

# Esperienze preliminari di fusione di metalli mediante MWaH, riscaldamento a microonde

P. Veronesi, C. Leonelli, G. Poli

*Presso l'Università di Modena e Reggio Emilia è attivo il MAG (Microwave Application Group) che studia le possibilità di impiego del riscaldamento a microonde (MWaH) in processi industriali, nella produzione di nuovi materiali e nella loro manipolazione microstrutturale. Molte applicazioni MWaH nel campo della elaborazione di materiali non metallici sono già consolidate e hanno ormai una notevole valenza industriale. Per quanto riguarda i metalli, le caratteristiche del MWaH sono già utilizzate con successo in alcune fasi dei processi metallurgici primari, che vanno dalla preparazione delle materie prime fino a vere e proprie operazioni idro- e pirometallurgiche. In questa sede viene presentata una breve rassegna di queste applicazioni. Un campo promettente ma ancora oggetto di ricerca sperimentale è quello della fusione di metalli assistita dalle microonde (MWAH). Presso i laboratori del MAG sono in atto sperimentazioni per verificare la possibilità di sfruttare le caratteristiche tipiche del MWaH alla fusione di sistemi mono e policomponenti metallici: vengono presentati i primi risultati di questi studi, puntualizzando sia le promettenti prospettive che le difficoltà tecniche da superare.*

Parole chiave: processi, rassegna, met. non ferrosi, metallografia

## INTRODUZIONE

Le microonde sono onde elettromagnetiche con frequenza  $n$  compresa tra 300 MHz e 300 GHz. Il riscaldamento assistito da microonde, MWaH, avviene essenzialmente per l'interazione fra campo elettromagnetico e materia, fenomeno sulla cui entità giocano un ruolo fondamentale le proprietà dielettriche del materiale, in particolare la sua costante dielettrica relativa  $\epsilon$ . Si noti che, contrariamente da quanto il nome lascerebbe intendere, il valore di  $\epsilon$  non è costante e dipende dalla frequenza  $\nu$  e dalla temperatura. A definire modalità e entità del riscaldamento contribuiscono anche la frequenza e l'intensità locale del campo elettromagnetico. Per quantificare tali effetti vengono definite le seguenti grandezze:

- $D_p$ , distanza di penetrazione della potenza delle microonde, cioè la distanza per la quale tale potenza raggiunge il valore di  $1/e$  ( $= 0.368$ ) volte il valore esistente sulla superficie del materiale.  $D_p$  permette di conoscere, in prima approssimazione, la distribuzione di temperatura all'interno del materiale, fornendo indicazioni sulle dimensioni massime che un corpo può avere per essere efficacemente riscaldato a microonde;
- $P$ , potenza dissipata per unità di volume all'interno del materiale. Essendo correlato al termine generativo nell'equazione del calore, la conoscenza di  $P$  permette di quantificare l'entità del riscaldamento.

Sono noti algoritmi che consentono la valutazione di  $D_p$  e  $P$  [1]. Per i materiali metallici assume rilevanza tecnologica la "skin depth"  $d$ , definita come la distanza dalla superficie alla quale la densità di corrente assume il valore di  $1/e$  volte quella misurabile sulla superficie stessa. Questo parametro consente di individuare la porzione di materiale conduttore direttamente interessato dal riscaldamento a microonde. Il

valore di  $d$  dipende da  $\nu$ , frequenza della radiazione elettromagnetica, oltre che dalla conducibilità elettrica  $\sigma$  e dalla permeabilità magnetica assoluta  $\mu_a$  del materiale, secondo l'equazione:

$$d = \sqrt{\frac{1}{\pi\nu\sigma\mu_a}} \quad (1)$$

Poiché la conducibilità di un metallo varia con la temperatura, è prevedibile un cambiamento delle modalità di interazione materiale-microonde durante il processo di riscaldamento.

Rispetto ai sistemi convenzionali, il riscaldamento a microonde presenta le seguenti peculiarità:

- a) inversione dei profili di temperatura. Durante il riscaldamento l'ambiente assorbe scarsamente le microonde e rimane sostanzialmente freddo, mentre il pezzo, che interagisce col campo elettromagnetico, si riscalda. Pertanto sulla superficie del pezzo la temperatura è mediamente inferiore di quanto non sia al suo interno [2].
- b) selettività del riscaldamento. In un sistema polifasico, la potenza è trasferita in misura diversa alle varie fasi, a seconda delle loro proprietà dielettriche: diventa così possibile il riscaldamento selettivo di una singola fase.
- c) riscaldamento penetrante. L'entità della penetrazione dipende dalla frequenza scelta, permettendo così di trattare direttamente sia la superficie che il cuore del pezzo, senza dover attendere i tempi tipici dei fenomeni conduttivi. In materiali scarsamente assorbenti le microonde, come la maggior parte dei ceramici, il valore di  $D_p$  è elevato (decine di centimetri), per cui risulta agevole riscaldare pezzi anche di grandi dimensioni. Nei metalli, per i quali il valore di  $d$  è dell'ordine dei micrometri, il riscaldamento è perlopiù superficiale, ma fenomeni collaterali come la formazione di microplasma [3] possono influire sulle modalità di riscaldamento.

La maggior parte delle apparecchiature a microonde opera tra i 400 MHz ed i 60 GHz, usando frequenze ISM, cioè autorizzate ed assegnate ad usi Industriali, Scientifici e Medici. Tra queste, la più diffusa per numero di installazioni è la

P. Veronesi, C. Leonelli, G. Poli  
Dipartimento di Ingegneria dei Materiali e dell'Ambiente,  
Università di Modena e Reggio Emilia - Modena

**ACRONIMI DEL RISCALDAMENTO A MICROONDE**

- MWaG:** Micro Wave assisted Grinding, frantumazione assistita da microonde
- MWaH:** Micro Wave assisted Heating, riscaldamento assistito da microonde
- MWaHM:** Micro Wave assisted HydroMetallurgy, idrometallurgia assistita da microonde
- MWaM:** Micro Wave assisted Melting, fusione assistita da microonde
- MWaP:** Micro Wave assisted Pirometallurgy, pirometallurgia assistita da microonde

**GLOSSARIO DEL RISCALDAMENTO A MICROONDE**

- Applicatore:** struttura, aperta o chiusa, generalmente metallica, che applica le microonde al carico
- Carico:** oggetto inserito nell'applicatore o posizionato in prossimità di un applicatore aperto
- TE<sub>10n</sub>:** modo risonante supportato dall'applicatore: TE<sub>l,m,n</sub>= trasverso elettrico, in cui i pedici l, m e n corrispondono al numero di metà lunghezze d'onda di variazione sinusoidale del campo lungo gli assi principali di coordinate
- Guida d'onda:** linea di trasmissione delle microonde tra il generatore e l'applicatore, costituita da un tubo conduttore
- Sintonia:** adattamento dell'impedenza di un circuito (ad esempio un applicatore con il carico inserito) all'impedenza caratteristica della guida d'onda di alimentazione
- Corto circuito di terminazione:** parete metallica, generalmente traslante, parte di un applicatore chiuso
- Choke:** struttura atta a minimizzare l'energia irradiata nell'ambiente da un campo elettromagnetico ad alta frequenza
- Stub:** elemento dielettrico o conduttore la cui penetrazione in una linea di trasmissione è in grado di modificare l'impedenza della linea stessa, al fine di ottenere la sintonia

2450 MHz, utilizzabile liberamente a livello mondiale ed è anche quella in uso presso i laboratori del MAG (Microwave Application Group) dell'Università di Modena e Reggio Emilia.

**APPLICAZIONI IN METALLURGIA DEL RISCALDAMENTO A MICROONDE**

**a) Operazioni preliminari sul minerale**

Le lavorazioni di frantumazione, macinazione ed arricchimento dei minerali vantano un elevato numero di applicazioni di MWaH, spesso già a livello industriale o di impianto pilota. Ford e Pei [4] per primi eseguirono prove di riscaldamento a microonde su minerali tipo ossidi e solfuri. I numerosi studi successivi [5] hanno permesso la suddivisione dei minerali, sulla base della velocità di riscaldamento per esposizione a microonde a 2.45 GHz, nelle seguenti classi:

- "iperattivi" (UO<sub>2</sub>, MoS<sub>2</sub>, C, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeS<sub>2</sub>, CuCl, MnO<sub>2</sub>)
- "attivi" (Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeS, CuS)
- "difficili da riscaldare" (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PbO, MgO, ZnO, MoO<sub>3</sub>)
- "inattivi" (CaO, CaCO<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>).

Oltre che dalla composizione del minerale l'assorbimento delle microonde dipende da granulometria e microstruttura [6].

Gli studi di Walkiewicz ed altri [7] dimostrarono la fattibilità di MWaG: il processo viene favorito dalle microfratture indotte da sollecitazioni termomeccaniche locali dovute al ri-

scaldamento differenziato per l'assorbimento selettivo di microonde da parte di ossidi metallici. Si ottiene una riduzione dell'usura dei mulini e del loro rivestimento e un incremento della capacità produttiva rispetto ai sistemi tradizionali [8], ma il bilancio energetico del processo è condizionato dalla scarsa efficienza dei sistemi di generazione e di applicazione delle microonde. L'attuale sviluppo delle conoscenze sull'interazione microonde-materiale e l'avvento di strumenti efficaci per la modellizzazione del campo elettromagnetico hanno modificato sostanzialmente i rendimenti energetici e permesso la realizzazione di processi industriali di MWaG assai efficienti [9].

Mediante MWaH si possono eseguire sui minerali processi di disidratazione, di deossidrilazione e di arrostitimento. Nei processi di disidratazione e deossidrilazione, sfruttando la polarità della molecola di acqua o di OH<sup>-</sup> per assorbire le microonde, si è ottenuta la conversione da gesso ad anidrite, da goetite ad ematite, e la disidratazione del cloruro di magnesio [5].

L'arrostitimento assistito da microonde viene utilizzato convenientemente per l'estrazione di metalli preziosi da sistemi arricchiti ma difficili da trattare. L'arrostitimento a 2.45 GHz di particelle aventi  $\Phi < 2$  mm, con volatilizzazione dell'80% dei solfuri presenti, risulta fattibile a temperature inferiori a quelle dei trattamenti convenzionali di cianurazione. Dal prodotto arrostito è possibile estrarre fino al 98% dell'oro contenuto rispetto al 50% dei metodi convenzionali [10].

Sono stati brevettati alcuni trattamenti di arrostitimento di solfuri di ferro o misti che, se riscaldati in flusso di ossigeno in reattori a letto fluido a temperature tra 300 e 600 °C, generano ossidi metallici e zolfo elementare [11]. Altri processi MWaH di interesse metallurgico riguardano la rigenerazione e la desolfurazione di carbone esausto [12].

**b) Idrometallurgia assistita da microonde, MWaHM**

I limiti principali dei processi idrometallurgici, preferibili a quelli pirometallurgici per minerali a ridotta concentrazione del metallo da estrarre, sono dovuti alla bassa velocità di dissoluzione e alla possibile precipitazione di composti secondari di difficile separazione. L'assorbimento delle microonde da parte delle soluzioni acquose, la selettività del riscaldamento ed una elevata reattività derivante da surriscaldamenti locali, permettono di prevedere numerose applicazioni per MWaHM. L'industrializzazione riguarda Zn, Fe, Cu; in minor misura Ni, Co, Mn, Mo e Pb. Di seguito vengono presentati alcuni processi realizzati mediante MWaHM.

**Zinco:** nell'emimorfite, sorsilicato idrato di zinco, il metallo è generalmente contenuto in basse percentuali e nel processo idrometallurgico si ha la formazione di gel di silice che rende difficoltosa la filtrazione. Trattando a microonde una sospensione acquosa del minerale addizionata di acido solforico si favorisce l'estrazione dello zinco poiché si genera ZnSO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O invece del ZnSO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O, prodotto nel riscaldamento convenzionale [13]. Inoltre è stato dimostrato che la diluizione della sospensione aumenta la quantità di estratto e riduce la formazione di gel di silice, permettendo di individuare condizioni ottimali per le quali si recupera il 99% di zinco presente. Un effetto positivo della diluizione è stato riscontrato anche in ambiente basico [14], ove è possibile velocizzare il processo rispetto ai metodi tradizionali (5-10 min. contro alcune ore) incrementando del 20% il recupero di zinco. Inoltre, la selettività delle microonde favorisce una maggior dissoluzione di zinco rispetto al piombo, al contrario di quanto avviene mediante riscaldamento convenzionale.

**Ferro:** Il trattamento MWaHM in soluzioni acide per acido nitrico di pirite e marcassite è stato studiato da Huang e

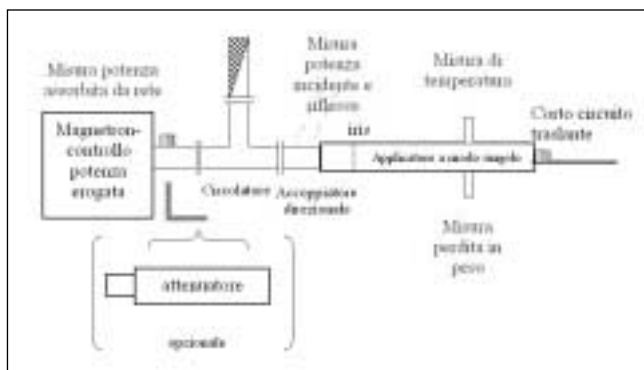


Fig. 1 – Schema del sistema a microonde per la fusione di metalli.  
Fig. 1 – Layout of the microwave system for metal melting.

Rowson [15], evidenziando una maggior velocità di dissoluzione della marcassite e riscontrando un'accelerazione della reazione se la soluzione di attacco viene o riscaldata o maggiormente concentrata. E' anche evidente la dipendenza dalla granulometria, essendo la decomposizione governata cinematicamente da reazioni chimiche che avvengono alla superficie delle particelle.

**Rame:** minerali contenenti ossidi o solfuri di rame sono stati solubilizzati, di solito previo arricchimento, mediante MWaHM in ambiente acido con una resa in rame del 96% [16]. Studi recenti [17] hanno mostrato la possibilità di ottenere rame con un basso quantitativo di impurezze di As e Sb e, parallelamente, di recuperare Ag in quantità nove volte superiore ai convenzionali metodi, dopo soli 20 minuti di esposizione a microonde. La decomposizione termica della calcopirite risulta accelerata in caso di esposizione a microonde, e la separazione magnetica consente di recuperare oltre il 62% di rame.

**c) pirometallurgia assistita da microonde, MWaP**

Le applicazioni pirometallurgiche documentate riguardano la riduzione di magnetite tramite polvere di carbone [18] sfruttando il buon assorbimento delle microonde da parte di entrambe le fasi. In altri casi l'aggiunta di polvere di carbone viene impiegata per aumentare l'interazione microonde-materia in ambiente riducente. Secondo alcuni autori la riduzione carbotermica assistita da microonde di ossidi ferrosi non permetterebbe di superare una conversione del 40% [19]. Peraltro, Huang et al. [20], impiegando un riscaldamento ibrido (6 kW microonde + 12 kW forno ad arco), hanno trattato una miscela di ossidi di ferro, polvere di carbone e carbonato di calcio ottenendo in 15 minuti acciaio fuso contenente meno dello 0.2% di carbonio e meno dello 0.01% di zolfo.

**ESPERIENZE DI FUSIONE ASSISTITA DA MICROONDE, MWaM**

**a) Stato dell'arte**

E' opinione comune che un blocco di metallo, inserito in un forno a microonde, non subisca alcun riscaldamento. In realtà, la (1) stabilisce l'esistenza di una interazione tra le microonde e tutti i metalli reali, dotati cioè di una conducibilità non infinita, e gli effetti di riscaldamento localizzato così ottenibili sono già utilizzati industrialmente, ad esempio nel packaging alimentare [21]. Tuttavia, fondere un metallo con il solo impiego di microonde risulta difficile, a meno che non disponga di strutture particolari, in grado di creare archi localizzati o indurre la formazione di microplasma. Un'alternativa è costituita dall'uso di elementi assorbitori ausiliari, ad esempio carburi o nitrucci refrattari, da inserire nel metallo da fondere o da impiegare come supporteria di



Fig. 2 – Lingotti ottenuti per MWaM di metalli diversi.  
Fig. 2 – Small ingots obtained by MWaM of different metals.

informato [22]. Altro sistema per ottenere l'assorbimento diretto di microonde da parte dei metalli da fondere consiste nell'uso di additivi a perdere che favoriscono una fusione localizzata: la fase liquida migliora l'interazione con il campo elettromagnetico ad alta frequenza e, se il sistema è idoneo a sfruttare questo riscaldamento ausiliario, si ha fusione completa [23,24].

Le microonde sono state efficacemente impiegate nella tecnologia fusoria, ad esempio nella colata in sabbia per produrre ed essiccare rapidamente gli stampi [25]. Nella fusione in forma a perdere è possibile sfruttare l'assorbimento selettivo delle microonde da parte della cera o del polimero per condurre processi di dewaxing in tempi 4-6 volte inferiori ai riscaldamenti convenzionali [26].

**b) Descrizione dell'apparecchiatura sperimentale**

Presso i laboratori del MAG, Microwave Application Group, del Dipartimento di Ingegneria dei Materiali e dell'Ambiente - Università di Modena e Reggio Emilia, è stato messo a punto un applicatore prototipale dedicato alla fusione assistita da microonde MWaM di metalli. In figura 1 è riportato lo schema dell'apparecchiatura, la quale opera alla frequenza ISM di 2.45 GHz: essa è stata realizzata sulla base delle indicazioni emerse dalla modellazione elettromagnetica dell'applicatore risonante del tipo  $TE_{10n}$ , realizzata mediante il software Concerto 2.0 (Vector fields, U.K.). Alla frequenza di 2.45 GHz gli applicatori del tipo  $TE_{10n}$  hanno le dimensioni delle guide d'onda WR284, WR340, e WR430: si è ritenuto opportuno optare per il tipo WR430 che consente di disporre di maggiore spazio utile per la fusione. Per limitare le dissipazioni energetiche l'applicatore è stato realizzato in alluminio, metallo dotato di elevata conducibilità elettrica e non ferromagnetico. La lunghezza dell'applicatore è tale da rendere agevole la sintonia tra generatore e carico, mediante il movimento del corto circuito di terminazione. Una porta circolare ( $\Phi = 40$  mm), ricavata sul lato dell'applicatore parallelo al piano di terra, permette l'immissione del materiale. Un dispositivo denominato choke impedisce la fuoriuscita delle microonde. Poiché la presenza di materiale da fondere fa variare le modalità di propagazione del campo elettromagnetico, il corto circuito di terminazione provvede alla risintonizzazione dell'applicatore, una volta inserito il carico. Ulteriori capacità di sintonia sono offerte da tre elementi metallici cilindrici  $\Phi = 2$  mm, denominati stub, allineati e collegati a viti micrometriche che ne controllano la penetrazione entro l'applicatore. La temperatura è misurata nell'intervallo 600-2000°C mediante un pirometro ottico MIKRON M680, collegato otticamente ad una fibra in zaffiro.

**c) Prove sperimentali**

Sono state eseguite prove di MWaM usando crogioli in materiale assorbente racchiusi in supporti refrattari trasparenti

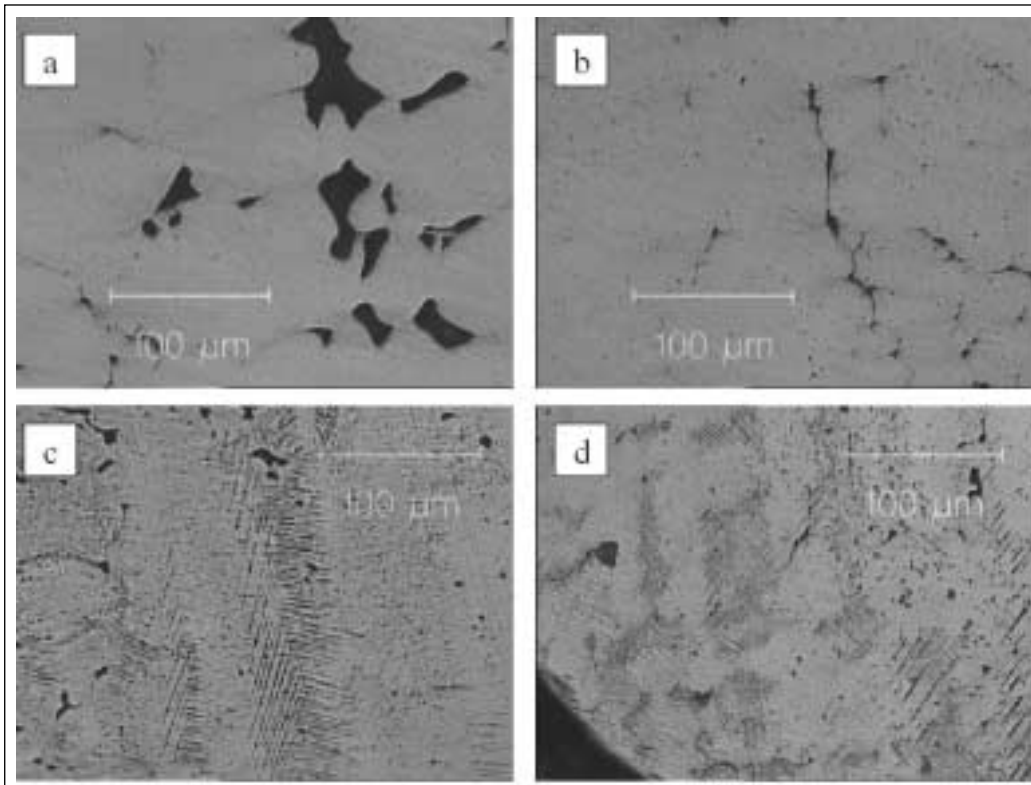


Fig. 3 – Aspetti microstrutturali su sezioni longitudinali di lingotti ottenuti per MWaM.  
 a) microcavità in lingotto di Cu.  
 b) discontinuità filiformi in lingotto di Cu.  
 c) tracce di bande di scorrimento in lingotto ottenuto da sferette di ottone P-OT80.  
 d) variazione di spaziatura fra le bande di scorrimento da superficie a cuore dello stesso lingotto da P-OT80.

Fig. 3 – Microstructures of longitudinal sections of ingots obtained by MWaM.  
 a) micro-cavities in Cu-sample.  
 b) wire-like discontinuities in Cu-sample.  
 c) slip bands in ingots obtained starting from brass P-OT80 millimetric spheres.  
 d) spacing variation between slip bands on the surface and at the core of the same P-OT80 sample.

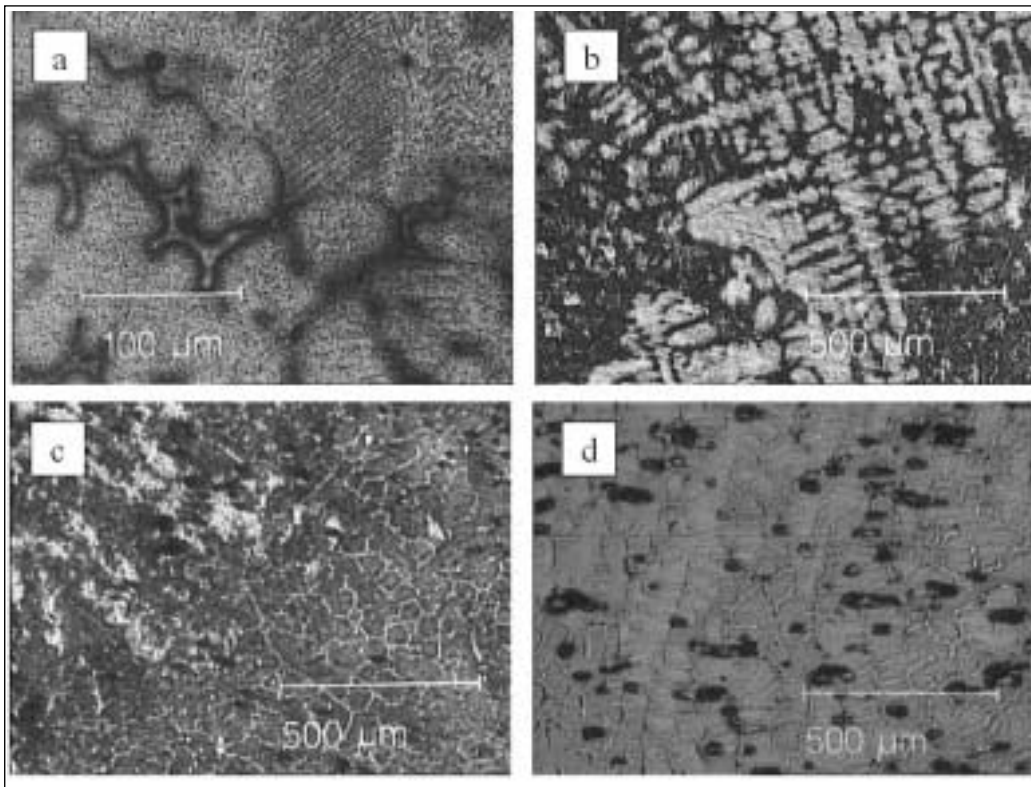


Fig. 4 – Microstrutture di lingotti ottenuti per MWaM.  
 a) e b) disomogeneità compositive e dendritismo presenti nei lingotti ottenuti da P-OT80.  
 c) e d) Microstrutture equiasiate locali, presenti sia nei lingotti di rame che in quelli da P-OT80.

Fig. 4 – Microstructures of ingots obtained by MWaM.  
 a) and b) compositional unhomogeneities and dendrites in P-OT80 ingots.  
 c) and d) locally equiaxial microstructures in copper and P-OT80 ingots.

alle microonde. Impiegando una potenza effettiva di 300W, 30-50 g di microsferi ( $\Phi_{\text{medio}} = 1 \text{ mm}$ ) di Cu commerciale e di una lega P-CuZn20 (ottone P-OT80) sono stati fuse senza preriscaldamento in tempi compresi tra 30 e 120 s. La solidificazione è avvenuta in aria ferma, ed alcuni dei lingotti ottenuti sono presentati in fig. 2.

L'analisi visiva dei prodotti ottenuti indica la presenza di fenomeni spuri, che sono una diretta dimostrazione delle difficoltà sperimentali connesse con MWaM. E' evidente che talvolta la fusione è andata fuori controllo, con formazione di gocce anomale e con effetti di trasbordo dal crogiolo. In

qualche caso non è stato possibile raggiungere completa fusione. Spesso, però, MWaM ha dato risultati soddisfacenti, con produzione di lingotti ben formati. Si deve sottolineare che è necessario sopperire alla mancanza di protezione dall'interazione metallo fuso/ambiente la quale porta sempre alla formazione di uno strato più o meno spesso di prodotti di ossidazione. Talvolta il lingotto risulta rigonfiato, indicando un stato di effervescenza interna da sviluppo o da inglobamento di gas. E' probabile che tale fenomeno sia da collegare a gas sviluppati dalla supporteria di infortunamento. Alcuni dei lingotti sono stati sezionati longitudinalmente e

le superfici così ottenute, previa preparazione metallografica mediante carte abrasive di finezza crescente fino a 1000 mesh e paste diamantate fino a 0.5 mm, sono state esaminate al microscopio ottico. In fig. 3 è presentata una rassegna degli aspetti microstrutturali rilevati senza attacco chimico, campione per campione.

L'evidenza macroscopica dello sviluppo di gas trova riscontro a livello micro nella presenza di cavità la cui geometria, a bordi arrotondati anche se non sferica, è indice di una velocità di solidificazione piuttosto lenta. La presenza di discontinuità filiformi fa pensare a disuniformità del riscaldamento locali, forse in relazione alla presenza (o all'assenza) superficiale di contaminanti interagenti con le microonde. La presenza di bande di scorrimento nei lingotti ottenuti da ottone P-OT80 potrebbe essere il risultato, oltre che di un adattamento dimensionale alle tensioni termiche, anche di una deplezione in Zn del metallo stesso. Infatti, assieme ad evidenti effetti da macrosegregazione presenti nel lingotto, nell'ambiente sono state rilevate discrete quantità di un prodotto biancastro identificabile come ZnO.

Le stesse superfici preparate metallograficamente sono state oggetto di attacco con gli opportuni reagenti chimici (soluzioni acquose di FeCl<sub>3</sub>). In fig 4 è riportata una rassegna degli aspetti microstrutturali rilevati. Nel caso del lingotto da P-OT80, oltre alla normale microstruttura dendritica con la presenza negli spazi interdendritici di una fase più ricca in Zn, sono evidenziate variazioni compositive anche all'interno dello stesso braccio dendritico. Inoltre in tutti i lingotti esaminati si può rilevare la presenza in prossimità della superficie di contatto col crogiolo di strutture equiassiate, ove i grani sono contornati da una corona più riflettente. Quest'ultimo effetto potrebbe essere il risultato di interazioni chimiche col materiale della supporteria (SiC).

E' evidente che la ottimizzazione delle condizioni operative relative alla tecnologia MWaM non è ancora completata e sono richiesti ulteriori approfondimenti sperimentali. Comunque, le esperienze preliminari di applicazioni MWaH nella fusione di metalli sembrano mostrare che, a parità di condizioni di raffreddamento, le peculiarità della tecnica a microonde sono in grado di condizionare la microstruttura finale dei prodotti. Ciò lascia supporre che particolari cicli termici che sfruttano il riscaldamento a microonde siano in grado di generare combinazioni di proprietà fisiche, chimiche e meccaniche specifiche, non ottenibili con altre tecniche.

### CONCLUSIONI

In alcuni settori della metallurgia, come nel trattamento preliminare dei minerali (frantumazione, trattamento del carbone) e nei processi pirometallurgici (arrostimento), la tecnologia a microonde è ormai uscita dalla fase di sperimentazione e si presenta sul mercato con impianti adatti alla produzione industriale. Altre applicazioni, in campo idrometallurgico ed accessorie alla colata, mostrano un buon grado di sviluppo ma spesso risultano penalizzate dai costi di installazione e di gestione degli impianti.

L'applicazione di MWaH in campo metallurgico, sia al livello di ricerca che per impiego nei processi industriali, implica la conoscenza precisa delle proprietà elettriche e dielettriche dei materiali, al fine di ottimizzare le condizioni di interazione microonde-materia.

Piuttosto che cercare di sostituire tecnologie esistenti, aventi un maggiore rendimento energetico, lo sfruttamento delle peculiarità del trattamento a microonde (quali il riscaldamento senza contatto, il trasferimento di energia e non di calore, il riscaldamento volumetrico, la selettività di riscaldamento su sistemi multifasici in modo da convogliare l'energia esattamente dove necessaria per la conduzione delle rea-

zioni di interesse) può essere un obiettivo da perseguire. In tal caso si potrebbero impartire caratteristiche di unicità a materiali o a processi metallurgici che impiegano MWaH.

### BIBLIOGRAFIA

- [1] Metaxas A.C., Meredith R.J., Industrial microwave heating, Peter Peregrinus Ltd (1993), 7-24
- [2] Koh T.K., Rajiv K.S., Clark D.E., Temperature distribution considerations during microwave heating of ceramics, in *Microwaves: theory and application in materials processing III* (1995), 313-321
- [3] C. Gerk, Herstellung keramischer Eutektika durch simultanen Laser- und Mikrowelleneinsatz, PhD thesis, University of Bayreuth, 2000
- [4] Ford, J.D., Pei, D.C.T. High temperature chemical processing via microwave absorption, *J. Microwave Power* 2 (2) , 61-64 , 1967.
- [5] K. E. Haque, Microwave energy for mineral treatment processes - a brief review, *Int. J. Miner. Process.* 57 1-24, 1999
- [6] Standish, N., Worner, H.K., Obuchowski, D.Y., 1991. Particle size effect in microwave heating of granular materials. *Powder Technology* 66, 225-230.
- [7] Walkiewicz, J.W., Clark, A.E., McGill, S.L., 1991. Microwave-assisted grinding. *IEEE Transactions on industry applications* 27 (2) , 239.
- [8] S.W.Kingman, N.A.Rowson, Microwave treatment of minerals-a review, *Minerals Engineering*, 11 (11), 1081-1087, 1998
- [9] S.Bradshaw, K.Jackson, S.Kingman, N.Rowson, R.Greenwood, Microwave assisted comminution of ores at economically viable energy inputs", Abstract book of the 3rd World Congress on Microwave and RF Applications, Sidney, 2002
- [10] K.E.Hacque, Microwave irradiation treatment of a refractory gold concentrate, *Proc Intl. Symp. on Gold Metallurgy*, 327-339, 1987
- [11] WO9808989 - Method for microwave induced oxidation of sulphidic ore material in fluidized bed without sulphur dioxide emissions, 1998
- [12] Bradshaw, S.M., Van Wyk, E.J., deSwardt, J.B., 1997. Preliminary economic assessment of microwave regeneration of activated carbon for the carbon in pulp process. *J. Microwave Power and Electromagnetic Energy* 32 3 , 131-144
- [13] Y.Hua,Z.Lin ,Z.Yan], Application of microwave irradiation to quick leach of zinc silicate ore, *Minerals Engineering* 15 (2002) 451 -456
- [14] D.K.Xia, C.A.Pickels, Microwave caustic leaching of electric arc furnace dust, *Minerals Engineering*, 1 (13), 79-94, 2000
- [15] J.H. Huang , N.A. Rowson, Hydrometallurgical decomposition of pyrite and marcasite in a microwave field, *Hydrometallurgy* 64 (2002) 169-179
- [16] US4324582, Process for the recovery of copper from its ores, 1982
- [17] M. Lova's, I. Murova', A. Mockovciakova', N. Rowson, S. Jakabsky', Intensification of magnetic separation and leaching of Cu-ores by microwave radiation, *Separation and Purification Technology* 31 (2003) 291-299
- [18] H.K. Worner,L. Reilly, J.Jones, *Microwaves in Pyrometallurgy*, 1str Australian Symposium on Microwave Power, 179-188, 1989
- [19] I.Gomez, J.Aguilar, M.Gonzalez, J.Morales, Kinetics of reduction of iron oxides using microwaves as a power source, *Microwave Processing of Materials V*, 423-428, 1996

- [20] S.X.Huang, J.Y.Hwang, S.Shi, R.C.Greenlund, T.Xu, A.M.Hein, Potential application of microwaves in steelmaking, Abstract book of the 3rd World Congress on Microwave and RF Applications, Sidney, 2002
- [21] US6259079, Microwave food package and method, 2001; US5597504: Microwave refining and melting furnace, 1995; WO0000311: microwave processing system for metals, 2000
- [22] US5597504: Microwave refining and melting furnace, 1995; WO0000311: microwave processing system for metals, 2000
- [23] P.Veronesi, M. Franchini, G. Poli, C. Leonelli, Progettazione e realizzazione di un sistema prototipale per la fusione rapida di metalli per via non convenzionale, Microwave Application Group, relazione consuntiva prog. Reg. ...., 2003
- [24] R.Roy, D.K.Agrawal, J.P.Cheng, Experimental proof of major role of magnetic field losses in microwave heating of metal and metallic composites, Journal of materials research, 1561-1563, 2001
- [25] US5474606: Heat curable foundry binder systems, 1995; DE4118365: Recycling of used foundry sand - by treating in a microwave furnace to volatilise, decompose or oxidise carbon or organic particles without effectively heating the sand, 1992; JP58003744: Recovered and reconditioned sand, microwave hardenable molding sand made of said sand and its production, 1983; US5222544: Bonding casting cores, 1993; US4763720: Microwave process for the fabrication of cores for use in foundry casting, 1988; US4331197: Microwave core process, 1982; DE3428249: Method for the production of cores for metal casting, 1986
- [26] Veronesi P., Orlandi M., Leonelli C., Pellacani G.C., "Microwave assisted fast dewaxing of technical ceramics", Proceedings of the Intl. Conf. On microwave chemistry, 315-318, Antibes (FR), 4-7 Sept 2000

ABSTRACT

PRELIMINARY METAL MELTING EXPERIENCES BY MWaH,  
MICROWAVE ASSISTED HEATING

KEYWORDS:

processes, review, non ferrous met., metallography

Microwaves, in the frequency range 300 MHz-300GHz, nowadays present a large number of industrial applications concerning the heat treatment of non-metallic materials. However, some metallurgical process already benefit from the rapid, selective and volumetric microwave assisted heating. Two important parameters describing the microwave-material interactions are the depth of penetration of the power ( $D_p$ ) and the power density ( $P$ ) inside the material. They depend on the dielectric properties of the material, on the frequency and, as far as  $P$  is concerned, on the local intensity of the electromagnetic field.

This paper presents some literature applications in the field of the MWaG - Micro Wave assisted Grinding, MWaHM - Micro Wave assisted Hydro Metallurgy, MWaP - Micro Wave assisted Pyrometallurgy, and MWaM - Micro Wave assisted Melting.

The most promising applications, at the moment, concern the grinding of pyritic ores and the hydrometallurgical treatment of zinc and copper. In both cases, significant energy and time savings can be achieved, when compared to the conventional processes. Some of the aforementioned applications are already on a pre-industrial scale, while others still require further investigations in order to achieve an economically viable scale-up.

During last decade, the MAG - Microwave Application Group - based at the University of Modena and Reggio Emilia, has been investigating the possibility of using microwave assisted heating in a large variety of industrial processes, and recently started a research activity concerning the MWaM, with promising results.

In order to investigate this relatively new field of applications, a new microwave single-mode applicator was designed, modelled and developed, operating at the ISM frequency of 2.45 GHz (figure 1). Using a microwave power of

300W, it was possible to melt in a crucible 30-50g of metal microspheres, made of commercial Cu and belonging to the P-CuZn20 alloy (P-OT80 brass). The complete melting of the load took place in times variable from 30 to 120 s, depending on the load mass, without preliminary heating. Cooling in still air allowed the production of small ingots, depicted in figure 2.

The visual analysis of some of the obtained samples evidences the still existing experimental uncertainties, leading to overheating or non complete melting of the load. Despite the possibility to use an inert gas flux, during the first experiences the melting atmosphere was air, causing oxidation. In some other cases, gas trapping in the melt was detected, probably due to gas development from the crucible.

Selected samples were prepared for optical microscope observation, confirming previous observations. Figure 3 reports some of the microstructural aspects of the metallographically polished samples, while the microstructures in figure 4 are obtained after chemical etching. It was possible to observe the presence of micro-cavities, needle-like discontinuities and slip bands, whose distance varies from the inside towards the surface of the ingot. The latter was accompanied by a Zn-depletion of the brass samples, segregation and the presence of zinc oxide in the crucible surroundings. Finally, the microstructure in the proximity of the surface in contact with the crucible presented some evidences of chemical interaction between the melt and the crucible itself, made of SiC.

The optimisation of rapid microwave assisted melting is not achieved yet, and further investigations are required. However, from these preliminary experiences, it seems that, maintaining unaltered the cooling conditions achievable in conventional heating, MWaH can influence the microstructure of the final products. Thus, using a proper heating schedule, possibly combining microwave and conventional heating, it could be feasible to obtain peculiar physical, chemical and mechanical properties. This is particularly true in case of direct microwave sintering of metal powders, which will be the subject of a future paper.