sulla piroelettricità, sono stati realizzati nanogeneratori con campioni aventi tempi di sintesi differenti, pari a 4, 14, 24, 30 e 48 h nel caso di (Mg,Al) LDH, e 2, 4, 6, 16 e 26 h per il caso di (Zn,Al) LDH. Le misure sono state condotte con l'apparato sperimentale descritto nelle attività del II semestre 2022, effettuando il Chynoweth test, che prevede di stimolare il campione con una variazione di temperatura ad onda quadra, e il metodo Sharp-Garn, nel quale l'oscillazione di temperatura è di tipo sinusoidale. In entrambi i casi, si riconosce la presenza di un segnale piroelettrico, con l'evidenza di una corrente a circuito chiuso che ha il contributo derivativo dT/dt: quindi un picco di passaggio di carica nelle fasi di salita e discesa dell'onda quadra, o una corrente avente andamento sinusoidale sfasato di un caratteristico $\pi/2$ nel caso del metodo Sharp-Garn. Proprio dallo sfasamento $\pi/2$ è possibile determinare il coefficiente piroelettrico, al variare, per tutti i campioni, della temperatura di offset, cioè la temperatura a partire dalla quale vengono imposte le oscillazioni di temperatura dalla cella di Peltier. Nella stesse tornate di misure, quindi, sono stati determinati gli andamenti dei coefficienti piroelettrici in funzione della T di offset, caratterizzazione fondamentale per comprendere le migliori condizioni di lavoro di un eventuale nanogeneratore operativo. Per scongiurare infine la presenza di effetti spuri, o di natura non piroelettrica nella corrente misurata, sono stati effettuati i test standard di switching Polarity (inversione della polarità) e</p>

	<p>di Linear Superposition (per cui la somma di due segnali provenienti da due nanogeneratori singoli deve essere pari al segnale dei due NGs opportunamente connessi in parallelo). Si sottolinea che questa costituisce la prima volta che un fenomeno piroelettrico viene riscontrato in un materiale layered appartenente alla famiglia degli LDH. Le primissime prove di raccolta di carica, infine, si concludono con l'evidenza di uno storage di energia elettrica che, quando rilasciata, è sufficiente per accendere un LED rosso.</p>
<p>ENEA</p>	<p><u>LA 3.1</u></p> <p>Nel corso del terzo semestre sono stati stampati gli scambiatori di calore alleggeriti, precedentemente progettati, mediante un processo a letto di polvere con fusione delle particelle tramite una sorgente laser. Sono stati realizzati due scambiatori, con due canali lato freddo e due canali lato caldo, con ingombro rispettivamente pari a 208mmx84mmx13mm e 208mmx84mmx14,5mm. Gli scambiatori sono stati installati su un banco prova per la misura del coefficiente di scambio termico, della potenza scambiata e delle perdite di carico.</p> <p>Per quanto riguarda la lega ferritica per le applicazioni nel campo dello scambio termico in ambiente corrosivo alcalino, sono state effettuate delle simulazioni, mediante software di simulazione termodinamica, al fine di definire una specifica tecnica da produrre in forma di polvere. Le simulazioni hanno consentito di determinare le principali fasi presenti e le forme di precipitazione, in funzione della temperatura.</p> <p>Nel corso del terzo semestre di attività sono stati realizzati campioni di resina per processi DLP caricati con diverse percentuali di grafite, comprese tra il 5 e il 30%. La procedura di preparazione prevede una prima fase di miscelazione della resina e della grafite, effettuata mediante agitazione e riscaldamento. In una seconda fase, i campioni sono stati preparati mediante due diverse modalità: utilizzo di stampi cilindrici, deposizione su supporti piani. In una terza fase i campioni sono stati posti all'interno di un forno con lampade UV con emissione a 405 nm. Per poter effettuare le misure di conducibilità termica, mediante metodo Hot Disk, sono stati quindi realizzati campioni cilindrici di determinate dimensioni. E' stato possibile verificare un incremento di conducibilità termica superiore al 300% nel caso della resina caricata con il 20% di grafite. Valori troppo elevati di grafite alterano notevolmente le proprietà ottiche della resina limitandone la capacità di polimerizzare anche per tempi lunghi.</p> <p>In ultimo è stato progettato uno scambiatore di calore compatto, a flussi in controcorrente, che può essere realizzato mediante stampa EBM. Sono state effettuate, mediante un opportuno software di simulazione termofluidodinamica, delle simulazioni di scambio termico utilizzando la geometria individuata. Utilizzando la stampante EBM è stato realizzato un campione di prova, che replica la geometria dello scambiatore proposto, con dimensioni delle pareti pari a 0.5 mm. Sono state effettuate delle indagini microstrutturali volte a individuare eventuali criticità della stampa di pareti sottili convolute.</p> <p><u>LA 3.2</u></p> <p>Durante il primo semestre della LA 3.2, sono stati individuati diversi materiali che possono essere utilizzati come cariche in resine composite</p>

per processi SLA e DLP. I risultati della precedente linea di attività, 3.1, hanno mostrato da una parte la possibilità di implementare, anche del 300%, la conducibilità termica della resina, ma anche le criticità legate alla polimerizzazione della resina dopo l'aggiunta di grafite. La scelta dei materiali è stata quindi indirizzata verso materiali compatibili con il processo di stampa DLP, quali l' Al_2O_3 . Sono state effettuate delle prove di deposizione di resina per DLP caricata con diverse concentrazioni di Al_2O_3 e successiva polimerizzazione.

Nell'ambito delle attività relative allo sviluppo di una lega ferritica per l'utilizzo nello scambio termico in ambiente corrosivo alcalino, sono state individuate alcune aziende per la produzione, sia in forma di laminati che di polveri mediante gas atomizzazione.

Per l'implementazione del banco prova scambiatori sono state progettate delle piastre da realizzare in acciaio inox. Queste consentono il collegamento degli scambiatori alle linee di ingresso e uscita dei fluidi caldi e freddi e l'inserimento delle quattro termocoppie e dei trasduttori di pressione.

LA 3.3

Nel terzo semestre è continuata l'attività sperimentale su polveri di allumina.

Trattando il materiale tal quale, il grado di sferoidizzazione risulta significativo a partire da 28 kW di potenza applicata. Aumentando la potenza oltre i 30kW, aumenta la presenza di nanoparticelle. A 30 kW sono state fatte le prove per aumentare la portata variando il flusso di gas. Aumentando la portata, si ottengono sfere di dimensioni leggermente superiori dovute ai fenomeni di evaporazione e condensazione del materiale all'interno del getto del plasma. Le polveri sono state caratterizzate mediante analisi morfologica (SEM), strutturale (XRD), granulometrica delle polveri (PSD).

Al fine di migliorarne la classificazione, anche per l'allumina è stato applicato il metodo usato per l'acciaio per l'eliminazione delle nanopolveri. E' stata utilizzata la setacciatura ad umido per effettuare la classificazione delle polveri.

La verifica dei risultati è stata effettuata mediante caratterizzazione morfologica (SEM), strutturale (XRD), granulometrica delle polveri (PSD). E' stata effettuata anche la valutazione della circularity e del grado di sferoidizzazione mediante analisi d'immagini SEM con l'utilizzo di ImageJ, un "editor" di elaborazione digitale delle immagini, in grado di fornire una serie di parametri legati alla geometria dei campioni. È stata valutata la flowability (Hausner Index).

Sono stati acquistati i filamenti ad alto carico di filler: BASF Ultrafuse 316L (POM/SS316L > 80%w/w), VirtualFoundry FilametSS316L (PLA/SS316L 80%w/w) e la linea NANOE Zetamix Allumine (contenuto di $Al_2O_3 > 80\%w/w$). I filamenti sono stati testati in processi di stampa prima, e di debinding e sintering dopo, utilizzando le apparecchiature disponibili nel laboratorio.

Per testare l'impiego dei filamenti, i materiali sono stati stampati in oggetti semplici, barrette 1 x 4.0 x 0.5 cm e cubi 1 x 1 x 1 cm, una

stampante Prusa i3MK3S, in dotazione al laboratorio NANO.

I manufatti stampati sono poi stati sinterizzati utilizzando le apparecchiature disponibili presso il laboratorio NANO, in particolare i forni acquistati nel precedente triennio.

LA 3.4

L'attività 3.4 è iniziata con lo studio delle esperienze disponibili in letteratura per la formulazione di manufatti tramite stampa MEX. Parallelamente si è focalizzata l'attenzione sulle geometrie e sulle strategie di processo utilizzate per la formulazione di componenti per elettrolizzatori.

Sulla base di quanto esaminato e tenendo conto delle caratteristiche dei materiali disponibili in commercio, è stata condotta il disegno sperimentale dei primi test da effettuare.

Sono stati progettati i primi modelli CAD di elettrodi mediante il software SOLIDWORKS.

LA 3.5

Gli obiettivi delle LA3.5 e 3.6 prevedono la realizzazione, mediante tecnologie additive, di un turbina per impianti per la produzione di energia a ciclo Rankine a fluido organico, ORC. Nel I semestre 2023 sono state effettuate alcune modifiche al software per la determinazione dei parametri termodinamici di funzionamento di un impianto ORC. In particolare la definizione dei parametri di ingresso che tiene conto dello scambio termico tra sorgente calda e fredda. I dati in uscita: rapporto di compressione, pressione in ingresso, temperatura in ingresso, portata del fluido, sono i dati in entrata al software di progettazione per turbomacchine acquisito nel progetto. La geometria della turbina così generata è stata utilizzata per la stampa in lega di titanio mediante processo EBM. La turbina ha un diametro di 85 mm, un'altezza di 35 mm e presenta 12 palette di spessore pari a circa 0.6 mm. Il componente, che è stato realizzato limitando per quanto possibile l'utilizzo di supporti, presenta una deformazione localizzata nella porzione rivolta verso il centro del piatto di stampa. Sono state effettuate caratterizzazioni mediante tomografia computerizzata, microscopia ottica ed elettronica. E' stato inoltre effettuato un confronto tra il file CAD utilizzato per la stampa e la ricostruzione tomografica. Le attività future saranno volte a individuare la configurazione ottimale per limitare le deformazioni del componente.

LA 3.6

La realizzazione di turbine mediante processi di manifattura additiva presenta alcuni aspetti interessanti, in particolare la notevole riduzione degli sfridi di lavorazione derivanti dai processi di manifattura convenzionale. Inoltre nei processi automatizzati di tipo CNC, è possibile realizzare un componente per volta, diversamente da quanto è possibile fare con processi a letto di polvere quali l'EBM.

L'attività quindi si è concentrata sulla possibilità di realizzare più componenti, in lega di titanio, nello stesso processo di stampa, considerando il volume di stampa a disposizione di 200mmx200mmx380mm. Inoltre sono stati valutati i principali aspetti

	<p>che possono portare a deformazioni dei componenti durante il processo di stampa.</p> <p>L'attività ha previsto anche la valutazione di eventuali processi di trattamento del componente dopo la stampa, in particolare i processi di finitura superficiale.</p>
UniNapoliIngInd	<p><u>LA 3.7</u></p> <p>La linea di ricerca prevede l'utilizzo di tecniche di Additive Manufacturing per la stampa e lo sviluppo di scambiatori di calore bifase e prosegue le attività di ricerca sviluppate nel Piano Triennale precedente, durante il quale è stato disegnato e stampato un prototipo di scambiatore di calore di tipo "flat" utilizzando la tecnica Selective Laser Melting (SLM). Nella prima fase il prototipo stampato è stato analizzato utilizzando tecniche di diagnostica avanzata quali la Tomografia Computerizzata (TC) e la microscopia elettronica a scansione (SEM). I risultati sperimentali hanno mostrato come la tecnica di fusione laser selettiva permetta una buona fedeltà di stampa dimostrando il potenziale della stampa 3d per lo sviluppo di scambiatori di calore bifase passivi del tipo heat pipe.</p>
UNISA	<p><u>LA 3.8.</u></p> <p>Nel corso del primo semestre 2023, sono stati eseguiti test di stampa preliminari su: (1) tre elettrodi progettati con diverse geometrie elicoidali (uno, due, tre avvolgimenti a parità di lunghezza); (2) un prototipo di cella in flusso di elettrolita. Tra le possibili geometrie degli elettrodi, la forma elicoidale è stata selezionata perché, a fronte di una relativa semplicità di stampa, assicura una elevata interfaccia di contatto tra l'elettrodo e l'elettrolita, favorendo contestualmente il distacco delle bolle di gas generato, problema annoso nei sistemi più semplici a geometria cilindrica. Per quanto riguarda la scelta dei materiali sia di elettrodi che cella, si è optato per l'acido polilattico (PLA), come cuore della struttura. Grazie al basso costo, alla ridotta temperatura di fusione e alla bassa tendenza alla deformazione, il PLA è, infatti, uno dei materiali più facili da adottare con successo nell'AM, in particolar modo attraverso Fused Deposition Modeling (FDM). Inoltre, in virtù di una facile miscelazione e catene polimeriche uniformi è possibile ottenere prototipi in PLA stampati attraverso FDM anche in presenza di quantità relativamente elevate di diversi additivi, come ad esempio il grafene, il cui impiego verrà previsto nei test che verranno condotti nella linea di attività successiva. I prototipi di elettrodi e di cella sono stati progettati mediante software Thinkercad®, e i file gcode corrispondenti sono stati ottenuti tramite software slicer UltiMakerCura® e infine stampati con successo tramite tecnica FDM utilizzando una stampante 3D Ultimaker 3S®.</p>
UniRoma1IngInd	<p><u>LA 3.10</u></p> <p>Questa linea di attività ha come obiettivo lo sviluppo di strumenti integrati pianificare ed eseguire la produzione, tramite tecnologie di additive manufacturing, di giranti di pico-centrali idroelettriche. Il primo obiettivo realizzativo si è conseguito eseguendo un'attenta analisi delle tecnologie al momento affidabili e adeguate allo scopo del progetto. Tali investigazioni sono state condotte evidenziando le limitazioni e le capacità di apparati commerciali ed industriali. Le tecnologie Powder Bed Fusion, Fused Deposition Modeling e Vat Polymerization sono state prese in considerazione con particolare riguardo alle geometrie della girante.</p>

	<p>Sono state poste le basi per la progettazione secondo Design for Additive Manufacturing. Tali metodologie sono state provate su alcuni software di gestione di diversi apparati ottenendo una prima valutazione di fattibilità tecnico economica delle diverse configurazioni. È emerso fin da subito che la scelta della macchina e del materiale sono state piuttosto critiche ai fini del ritorno economico della picocentrale. Lo studio valutativo di alcune tecnologie particolarmente usate per geometrie complesse ha fatto emergere un altro problema limitante: la finitura superficiale. Allo scopo di produrre una girante con finitura superficiale adeguata si sono vagliate diverse tecnologie secondaria spaziando tra quelle tradizionali come l'asportazione di truciolo a quelle non tradizionali come le finitura di massa. La fattibilità delle tecniche del primo tipo è stata valutata andando a combinare capacità predittive lo scostamento anisotropo della tecnologia FDM con le modalità di input dei sistemi Computer Aided Manufacturing. Lo studio ha permesso l'applicazione flessibile all'additive manufacturing ma ha dimostrato un costo aggiuntivo considerevole in termini di attrezzaggio. Più flessibili si sono dimostrate le tecniche di mass finishing anche se la determinazione della finestra tecnologica è stata notevolmente complessa. A tal fine sono stati impiegati specifici Bed Behaviour dei moti in gioco. I risultati finali sono stati utili a stabilire una lavorazione ibrida adeguatamente flessibile e di facile collocabilità in seno a un sistema di produzione non industriale. Ancora sotto indagine rimangono l'ottimizzazione dei parametri di processo e la riduzione dei tempi complessivi di produzione ancora decisamente alti.</p>
<p>ENEA</p>	<p><u>LA 4.1</u></p> <p>L'ultimo semestre della LA 4.1 è stato dedicato alla caratterizzazione chimico-fisica, morfologica, meccanica e termomeccanica del materiale di riferimento SIN-MC, ottenuto con processo convenzionale e al confronto delle proprietà ottenute con gli obiettivi di progetto. Dal confronto è emerso come tutti gli obiettivi di progetto siano stati raggiunti e spesso superati.</p> <p>Rispetto alle proprietà previste da progetto, sono state determinate ulteriori caratteristiche meccaniche (attività aggiuntiva), utili all'attività di simulazione delle condizioni di esercizio a cui sarà sottoposto il componente ceramico dimostratore, portata avanti dall' Università di Bologna nella LA 4.3.</p> <p><u>LA 4.2</u></p> <p>La polvere di Si₃N₄ utilizzata per la messa a punto del metodo convenzionale, e costituente il materiale di riferimento SIN-MC, possiede dei requisiti morfologici idonei alla tecnologia di formatura scelta, ma differenti rispetto a quelli necessari per la dispersione di polveri in una resina fotosensibile. Per questa ragione, nel terzo semestre di progetto, è stata individuata una polvere di Si₃N₄ più adatta alla tecnologia di formatura con la tecnologia di AM considerata, e quindi idonea alla dispersione nella resina fotosensibile.</p> <p>Con le due polveri di nitruro di silicio considerate sono, pertanto, state preparate delle miscele, adatte ad essere additivate alla resina</p>

	<p>fotosensibile. Per confrontare le diverse miscele di polveri fra loro, è stato necessario processarle con il metodo convenzionale e calcolare il valore di densità in sinterizzato, raggiungibile con diversi cicli termici.</p> <p>Si è così potuto determinare sia la composizione della miscela di polveri ottimale per AM pressata con metodo convenzionale (denominata SIN-AM), che il relativo ciclo termico di sinterizzazione che massimizza la densità. È stato, inoltre, possibile verificare che entrambi i materiali, messi a punto con tipologie diverse di polveri di nitruro di silicio, sono in grado di raggiungere un elevato grado di densificazione, a parità di processo di fabbricazione.</p> <p>Parallelamente, in questo semestre si sono inoltre iniziati i test di ossidazione sul materiale di riferimento SIN-MC, al fine di valutare la resistenza del materiale ceramico proposto alle condizioni di esercizio della MTG (attività aggiuntiva).</p>
<p>UniBo</p>	<p><u>LA4.3</u></p> <p>Durante il semestre n.3, il gruppo di lavoro si è focalizzato sullo sviluppo di un modello dinamico zero-dimensionale di una microturbina a gas (MTG) di potenza ridotta per applicazioni residenziali o in piccole industrie (<10kW). Grazie all'analisi dei risultati delle simulazioni, sarà possibile quantificare il beneficio in termini di rendimento elettrico generato da un incremento delle temperature di esercizio del gruppo MTG, come conseguenza dell'applicazione di una turbina realizzata in materiale ceramico rispetto ad un materiale metallico convenzionale.</p> <p>In questa prima fase, l'attività di modellazione è stata finalizzata all'ottenimento di un modello semplificato, basato su dati sperimentali reali e mappe digitalizzate fornite dal costruttore dei componenti identificati ad operare in un piccolo MTG (turbina e compressore), in grado di replicare fedelmente il comportamento degli elementi principali in termini di prestazioni e rendimento. La validazione del modello sviluppato, effettuata attraverso il confronto con i dati sperimentali, ha confermato la robustezza della metodologia di modellazione e dello strumento sviluppato, che costituirà la base per futuri sviluppi verso architetture di MTG reali più complesse.</p> <p>Parallelamente all'attività di modellazione, il gruppo di ricerca si è focalizzato sull'attività di generazione di un modello CAD tridimensionale di una turbina per MTG. La turbina del gruppo MTG identificato in precedenza, elemento identificato per essere sostituito con uno analogo in materiale ceramico, è stata ricostruita digitalmente tramite tecniche di reverse engineering, utilizzando contestualmente scansioni ottiche e misurazioni dirette del componente reale. Il processo di ricostruzione ha prodotto una geometria del componente reale (turbina) fedele, in termini di dimensioni e accuratezza, ed allineata ai requisiti per la messa a punto del processo di stampa 3D scelto.</p> <p>Infine, nel corso del primo semestre del progetto, il gruppo di lavoro si è focalizzato sull'identificazione di un gruppo microturbina a gas (MTG) presente in commercio di dimensioni compatibili con le specifiche dimensionali massime dei componenti (in particolare, il diametro massimo della turbina) stampabili con la tecnica ed i componenti scelti dal WP4 per realizzare il processo di additive manufacturing.</p>

<p>ENEA</p>	<p><u>LA5.1</u> Con l'obiettivo di ottenere materiali aventi le funzioni di elettrocatalizzatori, a partire da risorse facilmente e largamente disponibili, i mat a base di nanofibre polimeriche ottenuti mediante Electrospinning in precedenza sono stati caratterizzati dal punto di vista morfologico, valutando la distribuzione del diametro delle nanofibre, l'area superficiale specifica, la porosità dei mat e la bagnabilità. Sulla base dei risultati ottenuti, è stato individuato il PVDF come il polimero più adatto alla successiva funzionalizzazione.</p> <p><u>LA5.2</u> Allo scopo di funzionalizzare i mat polimerici ottenuti nella LA5.1, per far sì che si ottengano materiali elettrocatalizzatori, è stata avviata l'individuazione di opportuni materiali e sostanze, nonché di possibili trattamenti fisico-chimici cui sottoporre tali materiali e/o gli stessi mat. In questo ambito, polveri submicrometriche a base di polimeri coniugati, anche misti a polveri di carbonio mesoporoso, sono state sottoposte a trattamenti termici fino a temperature medio-alte (750°C) per valutare l'esistenza e l'eventuale modifica della loro attività elettrocatalitica.</p> <p><u>LA5.3</u> Nel terzo semestre della linea di attività 5.3 è stato sintetizzato un catalizzatore con composizione della lega Ni₃₀Co₇₀ e caricamento in peso 25% finalizzato ad aumentare ulteriormente l'attività dissipativa del materiale magnetico. È stato ottenuto un catalizzatore con nanoparticelle ben distribuite in grado di raggiungere temperature prossime a 900°C nelle condizioni di lavoro. La conversione del metano è inferiore a quella attesa sulla base delle temperature raggiunte, probabilmente a causa di un contenuto inferiore di nichel (catalizzatore di processo). ENEA ha fornito al partner UniRoma1Chi diversi campioni per ulteriori caratterizzazioni.</p> <p><u>LA5.4</u> Nel primo semestre della LA 5.4 è continuato, in collaborazione con Uniroma1Chi, il processo di caratterizzazione chimico-fisica dei catalizzatori prodotti. A valle dell'analisi delle proprietà di tutti i materiali sviluppati sono stati selezionati due catalizzatori con composizione Ni₅₀Co₅₀_25% e Ni₃₀Co₇₀_30% per eseguire dei test di reforming del metano in presenza di CO₂. Il primo è stato scelto perché molto ben performante nella reazione di <i>steam reforming</i>, il secondo perché in grado di raggiungere le temperature più elevate. Il cobalto, scarsamente attivo nella catalisi del processo di <i>steam reforming</i> dovrebbe funzionare come buon attivatore della CO₂.</p>
<p>UniRoma1Chi</p>	<p><u>LA5.6</u> Nell'ambito dello studio di catalizzatori NiCo/Al₂O₃ preparati presso ENEA (WP5-LA3) e applicati per la produzione di idrogeno mediante catalisi magnetica ad alta temperatura (WP5-LA4), la caratterizzazione mediante spettrofotometria ad assorbimento atomico (Varian SpectraAA-220) ha fornito i dati analitici quantitativi sul contenuto di metalli Co e Ni nei campioni analizzati. L'analisi ha richiesto l'ottimizzazione della procedura di scioglimento mediante attacco in acidi concentrati (HF, 40% in peso e HNO₃, 65% in peso) a caldo (70-90 °C) per portare i campioni</p>

in soluzione. I risultati hanno mostrato nei vari campioni un contenuto totale di metallo di circa il 25% in peso, pari a circa 70% del valore nominale utilizzato in fase di preparazione del campione, corrispondente quindi ad un valore limite di saturazione della superficie con i cationi metallici. Il contenuto dei singoli metalli è risultato nel rapporto atomico desiderato (50/50 e 30/70) rispetto a quello nominale presente nella soluzione della preparazione, indicando una buona riproducibilità del metodo e suggerendo simile forza dell'interazione di adsorbimento dei due cationi con i siti del supporto allumina. Sugli stessi campioni, calcinati a 600 °C e ridotti in H₂ a 900 °C, è stata svolta l'analisi morfologica mediante microscopia elettronica a scansione ad emissione di campi (FE-SEM, Auriga Zeiss) corredata da analisi EDX. Le particelle metalliche (evidenziate sia con detector ad elettroni secondari che retro-diffusi) risultano di un unico tipo (in accordo con l'evidenza XRD di formazione di una lega), disperse, di forma sferica e dimensioni abbastanza uniformi. L'elaborazione delle immagini FESEM mediante software Image-J ha fornito un valore di diametro medio stimato dalla distribuzione log-normal pari a 33 ± 7 nm per entrambi i campioni, corrispondente ad un intervallo di dispersione dei metalli 24-40%.