

**Sviluppo di catalizzatore ternario, skeleton type, per studi su anomalie termiche nei sistemi Metallo-Idrogeno ad alta temperatura.**

**Francesco Celani<sup>(1)</sup>, M. Nakamura<sup>(2)</sup>, Gianluigi Zangari<sup>(1)</sup>, A. Spallone<sup>(1)</sup>,  
A. Nuvoli<sup>(1)</sup>, E. Purchi<sup>(2)</sup>, E. Marano<sup>(1)</sup>, B. Ortensi<sup>(1)</sup>, E. Righi<sup>(1)</sup>,  
G. Trenta<sup>(1)</sup>, F. Micciulla<sup>(1)</sup>, S. Bellucci<sup>(1)</sup>.**

**(1) INFN-LNF, Via E. Fermi 40, 00044 Frascati (Roma)**

**(2) ISCMNS, Rome Group#1, c/o. F. Celani, Via Cavour 26, 03013 Ferentino (Fr).**

# INTRODUZIONE

- Nell'ambito degli studi volti ad evidenziare eventuali anomalie di tipo termico (e/o nucleare) nei sistemi Metallo-Idrogeno (e/o Deuterio), studi che rientrano nella fenomenologia nota (dal 2002) con la sigla *CMNS (Condensed Matter Nuclear Science)*, è divenuta sempre più palese l'importanza che ricoprono **sistemi nanostrutturati** per poter ottenere, in opportune condizioni di temperatura e pressione, **fenomeni anomali riconducibili a processi NON di origine chimica e fisica convenzionale.**
- *Attualmente, in ambito Internazionale, oltre il 30% degli studi sono concentrati sulle nanoparticelle e loro procedure di fabbricazione.*
- *Nel caso dello sviluppo ulteriore della procedura utilizzata per primo da Yoshiaki Arata, cioè "melt-spinning e quenching", purtroppo solo pochi Laboratori, e la maggior parte a carattere militare (escluso il Giappone), hanno le complesse attrezzature necessarie ed il relativo know-how.*

- I primi lavori sulla “dimensionalità” risalgono al 1993 (Prof. **Yoshiaki Arata**, Univ. Osaka, Giappone) utilizzando granuli → polveri sottili di Pd puro (studio sistematico con materiale di diametro apparente da 1mm fino a soli 30-50nm). Successivamente, sempre lo stesso Arata, ha scoperto il grosso problema della auto-aggregazione del Pd, specialmente se le dimensioni sono di molto inferiori al micron, cioè nanometriche. Sono state quindi sviluppate strutture in cui il Pd veniva disperso in una matrice inerte (ad esempio ZrO<sub>2</sub> 65%, Pd 35%): i risultati sono stati nettamente di più elevata qualità e soprattutto riproducibili. Utilizzata procedura di melt-spinning e quenching.
- Ricordiamo che, nell’ambito di una collaborazione tra il Dipartimento di Ingegneria dell’Università di Kobe-Giappone (Prof. **A. Kitamura**) e i Laboratori della Technova di Tokyo (Gruppo Toyota, Prof. **A. Takahashi**) sono stati riprodotti, **indipendentemente**, con un apparato sostanzialmente diversi da quello di Arata e con nano-polveri di ZrO<sub>2</sub> **prodotti da una Industria** (Santoku K.K., Kobe) i risultati di Arata stesso (ottenuti grazie a delle nanopolveri realizzate in ambito Universitario, Univ. Tohoku, Giappone).

- E' notizia recente, Ottobre 2010, che anche il Gruppo del Prof. Brian Ahern, in collaborazione con i Laboratori AMES (USA), è riuscito non solo a riprodurre i risultati di Arata (e successivi della Toyota) ma addirittura a migliorarli con un materiale basato su un composto ternario ( $ZrO_2_{65\%}-Ni_{30\%}-Pd_{5\%}$ ) originariamente sviluppato (nel 2005) proprio da Arata.

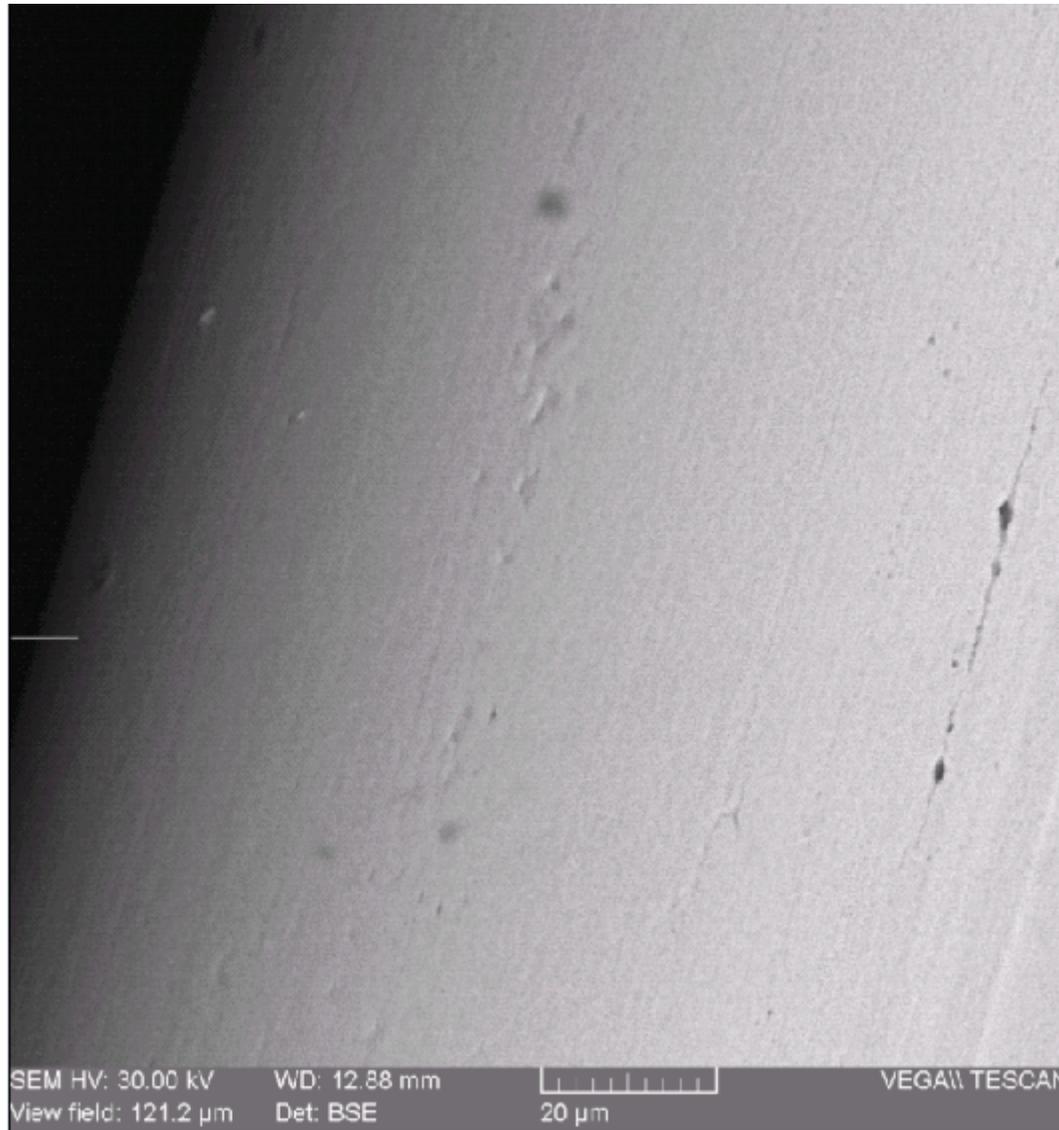
*E' stato quindi risolto, una volta per tutte, il “dramma/tabù” della “Fusione Fredda” riguardo la così-detta riproducibilità, o meglio dire, irriproducibilità trasferita.*

## Attività nei LNF-INFN

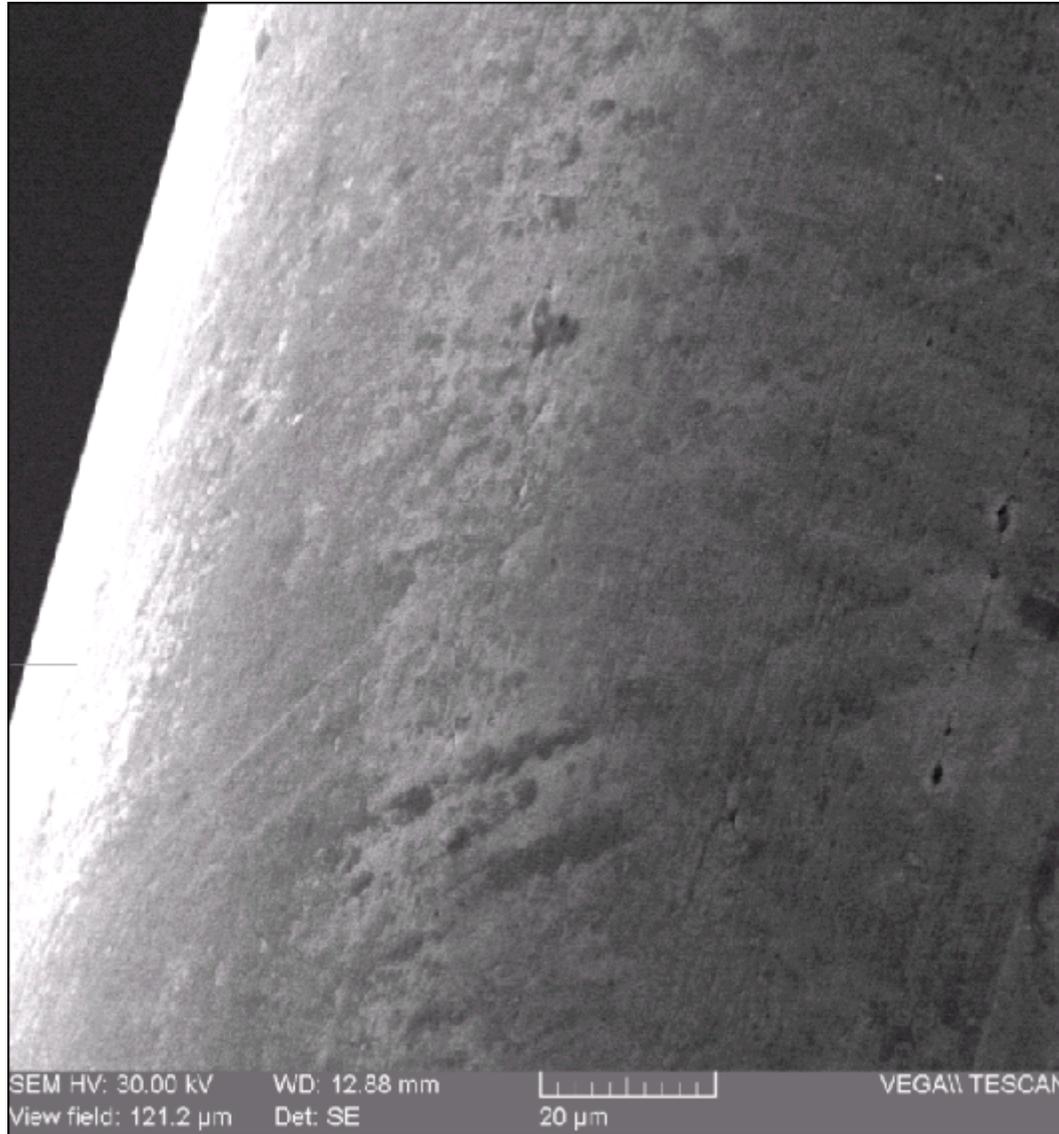
- Il nostro gruppo, sprovvisto della attrezzatura per il melt spinning e quenching, ha sviluppato (dal 2002) una tecnica in cui le nanostrutture, a multistrato e di spessore totale di 1-2 micron, venivano depositate (su un filo sottile di diametro 50-100 $\mu$ m) per via chimico-fisica (ogni strato 10-20nm).
- I risultati, riguardo le anomalie termiche, **benché poco riproducibili nel caso del Nichel in atmosfera di H<sub>2</sub>**, in alcuni casi sono stati realmente elevati: **densità di potenza in eccesso fino a 1800W/g di materiale bulk, temperatura 900°C.** *Valore assoluto della potenza in eccesso di oltre 26W. I valori di eccessi di potenza, con fili sottili di Pd da 50 $\mu$ m e gas D<sub>2</sub>, sono stati si meno elevati (max 400W/g a 550°C) ma in generale più riproducibili.*

- Recentemente abbiamo realizzato, nei LNF-INFN, un nuovo tipo di “catalizzatore” (tipo “**skeleton**”), con materiale ternario a base di Ni e sempre a geometria filiforme, in cui il rapporto tra materiale nano-micrometrico esterno e bulk (diametro  $150\mu\text{m}$ ) è dell'ordine del 33% in spessore e 55% in volume. Analisi SEM hanno mostrato le inusuali caratteristiche di tale nuovo composto, compresa la stabilità meccanica e composizionale fino a  $1000^{\circ}\text{C}$ .
- Dal punto di vista topologico il materiale da noi sviluppato presenta delle peculiarità strutturali (anisotropia, porosità, numero di connessioni, ordine e dimensionalità) tipiche di un frattale trabecolare comune nei materiali naturali biostrutturati. L'elevata anisotropia della struttura ci permette la definizione e lo sviluppo di un modello complesso per la fluidodinamica dei fenomeni di trasporto.

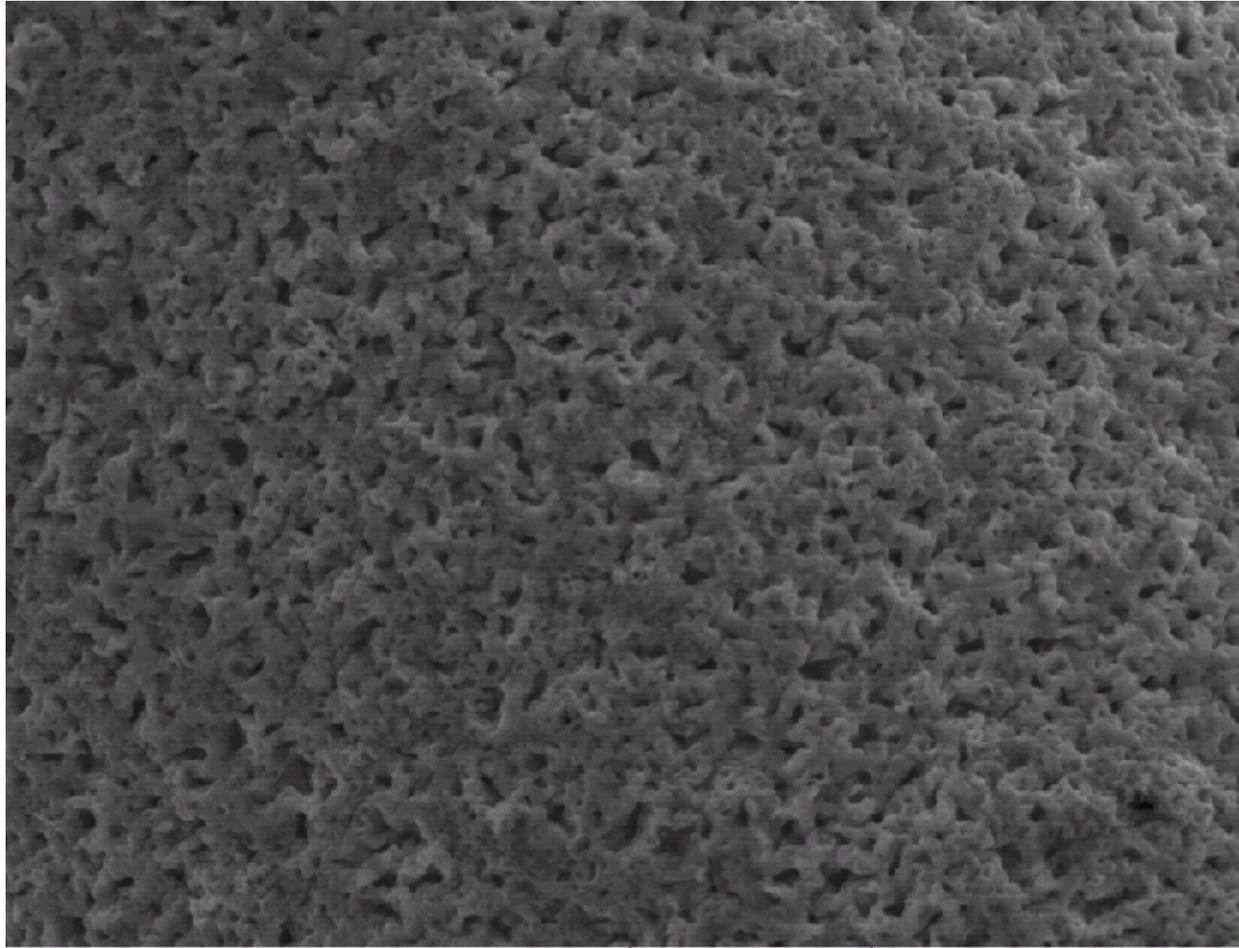
- Le foto al SEM hanno mostrato una geometria spugnosa abbastanza omogenea ma con diametro dei fori e/o nanoparticelle (tipicamente  $1\mu\text{m}$ , con statisticamente ancora pochi per le nostre necessità, fori/nanoparticelle di  $100\text{-}200\text{nm}$ ). **Obiettivo finale: 5-20nm.**
- I risultati sperimentali, utilizzando il reattore mostrato nella precedente relazione ma con piccole modifiche per permettere l'alloggiamento di fili ad elevato diametro ed una doppi guaina di isolamento elettrico (vetro+allumina), come previsto, sono stati modesti. Soltanto alcune volte sono stati realmente degni di nota: 4-5W di eccesso termico a temperature dell'ordine di  $600\text{-}800^\circ\text{C}$  e potenze in ingresso di  $80\text{-}140\text{W}$  in atmosfera di  $\text{H}_2$ . Inoltre, il materiale, purtroppo, tende ad auto-sinterizzare.



**44 Ni senza plastica, 600°C**

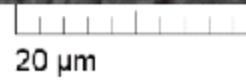


**44 Ni senza plastica, 600°C**



SEM HV: 30.00 kV  
SEM MAG: 3.06 kx  
View field: 103.7  $\mu$ m

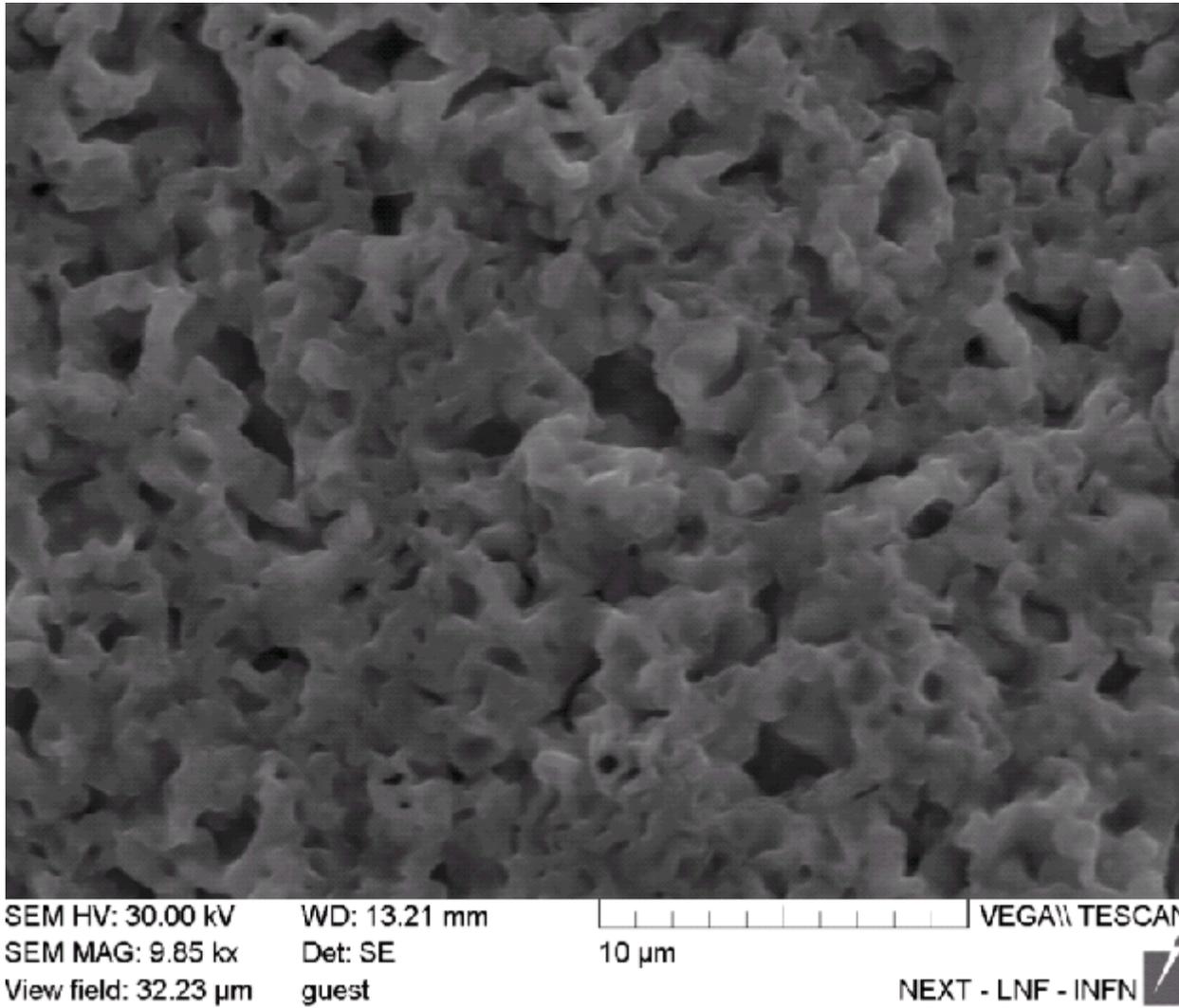
WD: 13.21 mm  
Det: SE  
guest



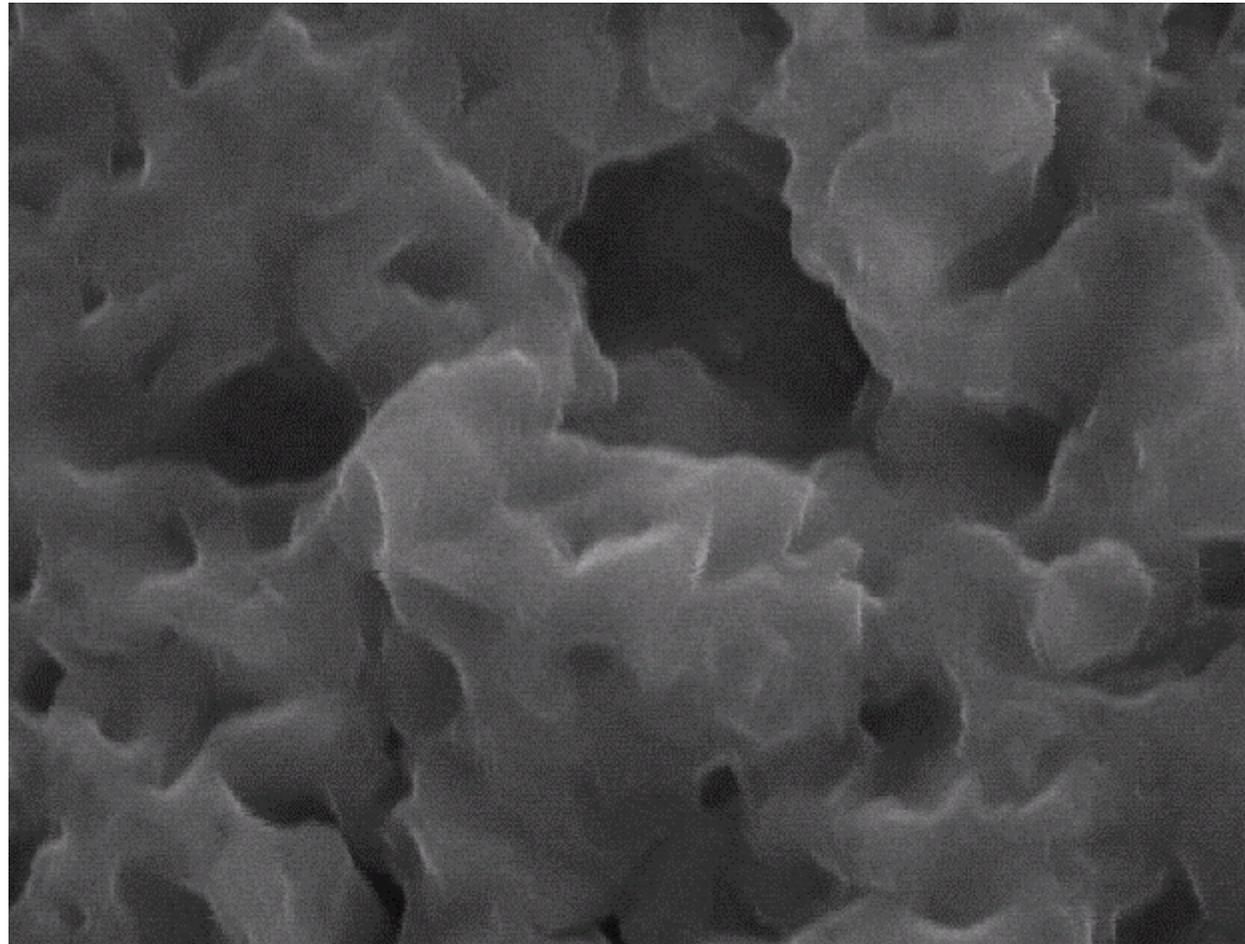
VEGA\\TESCAN

NEXT - LNF - INFN 

**Heat Treatment 15s**

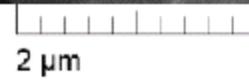


**Heat treatment, 15s**



SEM HV: 30.00 kV  
SEM MAG: 30.48 kx  
View field: 10.41  $\mu\text{m}$

WD: 13.18 mm  
Det: SE  
guest

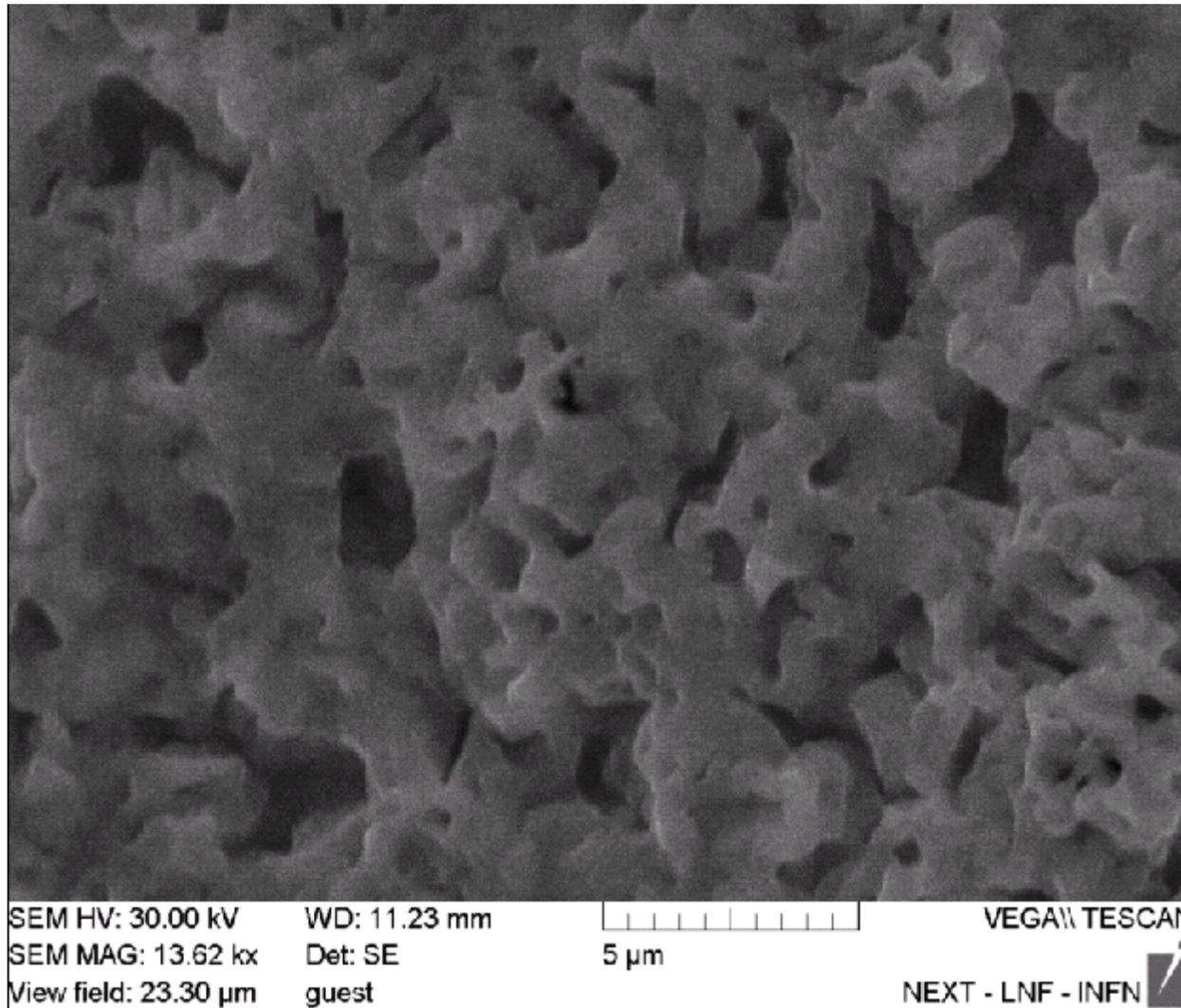


VEGA\\TESCAN

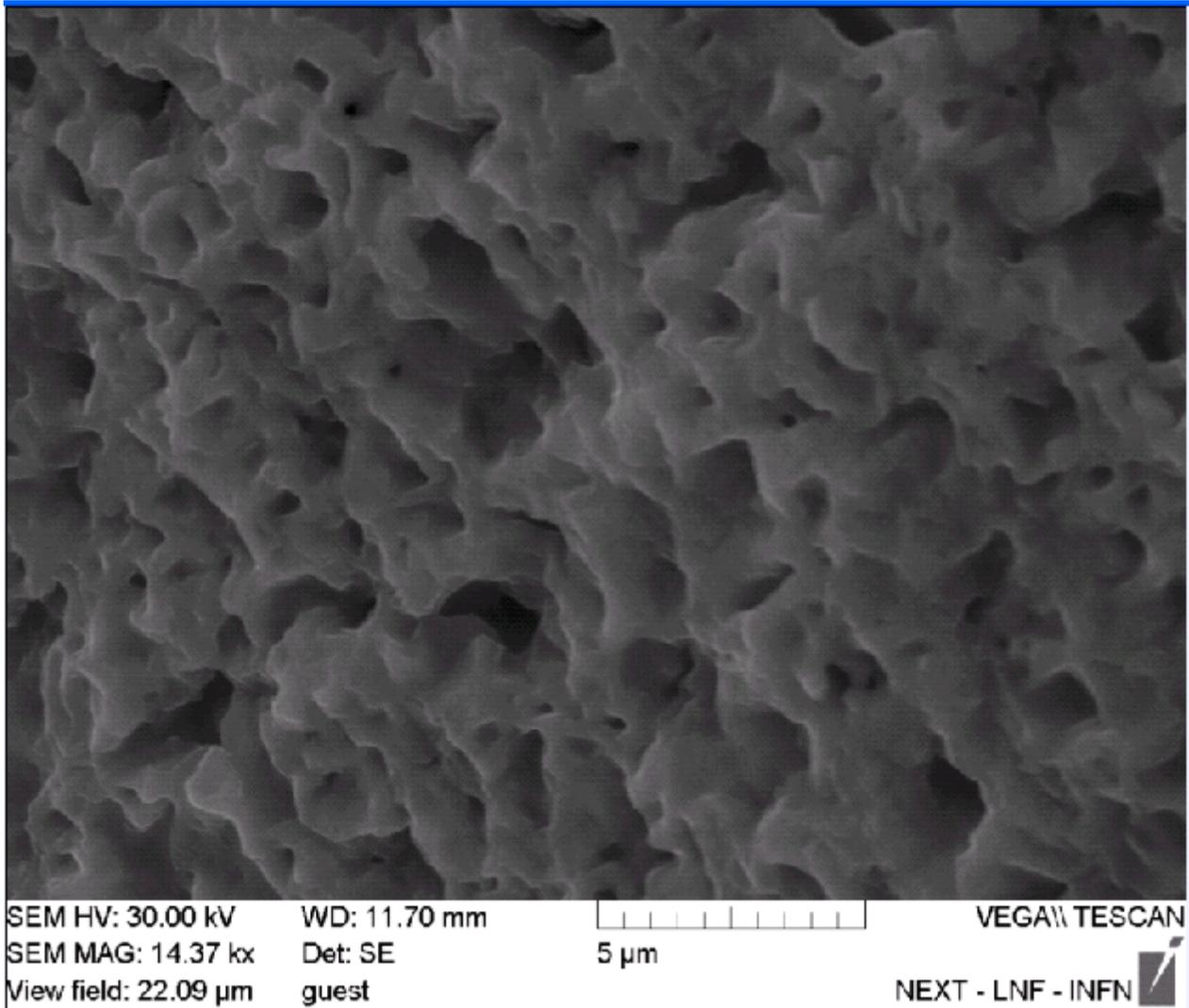
NEXT - LNF - INFN



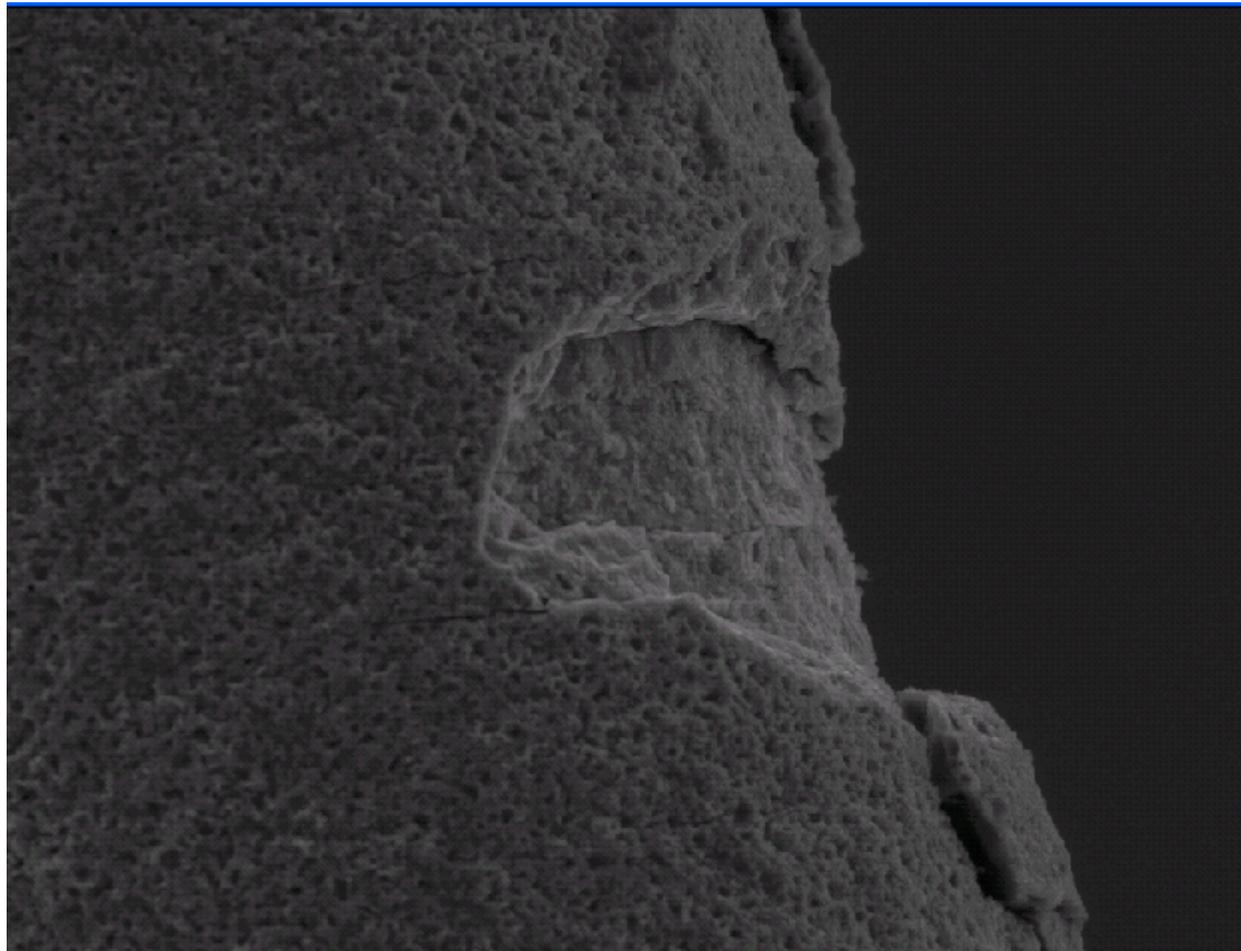
**Heat treatment, 15s**



**Heat treatment, 15s**



**Heat treatment, 15s**



SEM HV: 30.00 kV  
SEM MAG: 1.69 kx  
View field: 187.5  $\mu$ m

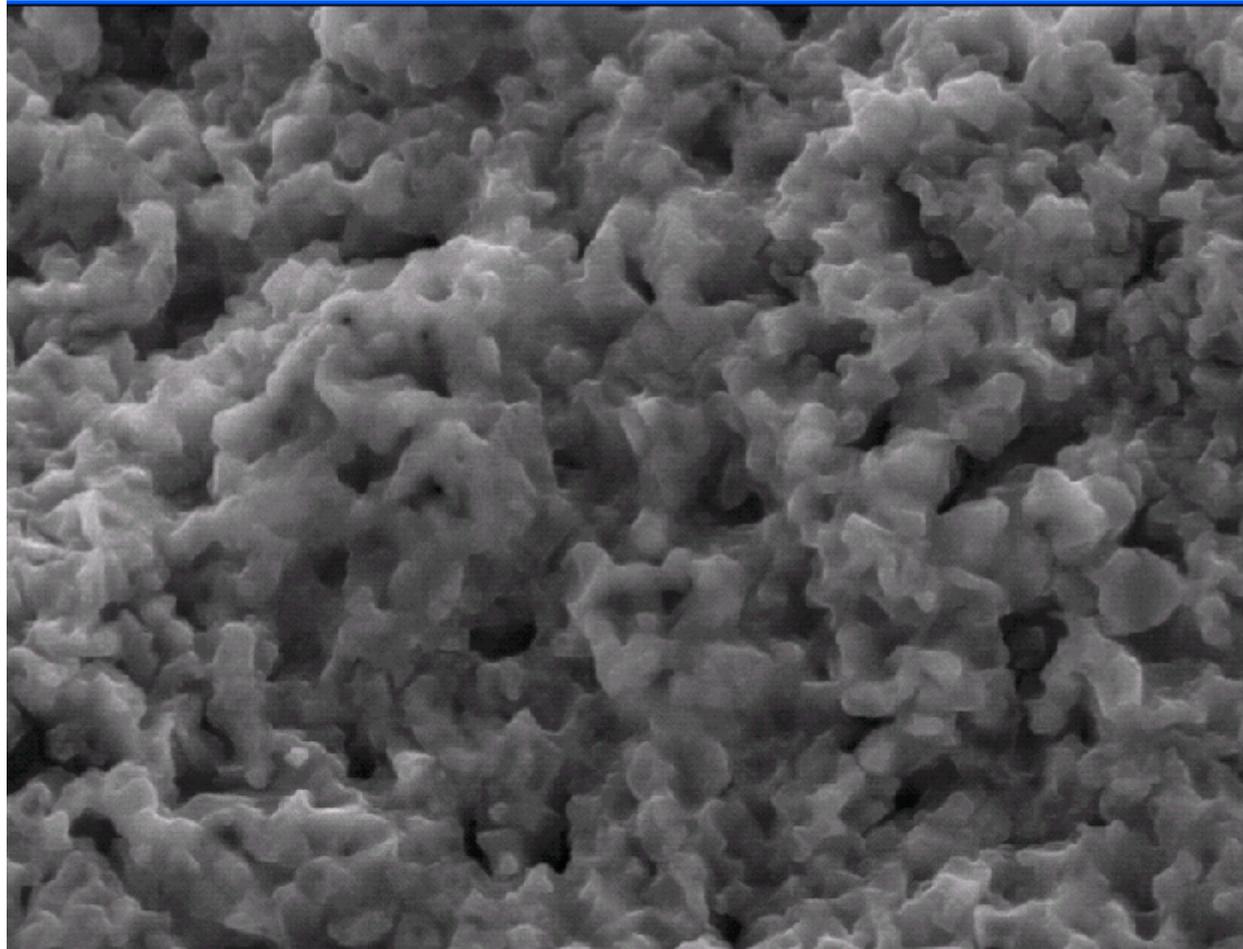
WD: 11.94 mm  
Det: SE  
guest

50  $\mu$ m

VEGA\\ TESCAN

NEXT - LNF - INFN 

**Heat treatment, 15s**



SEM HV: 30.00 kV  
SEM MAG: 13.74 kx  
View field: 23.09  $\mu\text{m}$

WD: 9.276 mm  
Det: SE  
guest

5  $\mu\text{m}$

VEGA\\ TESCAN

NEXT - LNF - INFN

**Heat treatment, 15s**

## PROGRAMMI FUTURI

- Grazie a tali risultati sperimentali stiamo mettendo a punto un **NUOVO processo di fabbricazione** caratterizzato da una energia di “attivazione”, in regime impulsivo (**500V, 25A**) con tempi di salita inferiori al  $\mu\text{s}$ , dell'ordine di **50kW/g** di materiale, in aria. Il quenching verrà effettuato, per ora, in aria ed il tempo di disattivazione della potenza è di soli **100ns**. Il “vecchio” materiale finora realizzato (cioè la generazione di nanostrutture partendo da un materiale bulk) è basato su metodologia avente una potenza massima di picco di **1.6kW/g**. Poiché la dimensionalità del materiale prodotto, in prima approssimazione, è una funzione inversa sia della potenza di picco che del tempo di salita, siamo fiduciosi di poter raggiungere l'obiettivo finale prefissato (dimensioni di 5-20nm).
- *Aspetto importante di tale nuovo materiale è che **NON** utilizza metalli preziosi, se non in quantità marginale ( $\ll 1\%$ ).*