



# UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DELL'INNOVAZIONE DEL PRODOTTO

---

## *TESI DI LAUREA*

Sviluppo di un set-up sperimentale per la  
misura della conducibilità termica di carburi di  
titanio per applicazioni in fisica e medicina  
nucleare.

*Relatore:* Ch.mo Prof.ssa LISA BIASETTO

*Co-relatori:* Dott. ALBERTO ANDRIGHETTO

Dott. STEFANO CORRADETTI

Ing. MATTIA MANZOLARO

*Laureando:* PAOLO TODESCO

*Matricola:* 1128528

ANNO ACCADEMICO 2016/2017



# Indice

Sommario

vii

<b>1</b>	<b>Il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro: produzione ed utilizzo di fasci di ioni esotici</b>	<b>1</b>
1.1	Introduzione . . . . .	1
1.2	Il Progetto SPES ai Laboratori Nazionali Di Legnaro . . . . .	3
1.3	La produzione di fasci di ioni radioattivi (SPES- $\beta$ ) . . . . .	4
1.4	Configurazione della <i>facility</i> . . . . .	6
1.4.1	Acceleratore primario . . . . .	7
1.4.2	Target di produzione e sistema di estrazione e ionizzazione . . . . .	8
1.4.3	Sorgenti di ionizzazione . . . . .	12
1.4.4	Separatori magnetici e post accelerazione . . . . .	15
1.4.5	Front-end (FE) . . . . .	16
1.4.6	I sistemi di movimentazione . . . . .	17
1.5	Applicazioni dei fasci di ioni esotici . . . . .	18
1.5.1	Applicazioni in fisica nucleare . . . . .	18
1.5.2	Applicazioni nella fisica dello stato solido . . . . .	20
1.5.3	Applicazioni in astrofisica . . . . .	21
1.6	SPES- $\gamma$ , il progetto ISOLPHARM . . . . .	22
1.7	Conclusioni . . . . .	23
<b>2</b>	<b>Il target per una <i>facility</i> di tipo ISOL</b>	<b>25</b>
2.1	Produzione di isotopi in un target ISOL . . . . .	25
2.2	Il rilascio di isotopi da un target ISOL . . . . .	27
2.2.1	Intensità del fascio secondario . . . . .	27
2.2.2	Diffusione . . . . .	30
2.2.3	Effusione . . . . .	32
2.2.4	Effetto combinato di diffusione ed effusione . . . . .	33
2.3	Proprietà di un target ISOL . . . . .	34
2.3.1	Proprietà chimiche . . . . .	34
2.3.2	Temperatura limite . . . . .	35
2.3.3	Altre proprietà termiche . . . . .	36
2.3.4	Dimensione dei grani . . . . .	36
2.3.5	Porosità . . . . .	37
2.3.6	Proprietà meccaniche . . . . .	39
2.3.7	Proprietà geometriche . . . . .	39
2.4	Materiali per target ISOL . . . . .	39
2.4.1	Metalli puri . . . . .	40
2.4.2	Ossidi . . . . .	41
2.4.3	Solfuri e boruri . . . . .	41
2.4.4	Carburi (Corradetti, 2013) . . . . .	41

2.5	Il carburo di titanio . . . . .	45
2.5.1	Struttura cristallina . . . . .	45
2.5.2	Proprietà fisiche e termiche . . . . .	46
2.5.3	Proprietà meccaniche e modi di rottura . . . . .	46
2.6	Conclusioni . . . . .	48
<b>3</b>	<b>Tecniche di caratterizzazione sperimentale e strumenti di misura</b>	<b>49</b>
3.1	Microscopia ottica . . . . .	49
3.2	Microscopia elettronica . . . . .	49
3.2.1	Componenti principali di un SEM . . . . .	50
3.2.2	Analisi dell'immagine . . . . .	54
3.3	Analisi EDS . . . . .	55
3.3.1	Raggi X di frenamento . . . . .	55
3.3.2	Raggi X caratteristici . . . . .	56
3.3.3	Architettura dello spettrometro . . . . .	57
3.3.4	Quantificazione . . . . .	57
3.3.5	Vantaggi e svantaggi . . . . .	57
3.4	Diffrazione a raggi X - XRD . . . . .	57
3.4.1	Principio di funzionamento . . . . .	58
3.4.2	Architettura . . . . .	59
3.5	Analisi termiche: DTA e TGA . . . . .	59
3.5.1	Analisi termo-differenziale, DTA . . . . .	60
3.5.2	Analisi termo-gravimetrica, TGA . . . . .	61
3.6	Analisi di fisisorbimento . . . . .	62
3.7	Spettrometro di massa . . . . .	64
<b>4</b>	<b>Produzione e caratterizzazione del carburo di titanio</b>	<b>67</b>
4.1	Reazione chimica . . . . .	67
4.2	Processo produttivo . . . . .	68
4.2.1	Pesatura delle materie prime . . . . .	68
4.2.2	Miscelazione . . . . .	68
4.2.3	Pressatura . . . . .	70
4.2.4	Caratterizzazione dimensionale dei verdi pressati . . . . .	70
4.2.5	Tattamento termico . . . . .	72
4.2.6	Caratterizzazione completa dei campioni . . . . .	74
4.3	Carburo di titanio da polveri di grafite . . . . .	74
4.3.1	Metodo di conservazione dei campioni . . . . .	74
4.3.2	Proprietà fisiche e trattamento termico . . . . .	75
4.3.3	Microscopia elettronica ed EDS . . . . .	79
4.3.4	XRD . . . . .	83
4.3.5	Analisi di fisisorbimento . . . . .	84
4.4	Carburo di titanio da polveri di carbonio mesoporoso . . . . .	85
4.4.1	Microscopia elettronica ed EDS . . . . .	86
4.5	Carburo di titanio da polveri di grafene ossido . . . . .	89
4.5.1	Tattamento termico . . . . .	90
4.5.2	Microscopia elettronica ed EDS . . . . .	93
4.5.3	XRD . . . . .	101
4.5.4	Analisi di fisisorbimento . . . . .	103
4.6	Conclusioni . . . . .	104

<b>5</b>	<b>Apparato sperimentale per la stima della conducibilità termica dei carburi ad alta temperatura</b>	<b>107</b>
5.1	Architettura dell'apparato . . . . .	107
5.2	Circuito principale . . . . .	109
5.3	Sistema di supporto . . . . .	111
5.4	Metodo della funzione ottima per la stima della conducibilità termica (Ferrari, 2012) . . . . .	115
<b>6</b>	<b>Sviluppo e validazione del modello numerico del nuovo set-up</b>	<b>119</b>
6.1	Sviluppo del modello . . . . .	119
6.2	Vincoli e carichi . . . . .	120
6.3	Modello geometrico semplificato . . . . .	120
6.4	Analisi di sensitività . . . . .	127
6.4.1	MB_V1 . . . . .	128
6.4.2	MB_V2 . . . . .	130
6.4.3	MB_V3 . . . . .	132
6.4.4	MB_V4 . . . . .	134
6.4.5	Conclusioni analisi di sensitività . . . . .	136
6.5	Ottimizzazione del modello MB_V3 . . . . .	136
6.6	Analisi di convergenza della mesh . . . . .	136
6.7	Validazione del modello numerico . . . . .	143
6.7.1	Raccolta dei dati sperimentali . . . . .	143
6.7.2	Confronto tra dati numerici e dati sperimentali . . . . .	144
6.8	Conclusioni . . . . .	146
	<b>Conclusioni</b>	<b>150</b>
	<b>Appendice</b>	<b>153</b>
	<b>Bibliografia</b>	<b>229</b>



# Sommario

Negli ultimi decenni, la ricerca teorica e sperimentale condotta dalla comunità internazionale in fisica nucleare ha portato ad importanti passi avanti nella comprensione dei meccanismi che governano il comportamento dei nuclei e della loro stabilità. In molti casi, le innovazioni tecnologiche che si sono rese necessarie per supportare tali ricerche hanno aperto la strada verso nuove applicazioni scientifiche ed industriali con ripercussioni dirette nella vita di tutti i giorni.

L'Europa è sempre più leader nel campo della fisica nucleare, teorica e sperimentale, come testimoniato dalla presenza nel suo territorio di svariati istituti e laboratori dedicati a questa specifica area di ricerca, come ad esempio il CERN (*Organisation Européenne pour la Recherche Nucléaire*), il più grande laboratorio al mondo per la fisica delle particelle. L'Italia, principalmente rappresentata dall'INFN (Istituto Nazionale di Fisica Nucleare), è uno dei principali membri di questa comunità.

Uno dei progetti più importanti finanziato dall'INFN è SPES (*Selective Production of Exotic Species*), la cui finalità è la costruzione di una *facility* per la produzione di fasci di ioni radioattivi, presso i Laboratori Nazionali di Legnaro (LNL). La *facility* è progettata per produrre e fornire isotopi *proton-rich* e *neutron-rich* (massa compresa fra 80 e 160 [amu]) utilizzabili per esperimenti di fisica e medicina nucleare (Progetto ISOLPHARM), ma anche per altre applicazioni in diversi settori scientifici. La formazione di tali isotopi avverrà all'interno di uno specifico bersaglio (target), che rappresenta il cuore dell'intero progetto. La scelta dell'opportuno materiale per il target, sia in termini di composizione che di proprietà è di vitale importanza nel determinare la quantità e tipo di isotopi prodotti.

In questo lavoro di tesi si studia in dettaglio il carburo di titanio, da cui si possono ottenere gli isotopi dello scandio, particolarmente interessanti per applicazioni in medicina nucleare. Il carburo di titanio è prodotto a partire da polveri di titanio ossido, noto anche come titania, e tre diversi tipi di fonti di carbonio cioè grafite, carbonio mesoporoso e grafene ossido. Oltre alla produzione, è di fondamentale importanza investigare a fondo le proprietà dei materiali prodotti e verificare che siano in linea con i requisiti imposti dall'applicazione come target per il Progetto SPES. Tra le proprietà che più influenzano il comportamento di un target per *facility* di tipo ISOL come quella in costruzione ai LNL, vi è la conducibilità termica. Poiché in letteratura spesso non sono disponibili informazioni specifiche e dettagliate per i materiali studiati, si è reso necessario lo sviluppo di un metodo proprio che consenta una stima precisa della conducibilità alle condizioni operative

di un target SPES. Il metodo prevede la raccolta di dati sperimentali e quindi, tramite un processo ricorsivo in un modello agli elementi finiti, la determinazione della curva di conducibilità.

**Capitolo 1** Nel primo capitolo è descritto il Progetto SPES, in corso ai Laboratori Nazionali di Legnaro dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare (INFN), presso i quali è stata eseguita questa attività di tesi. La prima parte del capitolo descrive la tecnologia ISOL per la produzione di fasci di ioni radioattivi. Successivamente viene presentata la *facility* SPES in costruzione presso i Laboratori Nazionali di Legnaro, citandone i componenti principali. Sono infine elencate le più importanti applicazioni dei fasci di ioni radioattivi nei campi di interesse della fisica nucleare, dell'astrofisica, della scienza dei materiali e della medicina (Progetto ISOLPHARM).

**Capitolo 2** Nel capitolo 2 si descrivono brevemente le reazioni nucleari che avvengono all'impatto del fascio accelerato con il target, con conseguente produzione di specie radioattive. Sono inoltre approfonditi i parametri e i meccanismi che influenzano il rilascio delle specie prodotte. Successivamente vengono descritte le proprietà che deve possedere un target per *facility* di tipo ISOL, tra le quali spicca la conducibilità termica. Infine sono elencati i materiali di interesse, con un focus particolare sul carburo di titanio, oggetto di questo lavoro di tesi.

**Capitolo 3** Nel terzo capitolo vengono introdotte e spiegate le tecniche di caratterizzazione sperimentale utilizzate in questo lavoro di tesi per indagare le proprietà e le caratteristiche del carburo di titanio, il quale è stato prodotto a partire da diversi *carbon suppliers* e con parametri di processo via via ottimizzati.

**Capitolo 4** Nella prima parte del capitolo 4 viene introdotta la reazione chimica di riferimento per il ciclo produttivo comune a tutti i campioni, entrando nel dettaglio di ciascuna fase e descrivendo anche le attrezzature e i macchinari impiegati. Nella seconda parte del capitolo si presentano i risultati ottenuti, e i parametri di processo ottimali trovati, per ciascuno dei *carbon suppliers* in esame (grafite, carbonio mesoporoso e grafene ossido).

**Capitolo 5** Nel quinto capitolo viene descritto l'apparato sperimentale per l'esecuzione di prove mirate alla stima della conducibilità termica in funzione della temperatura per i carburi di interesse. Viene presentato il setup interno all'apparato sviluppato a fine 2016 e non ancora testato, oggetto dello studio di ottimizzazione nel capitolo successivo. Viene inoltre descritto il metodo numerico utilizzato per il calcolo della conducibilità termica di un carburo in funzione della temperatura a partire da dati sperimentali raccolti con l'apparato sopra citato.

**Capitolo 6** Il capitolo tratta il processo di ottimizzazione del modello numerico rappresentativo dell'apparato sperimentale. Partendo dalle tavole costruttive a disposizione, si è eseguito lo studio di sensitività dei componenti e successivamente l'analisi di convergenza della mesh, con lo scopo di ottenere risultati affidabili con un tempo di

calcolo il più possibile contenuto. Segue poi la descrizione del processo di validazione tramite confronto del modello così ottenuto con i dati sperimentali.



# Capitolo 1

## Il progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro: produzione ed utilizzo di fasci di ioni esotici

### 1.1 Introduzione

La Fisica Nucleare studia le proprietà dei nuclei atomici, che costituiscono la regione dell'atomo in cui si concentra la maggior parte della sua massa (99.9%). Il nucleo è costituito da protoni e neutroni, due tipi di particelle di massa molto simile tra loro ( $1.67 \times 10^{-24}$  [g]), chiamate genericamente nucleoni. I protoni sono dotati di carica positiva ( $1.6 \times 10^{-19}$  [C]), mentre i neutroni sono elettricamente neutri. Queste particelle sono unite tra loro nel nucleo dall'*interazione forte*, la *forza fondamentale* più intensa presente in natura<sup>1</sup>. Il numero dei protoni ( $Z$ ) presenti in un atomo identifica in maniera esclusiva l'elemento di appartenenza, mentre il numero di neutroni ( $N$ ) può essere variabile. La somma di questi due numeri viene detta numero di massa ed è convenzionalmente indicata con  $A = Z + N$ . Atomi con lo stesso numero di protoni ma diverso numero di neutroni vengono chiamati isotopi dell'elemento, e vengono identificati mediante il numero di massa. Il rapporto tra il numero di protoni e il numero di neutroni ( $Z/N$ ) determina la stabilità di un nucleo. I nuclidi stabili o con emivita <sup>2</sup> molto lunga vanno a costituire la cosiddetta "valle di stabilità". Per valori di  $Z$  bassi, sono stabili i nuclidi in cui  $Z = N$ , poiché l'interazione protone-neutrone in questi casi è più forte di quella protone-protone o neutrone-neutrone. Per masse atomiche maggiori ( $A \geq 40$ ), la curva di stabilità perde l'andamento lineare e tende verso i nuclidi il cui numero di neutroni è maggiore del numero di protoni (nuclidi *neutron-rich*). Questo fenomeno è dovuto al prevalere della forza di repulsione elettrostatica tra i protoni, carichi positivamente, sulle altre forze presenti. Per stabilizzare il nucleo sarà necessario avere più particelle elettricamente neutre, cioè un numero di neutroni maggiore. Per valori di  $A$  ancora più elevati, l'interazione forte, a causa del suo corto raggio di azione, perde di efficacia rispetto alla forza di repulsione elettrostatica causando

---

<sup>1</sup>Le altre forze fondamentali sono la forza gravitazionale, l'elettromagnetismo e l'interazione debole.

<sup>2</sup>Negli elementi chimici radioattivi, il tempo in cui decade metà della massa iniziale dell'elemento stesso

una diminuzione della stabilità degli atomi chiamati super-pesanti.

Tutte queste informazioni sono rappresentate sulla carta dei nuclidi in Figura 1.1, dove tutti gli isotopi sono riportati in base al loro numero di protoni e di neutroni. In ordinata è posto il numero di protoni ( $Z$ ), mentre sull'asse delle ascisse viene riportato il numero dei neutroni ( $N$ ). In nero sono indicati i nuclei stabili, così definiti perché non radioattivi oppure aventi un tempo di decadimento comparabile o superiore all'età della Terra. Come già anticipato, si osserva che a bassi numeri di massa i nuclei stabili sono distribuiti lungo una retta con pendenza  $45^\circ$  ( $Z = N$ ).

I nuclei con difetto o eccesso di neutroni (*proton-rich* e *neutron-rich* rispettivamente) sono distanti dalla valle di stabilità e decadono con emissione di particelle ( $\alpha$ ,  $\beta$ , neutrini) o radiazioni elettromagnetiche (raggi  $\gamma$ ) a seconda della loro natura. Questi nuclei instabili vengono chiamati "esotici".

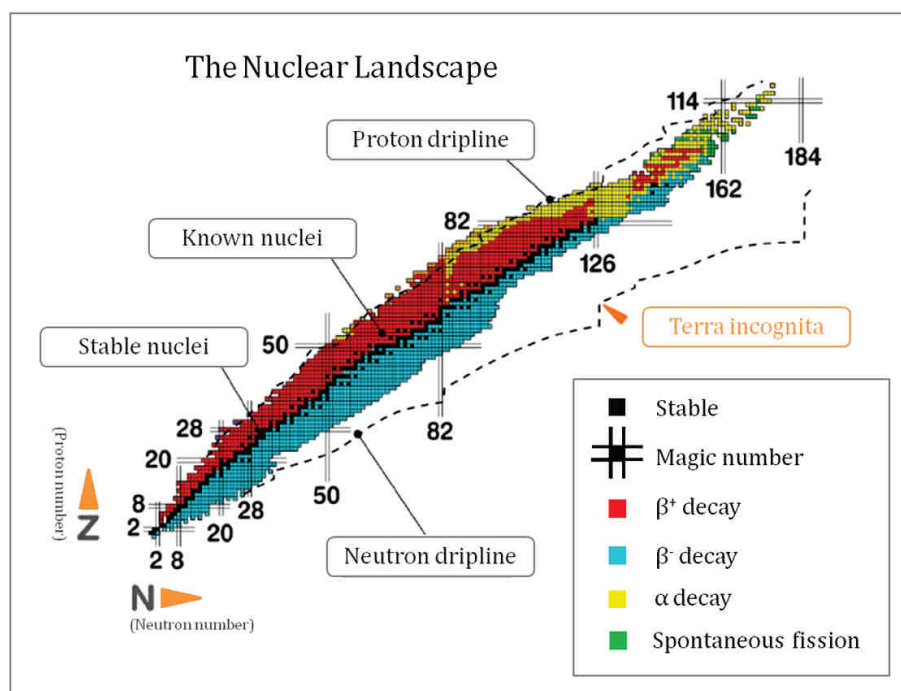


Figura 1.1: Carta dei nuclidi.

Attualmente sono state studiate le proprietà nucleari di circa 3600 nuclei esotici, che possono essere prodotti con più o meno facilità nelle diverse *facilities* esistenti. Calcoli teorici prevedono tuttavia l'esistenza di un numero di nuclei esotici molto più elevato (più di 6000), cosicché è possibile che un gran numero di essi sia presente nella cosiddetta "terra incognita", che comprende la regione ricca di neutroni e quella dei nuclei superpesanti (*Super Heavy Elements*, SHE). È soprattutto nella regione dei nuclei *neutron-rich*, cioè al di sotto della valle di stabilità, che si trovano la maggior parte dei nuclei esotici non ancora esplorati. Il campo di esistenza dei possibili nuclei è definito dalle cosiddette *driplines*, indicate in Figura 1.1; oltre queste linee l'instabilità risulta tale da impedirne l'esistenza. La carta dei nuclidi fornisce infine alcune indicazioni su particolari numeri di protoni o neutroni, detti "numeri magici". Questi numeri corrispondono a configurazioni nucleari (numero di nucleoni) che rendono il nucleo particolarmente stabile. Numeri magici sono

ad esempio 2, 8, 20, 28, 50, 82, 126. Nuclei che hanno sia il numero di protoni che il numero di neutroni uguali ad uno dei numeri magici sono ancora più stabili e sono detti nuclei doppiamente magici. I nuclei doppiamente magici presenti in natura sono quattro e sono:  ${}^4\text{He}$  (2,2),  ${}^{16}\text{O}$  (8,8),  ${}^{40}\text{Ca}$  (20,20),  ${}^{208}\text{Pb}$  (82,126).

Lo studio dei nuclei instabili ha aperto nuovi campi di ricerca in fisica nucleare e ha portato ad importanti applicazioni in fisica dello stato solido, astrofisica ed infine in medicina nucleare grazie allo studio e alla produzione di radionuclidi per la terapia e la diagnosi.

## 1.2 Il Progetto SPES ai Laboratori Nazionali Di Legnaro

SPES (*Selective Production of Exotic Species*) è un progetto multidisciplinare il cui principale obiettivo è quello di creare un apparato sperimentale in grado di produrre fasci di ioni radioattivi, chiamati RIB (*Radioactive Ion Beams*), per studi di fisica nucleare fondamentale e per lo studio di nuclei atomici instabili. Tali nuclei non sono presenti in natura, ma sono prodotti durante le fasi conclusive della vita delle stelle, dalle quali tutti gli elementi sono generati. Al giorno d'oggi la maggior parte delle conoscenze a proposito delle proprietà nucleari deriva dallo studio dei nuclei localizzati nella valle di stabilità o da nuclei con una carenza di neutroni. Si ritiene che lo studio di nuclei atomici con un largo eccesso di neutroni o protoni possa consentire la scoperta di nuove proprietà della struttura nucleare.

Sono state previste quattro fasi per il progetto:

- SPES- $\alpha$ : questa fase prevede l'acquisizione, l'installazione e la messa in opera di un ciclotrone ad alte prestazioni con un'elevata corrente di uscita ( $\approx 0.7$  [mA]) e ad alta energia (fino a 70 [MeV]), oltre all'infrastruttura per l'acceleratore e alle aree sperimentali. Il ciclotrone sarà provvisto di due porte di uscita per consentire la realizzazione della doppia missione del laboratorio: la ricerca di base e le applicazioni tecnologiche. Uno dei due fasci sarà dedicato alla *facility* di fisica nucleare per la produzione di ioni ricchi di neutroni per collisione di protoni su un target di UCx (carburo di uranio) o altri materiali, il secondo sarà dedicato a studi di fisica applicata.
- SPES- $\beta$ : prevede l'accelerazione di specie *neutron-rich* verso i target appropriati. Nelle collisioni verranno prodotti nuclei nuovi con eccesso neutroni simili a quelli generati nelle fasi terminali della vita delle stelle e che non sono presenti sulla Terra a causa della loro vita brevissima. La ricerca in questo ambito rappresenta una nuova frontiera della fisica per estendere la conoscenze dei nuclei in condizioni estreme e per fornire informazioni di base sullo studio dell'evoluzione stellare.
- SPES- $\gamma$ : questa fase riguarda la produzione di radionuclidi di interesse medico mediante l'utilizzo del ciclotrone SPES- $\alpha$ . L'obiettivo è la produzione di radiofarmaci innovativi nell'ambito del progetto LARAMED (Laboratorio per la Produzione di Radionuclidi per la Medicina), come quelli basati su  ${}^{82}\text{Sr}/{}^{82}\text{Rb}$  e  ${}^{68}\text{Ga}/{}^{68}\text{Ge}$ , e di radionuclidi convenzionali con nuovi approcci basati sull'uso dell'acceleratore. Il

progetto LARAMED è complementare al progetto ISOLPHARM, con il quale si produrranno radiofarmaci ad alta attività specifica (come ad esempio  $^{89}\text{Sr}$ ,  $^{90}\text{Y}$  e  $^{131}\text{I}$ ) tramite la tecnologia ISOL, descritta nel paragrafo 1.3.

- SPES- $\delta$ : prevede lo sviluppo di un'intensa sorgente neutronica dal ciclotrone e/o da un acceleratore lineare ad alta intensità basato sulla *radio-frequency quadrupole technology* (RFQ). Le applicazioni della sorgente neutronica si estendono dall'astrofisica nucleare alla caratterizzazione dei rifiuti nucleari o a trattamenti sperimentali di tumori.

### 1.3 La produzione di fasci di ioni radioattivi (SPES- $\beta$ )

La produzione di fasci di ioni radioattivi richiede la costruzione di apparati, detti *facilities*, capaci di produrre fasci (RIB, *Radioactive Ion Beams*) di elevata purezza, intensità ed energia. In Europa e nel resto del mondo vi sono numerose *facilities* operanti per la produzione di fasci radioattivi, la maggior parte delle quali sono basate sulla tecnica ISOL (*Isotope Separation On-Line*) che consiste nella separazione degli isotopi in linea. In Figura 1.2 viene rappresentato lo schema di una *facility* di tipo ISOL (Borgna, 2014).

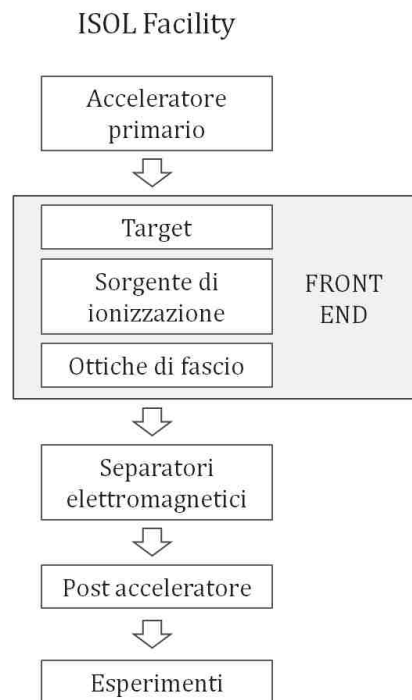


Figura 1.2: Schema di una *facility* di tipo ISOL.

Le *facilities* di tipo ISOL sono generalmente composte da:

- Acceleratore primario;
- Complesso target-sistema di estrazione e ionizzazione;

- Separatori di massa e isobari;
- Post-acceleratore.

L'acceleratore primario è studiato per fornire un fascio di particelle della voluta energia; è costituito da una sorgente ionica e da un acceleratore. La sorgente ionica inietta protoni oppure atomi ionizzati a bassa energia (alcune decine di [keV]) all'interno dell'acceleratore, il quale accelera le particelle fino ad un massimo di 1 [GeV] e qualche [mA] di corrente. Il fascio di particelle prodotto dall'acceleratore primario all'energia desiderata, viene fatto collidere su un bersaglio (target) di materiale fissile (ovvero che è in grado di sviluppare una reazione a catena di reazione nucleare) o non. Questo impatto, a seguito di reazioni nucleari di vario tipo (fissione, spallazione, frammentazione, ecc.), permette la generazione di isotopi radioattivi. I radioisotopi così prodotti possono uscire dal target ed essere ionizzati; grazie alla carica acquisita possono quindi essere estratti ed accelerati con una differenza di potenziale, formando un fascio di particelle radioattive (RIB).

Il primo stadio di accelerazione avviene nel *Front-end* in cui il fascio viene opportunamente focalizzato e successivamente separato in massa tramite un separatore magnetico di tipo *Wien Filter*. Infine il fascio è accelerato dal post-acceleratore fino al livello di energia richiesto dallo specifico esperimento.

L'intensità del fascio radioattivo prodotto è generalmente descritta dall'equazione 1.1

$$I = \sigma \cdot \Phi \cdot N \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2 \cdot \varepsilon_3 \quad (1.1)$$

dove:

- $\sigma$  è la sezione d'urto per le reazioni nucleari, ossia la probabilità che avvenga una certa reazione nucleare;
- $\Phi$  è l'intensità del fascio primario;
- $N$  è lo spessore del target;
- $\varepsilon_1$  è l'efficienza di rilascio del target;
- $\varepsilon_2$  è l'efficienza di ionizzazione;
- $\varepsilon_3$  è l'efficienza del processo di estrazione e trasporto.

I principali vantaggi della tecnica ISOL sono:

- Migliore qualità del fascio di ioni radioattivi prodotto;
- Maggiore intensità del fascio di ioni radioattivi prodotto grazie all'utilizzo di un fascio primario intenso e di un target spesso, dotato cioè di una grande sezione d'urto per la collisione.

La problematica principale di questa tecnica riguarda invece l'elevato tempo di ritardo dovuto alla lentezza dei processi di diffusione, ionizzazione e estrazione dei nuclidi instabili.

In particolare, il metodo perde di efficacia quando il tempo di decadimento dei nuclidi è inferiore alla decina di millesecodi. Di conseguenza, una corretta configurazione del complesso target-sistema di estrazione e ionizzazione è cruciale per un'efficiente funzionamento di una *facility* di tipo ISOL. Gli obiettivi che stanno alla base del dimensionamento sono la riduzione del tempo di ritardo e la massimizzazione della produzione senza deterioramento della purezza del fascio.

La separazione dei prodotti radioattivi dal target e l'estrazione dei nuclei esotici sono processi fortemente dipendenti dalla temperatura; infatti all'aumentare di essa la velocità di diffusione delle particella incrementa. Ciò risulta molto importante soprattutto per atomi radioattivi a breve emivita, in quanto un rapido rilascio evita la perdita per decadimento di parte degli atomi. Di conseguenza, più breve è la vita media degli atomi radioattivi, più rapido deve essere il tempo di rilascio e quindi il sistema deve essere mantenuto ad una temperatura più elevata possibile.

In ambito europeo le opportunità scientifiche offerte dai RIBs ed i relativi problemi tecnologici ad essi associati hanno portato la comunità scientifica a proporre la costruzione di una rete di *facilities* complementari definite "di intermedia generazione", fondamentali per giungere alla costruzione di un'unica grande *facility* europea di tipo ISOL chiamata EURISOL (Nilsson, 2013). Data la portata del progetto, nell'iniziativa sono coinvolti i principali laboratori europei, con l'obiettivo di studiare e progettare una struttura per la produzione di fasci di ioni radioattivi di qualità significativamente superiore a quella attualmente disponibile. In questa direzione sono orientati anche i Laboratori Nazionali di Legnaro (LNL), presso i quali è in corso la costruzione di una *facility* ISOL per la produzione di fasci di ioni esotici nell'ambito del Progetto SPES (*Selective Production of Exotic Species*) (Monetti *et al.*, 2015). Tale progetto è coordinato a livello nazionale da INFN, ENEA (Bologna), Dipartimenti di Ingegneria Industriale e di Scienze del Farmaco dell'Università degli Studi di Padova e a livello internazionale prevede strette collaborazioni con il CERN (Svizzera) ed i Laboratori di Oak Ridge (USA).

## 1.4 Configurazione della *facility*

La *facility* è principalmente dedicata alla produzione di radioisotopi *neutron-rich* con masse da 80 a 160 [uma] a seguito di fissione di  $^{238}\text{U}$  con una resa minima di  $10^{13}$  [fissioni/s]. La fissione è resa possibile dal bombardamento con un fascio protonico a 40 [MeV], detto fascio primario, di un adeguato target costituito da sette dischi in carburo di uranio (UCx). Il livello di radioattività del target stimato è molto elevato, sarà quindi necessario progettare infrastrutture speciali in modo da garantire la sicurezza in termini di radioprotezione. Nelle Figure 1.3 e 1.4 viene rappresentata la struttura dei laboratori esistenti, dove si distinguono il post acceleratore ALPI (Acceleratore LINAC superconduttore), il CB (*Charge Breeder*) per aumentare lo stato di carica del fascio, l'HRMS (*High-Resolution Mass Separator*) per selezionare isobaricamente il fascio voluto ed il RFQ (*Radio-Frequency Quadrupole*) per la ri-accelerazione. Essi sono collegati ed integrati al laboratorio SPES, che si inserisce quindi perfettamente nel complesso delle strutture esistenti dei Laboratori

Nazionali di Legnaro. In Figura 1.5 viene mostrata una schematica rappresentazione della *facility* SPES.

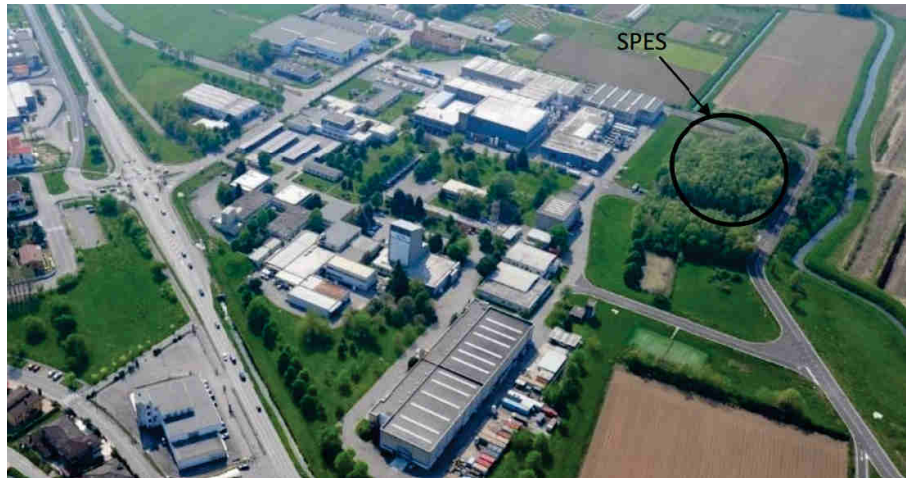


Figura 1.3: Collocazione del layout SPES all'interno dei LNL.

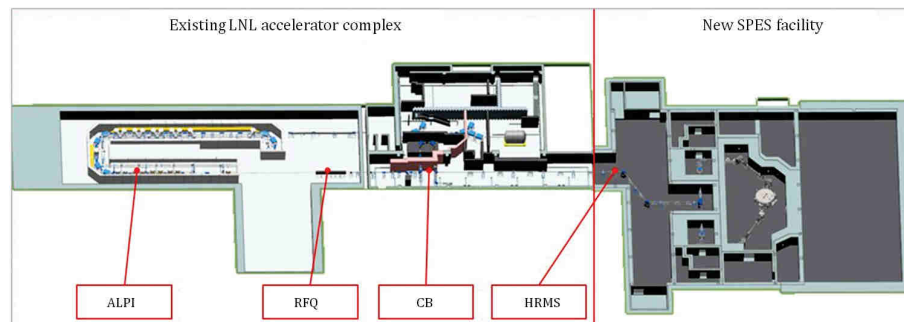


Figura 1.4: Il Progetto SPES integrato con il complesso degli acceleratori presenti ai LNL.

Vengono di seguito descritti i principali elementi che compongono la *facility*.

#### 1.4.1 Acceleratore primario

L'acceleratore primario ha la funzione di produrre un fascio protonico in grado di colpire il *target* di carburo di uranio in cui avviene la reazione di fissione nucleare. L'acceleratore utilizzato per la *facility* SPES è un ciclotrone. Tale dispositivo è in grado di garantire le performance richieste per la produzione di fasci di ioni esotici e offre la possibilità di utilizzare una seconda linea di fascio in modo completamente indipendente. Il mercato ad oggi offre la possibilità di produrre, con la tecnologia del ciclotrone, fasci di intensità anche superiori alle richieste del Progetto SPES. Il ciclotrone scelto per il Progetto SPES è il *BEST 70p*, sviluppato dalla *Best Cyclotron* e mostrato in Figura 1.6, il quale è in grado di fornire due fasci di protoni indipendenti fino a 70 [MeV] di energia ed aventi una corrente massima di 750 [ $\mu$ A]. La fase di installazione del ciclotrone, in Figura 1.7, è stata completata nel maggio 2015.

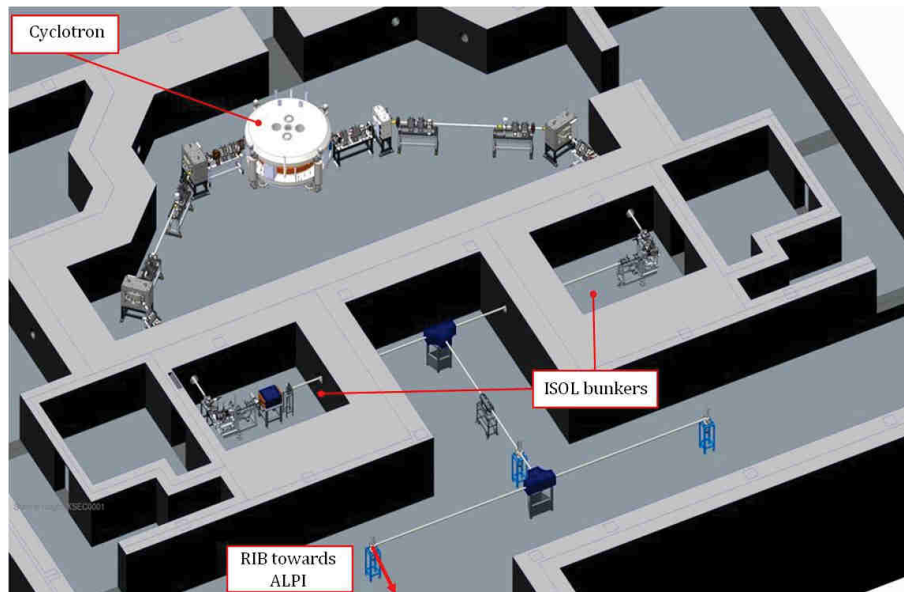


Figura 1.5: layout del Progetto SPES.

#### 1.4.2 Target di produzione e sistema di estrazione e ionizzazione

Sia il target di produzione dei radioisotopi sia il sistema di estrazione e ionizzazione degli stessi, sono contenuti all'interno di una camera di forma cilindrica (*camera target*), la quale viene raffreddata mediante acqua con un apposito circuito a causa delle alte temperature in gioco (vedi Figura 1.8). Sempre a causa delle alte temperature, per evitare l'ossidazione dei componenti presenti, l'interno della camera viene mantenuto in condizioni di alto vuoto con pressioni dell'ordine dei  $10^{-6}$  [mbar]. Questa condizione è inoltre necessaria per aumentare il cammino libero medio delle particelle radioattive prodotte. Il volume della camera è delimitato dallo spallamento di una flangia (*plate*) e da un coperchio (*cover*) a forma di pentola, entrambi realizzati in lega di alluminio, mentre la tenuta è garantita da un *O-ring*.

Il target è composto da sette dischi coassiali in UCx, aventi 40 [mm] di diametro e circa 1 [mm] di spessore ed opportunamente distanziati in direzione assiale al fine di dissipare attraverso radiazione termica la potenza sviluppata dal fascio di protoni. Essi sono contenuti in una scatola (*box*), un tubo di grafite avente un diametro esterno e una lunghezza di rispettivamente 49 e 200 [mm] (vedi Figura 1.9). Il fascio di protoni prima di impattare contro i dischi, attraversa una finestra in grafite (*window*), molto sottile per non attenuare l'energia del fascio, ma di fondamentale importanza poiché consente di confinare gli isotopi prodotti e di evitare un eccessivo raffreddamento del materiale fissile in corrispondenza dell'ingresso del fascio. Dopo aver investito la finestra di grafite e i dischi di UCx, il fascio primario va ad impattare su tre *dumper* e sul fondo della scatola (*box base*); questi elementi provvedono sia all'assorbimento definitivo del fascio, prevenendo l'attivazione della camera esterna, sia ad evitare la fuoriuscita di particelle dal lato posteriore del target (Ballan, 2014).

La scatola deve mantenere la temperatura media di 2000 [°C], in modo da migliorare l'estrazione dei prodotti di fissione. Essendo la potenza del fascio non sufficiente a portare il

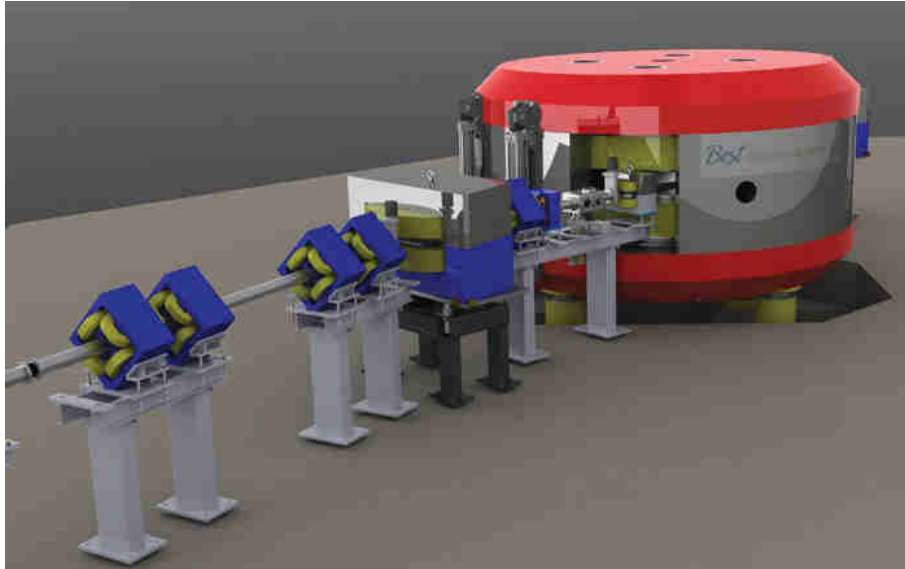


Figura 1.6: Il ciclotrone BEST 70p.



Figura 1.7: Fasi di installazione del ciclotrone presso i LNL (Maggio 2015).

target al livello di temperatura richiesto, è necessario introdurre un dispositivo indipendente avente le funzioni di scaldare e schermare il target. Inoltre il sistema di riscaldamento supplementare consente di evitare improvvisi sbalzi di temperatura molto pericolosi per l'integrità strutturale dei dischi. Il riscaldatore (*heater*) è composto da un tubo molto sottile (*tube*) saldato ai bordi da due ali (*wings*) direttamente collegate a morsetti in rame (*clamps*); attraverso i morsetti è possibile far dissipare per effetto Joule il desiderato quantitativo di potenza al riscaldatore. La dissipazione di potenza (dovuta all'effetto Joule) in aggiunta al calore sviluppato dalla fissione nucleare, fa in modo che la temperatura del sistema scatola-dischi sia mantenuta al valore di utilizzo. Il materiale scelto per il riscaldatore è il tantalio: si tratta di un metallo altamente resistente alla corrosione, in grado di condurre energia elettrica e termica e di raggiungere temperature molto elevate.

Il processo di fissione nucleare che si manifesta quando il fascio investe i sette dischi in carburo di uranio, produce una "nube" di nuclei radioattivi aventi massa compresa tra gli 80 ed i 160 [uma]; per la produzione di un fascio di ioni radioattivi (RIB), la specie esotica deve essere estratta dal target e ionizzata. Tale processo richiede del tempo e non

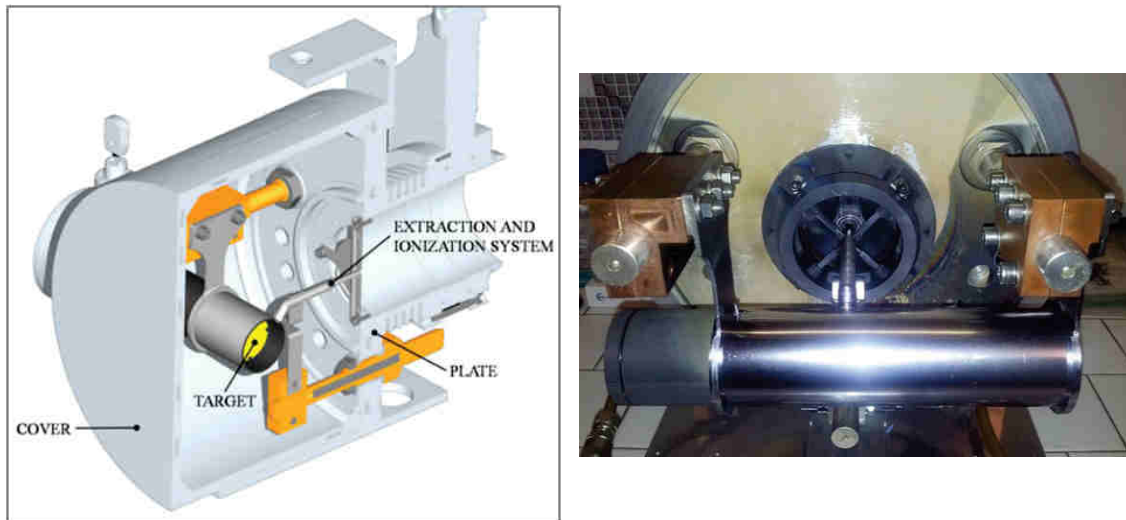


Figura 1.8: Configurazione della camera target.

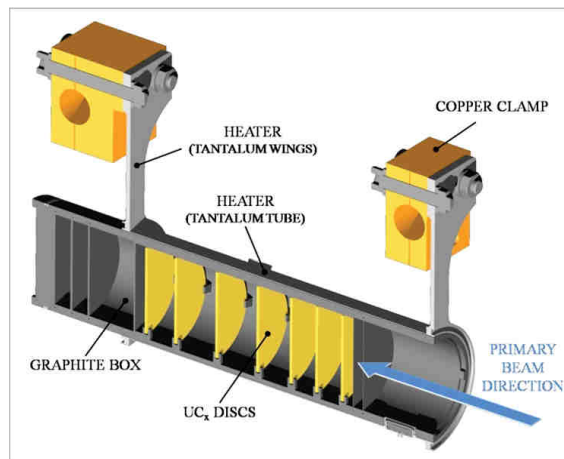


Figura 1.9: Rappresentazione di unprototipo di bersaglio diretto del Progetto SPES

è particolarmente efficiente per isotopi aventi una vita media inferiore a poche decine di millisecondi.

Il processo di trasferimento avviene tramite la linea di trasferimento (*transfer line*), attraverso la quale gli isotopi in uscita dal target vengono indirizzati verso la sorgente di ionizzazione (*ion source*) dove sono ionizzati positivamente (ioni +1). Nell'attuale configurazione la linea di trasferimento è un tubo sottile di tantalio saldato al riscaldatore ad un'estremità e connesso meccanicamente alla sorgente di ionizzazione all'estremità opposta. Come accade per il riscaldatore, anche il sistema linea di trasferimento-sorgente di ionizzazione viene riscaldato mediante dissipazione di potenza per effetto Joule; in questo modo la temperatura della sorgente arriva a 2200 [°C],

Il processo di ionizzazione è necessario per accelerare i nuclei radioattivi sfruttando una differenza di potenziale. La scelta della sorgente di ionizzazione è quindi estremamente strategica dato che influenza l'intensità e la qualità del fascio radioattivo prodotto. A seconda del potenziale di ionizzazione dell'elemento possono essere utilizzati diversi metodi di ionizzazione. Il potenziale di ionizzazione è rappresentato dall'energia necessaria per

portare un elettrone dalla sfera di valenza ad una distanza infinita dall'atomo. Metalli alcalini e alcalino-terrosi hanno bassi potenziali di ionizzazione per cui una energia relativamente bassa sarà richiesta per la loro ionizzazione. In questo caso si può optare per l'uso di una sorgente di ionizzazione superficiale (SIS, *Surface Ionization Source*). Altri tipi di sorgenti utilizzabili nel Front-end SPES sono la sorgente di ionizzazione al plasma (PIS, *Plasma Ion Source*), in grado di ionizzare elementi con alto potenziale di ionizzazione ma senza selettività, e la sorgente di ionizzazione laser (RILIS, *Resonant Ionization Laser Ion Source*) in grado di ionizzare selettivamente elementi con medio potenziale di ionizzazione. In Figura 1.10 vengono visualizzati gli elementi e il metodo di ionizzazione di selezione per ciascuno. Gli elementi di transizione da  $Z = 41$  a  $Z = 46$  sono prodotti nel target, ma non estratti per la loro volatilità (refrattari). La fissione è essenzialmente prodotta da protoni che vanno ad impattare sul nucleo dell'atomo  $^{238}\text{U}$ . In Figura 1.11, vengono riportati i radionuclidi che saranno prodotti nel Progetto SPES, la scala di colori indica il numero di particelle prodotte per secondo.

1																	2		
H																	He		
3	4													5	6	7	8	9	10
Li	Be													B	C	N	O	F	Ne
11	12													13	14	15	16	17	18
Na	Mg													Al	Si	P	S	Cl	Ar
19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36		
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr		
37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54		
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe		
55	56	57	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86		
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn		
87	88	89	104	105	106	107	108	109	110										
Fr	Ra	Ac	Unq	Unp	Unh	Uns	Uno	Une	Unn										

Figura 1.10: Tavola periodica e metodi di ionizzazione.

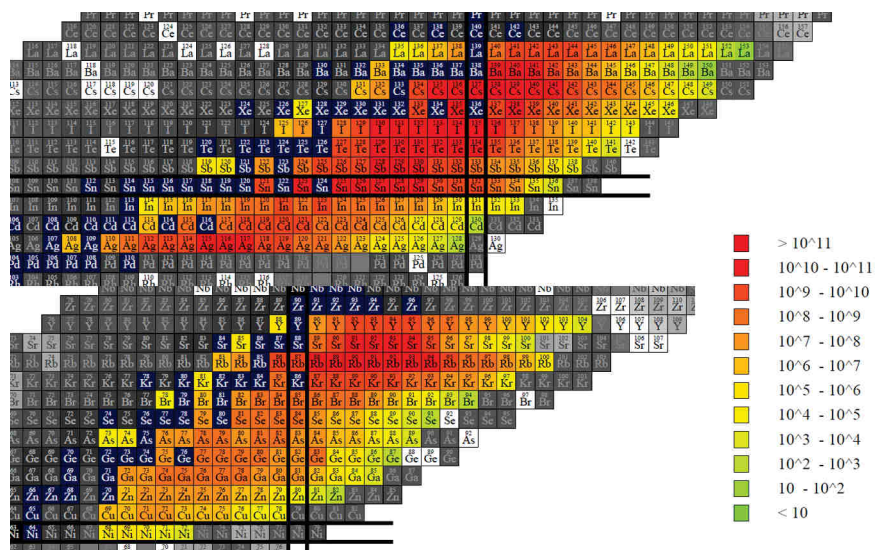


Figura 1.11: Radionuclidi che verranno prodotti all'interno del Progetto SPES.

La camera target è collegata al front-end e tra i due componenti è presente una differen-

za di potenziale ( $V_{camera} - V_{front-end}$ ) pari a 40 [kV], per questo è necessario, al fine di evitare il contatto diretto, interporre un isolante elettrico (*electrical insulator*). La differenza di potenziale presente accelera gli ioni radioattivi; in particolare il componente che accelera gli ioni in uscita dalla sorgente di ionizzazione è un elettrodo (*electrode*) in lega di titanio ( $Ti_6Al_4V$ ) e visibile in Figura 1.12. In questo modo si forma il fascio di ioni radioattivi che verrà inviato alle sale sperimentali dopo il passaggio attraverso i separatori elettromagnetici ed il post-acceleratore.

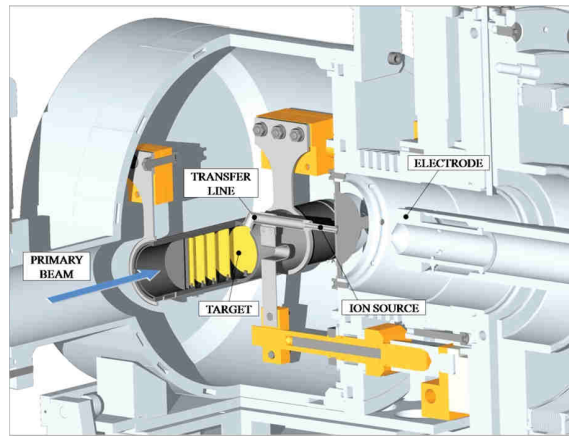


Figura 1.12: Rappresentazione del sistema di estrazione e ionizzazione del progetto SPES.

### 1.4.3 Sorgenti di ionizzazione

Di seguito sono elencate e descritte brevemente le tipologie di sorgenti di ionizzazione che verranno utilizzate nell'ambito del Progetto SPES.

#### Surface Ion Source (SIS)

In questo tipo di sorgente di ionizzazione, l'impatto degli isotopi radioattivi provenienti dal target sulla superficie interna, causa la ionizzazione. Questo procedimento è possibile se la minima energia necessaria per rimuovere un elettrone da una superficie (funzione di lavoro), è maggiore del potenziale di ionizzazione dell'isotopo. In questo caso si riescono a produrre con elevata efficienza ioni positivi per elementi con potenziale di ionizzazione inferiore alla funzione di lavoro del renio, pari a circa 5 [eV]. L'elevata temperatura a cui si trova la sorgente di ionizzazione, permette di avere un processo di ionizzazione efficiente e selettivo soltanto per elementi del primo e secondo gruppo. E' proprio questo lo svantaggio principale del metodo.

La sorgente di ionizzazione superficiale (ST\_SIS), detta anche sorgente di ionizzazione da *hot cavity*, è il macro-componente dove avviene la trasformazione degli isotopi estratti in ioni positivi attraverso l'asportazione di uno degli elettroni posti sull'ultimo livello atomico. Per ottenere un processo di ionizzazione efficiente è necessario che la sorgente sia mantenuta ad una temperatura sufficientemente elevata. Questo è ottenuto attraverso il riscaldamento per effetto Joule, dovuto alla corrente fornita alla sorgente, per mezzo della linea di trasferimento (350 [A]), ottenendo così il livello di temperatura desiderato (2000

[°C]).

Il macro-componente sorgente di ionizzazione superficiale è composto da due sotto assiemi (Figura 1.13)

- Ionizzatore (ST\_SIS\_01)
- Sistema di allineamento (ST\_SIS\_02)

Lo ionizzatore costituisce la parte responsabile della funzione principale di ionizzazione degli isotopi estratti nel target. Questo processo ha luogo in particolare nel componente indicato come *hot cavity*, un oggetto in renio (o eventualmente in tantalio) di forma tubolare con lunghezza 33 [mm], diametro esterno 5.1 [mm] e diametro interno 2.8 [mm]. La *hot cavity* è sostenuta sul piatto della camera da vuoto per mezzo di un opportuno supporto in tantalio, mentre uno schermo quadrilobato è posto tra il piatto ed il supporto per occludere parzialmente l'apertura verso il canale radioattivo. Questi ultimi due componenti hanno anche la funzione di scaricare sul piatto la corrente elettrica di riscaldamento della sorgente. Infine, la parte terminale della *hot cavity* è protetta da uno schermo tubolare in tantalio di diametro 10.5 [mm], spessore 0.3 [mm] e lunghezza 10 [mm], che ha la funzione di evitare un'eccessiva dispersione del calore sotto forma di radiazione termica con conseguente abbassamento della temperatura della sorgente.

Il macro-componente sorgente di ionizzazione superficiale è completato dal sistema di allineamento della sorgente, che ha la funzione di garantire l'allineamento dello ionizzatore anche ad alte temperature. Questo è di fondamentale importanza se in aggiunta si utilizza una sorgente di ionizzazione laser, molto sensibile ad una eccessiva deformazione della *hot cavity*. La purezza del fascio che si ottiene non è garantita, in quanto ci potranno sempre essere isotopi di diverse specie isobare, aventi cioè lo stesso numero di massa ma diverso numero atomico (per esempio,  $^{132}\text{Cs}$  e  $^{132}\text{Sn}$ ). Per dividere questi elementi sono necessari dei separatori isobari, che sono dispositivi estremamente sofisticati e costosi che peraltro provocano una notevole riduzione dell'intensità del fascio.

### **Resonant Ionization Laser Ion Source (RILIS)**

Il metodo RILIS è ad oggi il più potente strumento per la produzione di fasci di ioni radioattivi per le *facility* di tipo ISOL, in quanto permette un processo di ionizzazione selettiva e garantisce la soppressione di contaminazioni indesiderate a livello della sorgente di ionizzazione. La sorgente di ionizzazione laser utilizza un'architettura identica a quella della sorgente di ionizzazione superficiale (SIS), con la differenza che, in questo caso, un laser viene proiettato all'interno della sorgente come mostrato in Figura 1.14.

Tale laser è composto dalla sovrapposizione di più raggi (due o tre a seconda dell'elemento chimico da ionizzare) aventi lunghezze d'onda e quindi frequenze differenti, corrispondenti a diversi valori energetici dei fotoni emessi. Esso irradia gli isotopi e fornisce loro energia necessaria per far compiere all'elettrone più esterno dei salti quantici verso orbitali ancor più lontani dal nucleo, fino alla separazione dell'atomo. In questo modo si ha formazione di uno ione positivo  $1+$ . La metodologia RILIS permette di ionizzare soltanto isotopi

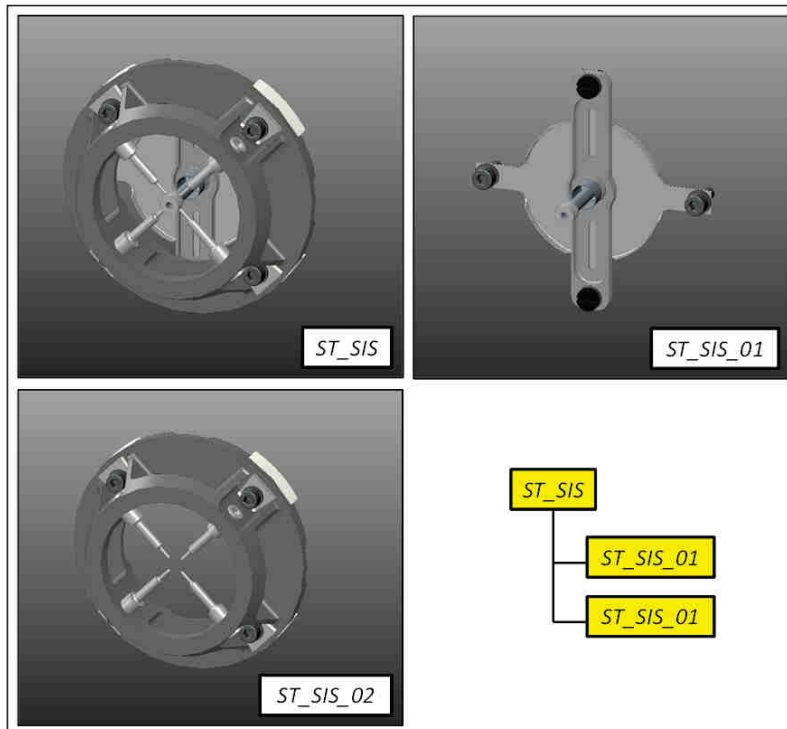


Figura 1.13: Rappresentazione della sorgente di ionizzazione superficiale e dei suoi principali sottoassiemi.

radioattivi della specie di interesse, producendo un fascio nel quale le contaminazioni sono minime. A causa dell'architettura della sorgente tuttavia, alcuni elementi (in particolare il cesio) vengono ionizzati per strisciamento, provocando così imperfezioni che, se non opportunamente corrette o attenuate, andranno a contaminare il fascio.

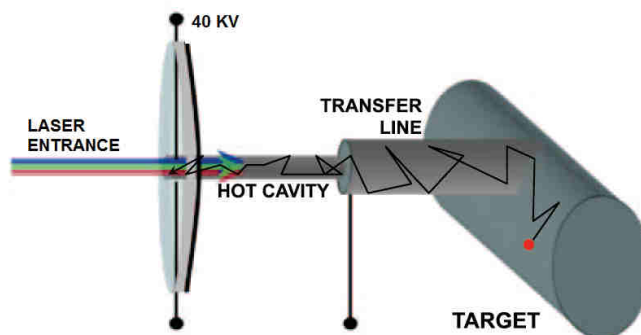


Figura 1.14: Schema di funzionamento del sistema RILIS.

### Plasma Ion Source (PIS)

Questo tipo di sorgente utilizza per la ionizzazione la tecnica FEBIAD (*Forced Electron Beam Induced Arc Discharge*), in cui gli atomi vengono ionizzati a causa dell'impatto con elettroni accelerati per effetto termoionico. Il processo avviene in una struttura costituita da un catodo e da un anodo. Il catodo viene riscaldato grazie al passaggio di una corrente continua di 330-340 [A] e si porta ad alta temperatura. Questa conferisce agli elettroni

un'energia superiore a quella di legame con l'atomo tanto che si verifica l'emissione di elettroni da parte del catodo in una camera che funge da anodo. All'interno di questa camera gli elettroni rilasciati dal catodo, che vengono accelerati da una differenza di potenziale tipicamente di 150 [V], vengono a contatto con gli atomi da ionizzare: l'impatto elettronico causa la perdita di un elettrone da parte degli atomi dell'anodo (ioni positivi) creando quindi un plasma. Nella *facility* ISOLDE del CERN viene usata una sorgente di ionizzazione al plasma di tipo FEBIAD chiamata MK5. Nell'ambito del progetto SPES un prototipo di questa sorgente è stato realizzato, testato e ottimizzato dal punto di vista elettro-termico. Questo tipo di sorgente è in grado di ionizzare qualsiasi tipo di elemento, anche se con efficienze inferiori rispetto alle tecniche laser e superficiale. In Figura 1.15 viene riportato lo schema di funzionamento di una sorgente di ionizzazione di tipo FEBIAD.

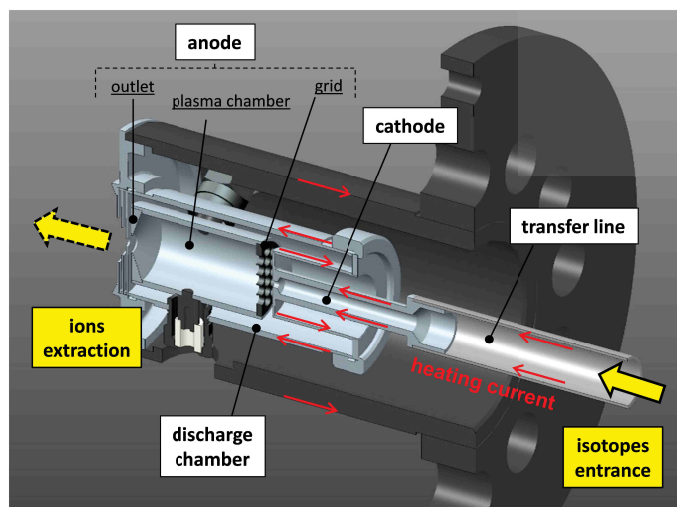


Figura 1.15: Schema di funzionamento di una sorgente di ionizzazione di tipo FEBIAD.

#### 1.4.4 Separatori magnetici e post accelerazione

Il fascio estratto dalla sorgente di ionizzazione (mediante l'elettrodo estrattore) è sottoposto ad una prima fase di purificazione nella quale, attraverso un separatore di massa (*Wien Filter*), viene intrappolata una grande quantità di contaminanti. La risoluzione di questo dispositivo ( $M/\Delta M$ , dove  $M$  si intende la massa dell'isotopo) è pari a circa 300; si riescono così a separare in base alla massa i vari elementi.

Il separatore di massa è seguito da un separatore isobaro, avente una risoluzione pari a 15000, e che permette quindi di separare gli isotopi come il  $^{132}\text{Ce}$  e lo  $^{132}\text{Sn}$  tra loro isobari. A questo punto il fascio radioattivo può essere direttamente convogliato alle sale sperimentali ed utilizzato in esperimenti che richiedono fasci radioattivi di bassissima energia, oppure post accelerato. La post accelerazione viene ottimizzata mediante l'impiego di un *Charge Breeder*, un dispositivo in grado di incrementare la carica degli ioni prima dell'iniezione del fascio esotico in un RFQ, che rappresenta il primo stadio di post accelerazione prima dell'ingresso in ALPI.

### 1.4.5 Front-end (FE)

Con il termine Front-end si indica l'insieme dei diversi dispositivi che concorrono allo scopo di permettere la produzione ed il trasporto dei fasci di ioni radioattivi. Il Front-end del Progetto SPES, rappresentato in Figura 1.16, si compone di due parti (Boratto, 2015):

- Il Front-end protonico (FEP), impropriamente detto canale protonico (il canale protonico in realtà corrisponde a tutto ciò che è compreso tra la sorgente di ioni, ovvero il ciclotrone, e il Front-end), che è la parte responsabile del trasporto del fascio protonico;
- Il Front-end radioattivo (FER), impropriamente detto canale radioattivo, che è responsabile del trasporto e dell'accelerazione del fascio radioattivo.

Il Front-end raccoglie anche tutti i dispositivi ausiliari necessari al funzionamento dell'intero sistema. A differenza di quanto avviene, ad esempio, per la camera target che viene periodicamente sostituita, l'insieme dei componenti del Front-end rimangono fissi all'interno del bunker e sono sottoposti solamente a interventi di manutenzione programmata. Le zone più prossime alla camera target sono soggette ad un notevole danneggiamento dovuto alla alta dose radioattiva assorbita e proveniente dal target, la quale varia approssimativamente con il quadrato della distanza dalla fonte irradiante. Proprio per questo motivo si stima la sostituzione della camera target ogni 15 giorni di lavoro.

Il Front-end svolge le seguenti funzioni (Boratto, 2015):

- Garantisce sostegno e stabilità al canale protonico, alla camera target e agli apparati necessari al trasporto del fascio radioattivo;
- Permette la realizzazione di un grado di vuoto sufficientemente spinto per il corretto funzionamento di tutti gli organi al suo interno ed a esso collegati;
- Provvede all'apporto di energia elettrica (per il funzionamento degli strumenti o per il riscaldamento di parti, ad esempio il blocco target) e di acqua (per il raffreddamento dei componenti);
- Consente un rapido accoppiamento con le parti che devono essere periodicamente rimosse e sostituite (ad esempio la camera target).

L'alto livello di vuoto, dell'ordine di  $10^{-5}$  [mbar], facilita il cammino di due fasci ed evita l'ossidazione dei componenti del target, aspetto di grande importanza dato che la camera target lavora ad alte temperature.

Il vuoto si ottiene in due passaggi: inizialmente una serie di pompe volumetriche di tipo *scroll* raggiungono vuoti dell'ordine di  $10^{-2}$ - $10^{-3}$  [mbar], successivamente, azionando delle pompe turbo-molecolari si raggiungono le pressioni richieste in esercizio. Vuoti superiori a valori di  $10^{-5}$ - $10^{-6}$  [mbar] non sono raggiungibili per problemi di degassamento superficiali, legati al materiale scelto per la costruzione del Front-end (alluminio), ma soprattutto per il rilascio di atomi da parte dei componenti all'interno della camera target sottoposti ad elevate temperature. L'alluminio è stato preferito all'acciaio poiché quest'ultimo ha la tendenza ad attivarsi in modo significativo e duraturo in presenza di radiazione neutronica.

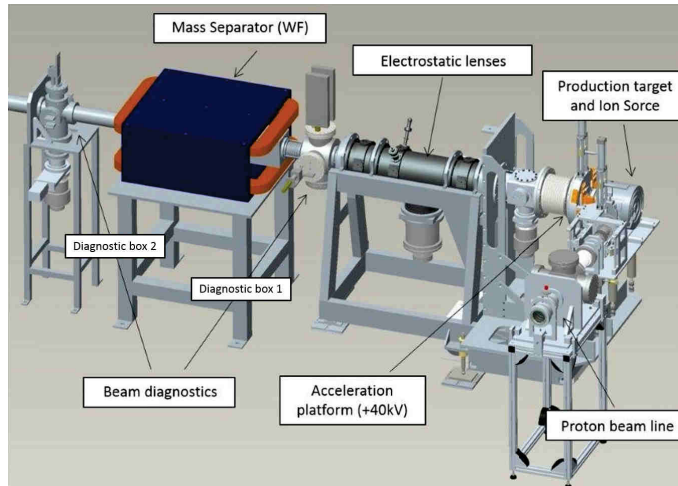


Figura 1.16: Rappresentazione del Front-end di SPES.

#### 1.4.6 I sistemi di movimentazione

Visto la necessità di dover sostituire la camera target periodicamente, a causa del rinnovo del materiale e dalla degradazione degli *O-Ring*, e di escludere ogni intervento umano all'interno del bunker, i sistemi di movimentazione sono progettati in modo da poter compiere le varie operazioni in modo completamente automatizzato.

Per la gestione di tutti i movimenti della camera target sono stati progettati quattro sistemi di movimentazione. Le fasi necessarie alla movimentazione della camera sono:

1. Deposito della camera target nuova sulla tavola di ammaraggio (*coupling table*, quest'ultima è la struttura sopra la quale è appoggiato il dispositivo contenente il bersaglio di produzione);
2. Movimentazione della camera quando è posizionata sulla tavola di ammaraggio;
3. Prelievo della camera irradiata e posizionamento all'interno del sarcofago (un componente progettato per contenere la camera target irradiata quando viene rimossa dal front-end);
4. Stoccaggio del sarcofago contenente la camera irradiata (attivata).

Le fasi di deposito e prelievo della camera target sulla o dalla *coupling table* sono gestite da due sistemi di movimentazione, in fase di progettazione, denominati rispettivamente sistema di movimentazione orizzontale (SMO) e sistema di movimentazione verticale (SMV). Le movimentazioni della camera sulla tavola di ammaraggio sono gestite dal rispettivo sistema di movimentazione pneumatico. Per quanto riguarda invece lo stoccaggio del sarcofago (contenente la camera irradiata), è in fase di progettazione un nuovo sistema di movimentazione interno al magazzino temporaneo (*temporary storage*).

Il sistema di movimentazione verticale sarà utilizzato al fine di raggiungere il bunker dal primo piano dell'edificio SPES, mentre il sistema di movimentazione orizzontale raggiunge la zona di produzione del fascio partendo dalla zona fredda (Figura 1.17) che è sullo stesso piano del bunker (piano interrato). Il sistema di movimentazione verticale agirà solo in

caso di emergenza o di rottura di quello orizzontale. Entrambi i sistemi si avvalgono del sistema di movimentazione posto sulla tavola di ammaraggio (Boschello, 2015).

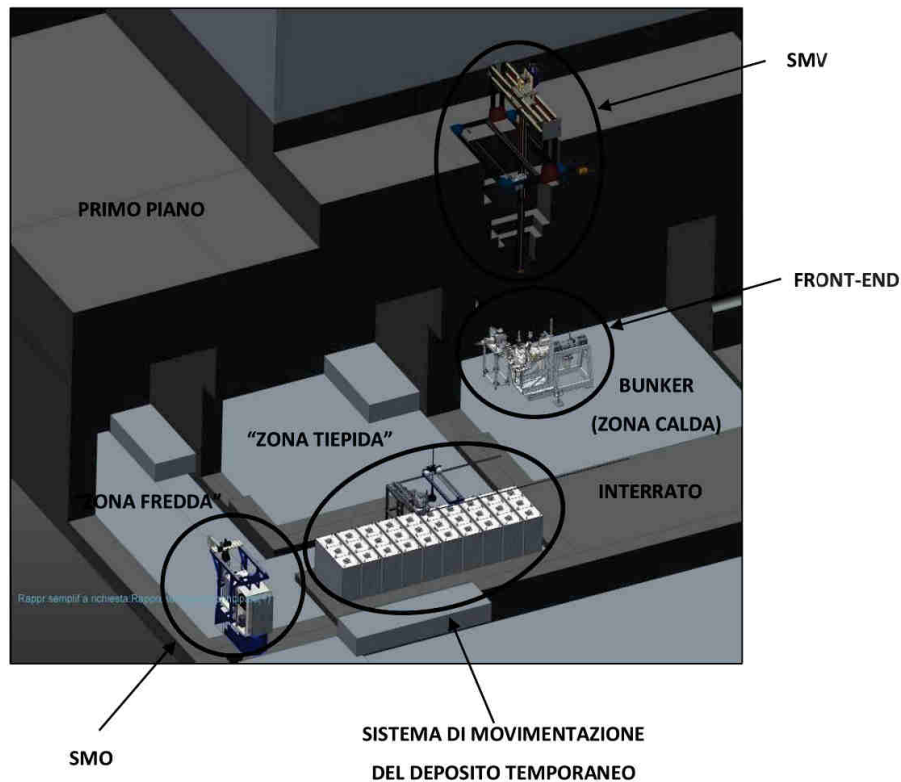


Figura 1.17: Sistemi di movimentazione all'interno dell'edificio SPES

## 1.5 Applicazioni dei fasci di ioni esotici

Nel corso degli anni i fasci di ioni esotici hanno suscitato un crescente interesse dovuto alle loro molteplici applicazioni nel campo della fisica nucleare, in astrofisica, medicina e fisica dello stato solido. Nei prossimi paragrafi viene data una breve panoramica delle applicazioni nei vari ambiti di ricerca.

### 1.5.1 Applicazioni in fisica nucleare

Sono elencate di seguito le principali applicazioni nell'ambito della fisica nucleare.

#### Miglioramento e verifica del modello standard

L'attuale modello su cui si basa la fisica nucleare comprende tre delle quattro interazioni fondamentali, cioè l'interazione nucleare forte, l'elettromagnetismo e l'interazione nucleare debole e descrive la funzione e le proprietà di tutte le particelle, note ed osservate, che costituiscono la materia. Sebbene tale modello abbia avuto un notevole successo, l'aspetto poco soddisfacente è che è stato costruito facendo uso di alcune assunzioni ad hoc non ancora pienamente verificate. Per chiarire l'origine e confermare la validità di tali assunzioni sono stati ideati complessi esperimenti di fisica nucleare, suggeriti da convincenti basi di

natura teorica. La messa in opera di tali procedure sperimentali comporterebbe l'effettuazione di misure precise sulle proprietà di decadimento di alcuni isotopi, che possono essere ricavate utilizzando come sorgente pura di ioni i fasci radioattivi prodotti nelle *facilities*.

### Studio della struttura di nuclei complessi

I nucleoni (protoni e neutroni) sono a loro volta costituiti da subparticelle dette *quark*. Esse esercitano un'azione fisica che va oltre i nucleoni nei quali sono confinate. Si osserva in particolare che tale interazione si manifesta in maniera diversa tra nucleoni liberi e nucleoni appartenenti allo stesso nucleo, in quanto influenzata dalla densità di protoni e neutroni associata al particolare tipo di nucleo. Attualmente non è stata ancora identificata una formula generale in grado di quantificare l'entità delle interazioni nucleari per tutti i tipi di nuclei, in quanto calcoli di natura quantomeccanica sono applicabili solamente ai nuclei più leggeri. La fisica nucleare quindi si è posta l'obiettivo di ottenere una trattazione unitaria in grado di determinare l'effettiva interazione tra le particelle nucleari, eliminare le incongruenze presenti nel modello corrente ed essere applicabile anche ai nuclei esotici, ossia quelli con rapporto protoni/neutroni estremo. A questo proposito i fasci di ioni radioattivi possono fornire un prezioso contributo.

### Misure della dimensione del nucleo: i nuclei *halo*

Le dimensioni del nucleo sono direttamente correlate al numero di nucleoni che lo costituiscono, ovvero il numero di massa. Tale correlazione è espressa dalla formula 1.2

$$R = R_0 \cdot A^{(1/3)} \quad (1.2)$$

dove con  $R$  è espresso il raggio del nucleo,  $A$  indica il numero di massa e  $R_0$  rappresenta una costante pari a  $1.2 \text{ [fermi]}^3$ . Tuttavia in particolari condizioni, lontane dalla stabilità, si possono incontrare notevoli deviazioni dalla legge poiché le interazioni tra i nucleoni possono diventare così piccole da non garantire la formazione di un nucleo sotto forma di aggregato. Si possono quindi formare nuclei ad anello, detti nuclei *halo*. Nuclei di questo tipo presentano una diversa distribuzione dei neutroni; si tratta in particolare di nuclei con sovrabbondanza di neutroni rispetto al corrispondente isotopo stabile, inoltre uno o due di questi neutroni risentono di una debole interazione con il nucleo, e vi orbitano intorno rimanendo quindi separati da esso (neutroni di valenza).

Un esempio di nucleo *halo* è l'isotopo  $^{11}\text{Li}$ , il cui nucleo presenta due neutroni di valenza. In questo nuclide la dimensione media del nucleo è paragonabile a quella dell'isotopo  $^{48}\text{Ca}$ , se però si considera anche l'alone racchiuso dalle orbite dei due neutroni di valenza le dimensioni diventano confrontabili con quelle del nucleo molto più massivo dell'isotopo  $^{208}\text{Pb}$  (vedi Figura 1.18).

Il nucleo  $^{11}\text{Li}$  è un particolare sistema a tre corpi (i due neutroni ed il core) che rappresenta un esempio naturale di sistema borromeico<sup>4</sup>. I nuclei ad anello come  $^{11}\text{Li}$  sono infatti

---

<sup>3</sup> $1\text{[fermi]} = 10^{-15} \text{ [m]}$ .

<sup>4</sup>In topologia si definisce borromeico un sistema costituito da tre anelli tra loro legati inscindibilmente in maniera tale che la soppressione di uno comporti la separazione degli altri due.

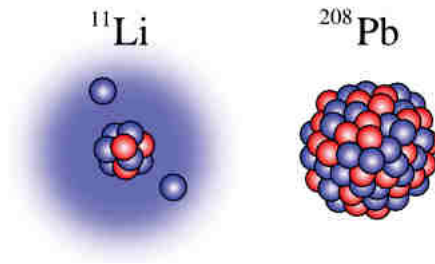


Figura 1.18: Confronto tra il nucleo di  $^{11}\text{Li}$  e quello di  $^{208}\text{Pb}$ .

detti anche “borromeici”, perché se il costituente di uno degli anelli viene in qualche modo rimosso, l’intero sistema diviene immediatamente instabile e i due anelli rimanenti si separano e si allontanano facilmente.

Attualmente è possibile determinare la distribuzione dei protoni con esperimenti di spettroscopia atomica, utilizzando fasci radioattivi di bassa energia e luce laser collineata. Se si cerca invece di determinare la distribuzione di tutti i nucleoni è necessario disporre di fasci ad alta energia, come quelli prodotti nelle *facilities*.

### Produzione di elementi superpesanti

In natura si ritrovano all’incirca 90 elementi, dall’idrogeno all’uranio. Grazie a reazioni di fusione nucleare negli ultimi anni è stato possibile sintetizzare elementi con elevato numero di massa estendendo il numero dei costituenti della tavola periodica fino ad elementi con numero atomico pari a 112, prospettando una futura estensione a 116. In particolare partendo da osservazioni preliminari si ritiene che questi elementi detti super-pesanti, in cui la repulsione coulombiana assume valori elevati, riescano a formarsi intorno alla cosiddetta isola di stabilità, una configurazione formata da 114 protoni e 184 neutroni che sembra garantire la stabilità del nucleo. Le tecnologie più recenti consentono di disporre di fasci intensi, costituiti da nuclei instabili ricchi di neutroni (*n-rich*). Se questi vengono accoppiati a target stabili, anch’essi ricchi di neutroni, potrebbero crearsi le condizioni adatte per approfondire tale fenomeno e aprire definitivamente la strada ad uno studio più accurato di questa realtà.

### 1.5.2 Applicazioni nella fisica dello stato solido

Nel 1920 è stata ideata la tecnica del *Radio Tracer Diffusion*, che consiste nell’impiantare in un sistema solido dei nuclei radioattivi e studiarne il decadimento, rilevando le particelle e le radiazioni  $\gamma$  che emettono. E’ possibile rilevare anche il segnale di pochissimi atomi, pertanto questa tecnica risulta particolarmente utile e diffusa per lo studio dei processi di diffusione all’interno dei sistemi solidi.

Il sistema ospitante può essere drogato con radioisotopi sonda sia per diffusione mediante reazione nucleare, sia per impianto ionico. La scelta dello specifico isotopo radioattivo da utilizzare nello specifico esperimento viene effettuata in base sia alle caratteristiche chimico-fisiche sia alle proprietà nucleari di quest’ultimo. L’utilizzo della tecnica *Radio Tracer Diffusion* consente di osservare, tramite i prodotti del decadimento, le interazioni

tra l'atomo sonda e la struttura del reticolo cristallino che lo circonda e di ricavare informazioni riguardanti il campo elettrico e magnetico all'interno del reticolo cristallino. La tecnica permette inoltre di studiare i processi diffusivi e le interazioni tra gli atomi sonda e di evidenziare la presenza, la distribuzione e la tipologia dei difetti nel reticolo cristallino.

### Drogaggio dei semiconduttori

Per poter sviluppare semiconduttori di piccole dimensioni è necessario poter avere il miglior controllo possibile sui difetti che governano tali proprietà, cioè sia sulle caratteristiche intrinseche (vacanze, difetti interstiziali) sia su quelle estrinseche (droganti, impurità atomiche) del reticolo cristallino. Per questo motivo sia la ricerca di base, sia quella applicata stanno concentrando i propri sforzi nello studio dei difetti e dell'attivazione elettrica dei droganti in diversi tipi di semiconduttori.

Analogamente agli isotopi droganti stabili, anche quelli radioattivi possono alterare le proprietà elettriche ed ottiche dei semiconduttori nei quali vengono inseriti. Queste caratteristiche sono influenzate dalle loro proprietà chimiche e dalla posizione in cui vengono inseriti nel reticolo. Oltre alla tipologia di semiconduttore le loro proprietà ottiche ed elettroniche sono sensibilmente influenzate anche dalle dimensioni. È stato dimostrato infatti che nel caso di conduttori particolarmente piccoli, tali proprietà possono essere alterate in maniera significativa se vi è un difetto con concentrazione inferiore a  $10^{12}$  [*atomi/cm<sup>3</sup>*]. Per avere quindi un controllo affidabile delle prestazioni di semiconduttori di questo tipo è indispensabile poter disporre di tecniche sperimentali con elevata sensibilità sia dal punto di vista chimico, sia da quello della concentrazione dei difetti.

Da decenni la tecnica diffusa per la rilevazione delle impurezze è il *channeling*, che consiste nell'indirizzare un fascio di ioni attraverso le righe atomiche dei cristalli o lungo i piani del cristallo (canali). Con questa procedura tuttavia non è possibile determinare concentrazioni di difetti inferiori a  $10^{12}$  [*atomi/cm<sup>3</sup>*]. La sensibilità subisce un notevole miglioramento se all'interno del reticolo cristallino sono impiantate impurezze radioattive che emettono particelle cariche (*emission channeling*). Misurando l'emissione lungo direzioni diverse è possibile determinare la posizione nel reticolo cristallino dell'atomo emittente con un'accuratezza di pochi decimi di Å(angstrom).

### 1.5.3 Applicazioni in astrofisica

L'astrofisica nucleare è fondamentale per la comprensione delle strutture, dell'evoluzione, delle dinamiche e della composizione dell'universo e dei suoi costituenti. Nelle stelle avvengono reazioni nucleari che liberano grandi quantità di energia e che coinvolgono sia nuclei stabili sia nuclei instabili. Tali reazioni possono essere costanti nel tempo, permettendo quindi alla stella di continuare a brillare per bilioni di anni prima di esaurire il carburante nucleare, oppure liberare un'enorme quantità di energia in un unico evento esplosivo distruggendo di fatto la stella in pochi minuti o secondi.

Nelle differenti fasi della vita di una stella vengono sintetizzati nuovi elementi chimici, sia attraverso reazioni di nucleo-sintesi che seguono strettamente la valle di stabilità, sia attraverso processi non ancora identificati dal momento che si svolgono in un territorio

sconosciuto.

Per sviluppare un modello che descriva il processo di nucleo-sintesi è necessario valutare le rese delle reazioni nucleari dei principali cicli astrofisici e le caratteristiche di decadimento di nuclei tuttora sconosciuti. Queste essenziali informazioni includono i tempi di vita, le masse ed i principali canali di decadimento di un numero di nuclei chiave lontani dalla stabilità. Le reazioni nucleari coinvolgenti nuclei instabili possono essere misurate unicamente con un fascio radioattivo: per tale motivo si prevede che la nuova generazione di *facilities* per la produzione di fasci radioattivi risulterà di fondamentale importanza per la comprensione della sintesi elementare nell'Universo.

## 1.6 SPES- $\gamma$ , il progetto ISOLPHARM

I radioisotopi che si producono all'interno del Progetto SPES sono soprattutto emettitori  $\beta^-$  (*neutron-rich*), che trovano applicazione in medicina nella produzione di radiofarmaci<sup>5</sup>. Grazie all'elevata purezza dei fasci che si ottengono con la tecnica ISOL, i radionuclidi che si producono sono molto adatti alla produzione di radiofarmaci, perché la separazione in massa porta alla creazione di isotopi ad altissima attività specifica<sup>6</sup>, poiché non sono contaminati da altri isotopi radioattivi dello stesso elemento. I radioisotopi possono essere ottenuti puri direttamente (<sup>89</sup>Y, <sup>89</sup>Sr), mentre per altri è necessaria una successiva purificazione chimica (<sup>90</sup>Y). Su questa tecnica è basato il progetto ISOLPHARM (Todesco, 2016).

Gli atomi presenti nel fascio prodotto devono essere depositati, su un substrato solido, con un processo di deposizione specifico per ogni elemento. Se gli elementi si trovano allo stato solido, possono essere depositati su un substrato che ha delle proprietà meccaniche tali da garantirne l'integrità alle condizioni di lavoro presenti all'interno del Front-end SPES. Se gli elementi invece si trovano allo stato gassoso, sarà necessario sviluppare un substrato in grado di intrappolare efficacemente i gas. Il substrato verrà successivamente trasformato in un radiofarmaco tramite opportune tecniche radiochimiche e radiofarmaceutiche. In Figura 1.19, è mostrato uno schema del processo.

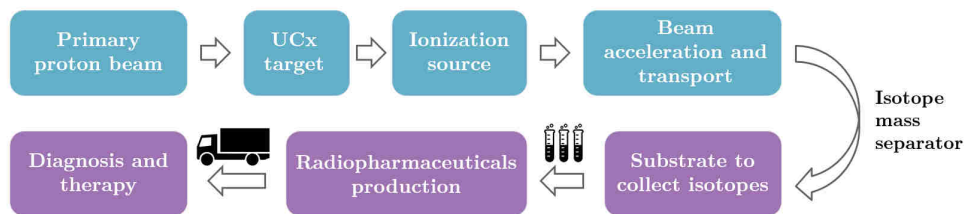


Figura 1.19: Schema del processo di produzione.

<sup>5</sup>Si definisce radiofarmaco, qualsiasi prodotto, pronto all'uso in scopo diagnostico o terapeutico, contenente una o più radionuclidi.

<sup>6</sup>L'attività specifica è la misura della radioattività di un radionuclide per unità di massa dell'elemento o della forma chimica considerata ed è espresso in  $[GBq/mg]$  o in  $[Ci/mg]$ . Una bassa attività specifica è indicativa della presenza di altri isotopi stabili dell'elemento considerato, definiti *cold isotopes*, i quali non hanno attività e vanno perciò a diluire il radionuclide di interesse

Con la tecnica ISOL sono producibili molti radioisotopi *neutron-rich* di interesse medico con massa compresa tra 80 e 160 [uma]. La maggior parte di essi trova applicazione in terapia, mentre solo alcuni sono utilizzabili in diagnostica. Con la *facility* del Progetto SPES, possono essere prodotti anche alcuni radioisotopi *proton-rich*. I principali radionuclidi producibili con metodo ISOL a partire da target in carburo di uranio all'interno del Progetto SPES sono riportati nella seguente tabella (1.1).

Tabella 1.1: Caratteristiche dei radionuclidi di interesse medico producibili con metodo ISOL all'interno del Progetto SPES.

Radionuclide	Decadimento prevalente	$T_{1/2}$ [d]	Range di penetrazione nei tessuti [mm]	Energia media [MeV]	Attività specifica [GBq/mg]	Attività specifica effettiva [GBq/mg]	Purezza radio-nuclidica	Applicazione
$^{89}\text{Sr}$	$\beta^-$	50.6	7	0.59	597	479	100%	Antitumorale
$^{90}\text{Y}$	$\beta^-$	2.7	11	0.93	9480	236	99%*	Radioimmunoterapia
$^{133}\text{Xe}$	$\beta^-$	5.3	1	0.43	6920	3098	1%*	Ventilazione polmonare
$^{75}\text{Se}$	EC	119.6	0	0.28	539	14	100%	Ricircolo enteropatico
$^{125}\text{I}$	EC	59.4	17	0.03	552	41	3%*	Brachiterapia e diagnostica
$^{131}\text{I}$	$\beta^-$	8.0	3	0.18	3911	2060	93%*	Terapeutico

\* Purificazione chimica finale necessaria.

Utilizzando dei target costituiti da materiale diverso dal carburo di uranio, si possono produrre, accelerare e depositare radioisotopi *proton-rich* molto interessanti ed innovativi, tuttavia questo richiede lo sviluppo di target dedicati in materiale non fissile. Questi nuovi target specifici permettono di produrre selettivamente un ristretto numero di radioisotopi con numero di massa simile a quello del nucleo bersaglio. Ad esempio, per il progetto ISOLPHARM, sono particolarmente interessanti gli isotopi del rame ( $^{64}\text{Cu}$  e  $^{67}\text{Cu}$ ), dello scandio ( $^{43}\text{Sc}$ ,  $^{44}\text{Sc}$  e  $^{47}\text{Sc}$ ), dell'arsenico ( $^{77}\text{As}$ ) e del gallio ( $^{68}\text{Ga}$ ). Ciascuno di questi elementi, per essere prodotto richiede un target specifico; per gli isotopi dello scandio, particolarmente interessanti in quanto combinati insieme permettono di fare teragnostica<sup>7</sup>, è richiesto lo sviluppo di un target a base di titanio. Questa è la motivazione di partenza di questo lavoro di tesi.

## 1.7 Conclusioni

L'importanza assunta negli anni dai fasci radioattivi, sia per la ricerca teorica che applicata, ha spinto la comunità scientifica internazionale a costruire numerose *facilities* per la loro produzione. Il Progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro rientra nell'ambito della realizzazione di una *facility* europea di tipo ISOL ad alte prestazioni (progetto EURISOL); la realizzazione operativa di tale progetto prevede l'allestimento di una *facility* "intermedia" in grado di ottenere come prestazioni  $10^{13}$  [fissioni/s] in un target formato da 7 dischi in carburo di uranio bombardati da un fascio protonico di 40 [MeV] a 0.2

<sup>7</sup>Terapia e diagnostica contemporaneamente.

[mA]. All'interno del progetto ISOLPHARM, ricopre una posizione d'interesse lo sviluppo di target a base titanio per la produzione di radiofarmaci teragnostici.

## Capitolo 2

# Il target per una *facility* di tipo ISOL

In una *facility* di tipo ISOL, il target ricopre una posizione fondamentale, poiché è dall'interazione di esso con il fascio primario che si generano le specie radioattive di interesse. In questo capitolo si presentano i meccanismi di formazione del fascio secondario, le proprietà chimiche, termiche e microstrutturali che il materiale di cui è costituito il target deve possedere e infine i materiali preferiti in base alle caratteristiche sopra citate.

### 2.1 Produzione di isotopi in un target ISOL

La produzione degli isotopi in una *facility* di tipo ISOL, avviene attraverso l'impatto del fascio primario con il target, tramite il quale si generano reazioni nucleari. La quantità di specie ottenibili e l'intensità del fascio secondario, dipendono dalle proprietà basilari del fascio primario e del target stesso. A seconda delle specie che si vogliono ottenere si usano fasci a diversa energia:

- protoni e neutroni a bassa energia (30 - 100[MeV]);
- protoni ad alta energia (500 - 1500[MeV]);
- ioni pesanti (4 - 100[MeV/u]);
- neutroni termici (energia < 0.1 [eV]);
- elettroni.

L'intensità del fascio prodotto nel target  $I_{prod}$  [A] di uno specifico isotopo può essere ricavata a partire dall'intensità del fascio primario  $\phi$  [A] con l'Equazione 2.1 (Van Duppen, 2006).

$$I_{prod} = \phi \cdot \sigma \cdot N_{tg} \quad (2.1)$$

dove:

- $\phi$  è l'intensità del fascio primario [A];
- $\sigma$  è la sezione d'urto<sup>1</sup> della reazione nucleare [ $\text{cm}^2$ ] oppure [barn]<sup>2</sup>, la sezione d'urto è strettamente legata alla probabilità che la reazione nucleare avvenga;
- $N_{tg}$  è il numero di atomi per unità di superficie del target [atomi/ $\text{cm}^2$ ].

Il numero di atomi per unità di superficie è calcolabile con l'Equazione 2.2

$$N_{tg} = \frac{N_a \cdot l \cdot \rho}{PM} \quad (2.2)$$

dove:

- $N_a$  è il numero di Avogadro, pari a  $6.022 \cdot 10^{23}$  [atomi/mol];
- $l$  è lo spessore del target [cm];
- $\rho$  è la densità del materiale che costituisce il target [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ];
- $PM$  è il peso molecolare del materiale che costituisce il target [g/mol].

Di seguito vengono elencate le quattro tipologie principali di reazioni nucleari che possono verificarsi all'impatto tra il fascio primario ed il target e che producono gli isotopi in una *facility* ISOL.

- **Fissione:** viene usata per produrre specie *neutron-rich* in un ampio intervallo di masse utilizzando come materiali per il target  $^{235}\text{U}$ ,  $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$  e altri attinidi con lunga emivita. La reazione si caratterizza per una scissione del nucleo del target che produce due isotopi con masse tra loro simili, tipicamente comprese tra 90 e 150 [uma], e alcuni neutroni come sottoprodotti. La fase *beta* del Progetto SPES, si basa su questo tipo di reazione per la produzione di ioni radioattivi *neutron-rich*.
- **Spallazione:** è caratterizzata dal distacco dal nucleo del target di un gran numero di protoni, neutroni e particelle  $\alpha$ , portando alla formazione di un nuovo isotopo con massa simile a quella iniziale. A causa dell'elevato numero di neutroni emessi, la spallazione produce solitamente isotopi *proton-rich*.
- **Frammentazione:** può avvenire sia la frammentazione del target, sia degli ioni del fascio primario, nel caso in cui si utilizzi un fascio di ioni pesanti contro un target leggero. Questa reazione, produce un'ampia varietà di isotopi sia con massa vicina a quella degli atomi del target o degli atomi incidenti, sia nuclei molto leggeri.
- **Reazioni dirette o reazioni di fusione ed evaporazione di ioni pesanti o leggeri:** con reazioni di fusione di ioni leggeri, vengono prodotti isotopi *proton-rich* vicini alla valle di stabilità. Con reazioni di fusione ed evaporazione di ioni pesanti si producono

---

<sup>1</sup>Le sezioni d'urto relative a diverse reazioni nucleari per differenti energie del fascio primario sono disponibili in letteratura.

<sup>2</sup>1 [barn] =  $10^{-24}$  [ $\text{cm}^2$ ]

invece, nuclei ricchi di protoni molto lontani dalla linea di stabilità. E' importante sottolineare come queste reazioni non coinvolgano materiali fissili, come conseguenza il numero di isotopi prodotti per ogni tipo di target, sarà molto limitato rispetto alle tre reazioni precedenti.

## 2.2 Il rilascio di isotopi da un target ISOL

Gli isotopi radioattivi prodotti con le reazioni sopra elencate, iniziano subito a muoversi per diffusione all'interno del target con una velocità che dipende dalla temperatura e dalla microstruttura del materiale. Allo stesso tempo, i nuclidi iniziano a decadere ciascuno con un proprio tempo di dimezzamento  $\tau_{1/2}$  misurato in [s]<sup>3</sup>. Una volta raggiunta la superficie del target, gli isotopi si muovono per effusione nel volume circostante e, dopo numerose collisioni, giungono fino alla sorgente di ionizzazione. Ogni urto con il target o con il suo contenitore, porta all'assorbimento del nuclide in superficie e, dopo un certo tempo denominato *sticking time*, al suo desorbimento. Altri eventi possibili, sono la reazione chimica con gli atomi superficiali e la ridiffusione all'interno del target, anche se quest'ultima risulta meno probabile se si mantiene la sua superficie ad elevata temperatura (Corradetti, 2013).

Nella sezioni seguenti, verranno descritte le grandezze che regolano questi meccanismi e le relative formule.

### 2.2.1 Intensità del fascio secondario

L'intensità del fascio secondario  $I$ , tipicamente espresso in [mA] o [ $\mu$ A], si può esprimere come prodotto tra l'intensità del fascio primario  $I_{prod}$  e l'efficienza totale dell'intero processo di estrazione degli isotopi successivo alla produzione  $\epsilon_{tot}$  (Corradetti, 2013). Ricordando l'Equazione 2.1, si arriva alla seguente formulazione:

$$I = I_{prod} \cdot \epsilon_{tot} = \phi \cdot \sigma \cdot \frac{N_a \cdot l \cdot \rho}{PM} \cdot \epsilon_{tot} \quad (2.3)$$

L'efficienza totale tiene conto dei contributi dei diversi stadi del processo ISOL, ed è calcolabile come prodotto di tre termini:

$$\epsilon_{tot} = \epsilon_{d+e} \cdot \epsilon_i \cdot \epsilon_t \quad (2.4)$$

dove:

- $\epsilon_{d+e}$  è l'efficienza di rilascio degli isotopi dal target;
- $\epsilon_i$  è l'efficienza di ionizzazione;
- $\epsilon_t$  è l'efficienza di trasporto degli ioni prodotti.

<sup>3</sup>Il tempo di dimezzamento equivale all'intervallo di tempo necessario affinché il numero di atomi radioattivi si dimezzi per decadimento

### Efficienza di rilascio

L'efficienza di rilascio è strettamente legata ai fenomeni diffusivi ed effusivi (da qui il pedice "d + e") che caratterizzano lo spostamento dei nuclidi prodotti nel target fino alla sorgente di ionizzazione. Questi due processi rappresentano lo stadio più lento, e quindi determinante, di tutto il processo ISOL. L'efficienza di rilascio per un isotopo specifico, cioè caratterizzato da valori univoci di  $Z$  e  $A$ , è calcolabile con l'Equazione 2.5.

$$\epsilon_{d+e}(\lambda) = \int_0^{\infty} p(t)e^{-\lambda t} dt \quad (2.5)$$

dove:

- $t$  è la variabile di integrazione  $\rightarrow$  tempo;
- $p(t)$  è chiamata funzione di ritardo ed è la probabilità che un atomo generato all'istante  $t = 0$ , a definite condizioni di produzione, venga rilasciato dalla sorgente di ionizzazione<sup>4</sup>;
- $e^{-\lambda t}$  è il termine che descrive il decadimento degli atomi rilasciati dal target.

Il decadimento ha una dipendenza esponenziale nel tempo, la relazione tra le due grandezze è esplicitata dall'equazione differenziale seguente:

$$\frac{dN(t)}{dt} = -\lambda N \quad (2.6)$$

la cui soluzione è:

$$N(t) = N_0 e^{-\lambda t} \quad (2.7)$$

dove:

- $N(t)$  è il numero di un certo tipo di nuclidi ( $Z$ ,  $A$ ) presenti al tempo  $t$ , [atomi];
- $N_0$  è il numero di isotopi per  $t = 0$ , [atomi];
- $\lambda$  è la costante di decadimento misurata in [ $s^{-1}$ ].

La costante di decadimento è una caratteristica dell'isotopo specifico ed è legata al tempo di dimezzamento  $\tau_{1/2}$  dall'Equazione seguente:

$$\tau_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} \quad (2.8)$$

Questa espressione corrisponde a dire che la costante di decadimento equivale all'inverso del tempo necessario a ridurre la quantità di nuclidi presenti del 63.2%. Quindi la resa di un determinato isotopo aumenta all'aumentare del suo tempo di decadimento in quanto, il nuclide avrà più tempo a disposizione per uscire dalla camera target senza decadere in una specie diversa.

---

<sup>4</sup>Per questa funzione esiste una formulazione analitica che dipende dai fenomeni diffusivi ed effusivi

Il calcolo dell'efficienza di rilascio presuppone la conoscenza della funzione di ritardo complessiva dei fenomeni diffusivi ed effusivi. Nei paragrafi successivi verranno approfonditi i meccanismi ad essi correlati, con il calcolo delle funzioni di ritardo e delle relative efficienze, da cui sarà possibile ottenere la funzione di ritardo globale.

La velocità di produzione di uno specifico isotopo all'interno di un target,  $dN/dt$  [atomi/s], è calcolabile con l'Equazione 2.9, tenendo conto dei diversi aspetti che regolano il numero di atomi finale: la produzione, il rilascio ed infine il decadimento (Portillo *et al.*, 2002).

$$\frac{dN(t)}{dt} = J(t)P - F(t) - \lambda N(t) + \sum_n \lambda_n N_n \quad (2.9)$$

dove:

- $J(t)$  è il flusso incidente del fascio primario, [atomi/s];
- $P$  è la probabilità di produzione di quell'isotopo specifico;
- $F(t)$  è il flusso di atomi che lasciano il target, perciò si sottraggono a quelli presenti, [atomi/s];
- $\lambda N(t)$  è il contributo negativo dovuto al decadimento degli isotopi, [atomi/s];
- $\lambda_n N_n$  è il contributo positivo dovuto al decadimento, equivalente alla somma di tutti i diversi atomi (*parent nuclides*) che decadono all'isotopo di interesse (*daughter nuclides*), [atomi/s].

L'Equazione 2.9 viene ricavata considerando  $N$  nuclei di un certo isotopo ( $Z, A$ ) prodotti nel tempo  $t = 0$ . E' un'equazione notevolmente semplificata in cui non è presente alcun riferimento alla dipendenza del flusso di isotopi dalla geometria del target e dalle loro coordinate spaziali.

A partire dall'Equazione 2.9, è possibile ricavarne una forma alternativa utile per il calcolo dell'efficienza di rilascio di un dato isotopo (Portillo *et al.*, 2002):

$$\epsilon_{d+e}(\lambda) = \frac{\int_0^\infty F(t)dt}{N_0} \quad (2.10)$$

dove:

- $\int_0^\infty F(t)dt$  è il numero di atomi fuoriusciti, [atomi];
- $N_0$  è il numero totale di atomi prodotti nell'impatto iniziale, [atomi].

Si avrà modo di attestare che le proprietà termiche, chimiche e morfologiche del materiale insieme ad una accurata progettazione della geometria del target e della sorgente, rappresentano i punti chiave per massimizzare l'efficienza di questo stadio e ridurre i tempi al minimo, evitando così la perdita per decadimento degli isotopi prodotti.

### Intensità del fascio secondario in funzione del tempo

Partendo dall'ipotesi che le efficienze di ionizzazione e trasporto siano sostanzialmente indipendenti dal tempo, è possibile calcolare l'intensità di corrente secondaria in funzione del tempo  $i(t)$  [A], per una data specie isotopica (Bennet, 2002).

$$i(t) = \phi \cdot \left( \frac{N_a \cdot \sigma \cdot l \cdot \rho}{PM} \right) \cdot \epsilon_i \cdot \epsilon_t \cdot p(t) \cdot e^{-\lambda t} \quad (2.11)$$

In questa formula l'efficienza di rilascio si trova nella sua forma differenziale, cioè priva dell'integrale.

### Tempo di ritardo

Il tempo di ritardo è definito come il tempo che intercorre tra la produzione del fascio di nuclidi e il loro effettivo utilizzo. Il tempo di ritardo totale può essere ottenuto, in prima approssimazione, come la somma dei tempi di diffusione ed effusione dal momento che sono i processi più lunghi. I tempi di diffusione ed effusione vengono quantificati tramite equazioni modellate principalmente sulla base dei meccanismi di rilascio. In generale, il tempo di diffusione è definito come il tempo impiegato dal 70% delle particelle per abbandonare il target, mentre il tempo di effusione, intercorre dal momento in cui un isotopo abbandona la superficie del bersaglio fino a quando lascia la sorgente di ionizzazione.

#### 2.2.2 Diffusione

La diffusione è definita come il trasporto di materia lungo un percorso lungo il quale è presente un gradiente di concentrazione. Allo stato solido, la diffusione è governata dalle leggi di Fick, che si basano su un metodo statistico che permette di ricavare il flusso di particelle che si muovono per effetto di un gradiente di concentrazione fino al suo annullamento.

La prima legge di Fick si applica in condizioni stazionarie, cioè quando il gradiente di concentrazione rimane costante nel tempo. Per uno spazio tridimensionale si può scrivere:

$$\mathbf{J} = -D \nabla c \quad (2.12)$$

dove:

- $J$  è il flusso di particelle, [mol/m<sup>2</sup>s];
- $\nabla c$  è il gradiente della concentrazione delle particelle, [mol/m<sup>2</sup>];
- $D$  è il coefficiente di diffusione o diffusività che è essenzialmente funzione delle proprietà chimico-fisiche della sostanza diffondente e del mezzo solido in cui essa diffonde, [m<sup>2</sup>/s].

Il segno negativo della funzione indica che il flusso di particelle ha direzione opposta rispetto al gradiente, cioè si propaga verso le zone a minor concentrazione.

Microscopicamente, la diffusione è il risultato di numerose transizioni atomiche degli atomi

del diffondente, tra posizioni fisicamente ed energeticamente contigue del solido. Per operare questi salti, gli atomi del diffondente devono possedere energia sufficiente per superare la soglia di attivazione diffusionale, definita come  $E_d(J)$ . Perciò la diffusività è calcolabile con una legge di tipo Arrhenius<sup>5</sup> e il suo valore dipende soprattutto dalla temperatura:

$$D = D_0 e^{-\frac{E_d}{k_b T}} \quad (2.13)$$

dove:

- $D_0$  è il coefficiente di diffusione per temperatura tendente ad infinito e dipende dalla cella cristallina;
- $T$  è la temperatura espressa in [K];
- $k_b$  è la costante di Boltzmann<sup>6</sup>.

Da questa espressione si osserva come la diffusività cresca all'aumentare della temperatura assoluta del sistema.

La prima legge di Fick è insufficiente per descrivere dei fenomeni reali nei quali il gradiente di concentrazione non è mai costante al variare del tempo a causa del flusso di materia. Con la seconda legge di Fick, con l'ipotesi di coefficiente di diffusione indipendente dal tempo, si superano i limiti della prima legge.

$$\frac{dc}{dt} = D \nabla^2 c \quad (2.14)$$

Si tratta di un'equazione differenziale parziale, del secondo ordine rispetto allo spazio e del primo ordine rispetto al tempo. Fisicamente, questa formula indica che nelle regioni in cui il profilo di concentrazione spaziale ha derivata seconda negativa, la concentrazione delle particelle diminuisce nel tempo.

Nel caso di target solidi granulari sinterizzati con microstruttura porosa, impiegati nel Progetto SPES- $\beta$ , i due meccanismi preponderanti sono:

- diffusione nel mezzo solido;
- diffusione nei pori del solido.

Questi processi vengono influenzati dalla dimensione dei grani, dalla struttura dei pori e dalle proprietà chimiche e fisiche degli isotopi diffondenti e della matrice. Solitamente, la diffusività in un mezzo solido è molto inferiore alla diffusività in un gas, si può quindi supporre, con una buona approssimazione, che il primo meccanismo elencato sia più lento e che per favorire un'efficace migrazione delle particelle, occorra ottimizzare il passaggio attraverso i pori.

<sup>5</sup>Equazione differenziale del primo ordine omogenea a coefficienti costanti

<sup>6</sup> $k_b = 1.38 \cdot 10^{-23}$  [J/K]

Per un solido costituito idealmente da grani sferici di uguali dimensioni, la funzione di ritardo della diffusione,  $p_d(t)$  con l'espressione seguente (Portillo *et al.*, 2002)

$$p_d(t) = \frac{6\mu}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} e^{-n^2 \cdot \mu t} \quad (2.15)$$

dove:

- $r$  è il raggio dei grani, [m];
- $\mu$  è chiamato parametro di diffusione, [ $m^{-1}$ ];

questo parametro è direttamente proporzionale alla velocità di diffusione, tramite la seguente equazione:

$$\mu = \pi^2 \frac{D}{r^2} \quad (2.16)$$

L'equazione 2.15, mostra che per massimizzare la diffusione è necessario ridurre al minimo la dimensione dei grani cristallini. Inoltre, a causa del disordine reticolare che determina uno spazio più ampio per gli spostamenti degli atomi, insieme ad un più elevato contenuto energetico in corrispondenza dei bordi grano, il coefficiente di diffusione in queste zone è maggiore rispetto al centro dei grani. Dalla funzione di ritardo si calcola l'efficienza di diffusione con una formulazione simile a quanto visto per l'efficienza di rilascio.

$$\epsilon_d(\lambda) = \frac{6\mu}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{e^{-(\lambda+n^2\mu)t}}{\lambda+n^2\mu} \quad (2.17)$$

### 2.2.3 Effusione

Una volta che i radioisotopi hanno raggiunto la superficie esterna del target, si muovono per effusione all'interno della camera in un regime di flusso molecolare. Questa definizione si applica quando le particelle si spostano con moto casuale, in assenza di un gradiente di pressione all'interno di un contenitore e la probabilità di urto reciproco è molto maggiore rispetto alla probabilità di urto con le pareti. In tal caso, il cammino libero delle particelle, deve essere comparabile con le dimensioni del contenitore. Una condizione del genere si ottiene quando si evacua in opportune condizioni geometriche, un gas da un contenitore con un orifizio (Knudsen, 1934). A queste condizioni, la fuoriuscita degli isotopi dalla camera target è regolata solamente dalla probabilità che la particella percorra il tragitto corretto nel minor tempo possibile.

Tra i parametri più importanti dai quali questo processo può dipendere, vengono identificati i seguenti (Biasetto, 2009a):

- il numero medio di urti di particelle ( $\omega$ ) con la parete del contenitore o la superficie del target;
- il tempo medio di arresto per collisione o *sticking time*,  $\tau_s$  [s];
- il tempo medio di volo o *flight time*,  $\tau_f$  [s], che intercorre tra due collisioni;

La funzione di ritardo dell'effusione,  $p_e(t)$ , viene espressa con la seguente equazione (Portillo *et al.*, 2002):

$$p_e(t) = \nu \cdot e^{-\nu t} \quad (2.18)$$

dove  $\nu$  è una variabile inversamente proporzionale al tempo medio di effusione,  $[s^{-1}]$ . Il tempo medio di effusione si calcola con l'Equazione 2.19, dove viene espresso in funzione sia del tempo medio di arresto, sia del tempo medio di volo moltiplicato per il numero di collisioni che una particella subisce prima di fuoriuscire dal contenitore:

$$\tau_e = \frac{1}{\nu} = \omega(\tau_s + \tau_f) \quad (2.19)$$

Il tempo medio di arresto è calcolabile con l'equazione di Frenkel con la formula seguente:

$$\tau_s = \tau_0 e^{-\frac{H_a}{kT}} \quad (2.20)$$

dove:

- $T$  è la temperatura assoluta, [K];
- $\tau_0$  è il periodo di vibrazione reticolare, [s];
- $H_a$  è l'entalpia di adsorbimento, [J], proprietà intrinseca degli atomi che effondono e del materiale con il quale collidono.

L'efficienza di effusione si calcola a partire dalla funzione di ritardo (2.19):

$$\epsilon_e(\lambda) = \frac{\nu}{\nu + \lambda} \quad (2.21)$$

Al crescere del valore di  $\nu$  l'efficienza cresce fino a tendere all'unità, al contempo il tempo medio di effusione diminuisce. Generalmente si verifica  $\nu < \mu$ , cioè la velocità di effusione è maggiore di quella di diffusione.

#### 2.2.4 Effetto combinato di diffusione ed effusione

In questo paragrafo viene calcolata la funzione di ritardo complessiva di effusione e diffusione e quindi l'efficienza totale del processo.. Per giungere ad un risultato, occorre assumere che il processo effusivo sia consecutivo alla diffusione, cioè che sia nulla la probabilità di ridiffusione delle particelle all'interno del solido sul quale impattano. Con questa ipotesi si ottiene la funzione di ritardo totale  $p(t)$ , come convoluzione delle due singole funzioni riferite alla diffusione ed alla effusione (Portillo *et al.*, 2002).

$$\int_0^t p_d(t) p_e(t - \tau) d\tau \quad (2.22)$$

Si osserva come, la diffusione avvenga in un intervallo di tempo compreso tra 0 e  $\tau$ , mentre la effusione si verifichi tra  $\tau$  e il tempo  $t$ . Sostituendo le espressioni di  $p_d$  e  $p_e$  all'interno dell'integrale si ricava:

$$p(t) = \frac{6\nu\mu}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{e^{-\nu t} - e^{-n^2\mu t}}{n^2\mu + \nu} \quad (2.23)$$

Da questa equazione si ricava l'efficienza complessiva ricordando l'Equazione 2.10:

$$\epsilon_{d+e}(\lambda) = \frac{3\nu}{\nu + \lambda} \left( \frac{W \coth(W) - 1}{W^2} \right) \quad (2.24)$$

dove  $W$ , misurata in  $[m^{1/2}/s^{1/2}]$ , ha la seguente espressione:

$$W = \pi \sqrt{\frac{\lambda}{\mu}} \quad (2.25)$$

## 2.3 Proprietà di un target ISOL

In questa sezione vengono descritte in dettaglio, le proprietà salienti che un target ISOL deve possedere per un rilascio efficace delle specie prodotte al suo interno. Viene posta particolare attenzione ai valori di corrente secondaria ed efficienza di rilascio, che sono i parametri più significativi che controllano diffusione e effusione.

Alle proprietà chimico-fisiche, si associano delle proprietà geometriche quindi, una progettazione ottimale di un target ISOL richiede la scelta corretta di un vasto numero di parametri con lo scopo di raggiungere la massima efficienza possibile.

### 2.3.1 Proprietà chimiche

La scelta del materiale costituente il target, dipende dalle reazioni nucleari che si ricercano al fine di produrre specifici isotopi di interesse. Per massimizzare l'intensità del fascio secondario (Equazione 2.11), si scelgono target ad elevata densità superficiale ( $N_{tg}$ ), e sezione d'urto ( $\sigma$ ) relativa alla reazione nucleare desiderata in base al fascio primario a disposizione.

Per massimizzare l'efficienza del processo, occorre anche minimizzare il termine  $\nu$ , presente nell'Equazione 2.24 applicando un'opportuna scelta dei materiali costituenti il target e l'isotopo da far diffondere. In particolare, occorre massimizzare l'entalpia di adsorbimento ( $H_a$ ), in modo da ridurre il tempo medio di arresto. In genere, per ridurre l'interazione chimica a seguito della collisione tra isotopo e target, è opportuno scegliere materiali aventi proprietà chimiche molto differenti tra loro. Si cerca inoltre di avere un'elevata diffusività dei nuclidi nel target, dal momento che questa è determinante nella valutazione del tempo di ritardo totale del processo (Corradetti, 2013).

Atomi di massa maggiore o simile a quella del target, presenti come impurezza nel materiale scelto, interagiscono con il fascio primario senza però produrre gli isotopi di interesse e di conseguenza riducendo l'efficienza dell'intero processo. Questo è dovuto all'elevato potere di arresto<sup>7</sup> che provoca l'aumento della temperatura del target ostacolando il processo di

---

<sup>7</sup>In fisica nucleare il potere di arresto o *stopping power*, è la forza ritardante applicata da un nucleo su una particella carica che vi è diretta contro e che si traduce in una perdita di energia da parte della particella stessa.

dissipazione del calore (Mella, 2013).

### 2.3.2 Temperatura limite

Dall'Equazione 2.24, si deduce che per massimizzare l'efficienza di rilascio, occorre operare ad una temperatura il più possibile elevata. Si definisce temperatura limite, la temperatura oltre la quale l'efficienza di rilascio risulta inferiore rispetto ad un valore imposto come limite inferiore. Uno dei parametri che più influenza la perdita di efficienza è la tensione di vapore insieme ad altre proprietà chimiche e fisiche che verranno descritte più avanti. Le possibilità di scelta sono limitate a materiali refrattari in grado di operare a temperature dell'ordine dei 2000 [°C].

In una *facility* di tipo ISOL, la camera target viene mantenuta in regime di alto vuoto, pertanto la massima temperatura ammissibile non è determinata dal punto di fusione, ma bensì dalla sua tensione di vapore. Un'elevata tensione di vapore alla temperatura di lavoro, determina la presenza in fase gassosa di molecole indesiderate, che agiscono da elementi inquinanti nel fascio e compromettono il funzionamento della sorgente di ionizzazione in quanto riducono il livello di vuoto nella camera. Nel caso della sorgente SPES- $\beta$ , la pressione all'interno della camera non può superare i  $10^{-4}$  -  $10^{-5}$  [mbar], per una temperatura di lavoro di 2000 [°C] (Mella, 2013). La tensione di vapore ( $p$ ), è espressa secondo l'equazione di Clayperon, valida per una condizione di equilibrio termodinamico tra le due fasi:

$$\frac{dp}{dT} = \frac{\lambda}{T(\nu_a - \nu_b)} \quad (2.26)$$

dove:

- $\lambda$  è il calore latente di transizione di fase per unità di massa, [J/kg];
- $\nu_a$  è il volume specifico della fase  $a$ , [ $m^3$ /kg];
- $\nu_b$  è il volume specifico della fase  $b$ , [ $m^3$ /kg];
- $T$  è la temperatura assoluta, [K].

Se gli intervalli di temperatura sono molto ampi, si utilizza l'equazione di Antoine:

$$\log p = A - \frac{B}{C + T} \quad (2.27)$$

dove  $A$ ,  $B$  e  $C$  sono costanti ricavabili sperimentalmente e tabulate in lettura per casi particolari. Considerando infine, il calore latente costante con la temperatura, si può scrivere l'equazione di August:

$$\log p = A - \frac{B}{T} \quad (2.28)$$

La tensione di vapore è determinabile misurando all'equilibrio la composizione chimica in funzione della temperatura per uno specifico materiale in determinate condizioni di esercizio.

La massima temperatura di utilizzo viene influenzata anche da eventuali reazioni chimiche che si potrebbero verificare e che portano a modifiche delle proprietà del target. Si tratta di reazioni di dissociazione termica tra i materiali impiegati che producono ulteriori specie volatili non cercate o di processi di amorfizzazione del materiale che modificano le sue proprietà microstrutturali.

### 2.3.3 Altre proprietà termiche

Oltre alla temperatura limite, occorre tenere in considerazione altre proprietà termiche quali conducibilità ed emissività che rappresentano un indice della capacità del materiale di dissipare l'energia ricevuta.

La conducibilità termica determina come il target, sottoposto ad un ingente apporto di calore, riesce a dissipare la potenza termica. Noti conducibilità termica e il coefficiente di dilatazione termica lineare (sotto l'ipotesi di materiale isotropo) è possibile stimare le tensioni agenti sul materiale a partire dal campo di temperatura.

L'emissività determina la capacità dell'oggetto di restituire tutto il calore ricevuto, tramite irraggiamento. Alle condizioni di lavoro di un target ISOL, alte temperatura e livello di vuoto, l'irraggiamento costituisce il meccanismo di trasmissione del calore predominante. L'irraggiamento è descritto dalla legge di Stefan-Boltzmann:

$$q = \epsilon \cdot \sigma \cdot T^4 \quad (2.29)$$

dove

- $\epsilon$  è l'emissività
- $q$  è il flusso termico,  $[W/m^2]$ ;
- $\sigma$  è la costante di Stefan-Boltzmann;
- $T$  è la temperatura assoluta,  $[K]$ .

E' importante notare come la dipendenza del flusso di calore rispetto alla temperatura vari con potenza quarta, mentre per gli altri meccanismi di scambio termico, conduzione e convezione, la dipendenza è lineare.

### 2.3.4 Dimensione dei grani

La dimensione del grano cristallino dovrà essere la più contenuta possibile. Nel caso di target ottenuti tramite sinterizzazione, occorre tenere in considerazione che la dimensione finale dei grani, è strettamente legata al processo chimico-fisico di produzione. Durante la sinterizzazione infatti, si verifica l'ingrossamento dei grani e la riduzione della porosità rispetto al materiale verde. La diminuzione della porosità provoca anche l'aumento della diffusività con conseguenze negative sui tempi di diffusione delle specie prodotte. Solitamente si scelgono polveri fini ma non sub-micrometriche, che sono molto più reattive e favoriscono la coalescenza dei grani durante la sinterizzazione (Corradetti, 2013) anche se

recentemente, target nanostrutturati sono stati impiegati con successo per la produzione di isotopi presso *facilities* ISOL (Stora, 2013).

### 2.3.5 Porosità

Una microstruttura porosa del target, contribuisce in modo significativo a massimizzare la diffusività degli isotopi prodotti. Per un materiale refrattario poroso si verifica sempre che la velocità di effusione nel vuoto è maggiore della velocità di diffusione nel mezzo solido. Il target dovrà quindi avere una porosità tale da rendere più probabile la diffusione attraverso i pori piuttosto che nel solido.

La valutazione complessiva dell'effetto della porosità, deve tenere conto di numerosi fattori, tra i più rilevanti vi sono il grado di porosità, la distribuzione dimensionale dei pori e la loro morfologia.

Il grado di porosità totale, o più semplicemente porosità, equivale alla frazione volumetrica del vuoto rispetto al solido, è perciò inversamente proporzionale alla densità e si calcola con la seguente espressione:

$$P = \left(1 - \frac{\rho_c}{\rho_{th}}\right) \cdot 100 \quad (2.30)$$

dove:

- $P$  è la porosità totale;
- $\rho_c$  è la densità misurata sperimentalmente,  $[\text{g}/\text{cm}^3]$ ;
- $\rho_{th}$  è la densità teorica del materiale in totale assenza di porosità (*bulk density*),  $[\text{g}/\text{cm}^3]$ .

Le dimensioni dei pori è un parametro fondamentale da prendere in considerazione infatti, più grandi sono i pori, tanto più sarà favorita la diffusione attraverso di essi. La dimensione dei pori è regolamentata dalla notazione *IUPAC*:

- micropori: diametri inferiore a 2 [nm];
- mesopori: diametri compresi tra 2 e 50 [nm];
- macropori: diametri maggiore di 50 [nm].

La misura della dimensione dei pori avviene tramite apposite tecniche sperimentali che verranno presentate in seguito.

L'efficienza di rilascio di un target viene influenzata dalla geometria dei pori presenti al suo interno, in particolare si opera una distinzione tra pori chiusi, aperti e interconnessi. I pori chiusi sono vuoti isolati e circondati da matrice solida mentre la porosità aperta è costituita da vuoti singoli, o vuoti connessi tra loro, aperti alla superficie del solido e quindi permettono il trasporto di massa al loro interno grazie a capillarità o convezione. Infine, si definiscono interconnessi o permeabili, quei pori aperti che collegano due superfici della matrice. Il trasporto di materia, in questo caso, si verifica grazie all'applicazione di

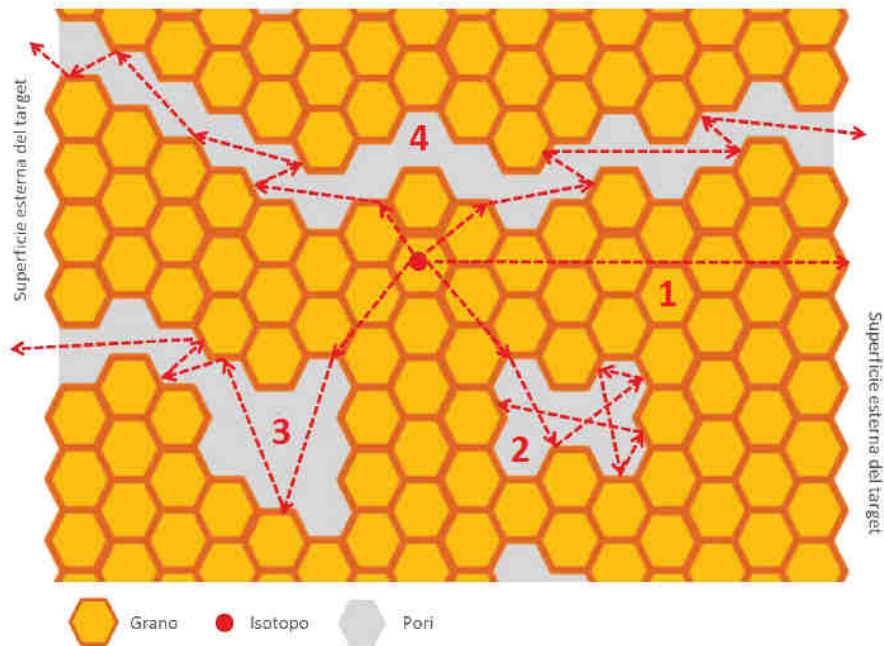


Figura 2.1: Schematizzazione dei possibili percorsi diffusivi per un isotopo specifico in un solido poroso

gradienti di pressione tra le due superfici collegate.

Nella figura seguente, vengono rappresentati in modo schematico, i possibili percorsi che una particella può compiere per attraversare un solido poroso.

I percorsi illustrati in Figura 2.1 sono descritti di seguito:

1. Tragitto interno al cristallo. Può avvenire all'interno dei grani stessi oppure a bordo grano (diffusione intergranulare);
2. Tragitto attraverso pori chiusi. La particella urterà ripetutamente la superficie interna del poro, fino a poi ridiffondere nella matrice;
3. Tragitto attraverso un poro aperto. L'isotopo può diffondere direttamente verso l'esterno;
4. Tragitto attraverso pori interconnessi. L'isotopo diffonde attraverso il canale, fino alla superficie del target.

La porosità interconnessa è da preferire alla porosità aperta, in quanto è stato dimostrato che aumenta maggiormente l'efficienza di rilascio (Hy *et al.*, 2012). I pori aperti consentono la fuoriuscita degli isotopi verso entrambe le superfici del solido costituendo un percorso preferenziale per l'effusione degli isotopi nel mezzo gassoso (molto più rapida della diffusione nel solido). Per contro, i pori aperti superficiali hanno una profondità decisamente inferiore allo spessore del target, perciò le particelle dovranno percorrere buona parte del tragitto verso la superficie grazie alla diffusione nel solido. La struttura porosa interconnessa, riduce in parte i limiti di avere solo pori aperti superficiali, creando canali anche all'interno dello spessore del target. Studi fatti (Hy *et al.*, 2012), permettono di affermare

come la struttura interconnessa, oltre ad incrementare la diffusività, porti a diminuire il numero di collisioni tra le particelle prodotte e il target stesso, riducendo di fatto il tempo di estrazione.

In sintesi, una porosità  $P$  molto elevata, comporterebbe un notevole miglioramento del processo di estrazione degli isotopi prodotti, tuttavia vanno prese in considerazione la necessità di mantenere un certo livello di resistenza meccanica e una quantità minima di materiale fissile.

### 2.3.6 Proprietà meccaniche

La valutazione delle proprietà meccaniche è molto importante al fine di determinare la risposta del target alle condizioni di esercizio. I carichi applicati sono principalmente gradienti termici anche molto elevati dovuti all'impatto del fascio primario che colpisce il target in un'area estremamente localizzata. Sono da considerare anche le modifiche microstrutturali, come l'ingrossamento dei grani, trasformazioni di fase e fenomeni di amorfizzazione, che avvengono a causa degli elevati livelli di irraggiamento e temperatura (Hy *et al.*, 2012). Per eseguire la caratterizzazione meccanica dei materiali costituenti il target, sarebbe necessario portare i campioni a valori di vuoto e temperatura paragonabili alle condizioni di lavoro di un target ISOL (Scarpa *et al.*, 2011). Tuttavia, gli apparati necessari per svolgere queste tipologie di test sono ancora in fase di sviluppo e quindi in letteratura non sono presenti caratterizzazioni di questo tipo per i materiali di interesse.

### 2.3.7 Proprietà geometriche

Applicando la seconda legge di Fick ad un certo tipo di isotopo prodotto, è possibile determinare le dimensioni ottimali per un rilascio efficiente ed efficace. La seguente equazione è stata ottenuta considerando i contributi relativi alla produzione e al decadimento degli isotopi, rispettivamente espressi con  $S(t)$  e  $E(t)$  [ $\text{mol}/\text{m}^3\text{s}$ ] (Zhang, 2004).

$$\frac{\partial c(t)}{\partial t} = D\nabla^2 c(t) + S(t) - E(t) \quad (2.31)$$

Le soluzioni di questa equazione differenziale, valida per una geometria piana, tipicamente circolare, di spessore  $x$  è la seguente:

$$x = \pi\sqrt{D\tau_{1/2}} \quad (2.32)$$

Lo spessore, valutato in [cm], è quindi funzione del tempo di dimezzamento  $\tau_{1/2}$ .

## 2.4 Materiali per target ISOL

Durante lo sviluppo delle *facility* di tipo ISOL, sono stati studiati e impiegati target di geometrie e materiali anche molto diversi tra loro. Nelle sezioni che seguono, sono presentati i materiali testati fino ad ora, con riferimento alla loro produzione e alle loro caratteristiche salienti.

### 2.4.1 Metalli puri

Bersagli metallici puri sono stati largamente impiegati in forma di polveri sinterizzate o lamine sottili, soprattutto per reazioni di spallazione. I metalli più adatti allo scopo sono quelli appartenenti ai gruppi 4 e 5 della tavola periodica, in particolare a causa delle elevate temperature limite (Zhang, 2004) e una resa di rilascio degli isotopi sufficientemente alta (Corradetti, 2013). Nelle seguenti tabelle, sono riportati i principali metalli puri già impiegati in *facility* ISOL con specificate le temperature limite.

Tabella 2.1: Metalli puri utilizzati in *facility* di tipo ISOL, appartenenti al quarto gruppo della tavola periodica.

Elemento	Temperatura limite [K]
Mo	2428
Rh	2013
W	3108
Re	2903
Ir	2443
Pt	2068

Tabella 2.2: Metalli puri utilizzati in *facility* di tipo ISOL, appartenenti al quinto gruppo della tavola periodica.

Elemento	Temperatura limite [K]
Zr	2307
Nb	2618
Hf	2313
Ta	2918

Un esempio di target costituito in metallo puro, è il target RIST sviluppato e collaudato per la *facility* ISOLDE del CERN. In particolare, questo target, è costituito da un cilindro di tantalio contenente 3600 dischi anch'essi in tantalio, di spessore pari a 25  $[\mu\text{m}]$ . La presenza di un foro centrale su ognuno di essi e lo spessore molto contenuto, fanno sì che le proprietà diffusive siano elevate e quindi si riescano a produrre isotopi con emivita molto breve (Mustapha, 2003).

Un'altra possibilità è rappresentata dall'utilizzo di metalli liquidi, come ad esempio è avvenuto presso la *facility* di tipo ISOL, HRIBF di *Oak Ridge National Laboratory* (ORNL) in cui sono stati ottenuti isotopi di arsenico e rame partendo da un target liquido di germanio e nichel rispettivamente (Stracener *et al.*, 2004). Il vantaggio principale nell'utilizzo di un bersaglio liquido, risiede nel rilascio più rapido dovuto all'aumento della resa di diffusione. Per contro, l'impiego di metalli liquidi, implica una notevole quantità di accorgimenti in fase di progettazione e di utilizzo per evitare le probabili interazioni chimiche con il materiale di supporto.

### 2.4.2 Ossidi

I target costituiti da ossidi possono essere composti da polveri sinterizzate, fibre oppure da film sottili depositati su substrati altamente permeabili (Zhang, 2004). Il limite principale all'impiego di targe in ossido, è l'elevata reattività di questi materiali con quelli presenti all'interno della camera target come il tantalio e la grafite. L'interazione viene evitata riducendo la temperatura di lavoro e di conseguenza riducendo l'efficienza di rilascio. Un'altra problematica riscontrata riguarda la tendenza di questi ossidi a sinterizzare alle temperature di esercizio portando ad una riduzione delle prestazioni nel tempo.

Gli ossidi più comunemente impiegati in *facility* di tipo ISOL sono:  $\text{ThO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$  e  $\text{MgO}$  (Stracener *et al.*, 2004). Gli ossidi di metalli alcalino-terrosi si sono dimostrati particolarmente adatti alla produzione di isotopi *proton-rich* di gas come l'argon. In aggiunta, gli ossidi di zirconio, afnio e torio, si sono dimostrati stabili chimicamente anche a contatto con il tantalio. La reazione tra target in ossido e elementi della camera target in tantalio, può essere prevenuta depositando uno strato protettivo di tungsteno o renio sulle superfici in tantalio (Mella, 2013).

Tra i principali vantaggi degli ossidi rispetto ai carburi, ci sono la maggiore purezza e l'alta resa dovuta a brevi tempi di ritardo.

### 2.4.3 Solfuri e boruri

Entrambe le tipologie di materiali sono stati sperimentati per un target ISOL ottenendo risultati modesti.

Solo una piccola parte dei solfuri hanno proprietà sufficientemente refrattarie per questa applicazione, tra di essi, il più rilevante è il solfuro di cerio,  $\text{CeS}$ , impiegato per la produzione di isotopi *proton-rich* quali  $^{33}\text{Cl}$ ,  $^{34}\text{Cl}$ ,  $^{29}\text{P}$  e  $^{30}\text{P}$  utilizzati per esperimenti di astrofisica (Stracener *et al.*, 2004) (Zhang, 2004). Il solfuro di cerio ha una reattività simile a quella degli ossidi, anche se con la grafite la temperatura limite diminuisce meno. Un altro solfuro refrattario è il solfuro di torio ( $\text{ThS}$ ) che, essendo un materiale fissile, apre la strada a produzioni diverse rispetto a quando visto per il  $\text{CeS}$ . Anche questo materiale è reattivo con grafite e tantalio (Corradetti, 2013).

I test condotti su boruri metallici hanno evidenziato come siano caratterizzati da tempi di rilascio estremamente dilatati e da una consistente presenza di impurità.

### 2.4.4 Carburi (Corradetti, 2013)

I carburi sono la tipologia di materiale più diffusa e impiegata per la produzione dei RIB, nonché quelli scelti per costruire i target del Progetto SPES.

Per carburo si intende un composto binario formato da carbonio e da un atomo di elettro-negatività minore o simile, solitamente un metallo. La maggior parte di questi composti, sono classificati come ceramici per la presenza di legami forti covalenti e, alcuni di essi presentano proprietà refrattarie. In genere, si tratta di materiali estremamente duri, resistenti e con una notevole stabilità termica e chimica anche ad elevate temperature. Sono inoltre, caratterizzate da una buona conducibilità elettrica e termica e da un'elevata

velocità di sinterizzazione che risulta molto vantaggiosa durante la loro preparazione.

La ricerca di materiali per target ISOL si è concentrata sui carburi a partire dagli anni '70 e, tramite una serie di test *on-line*<sup>8</sup> e *off-line*<sup>9</sup>, è stata dimostrata una resa di rilascio maggiore rispetto agli altri materiali fino ad ora descritti.

I problemi principali nell'utilizzo dei carburi sono rappresentati dalla loro estrema reattività con l'ossigeno, l'acqua (umidità) ed il tantalio. La contaminazione con ossigeno può avere un grande impatto sulle proprietà chimico-fisiche del materiale, anche se è presente in concentrazioni estremamente basse (qualche [ppm]). La diffusione dell'ossigeno nel cristallo è più rapida per reticoli insaturi di carbonio, altrimenti avviene più lentamente per sostituzione al carbonio in posizione reticolare. Per evitare la contaminazione, la sintesi di questi materiali deve sempre avvenire in alto vuoto, in atmosfera inerte oppure sono da prevedere dei trattamenti termici successivi (2000 [°C] e livello di vuoto dell'ordine di  $10^{-6}$  [mbar]). Il problema della reattività con il tantalio può essere superato tramite l'utilizzo di contenitori e supporti in grafite.

I carburi più utilizzati sono quelli degli attinidi ( $89 \leq Z \leq 103$ ) per le eccellenti proprietà termiche. Queste ne consentono l'impiego ad alte temperature massimizzando così, la velocità di rilascio e favorendo lo scambio di calore per irraggiamento. Tra di essi si citano il carburo di torio e il carburo di uranio che è il più importante grazie soprattutto alla vasta gamma di isotopi che si possono ricavare da esso tramite fissione.

Sono molto diffusi anche i carburi di terre rare (scandio, ittrio e lantanidi:  $Z = 21$ ,  $Z = 39$ ,  $57 \leq Z \leq 71$ ) come il carburo di lantanio, anche se presentano una serie di problematiche legate alla modalità di preparazione.

Oggi i target in carburo sono generalmente dei compositi in cui il carburo di interesse è disperso in una matrice di carbonio. Questa particolare configurazione ha effetti positivi sull'efficienza di rilascio degli isotopi.

## Classi di carburi

I carburi possono essere suddivisi in quattro categorie diverse in base al tipo di struttura e di legami chimici che li caratterizzano e che ne determinano le proprietà chimico-fisiche.

- **Carburi salini (*saltlike*):** sono composti con i metalli più elettropositivi e hanno proprietà molto simili a quelle di altri composti ionici. Questi carburi sono tipici degli elementi appartenenti ai gruppi 1, 2 e 3, dell'alluminio e molti dei lantanidi e attinidi. Questi carburi si distinguono per la forma dell'anione carbonico che può essere di tipo  $C^{4-}$ ,  $C^{2-}$  e  $C_3^{4-}$ .

La prima categoria è quella dei carburi che liberano metano (*methanides*) se vengono a contatto con acqua. I più noti sono i carburi di alluminio,  $Al_4C_3$ , e di berillio,  $Be_2C$ .

<sup>8</sup>Un test *on-line* consiste in una misura della produzione di RIB da parte di un certo target nel corso dell'irradiazione con il fascio primario.

<sup>9</sup>Un test *off-line* consiste in una misura della produzione di RIB dopo l'irradiazione con il fascio primario. Ad impianto funzionante, si irradia il target per un tempo prestabilito (attivazione), poi il fascio primario viene interrotto ed il target viene fatto raffreddare, infine il target viene riscaldato separatamente e si misura la sua resa di rilascio.

Il secondo caso riguarda invece, gli "acetiluri" (*acetylides*) che rilasciano acetilene per idrolisi e sono tipicamente carburi di metalli alcalini, alcalino-terrosi, lantanidi e qualche attinide come l'uranio. Il più comune è il carburo di calcio,  $CaC_2$ , avente una struttura cristallina tetragonale ottenuta dalla distorsione della cella cubica di tipo NaCl per la presenza dei due atomi agli spigoli della cella.

In particolare, i carburi dei lantanidi possono essere prodotti dal riscaldamento di una miscela di ossidi di tipo  $M_2O_3$  e carbonio o per combinazione diretta del metallo con il carbonio tramite fusione in atmosfera inerte. Questi carburi sono altamente reattivi con l'acqua e idrolizzano facilmente producendo una miscela complessa di idrocarburi. La maggior parte di essi presenta una struttura cristallina simile al  $CaC_2$ , ma a differenza di quest'ultimo, nei carburi dei lantanidi e di alcuni attinidi, come  $UC_2$ , l'atomo metallico è trivalente. Ciò comporta che tre elettroni vengano condivisi nel legame tra metallo e carbonio e quindi, un aumento della conducibilità elettrica rispetto agli altri carburi salini.

Infine, l'anione  $C_3^{4-}$ , è tipico dei carburi di litio ( $Li_4C_3$ ) e magnesio ( $Mg_2C_3$ ), che per reazione con l'acqua producono diversi tipi di idrocarburi come il metilacetilene e il propadiene.

- **Carburi covalenti:** sono formati dalla combinazione del carbonio con atomi di elettronegatività e dimensioni simili. Solo il carburo di silicio (SiC) e il carburo di boro ( $B_4C$ ), possono essere definiti dei composti completamente covalenti. Entrambi vengono ottenuti per riduzione del rispettivo ossido con il carbonio in un forno elettrico. Si ottengono due materiali estremamente duri e chimicamente inerti.
- **Carburi interstiziali:** si formano quando si osserva una significativa differenza di elettronegatività e dimensioni tra il metallo, solitamente di transizione, e l'atomo di carbonio. Questo permette al carbonio di occupare i siti ottaedrici interstiziali della cella metallica senza provocare distorsioni eccessive. In questo caso il legame è in parte ionico e in parte covalente, inoltre la presenza di atomi interstiziali anziché alterare la struttura cristallina, la stabilizzano e forniscono maggiore durezza e una temperatura di fusione più elevata rispetto al metallo puro. La conducibilità elettrica e termica di questi composti è più elevata rispetto ai comuni ceramici e se il raggio atomico del metallo di partenza è sufficientemente grande, come nel caso dei metalli della prima serie (tra cui spicca il titanio, oggetto di questo lavoro di tesi), si possono formare monocarburi metallici del tipo MC. Generalmente un metallo può formare più di un carburo a seconda dei numeri di ossidazione possibili. Infine data la stabilità strutturale, la maggior parte di questi composti è chimicamente inerte.
- **Carburi intermedi:** sono formati da alcuni atomi del gruppo 6, 7, 8 e 9 come manganese, nichel, ferro, cobalto e cromo. Il raggio atomico di questi elementi non è sufficientemente grande da consentire siti interstiziali al carbonio senza incorrere in severe distorsione della cella cristallina. Ne consegue che la struttura sia più complessa, con atomi di carbonio abbastanza vicini da poter formare dei legami carbonio-carbonio. Le proprietà di questi carburi sono intermedie tra i più reattivi

carburi salini e gli interstiziali inerti. Vengono idrolizzati con acqua o acidi diluiti per produrre idrocarburi o idrogeno e non sono composti refrattari con l'eccezione del carburo di cromo ( $Cr_3C_2$ ).

### Metodi di produzione

Per la sintesi di carburi metallici si adottano diverse tecniche che verranno brevemente elencate e descritte di seguito.

- **Combinazione diretta:** questo processo prevede un trattamento termico ad alta temperatura, oltre i 2000 [°C], di una miscela di polveri dell'elemento interessato e grafite in quantità tale da poter ottenere carburi puri a differenti stechiometrie. Tuttavia, le polveri metalliche, in particolare quelle degli alcalini e alcalino-terrosi, sono fortemente reattive in aria così da rendere ineliminabile la presenza di ossidi che inquinano il materiale finale.
- **Riduzione carbotermica:** con questo metodo, vengono fatte reagire ad elevate temperature le polveri di ossido con una sorgente di carbonio (grafite, carbonio mesoporoso, grafene, etc.). Per limitare la contaminazione di ossigeno, questo processo deve avvenire in alto vuoto altrimenti dovrà essere seguito da un ulteriore trattamento ad elevate temperature e in vuoto spinto. Questo è il processo seguito per la produzione di carburo di titanio (TiC) in questo lavoro di tesi.
- **Riduzione con idrocarburi gassosi:** si effettua a temperature minori rispetto ai due precedenti metodi tuttavia, richiede l'impiego di gas di notevole purezza incrementando di molto il costo dell'operazione. Il processo viene tipicamente impiegato per la produzione di film sottili; nel caso di campioni massivi, la polvere deve essere finemente dispersa per aumentare il più possibile la superficie disponibile per la reazione solido-gas. In questo modo si accrescono i rischi di contaminazione da ossigeno, inoltre dato che l'idrogeno prodotto dalla reazione può diffondere nel solido e creare difetti, solitamente il processo viene seguito da un trattamento termico in alto vuoto.
- **Sintesi sol-gel:** utilizza un precursore organo-metallico che viene convertito nel carburo di interesse tramite una serie di trattamenti termici e chimici. Inizialmente si dissolve il reagente in un opportuno solvente così da produrre una sospensione colloidale che poi viene trasformata in un gel<sup>10</sup>. In seguito, il gel viene essiccato ottenendo una miscela solida composta dal precursore metallico e da quello del carbonio, e poi riscaldato per produrre il carburo finale tramite un processo di pirolisi. Il vantaggio di questo metodo risiede nella temperatura richiesta, che è molto minore rispetto a tutti i processi precedentemente descritti.

---

<sup>10</sup>Si definisce "gel" un materiale costituito da un liquido disperso in una fase solida interconnessa.

## 2.5 Il carburo di titanio

Tra tutti i carburi di interesse per la *facility* del Progetto SPES, questo lavoro di tesi si occupa della produzione e caratterizzazione del carburo di titanio. Di seguito se ne espongono le principali proprietà e caratteristiche.

La produzione del carburo di titanio avviene miscelando il metallo ossido ( $TiO_2$ ), con polveri di carbonio di varia natura e una resina che agisce da legante. Riscaldando le polveri, precedentemente pressate, ad una temperatura tra 1500 e 2000 [K] in condizioni di alto vuoto, avviene la diretta trasformazione dell'ossido in carburo (questo processo è più economico rispetto alla riduzione a partire dalle polveri metalliche, in quanto viene a mancare la fase di riduzione a ossido del metallo puro).

La reazione carbotermica, prevede l'uso di carbonio in polvere come agente riducente e solitamente porta alla formazione di monossido di carbonio e talvolta di anidride carbonica come prodotti di reazione oltre al carburo di interesse. Al fine di produrre un materiale che rispetti le caratteristiche richieste per il target del Progetto SPES, la reazione chimica sarà di tipo iper-stechiometrica, avverrà cioè in presenza di un surplus di carbonio che a reazione terminata sarà disperso in modo più o meno uniforme all'interno della matrice di TiC.

### 2.5.1 Struttura cristallina

Il carburo di titanio è definito come carburo interstiziale dove, il carbonio occupa i siti interstiziali di una cella cristallina tipicamente compatta. L'eventuale presenza di atomi di carbonio in posizione non interstiziale, determina la stechiometria del composto. Tutti i carburi interstiziali condividono delle proprietà rilevanti:

- materiali refrattari;
- formazione di legami sia covalenti che ionici;
- solitamente si tratta di composti non stechiometrici;
- combinano le proprietà fisiche dei ceramici (elevata durezza) con le proprietà elettriche dei metalli (elevate conducibilità termica ed elettrica);
- temperatura di fusione tra le più elevate tra i refrattari;
- alta stabilità termica ed elettrica

Il carburo di titanio ha prevalentemente una struttura cubica a facce centrate con gli atomi di carbonio ad occupare i siti interstiziali ottaedrici. Nella tabella seguente, vengono riportate le principali caratteristiche della cella di TiC.

Tabella 2.3: Proprietà della struttura cristallina del carburo di titanio.

Massa molecolare [g/mol]	Costante di reticolo [nm]	Densità [g/cm <sup>3</sup> ]
59,91	0,4328	4,91

### 2.5.2 Proprietà fisiche e termiche

I valori che verranno riportati di seguito, sono quelli relativi ad una composizione il più possibile vicina a quella stechiometrica, nonostante spesso il carburo di titanio sia utilizzato con composizioni diverse a seconda delle applicazioni.

Tabella 2.4: Proprietà fisiche e termiche del carburo di titanio.

Temperatura di fusione [°C]	Calore specifico [J/molK]	Conducibilità termica [W/mK]	Coefficiente di espansione [1/°C]
3067	33,8	21	$7,4 \cdot 10^{-6}$

E' importante notare come la temperatura di fusione del carburo sia molto maggiore rispetto al corrispondente metallo.

Il calore specifico per il carburo di titanio e gli altri carburi del quarto gruppo, dipende dalla temperatura con l'andamento mostrato in Figura 2.2.

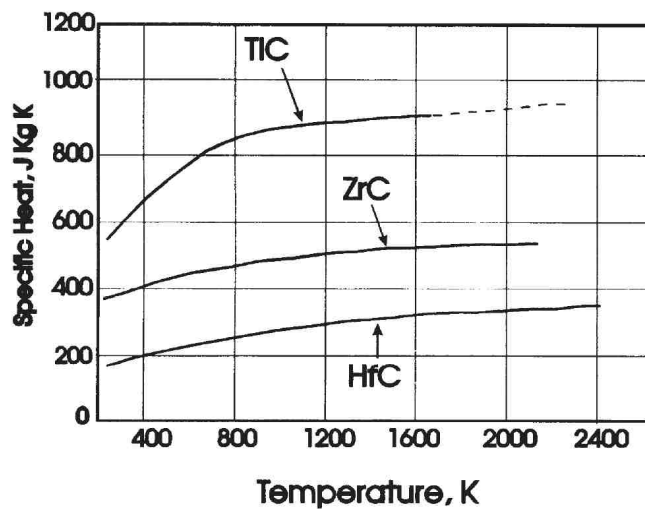


Figura 2.2: Andamento del calore specifico dei carburi degli elementi del quarto gruppo al crescere della temperatura.

La conducibilità termica di un carburo interstiziale, espressa come somma dei contributi di conducibilità elettronica e fotonica, con il crescere della temperatura aumenta come mostrato in Figura 2.3.

### 2.5.3 Proprietà meccaniche e modi di rottura

Le proprietà meccaniche del carburo di titanio sono soggette ad un'elevata variabilità a causa dei seguenti fattori:

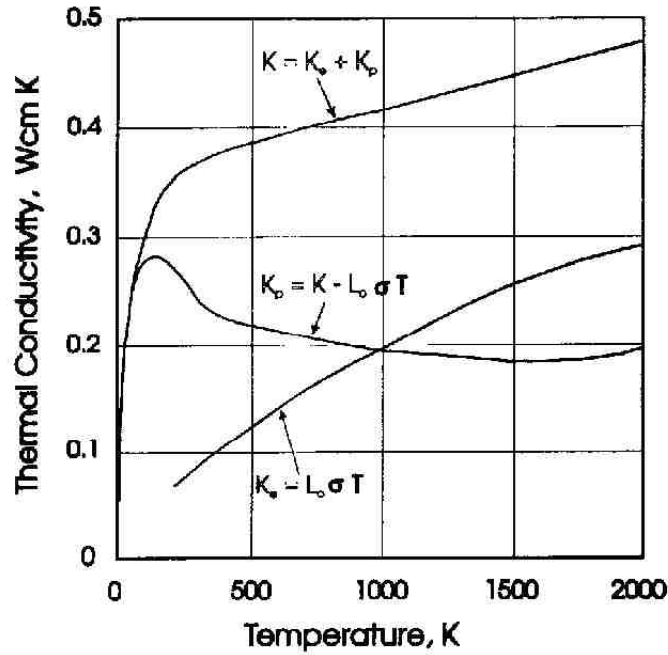


Figura 2.3: Conducibilità termica in funzione della temperatura,  $k_e$  = conducibilità elettronica,  $k_p$  = conducibilità fononica.

- stechiometria;
- presenza di impurità, in particolare ossigeno e azoto;
- dimensione dei grani e morfologia;
- orientazione dei grani;
- difetti strutturali (vacanze, dislocazioni);
- presenza di fasi differenti.

Nella tabella seguente sono riportate le principali proprietà meccaniche.

Tabella 2.5: Proprietà meccaniche del carburo di titanio valutate a 20 [°C].

Durezza Vickers [GPa]	Modulo elastico longitudinale [GPa]	Modulo elastico trasversale [GPa]	Tensione di rottura [MPa]
28 – 35	410 – 510	186	240 – 390

I meccanismi di frattura per i carburi interstiziali dipendono essenzialmente dalla temperatura a cui si trovano in opera. A temperature basse, presentano un comportamento fragile con cedimento catastrofico e una quasi totale assenza di deformazione plastica prima della rottura. La massima resistenza teorica del materiale è molto più elevata rispetto a quella misurata sperimentalmente a causa dell'inevitabile presenza di difetti nei componenti (vuoti, impurità all'interfaccia dei grani). Per i carburi interstiziali degli elementi del quarto gruppo, esiste una temperatura al di sopra della quale il comportamento a rottura è duttile e non più fragile (temperatura di transizione duttile-fragile). Il valore di questa

temperatura è molto variabile e dipende dai medesimi fattori che in generale influenzano le proprietà meccaniche tuttavia si può prendere a riferimento generale una temperatura pari a 800 [°C] (Pierson, 1996).

## 2.6 Conclusioni

Un materiale deve soddisfare molteplici parametri per essere efficacemente impiegato nelle *facility* di tipo ISOL, in particolare al fine di garantire un'ottimale efficienza di rilascio degli isotopi prodotti al suo interno. Sono da valutare con cura le proprietà termiche in quanto i target devono smaltire una grande quantità di energia termica.

Per quanto riguarda il carburo di titanio, in letteratura non sono presenti dati esaustivi e completi sulle proprietà di questo materiale, anche se recentemente è stato utilizzato come target ISOL presso la *facility* ISOLDE del CERN (Ramos, 2017), pertanto sarà necessaria un'accurata campagna sperimentale prima di impiego nella *facility* dei Laboratori Nazionali di Legnaro.

## Capitolo 3

# Tecniche di caratterizzazione sperimentale e strumenti di misura

In questo capitolo verranno descritte le tecniche di caratterizzazione utilizzate per analizzare i carburi prodotti e gli strumenti di misura impiegati. Il setup per le misure di conducibilità, sviluppato ed utilizzato in questo lavoro di tesi, pur essendo un apparato per la caratterizzazione dei materiali prodotti viene descritto in un capitolo a parte.<sup>1</sup>

### 3.1 Microscopia ottica

Esistono due tipologie di microscopi ottici: a luce riflessa e a luce trasmessa. Il microscopio a luce trasmessa viene utilizzato con campioni trasparenti, mentre si usa un microscopio a luce riflessa per materiali che sono lucidabili a specchio come ad esempio i metalli.

La luce viene emessa da una fonte e deviata da un opportuno sistema di specchi riflettenti. È presente una telecamera digitale che serve ad inviare le immagini al computer, passando attraverso un'unità di elaborazione d'immagine.

### 3.2 Microscopia elettronica

In questo lavoro di tesi è stato utilizzato il microscopio elettronico a scansione, in breve SEM, riportato in Figura 3.1.

In generale un microscopio deve soddisfare tre richieste:

- produrre un'immagine ingrandita del campione;
- separare i dettagli nell'immagine;
- rendere visibile i dettagli all'occhio umano o su uno schermo.

---

<sup>1</sup>Le informazioni su SEM, XRD, EDS, DTA e TGA sono state reperite dalle dispense del corso "Prodotti Metallurgici Innovativi e Multifunzionali", nell'ambito del corso di laurea magistrale in Ingegneria dell'Innovazione del Prodotto, preparate dal dott. Alberto Fabrizi del dipartimento di tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali dell'Università di Padova.



Figura 3.1: Microscopio elettronico a scansione (SEM) disponibile presso i Laboratori Nazionali di Legnaro (Tescan Vega 3xmh).

La microscopia elettronica è una tecnica che permette l'osservazione di campioni con ingrandimenti e risoluzione fino a 1000 volte superiori alla microscopia ottica ordinaria. Un ulteriore vantaggio è la maggiore profondità di campo (*depth of focus*), cioè la capacità di mettere a fuoco piani diversi contemporaneamente, soprattutto a bassi ingrandimenti. Questo risulta molto utile quando si indagano delle superfici che hanno uno sviluppo in tre dimensioni come superfici di frattura o la superficie di polveri sinterizzate.

Il microscopio elettronico a scansione genera un fascio elettronico ad alta energia nel vuoto, il fascio viene poi focalizzato lungo la colonna tramite un sistema di lenti e infine deflesso per scansionare un'area del campione. L'interazione fascio-campione, genera vari segnali che vengono acquisiti da opportuni *detectors* ed elaborati fino a formare un'immagine a livelli di grigio. In Figura 3.2, è rappresentato uno schema di un SEM con in dettaglio gli elementi precedentemente citati.

### 3.2.1 Componenti principali di un SEM

Le parti principali che costituiscono un microscopio elettronico a scansione sono riportate di seguito.

#### **Sorgente di illuminazione: il cannone elettronico**

Per illuminare il campione, il microscopio elettronico è dotato di una sorgente di elettroni che deve essere in grado di fornire un fascio che sia stabile e di energia regolabile. Esistono varie tipologie di sorgenti, differiscono l'una dall'altra per la quantità di elettroni emessi in relazione alle dimensioni del fascio prodotto, la stabilità della corrente del fascio e la durata di funzionamento o tempo di vita.

Le due principali tipologie di sorgente sono:

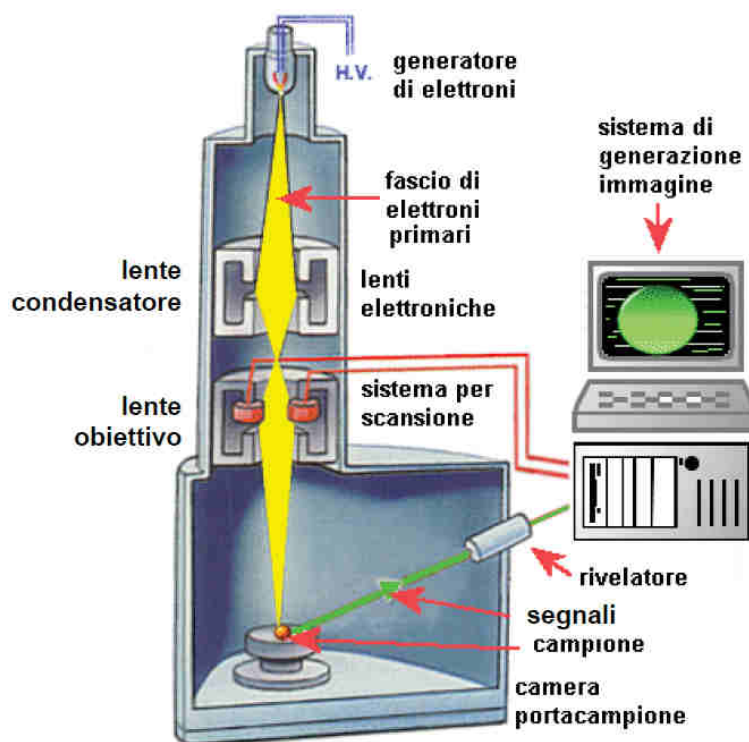


Figura 3.2: Funzionamento di un microscopio SEM.

- Sorgenti ad emissione termoionica: si riscalda il catodo sino al punto in cui gli elettroni guadagnano l'energia sufficiente a superare l'energia di estrazione dal materiale. Sono costituite da un filamento di tungsteno o da un cristallo di esaboruro di lantanio ( $\text{LaB}_6$ ) riscaldati per effetto Joule;
- Sorgenti ad effetto di campo: Si applica al catodo un campo elettrico sufficientemente elevato in modo tale da estrarre gli elettroni per effetto tunnel. Alcune sorgenti sono ricoperte con materiale a bassa funzione di lavoro, come l'ossido di zirconio (emettitori Schottky).

Un cannone elettronico è caratterizzato a alcuni parametri fondamentali riportati di seguito:

- Corrente di emissione,  $i_e$ ;
- Brillanza,  $\beta$ : definita come la corrente del fascio per unità di area e di angolo solido;
- Tempo di vita: un filamento al W, che opera a temperature elevate, evapora gradualmente con il tempo assottigliandosi fino a perdere funzionalità;
- Dimensione della sorgente: le dimensioni del fascio al *crossover* per una sorgente al W sono tipicamente di  $\sim 50 [\mu\text{m}]$  (e funzione della configurazione del cannone e dalle condizioni di lavoro). Queste dimensioni relativamente grandi richiedono una riduzione elettro-ottica dell'immagine considerevole per ottenere una sonda sufficientemente piccola per garantire una buona risoluzione. In confronto, i sistemi più nuovi

hanno una brillantezza superiore: infatti le dimensioni del fascio nel cannone sono di  $\sim 5$  [ $\mu\text{m}$ ] per le sorgenti di  $\text{LaB}_6$  e di 5-25 [ $\text{nm}$ ] per le sorgenti ad emissione di campo;

- *Spread* energetico,  $\Delta E$ : rappresenta la dispersione energetica degli elettroni emessi dal filamento. Per il W è di  $\sim 3$  [eV], per le sorgenti di  $\text{LaB}_6$  è di  $\sim 1.5$  [eV] e per le sorgenti ad emissione di campo di  $\sim 0.3-1$  [eV];
- Stabilità: è la misura di quanto è costante l'emissione di elettroni in determinati periodi di tempo. Le sorgenti più stabili sono quelle Schottky, ma anche gli emettitori termoionici hanno una buona stabilità, a differenza delle sorgenti ad emissione di campo a catodo freddo e caldo.

### Sistema per il vuoto

La camera porta campione e la colonna che contiene il cannone elettronico e i dispositivi di focalizzazione del fascio, devono essere mantenuti ad un livello di vuoto sufficientemente spinto in modo da garantire la generazione di un fascio puro e senza interferenze dovute all'interazione con le specie presenti in aria.

### Lenti elettromagnetiche

Si impiegano delle speciali lenti elettromagnetiche, o in alternativa elettrostatiche, in quanto le normali lenti ottiche non sono in grado di deviare elettroni.

Una lente elettronica è formata da un nucleo cilindrico di ferro dolce contenente un avvolgimento di spire di ferro. Quando viene fatta passare una corrente, si genera un campo elettromagnetico parallelo all'asse della lente che agisce sulla carica elettrica dell'elettrone deviando il suo moto. Poiché il campo magnetico che si forma non garantirebbe in ogni punto la stessa intensità e simmetria, si inserisce all'interno della lente un componente polare che concentra in un segmento di pochi millimetri l'intensità del campo riducendo così il diametro del fascio. Nonostante queste precauzioni, il campo magnetico presenta delle aberrazioni sferiche più intense nelle parti lontane dall'asse ottico. Il problema si risolve inserendo dei diaframmi per limitare l'utilizzazione del fascio elettronico alla sua parte centrale.

### Bobine di deflessione

Le bobine di deflessione permettono di effettuare una scansione del fascio lungo l'area del campione. Sono essenzialmente due coppie di lenti elettrostatiche che deflettono il fascio lungo gli assi X e Y e sono sincronizzate con il sistema di raccolta e formazione dell'immagine.

### Interazione fascio-campione

Il fascio primario che impatta sulla superficie del campione provoca la generazione di diversi segnali, come riportato in Figura 3.4.



Figura 3.3: Schema rappresentante le bobine di deflessione per un SEM.

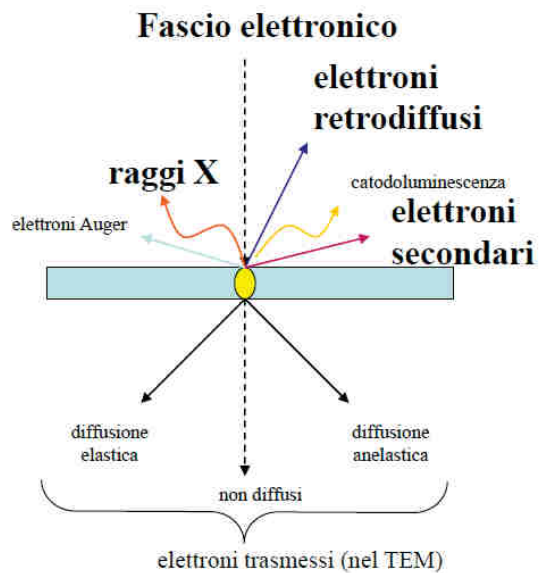


Figura 3.4: Segnali che si generano a seguito dell'impatto del fascio di elettroni primario con il campione in un SEM.

I segnali di interesse sono gli elettroni secondari, gli elettroni retrodiffusi e , come si vedrà in seguito parlando delle analisi EDS, i raggi X.

### Rivelatori di segnale

I rivelatori principali in un microscopio elettronico a scansione sono di due tipi: rivelatori per elettroni secondari e rivelatori per elettroni retrodiffusi.

Gli elettroni secondari (*Secondary Electron, SE*) hanno energia inferiore a 50 [eV] e provengono da una profondità di pochi nanometri. Analizzandoli si ricavano informazioni sulla topografia delle superfici e sulla presenza e distribuzione di campi elettrici e magnetici.

Gli elettroni retrodiffusi (*Back-Scattered Electron (BSE)*) hanno un'energia maggiore di 50 [eV] e derivano principalmente dalle interazioni del fascio primario con i nuclei degli atomi del campione. Forniscono informazioni riguardo al numero atomico medio della zona analizzata, alla topografia e alla struttura cristallina del campione.

Ogni segnale generato deve essere raccolto da un apposito detector e trasformato in un segnale elettrico di facile elaborazione. I rivelatori per gli elettroni secondari, sono costituiti da una griglia chiamata *faraday cage* che attrae gli *SE* e li convoglia fino ad uno scintillatore che li trasforma in fotoni; tramite una guida ottica, la radiazione luminosa viene trasportata fino al fotomoltiplicatore che la trasforma in un segnale elettrico. Una volta amplificato il segnale lo si può elaborare e trasformare in immagine su schermo. Il rivelatore per gli elettroni retrodiffusi è invece composto da sensori SSD che, una volta colpiti dagli elettroni, restituiscono un segnale elettrico proporzionale all'intensità degli ioni incidenti. Con questo sensore si riescono a discriminare i diversi elementi presenti nel campione, fino a elementi che differiscono tra loro per un solo numero atomico.

### 3.2.2 Analisi dell'immagine

L'immagine che si ottiene dipende in primo luogo da che detector si sta impiegando. Gli elettroni secondari forniscono un'immagine chiara della conformazione della superficie, mentre con gli elettroni retrodiffusi si perde in profondità di campo guadagnando molto sulla distinzione tra le singole fasi presenti nel campione. Il campione è osservabile solo se conduttivo, altrimenti si verificano accumuli di carica che letteralmente abbagliano i rivelatori. Eventuali residui organici presenti sulle superfici analizzate sono perciò molto evidenti.

Specie indagando delle superfici di frattura si riscontra l'effetto spigolo cioè, protusioni e spigoli appaiono molto più luminosi rispetto al resto della superficie.

A seconda del tipo di immagine che si vuole ottenere, la dimensione dello spot va calibrata con cura; spot molto piccoli consentono di ottenere immagini ad elevata risoluzione dilatando però i tempi di acquisizione, per contro con spot grandi si ottengono immagini in tempi brevi ma con livello di dettaglio non ottimale.

### 3.3 Analisi EDS

Nel microscopio elettronico a scansione (SEM), l'acquisizione di immagini generate da elettroni retrodiffusi (BSE), fornisce delle immagini dalle quali è possibile distinguere velocemente le fasi chimicamente diverse presenti in un campione multi-fasico. Tuttavia, non si hanno informazioni su quali siano queste fasi e su che elementi le costituiscano. L'EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) è una tecnica per la caratterizzazione chimica di un campione che si basa sull'acquisizione delle radiazioni X caratteristiche.

Quando un campione viene investito da un fascio elettronico, si generano dei raggi X che hanno energie specifiche che dipendono dagli elementi di cui è costituito il provino, chiamati raggi X caratteristici, e altri raggi X che non sono relazionati con il materiale del campione e vanno quindi a costituire il fondo continuo dello spettro energetico, quest'ultimi sono chiamati raggi X di frenamento. I raggi X analizzati in un sistema SEM-EDS hanno energie comprese tra 0.2 e 30 [keV]. In Figura 3.5 viene mostrato il dispositivo EDS in dotazione ai Laboratori Nazionali di Legnaro.



Figura 3.5: Spettrometro EDS disponibile presso i Laboratori Nazionali di Legnaro.

#### 3.3.1 Raggi X di frenamento

Gli elettroni del fascio primario subiscono una decelerazione nel campo Coulombiano degli atomi del mezzo, che corrisponde ad una diminuzione dell'energia cinetica  $\Delta E$ . L'energia  $E$ , è emessa sotto forma di radiazione elettromagnetica detta radiazione di frenamento. Poiché gli eventi di interazione sono del tutto casuali, un elettrone può perdere in una singola collisione, un'energia variabile tra 0 e  $E_0$ , dove  $E_0$  è l'energia del fascio incidente. Lo spettro elettromagnetico della radiazione di frenamento è pertanto uno spettro continuo che si estende da 0 a  $E_0$ . L'intensità della radiazione di frenamento aumenta con la corrente del fascio e con la sua energia, inoltre aumenta anche al crescere del numero atomico degli atomi presenti nel campione. Come già accennato in precedenza, l'intensità dell'emissione continua è molto importante dato che costituisce il fondo della base dei picchi caratteristici. Una rappresentazione del fenomeno è riportata in Figura 3.6.

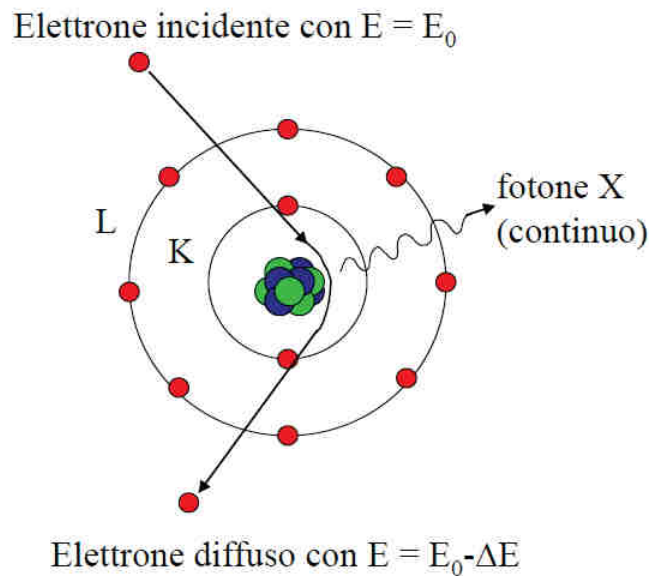


Figura 3.6: Schema rappresentante la produzione dei raggi X di frenamento.

### 3.3.2 Raggi X caratteristici

L'elettrone incidente dopo l'impatto perde parte della sua energia lasciando l'atomo colpito in uno stato eccitato. L'atomo in esame si riporta allo stato fondamentale in tempi dell'ordine dei [ps] attraverso una serie di transizioni permesse degli elettroni delle shell<sup>2</sup> più esterne che riempiono le vacanze create nelle shell più interne. La differenza di energia tra i due stati è definita in quanto il livello di energia degli elettroni nelle shell è un valore caratteristico dell'elemento in esame. L'energia in eccesso può essere rilasciata mediante due fenomeni distinti:

- Processo Auger: l'energia è ceduta ad un elettrone delle shell più esterne, che è emesso dall'atomo con una ben definita energia;
- Processo di emissione dei raggi X caratteristici: l'energia è rilasciata sotto forma di fotoni con energia ben definita.

La partizione del processo di diseccitazione tra i due differenti modi è descritto dal coefficiente prodotto di fluorescenza  $\omega$ . Il processo di emissione di raggi X caratteristici domina ad alti numeri atomici a discapito dell'emissione di elettroni Auger.

Per le tipiche energie del fascio elettronico in un SEM, tutti gli elementi emettono raggi X. Gli elementi leggeri emettono solamente raggi X della serie K ovvero la vacanza da riempire viene formata nella shell più interna cioè la K. Gli elementi intermedi sono caratterizzati da raggi X delle serie K e L, mentre elementi pesanti generano raggi X delle serie K, L ed M. E' da evidenziare come una volta fornita sufficiente energia per produrre raggi X della serie K, siano presenti anche tutti gli altri raggi X caratteristici di energia inferiore.

<sup>2</sup>Shell = livello energetico atomico.

### 3.3.3 Architettura dello spettrometro

Lo spettrometro è costituito da un cristallo di silicio drogato con litio protetto da una finestra di Berillio o da un polimero organico. Il fotone genera nel cristallo coppie elettrone-lacuna in numero proporzionale alla sua energia che, in presenza del campo elettrico applicato alle due facce del rivelatore, generano impulsi di corrente proporzionali all'intensità del fotone. Il segnale viene poi amplificato e inviato ad un contatore. Un opportuno sistema elettronico consente di misurare questo impulso e immagazzinarlo in un analizzatore multicanale che permette di contare il numero di fotoni X rilevati in finestre di energia prefissata, consentendo di ottenere uno spettro. Al fine di ridurre il rumore dovuto all'agitazione termica, il rivelatore è mantenuto ad una temperatura di circa 77 [K] mediante l'utilizzo di azoto liquido.

### 3.3.4 Quantificazione

Tramite un apparato EDS è possibile eseguire delle analisi quantitative sul campione. Al fine di ottenere dei risultati accettabili devono essere rispettate due condizioni fondamentali:

- campione lucidato;
- campione privo di asperità;

Se queste condizioni sono rispettate, si riescono ad ottenere precisioni di circa il 4%. Il calcolo delle concentrazioni è estremamente complesso e quindi affidato al calcolatore sulla base di metodi specifici.

La quantificazione può essere effettuata su linee, aree o semplicemente punti.

### 3.3.5 Vantaggi e svantaggi

Il rivelatore è molto efficiente e molto veloce nell'acquisizione in quanto, la quasi totalità dei raggi X che lo colpiscono producono un impulso. Tuttavia la risoluzione in energia è abbastanza scadente (dell'ordine del centinaio di [eV]), per cui nello spettro si osservano picchi allargati che rendono a volte ambigua l'identificazione delle specie relative ma soprattutto, la deduzione di precisi valori quantitativi.

Nel caso specifico di questo lavoro di tesi, la quantificazione non verrà mai impiegata data l'impossibilità di lucidare i campioni mantenendo inalterata la struttura porosa dei materiali da testare.

## 3.4 Diffrazione a raggi X - XRD

La diffrazione a raggi X (*X-ray diffraction*) è una delle tecniche più utili per esplorare la natura della materia. E' una tecnica non distruttiva versatile e relativamente veloce che consente di ottenere informazioni sui composti presenti nel materiale, presenza di strutture

amorfe, identificazione delle fasi, presenza di tensioni residue e altro ancora. L'analisi si articola in quattro fasi principali:

1. il campione viene irradiato con raggi X;
2. il campione diffrange i raggi X secondo angoli caratteristici della sostanza stessa, cioè secondo angoli legati alle dimensioni del reticolo cristallino;
3. il rivelatore misura l'intensità e la posizione dei raggi rifratti;
4. l'identificazione di una data sostanza è ottenuta per confronto con le misure ottenute e gli standard. La quantità presente viene determinata attraverso metodi matematici più o meno complessi che presuppongono la precedente corretta identificazione delle fasi presenti nel campione.

### 3.4.1 Principio di funzionamento

Quando un materiale viene investito da un fascio di elettroni aventi un'energia sufficientemente elevata, vengono prodotti raggi X di frenamento e raggi X caratteristici. Quest'ultimi subiscono fenomeni di riflessione "semplice" e fenomeni di diffrazione. In generale, la diffrazione è un fenomeno caratteristico della propagazione delle onde che si verifica quando incontrano un ostacolo che abbia dimensioni paragonabili alla lunghezza dell'onda. L'interazione tra onda e ostacolo causa la distorsione dell'onda stessa. Le onde diffuse da atomi appartenenti ad una stessa famiglia di piani reticolari interferiscono tra loro creando in questo modo uno spettro di diffrazione. L'interazione può essere di due tipi:

- Interferenza costruttiva: se tutte le onde sono in fase ( $n\lambda$ ), interferiranno l'una con l'altra generando un'onda risultante che avrà un'ampiezza somma di tutte le ampiezze delle onde;
- Interferenza distruttiva: se le onde non sono in fase, l'onda risultante avrà un'ampiezza ridotta od addirittura nulla nel caso di onde fuori fase di  $1/2\lambda$ .

Nella direzione che forma un angolo  $2\theta$  con il fascio incidente, ed un angolo  $\theta$  con la famiglia di piani reticolari posti tra loro alla distanza interplanare  $d$ , l'interferenza è costruttiva solo se è rispettata la legge di Bragg riportata di seguito:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.1)$$

Un rivelatore di raggi X che scandagli il campione ruotando attorno al punto  $O$  in Figura 3.7, troverà in corrispondenza dell'angolo  $\theta$  il massimo dell'intensità. Noti quindi  $\lambda$  e  $\theta$  è possibile calcolare la distanza interplanare  $d$ :

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} \quad (3.2)$$

In un materiale ci possono essere migliaia di grani che hanno orientazione casuale, ci si aspetta quindi di trovare diversi piani atomici paralleli alla superficie in alcuni di questi

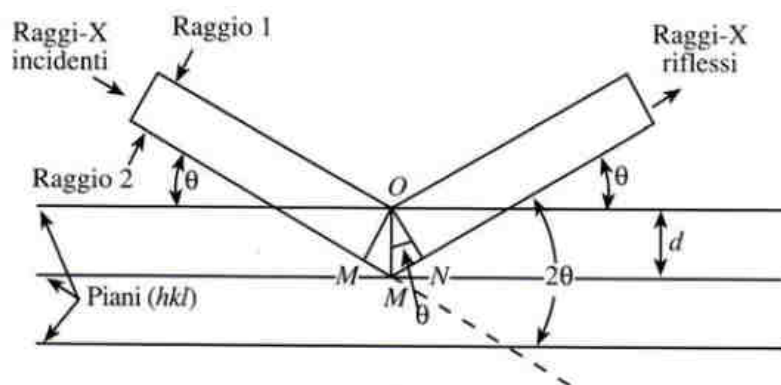


Figura 3.7: Schema del fenomeno di diffrazione in un diffrattometro a raggi X.

grani. Scansionando con l'angolo  $\theta$  di incidenza del fascio da 0 a 90°, si troveranno tutti gli angoli che soddisfano la condizione di diffrazione. Ad ognuno di questi angoli si associa una differente distanza interplanare  $d$ .

### 3.4.2 Architettura

L'analisi XRD viene effettuata tramite uno strumento chiamato diffrattometro a raggi X costituito principalmente da tre elementi. La Figura 3.8 mostra lo strumento presente presso il Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università di Padova usato in questo lavoro di tesi (Bruker D8 Advance).

1. tubo per produrre il fascio di raggi X monocromatici che può ruotare da 0 a 90°;
2. porta-campione;
3. detector posizionato sull'altro lato del campione che può ruotare da 0 e 90°

Il sistema usato per far ruotare emettitore e detector è chiamato goniometro. Oltre alla movimentazione, ricopre anche il compito di misurare e inviare la quota angolare  $\theta$  al calcolatore.

Il detector registra l'intensità dei raggi X che provengono dal campione e invia quanto ricevuto al computer.

L'output di un'analisi diffrattometrica è uno spettro che confrontato con database specifici permetterà di caratterizzare il proprio materiale. In particolare, dalla posizione dei picchi si ricavano le distanze interplanari e quindi i parametri reticolari del materiale, dall'intensità dei picchi è possibile condurre un'analisi strutturale (posizione degli atomi nella cella elementare) e quantitativa (con degli standard di riferimento). Infine, dalla larghezza dei picchi si ricavano informazioni sulla dimensione dei cristalliti e sull'eventuale deformazione che hanno subito.

## 3.5 Analisi termiche: DTA e TGA

Le analisi termiche permettono di studiare le variazioni delle proprietà di un campione di materia, correlate ad una variazione imposta di temperatura. In genere il campione è allo

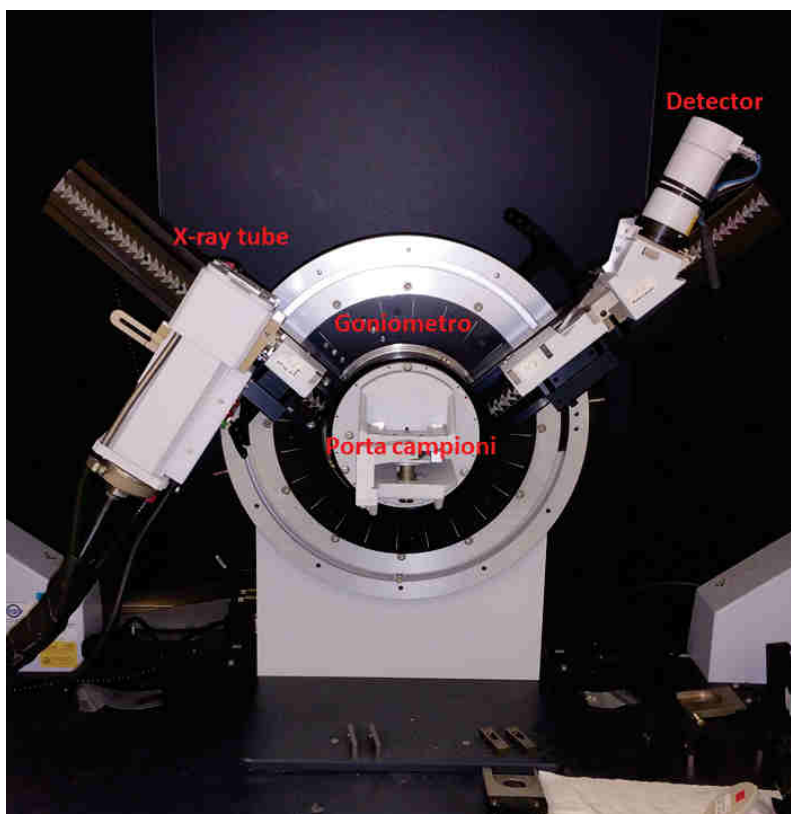


Figura 3.8: Diffrattometro a raggi X.

stato solido e le variazioni causate da riscaldamento o raffreddamento controllato possono essere fusione, transizione di fase, sublimazione e decomposizione.

### 3.5.1 Analisi termo-differenziale, DTA

L'analisi termo-differenziale (*Differential Thermal Analysis*) viene usata per l'identificazione, l'analisi quantitativa e la composizione chimica di sostanze dall'osservazione del loro comportamento termico quando vengono riscaldate. Con questa tecnica, indicata generalmente con la sigla DTA, si segue una trasformazione di fase o una reazione chimica misurando il calore assorbito o sviluppato durante tale processo. Il campo maggiore di questa tipo di tecnica analitica è nello studio delle proprietà dei materiali e delle loro trasformazioni di fase, specialmente a temperature elevate. Nella DTA la temperatura del materiale testato viene misurata rispetto a un materiale inerte del quale è noto il comportamento nelle condizioni di esercizio. I materiali usati quale riferimento generalmente non fondono né congelano ma rimangono inalterati. Una termocoppia a contatto con il materiale in esame e un'altra con quello di riferimento vengono collegate e ogni differenza di temperatura che si verifica durante il riscaldamento viene registrata graficamente ottenendosi una serie di picchi su un termogramma. Sia la specie che viene analizzata che il materiale di riferimento, infatti, vengono riscaldati in condizioni controllate.

Se la specie subisce un cambiamento fisico o una reazione chimica la sua temperatura varierà mentre quella del materiale di riferimento rimane la stessa. Variazioni fisiche in un materiale come cambiamenti di fase e/o reazioni chimiche sono infatti correlate a va-

riazioni di entalpia: mentre vi è una differenza costante di temperatura  $\Delta T$  tra la specie e il riferimento in quanto essi hanno diverse capacità termiche quando la specie subisce una variazione termica il valore di  $\Delta T$  diviene diverso. Se non vi è alcuna differenza di temperatura non viene generato alcun segnale mentre quando si registrano variazioni di  $\Delta T$  queste vengono riportate graficamente da una serie di picchi. In Figura 3.9 viene mostrato un esempio di spettro ottenibile con questa analisi. La quantità di calore coinvolto e la temperatura alla quale avvengono variazioni sono caratteristiche di ogni elemento o composto pertanto si fa un confronto tra le curve ottenute dal composto incognito con quelle di elementi o composti noti. Un'analisi di tipo quantitativo, invece, può essere fatta relazionando l'area sottostante il picco con la quantità di sostanza presente e tale quantità può essere determinata per confronto rispetto alle aree di picchi di una serie di standard analizzati nelle medesime condizioni.

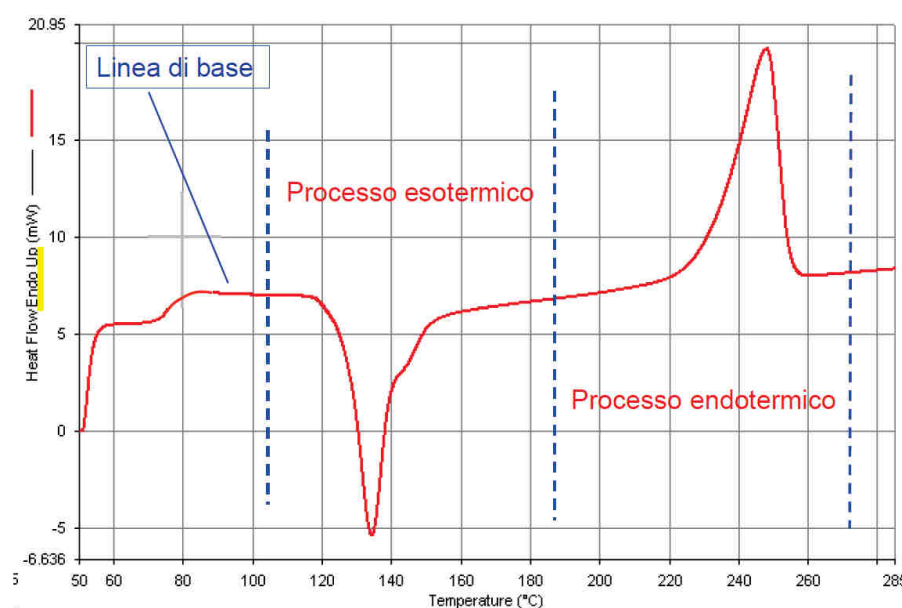


Figura 3.9: Spettro tipico ottenibile da un'analisi DTA.

### 3.5.2 Analisi termo-gravimetrica, TGA

Il termogravimetro è un particolare strumento che misura la variazione di peso di un materiale, quando esso viene riscaldato, in conseguenza delle eventuali decomposizioni che esso subisce in seguito a sviluppo di prodotti gassosi. La termogravimetria pertanto è una tecnica classica che consente un'analisi termica quantitativa di un campione, senza però identificare la natura dei componenti, ma solo misurando quanto peso viene perso dal campione ad una certa temperatura. Da questa analisi si ottengono dei grafici (massa in funzione della temperatura) detti curve termogravimetriche. La strumentazione è concettualmente semplice ma molto delicata e precisa, necessita quindi di controlli e calibrazioni periodici. Il campione viene appoggiato su di una bilancia con una risoluzione di circa 5-20 [mg] e l'ambiente è riscaldato con rampe in temperatura programmabili.

Le condizioni di impiego della termogravimetria dipendono dalle informazioni che si voglio-

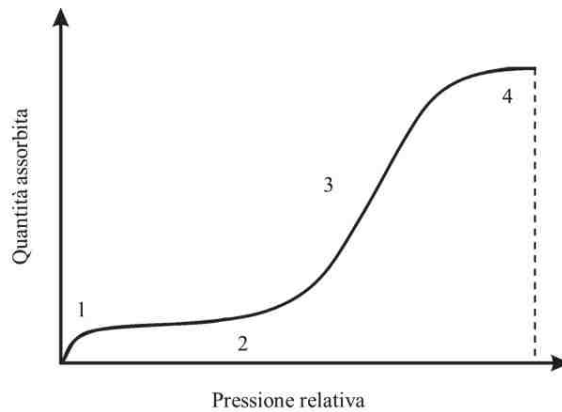


Figura 3.10: Esempio di curva di adsorbimento.

no ottenere. Tuttavia il primo esperimento che viene di solito effettuato per caratterizzare rapidamente la decomposizione di un materiale con formazione di prodotti volatili, consiste in un riscaldamento in corrente di gas inerte con innalzamento della temperatura di 10 [°C/min]. I risultati dell'esperimento sono normalmente descritti e rappresentati in termini di percentuali di peso residuo del campione, in funzione della temperatura di riscaldamento.

### 3.6 Analisi di fisorbimento

L'adsorbimento fisico, o fisorbimento, è un fenomeno di interazione tra un materiale solido detto "adsorbente" e un gas detto "adsorbato". Questo richiede un'energia molto bassa poiché si genera da interazioni deboli di Van der Waals e non crea alcun tipo di legame chimico; perciò è anche il meccanismo di adsorbimento prevalente alle basse temperature. Questo fenomeno può essere utilizzato per studiare la micro e mesoporosità<sup>3</sup> di un materiale tramite un analizzatore di fisorbimento. Il funzionamento dell'apparato si basa sulla misura dell'isoterma di adsorbimento e desorbimento di un gas alla temperatura di equilibrio liquido-vapore da parte di un solido poroso. L'isoterma di adsorbimento è la curva corrispondente alla quantità di gas adsorbita in funzione della pressione relativa,  $p/p_0$ , considerando che  $p_0$  è la pressione di saturazione del gas a quella temperatura. Un esempio di curva di adsorbimento è quello di Figura 3.10, in cui si individuano quattro tratti caratteristici corrispondenti ad altrettante fasi del processo di adsorbimento.

Nel tratto iniziale (1) si osserva contemporaneamente un aumento di pressione e di massa adsorbita che coincide con la formazione di un monostrato di molecole di gas sulla superficie del campione. Il successivo adsorbimento di altre molecole produce dei multistrati superficiali e corrisponde al tratto convesso (2) con un aumento di pressione relativa fino a che non si verificano dei fenomeni di condensazione capillare. Questo processo porta al riempimento dei micro e mesopori per condensazione dell'azoto con un conseguente incremento notevole di pressione e quantità di gas introdotto nel tratto (3). Quando questi pori sono riempiti, la curva tende ad un valore di *plateau* (4) e l'isoterma è completa. La

<sup>3</sup>classificazione secondo la notazione IUPAC.

misura termina con la rilevazione della curva di desorbimento. Durante l'adsorbimento i macropori non vengono mai riempiti (Mella, 2013).

La curva appena mostrata è tipica di materiali non porosi, in generale la forma che assume dipende dalla porosità del materiale (forma, dimensioni, distribuzione, etc.), dalle sue proprietà chimiche e dalle proprietà del gas impiegato. Secondo la notazione IUPAC, le isoterme sono raggruppate in sei tipologie principali come mostrato in Figura 3.11a.

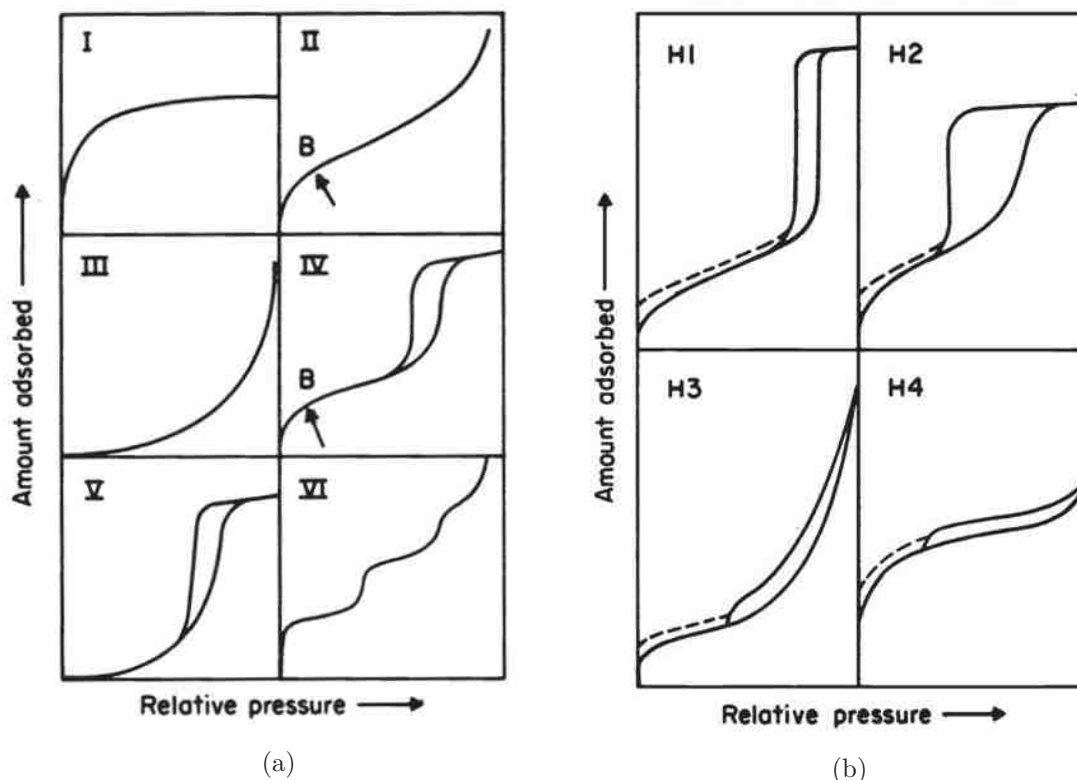


Figura 3.11: Modelli secondo la notazione IUPAC di: a) isoterme di adsorbimento e desorbimento e b) cicli di isteresi.

La curva di tipo (I) si ottiene da solidi prevalentemente microporosi e con diametro dei pori di poco superiore al diametro della molecola dell'adsorbato. La curva (II) corrisponde a quella portata ad esempio, mentre la (III) è tipica di diversi materiali, più o meno porosi, in cui l'interazione tra adsorbato ed adsorbente è debole e perciò l'interazione reciproca tra le molecole di adsorbato ha un ruolo predominante. L'isoterma (IV) presenta il ciclo di isteresi, la cui forma è unica per ciascun sistema di adsorbimento, dovuto al fenomeno di risalita condensazione capillare nei pori. La curva (V) ha una convessità simile alla (III) ma in aggiunta presenta isteresi, individua di nuovo materiali con debole interazione tra adsorbente ed adsorbato. Infine la curva (VI) è la meno comune ed è tipica di solidi non porosi e con superficie particolarmente uniforme: la contemporanea presenza di più *plateau* corrisponde ai diversi stadi di formazione dei singoli strati monomolecolari (Corradetti *et al.*, 2013b).

Per quanto riguarda i cicli di isteresi, le tipologie principali sono mostrate in Figura 3.11b. La prima, (H1), riguarda materiali porosi prodotti dalla compattazione di particelle di forma sferica, quasi regolare, e che perciò presentano una distribuzione di porosità

molto stretta. Il tipo (H2) riguarda sistemi in cui la forma e la distribuzione dei pori non è uniforme, mentre il modello (H3) è stato osservato per solidi formati dall'aggregazione di particelle di forma schiacciata che producono dei pori allungati con una distribuzione ampia e irregolare di mesopori. Infine, la curva (H4) è tipica di materiali con pori allungati e molto stretti (Corradetti *et al.*, 2013b).

Una volta ottenuta l'isoterma è possibile applicarvi alcuni modelli matematici, tra i quali il più popolare è quello sviluppato da Barrett, Joyner e Halenda (BJH), che consentono di determinare la distribuzione dimensionale di micro e mesopori, il volume da essi occupato e la loro superficie specifica. La superficie specifica totale dell'intero campione SSA misurata in  $[m^2/g]$ , viene calcolata con il metodo Brunauer, Emmett e Teller noto con il nome BET. Nelle misure svolte in questo lavoro di tesi, il gas utilizzato è l'azoto che è caratterizzato da una temperatura di evaporazione di 77 [K] cioè -196 [°C]. I campioni sono stati ridotti in piccoli pezzi e inseriti in un'ampolla porta campioni specifica dello strumento. La prima fase è costituita da un processo di degasaggio della durata di circa 24 ore, necessaria per eliminare eventuali contaminanti dalla superficie del campione che modificherebbero l'interazione tra il solido e il gas. Il degasaggio consiste in un riscaldamento a 300 [°C] tramite apposite camicie riscaldanti in presenza di un flusso di gas inerte (elio nel presente caso) attraverso un filtro posto nella parte superiore dell'ampolla. Terminata questa prima fase, l'ampolla viene spostata sulla stazione di misura immersa quasi completamente in un vaso Dewar, riempito di azoto liquido, per mantenere la temperatura il più costante possibile. Ora dal filtro dell'ampolla si comincia ad introdurre azoto gassoso e la misura parte. La durata complessiva di una misura è di circa 24 ore.

Lo strumento a disposizione presso i Laboratori Nazionali di Legnaro è mostrato in Figura 3.12.

### 3.7 Spettrometro di massa

La spettrometria consente di ottenere informazioni sulla massa di atomi e molecole allo stato gassoso misurando la pressione relativa tra i componenti di una miscela in vuoto. La pressione totale è definita come la somma di tutte le pressioni parziali in una data miscela di gas quindi, per determinare le pressioni parziali delle specie che la compongono, occorre isolare le specie con un separatore e quindi effettuare la misura. La separazione avviene grazie al rapporto tra massa e carica (*mass-to-charge ratio*).

Gli spettrometri di massa sono utilizzati per la misura di gas; sostanze solide o liquide potranno essere analizzate solo dopo aver provveduto alla vaporizzazione. Il gas viene "diluato" diminuendo la pressione fino a valori di alto vuoto in modo da portarsi in regime di flusso molecolare, successivamente viene bombardato con elettroni accelerati che generano la ionizzazione e infine viene inviato ad un separatore in massa a seconda del rapporto massa-carica.

In Figura 3.13 è mostrata i componenti tipici di uno spettrometro di massa.

Le sostanze da analizzare sono ammesse in una camera in vuoto tramite un apposito sistema valvole (*inlet system*), poi con il *vacuum system* i gas vengono portati alla pressione

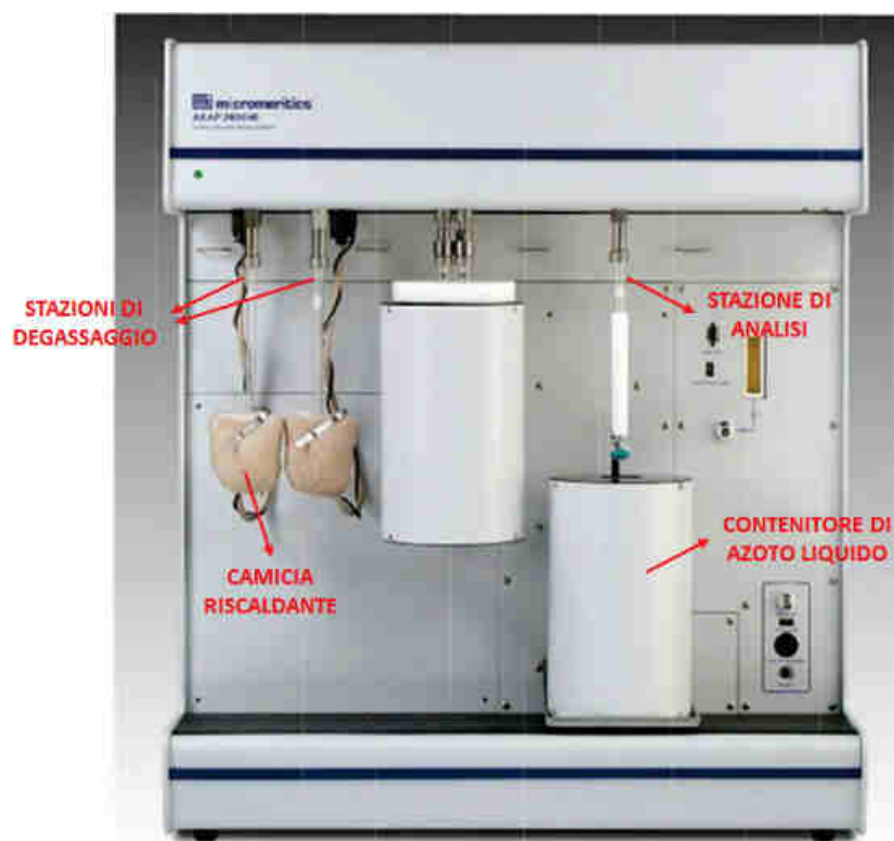


Figura 3.12: Strumento per prove di fisisorbimento ai Laboratori Nazionali di Legnaro (Micromeritics ASAP 2020).

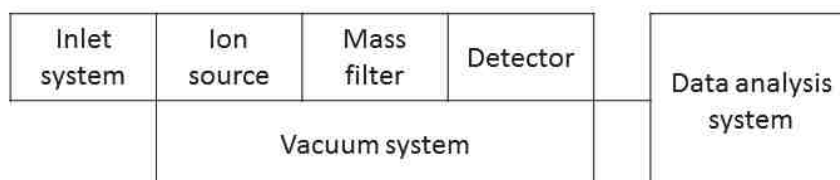


Figura 3.13: Componenti tipici di uno spettrometro di massa.

di lavoro dello strumento. Lo strumento di misura vero e proprio è posto in vuoto ed è costituito dai seguenti componenti:

1. sorgente di ionizzazione: ionizza le particelle di gas altrimenti neutre;
2. *mass filter*: separa le particelle di gas ionizzate in base al rapporto massa-carica;
3. detector: misura la corrente di ionizzazione una volta che gli ioni hanno superato il separatore in massa. La misura di corrente è una misura collegata alla pressione relativa dell'elemento che ha superato il *mass filter*;
4. software di analisi dei dati: elabora le correnti di ionizzazione misurate e può presentare i risultati in varie forme a seconda del tipo di analisi che si sta conducendo.

Esistono varie tipologie di spettrometri di massa, la distinzione principale è la tipologia di *mass filter* impiegato.

Lo spettrometro, utilizzato in questo lavoro di tesi per l'analisi dei gas prodotti durante la produzione dei carburi, è mostrato in Figura 3.14<sup>4</sup>.



Figura 3.14: Lo spettrometro di massa ai Laboratori Nazionali di Legnaro (Pfeiffer Prisma Plus QMG220 M3).

---

<sup>4</sup>Le informazioni di questo paragrafo provengono da "The Vacuum Technology Book Volume II, Part 1", Pfeiffer Vacuum.

## Capitolo 4

# Produzione e caratterizzazione del carburo di titanio

In questo capitolo si descrivono la produzione di carburo di titanio a partire da diversi tipi di polveri e per ciascuno di essi la caratterizzazione dei materiali prodotti e l'ottimizzazione della tecnica di produzione. Nei primi paragrafi viene fatta una breve descrizione degli strumenti utilizzati e la trattazione teorica alla base dei calcoli che verranno svolti per ogni materiale studiato.

### 4.1 Reazione chimica

In base all'esperienza maturata all'interno del Progetto SPES ai Laboratori Nazionali di Legnaro nella produzione di carburi, è stata scelta una reazione iper-stechiometrica in modo da avere due moli di carbonio per ogni mole di carburo di titanio prodotta. Questo rapporto è comunemente usato per *facilities* di tipo ISOL in quanto garantisce un miglior rilascio rispetto all'utilizzo del solo carburo.



Le percentuali in peso delle polveri vengono calcolate di seguito.

$$1[mol]TiO_2 = 79.87[g] \quad (4.2)$$

$$5[mol]C = 60.05[g] \quad (4.3)$$

$$Tot_{mix} = 139.92[g] \quad (4.4)$$

La percentuale in peso delle polveri si calcola dividendo la massa del numero di moli di ciascun elemento richieste dalla reazione, per la massa totale del mix:

$$\%_{wt}TiO_2 = \frac{79.87}{139.92} \cong 57.08\% \quad (4.5)$$

$$\%_{wt}TiO_2 = \frac{60.05}{139.02} \cong 42.92\% \quad (4.6)$$

Alle polveri sarà da aggiungere del legante per rendere maneggiabili i campioni una volta pressati prima di sottoporli al trattamento termico.

## 4.2 Processo produttivo

Il processo produttivo adottato per la produzione di campioni in carburo di titanio partendo da polveri è mostrato in Figura 4.1.



Figura 4.1: Schema del processo produttivo per i campioni in carburo di Titanio.

### 4.2.1 Pesatura delle materie prime

La pesatura delle materie prime avviene utilizzando una comune bilancia da laboratorio dotata di una risoluzione di 1 [mg] e un fondoscala di 500 [g].

### 4.2.2 Miscelazione

La miscelazione delle polveri e del legante può essere svolta in modo manuale con un mortaio in agata (Figura 4.2) oppure in modo automatico con un mulino a palle (Figura 4.3).

La giara di macinazione utilizzata è riportata in Figura 4.4.

I parametri impostati per la macinazione con il mulino a palle sono costanti per tutte le miscele prodotte e sono riportati di seguito.



Figura 4.2: Mortaio in agata per macinazione manuale.



(a)

(b)

Figura 4.3: Mulino a palle ai Laboratori Nazionali di Legnaro.



(a)



(b)

Figura 4.4: Giara di macinazione per mulino a palle.

- Velocità di rotazione pari a 400 [rpm];
- Tempo totale di macinazione di 45 [min] con inversione del verso di rotazione dopo 23 [min];
- Rapporto tra massa di sfere e massa di polveri pari a 1/6.

### 4.2.3 Pressatura

Le polveri miscelate vengono trasferite negli stampi per realizzare i campioni. In questo lavoro di tesi sono stati utilizzati gli stampi da 13 e da 30 [mm] di diametro (Figura 4.5).



Figura 4.5: Stampo per campioni da 13 [mm] di diametro.

Lo stampo da 30 [mm] è simile a quello da 30 [mm] ed è stato usato solo marginalmente quindi non viene riportata la sua foto. La pressatura vera e propria è stata effettuata principalmente con la pressa a mano in Figura 4.6. Il ciclo prevede l'applicazione di un carico di 10 [ton], valore limite per lo stampo da 13 [mm], per un totale di 60 [min]. Segue poi la diminuzione graduale della pressione al fine di non danneggiare il campione.

La pressa industriale, mostrata in Figura 4.7, è stata utilizzata per la produzione di campioni di diametro 30 [mm] con uno stampo in grado di sopportare carichi fino a 60 [ton].

### 4.2.4 Caratterizzazione dimensionale dei verdi pressati

Per ciascuno dei campioni prodotti si cercherà di compilare la tabella seguente (4.1) al fine di calcolare la densità, il volume e a seguito del trattamento termico, avere le informazioni necessarie per calcolare la perdita in peso sperimentale.

La massa dei campioni viene misurata con la medesima bilancia utilizzata per pesare le polveri di partenza mentre per diametro e spessore, si utilizza un comune calibro ventesimale. Per ciascuna dimensione verranno prese tre misure e in tabella si riporterà esclusivamente il valore medio.



Figura 4.6: Pressa manuale.



Figura 4.7: Pressa idraulica.

Tabella 4.1: Tabella da compilare per caratterizzare i verdi pressati prima del trattamento termico.

Campione	Massa [g]	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [ $cm^3$ ]	Densità [ $g/cm^3$ ]
000					
000					

### 4.2.5 Trattamento termico

Per l'esecuzione dei trattamenti termici è stato usato l'impianto in Figura 4.8. I principali componenti del sistema sono i seguenti:

1. pompa rotativa;
2. pompa turbomolecolare;
3. corpo principale;
4. camera;
5. sistemi di controllo del vuoto;
6. alimentatori;
7. computer di controllo;
8. spettrometro di massa.

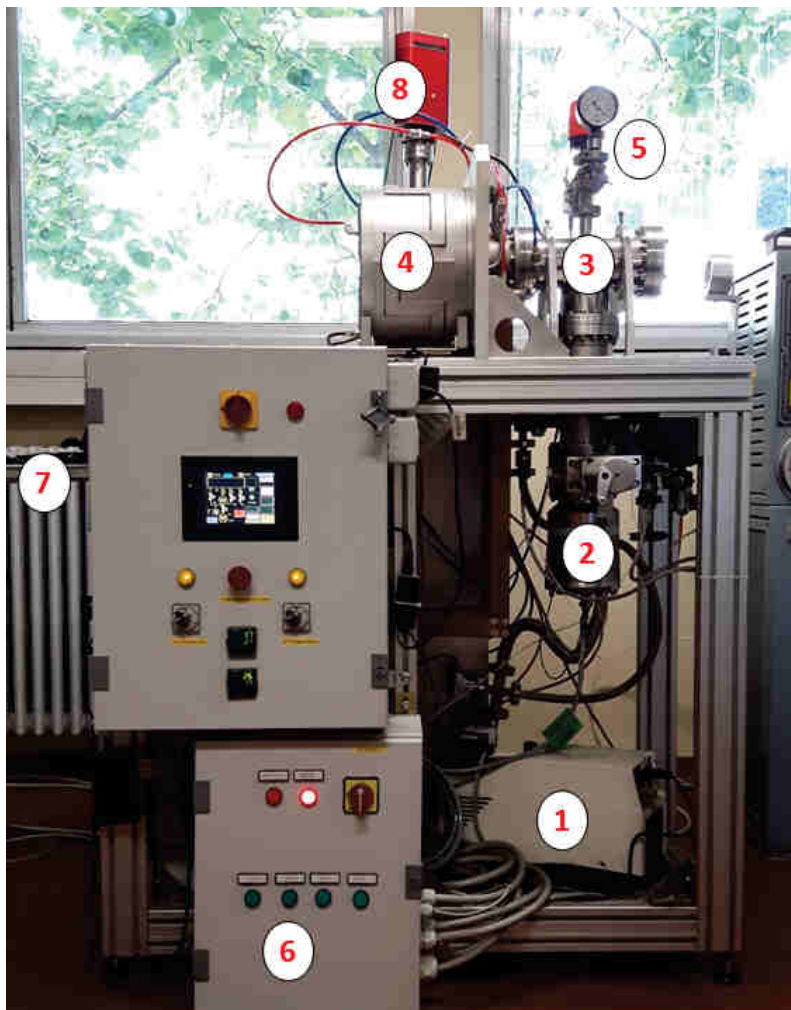


Figura 4.8: Impianto per trattamenti termici in alto vuoto e alta temperatura.

All'interno della camera (4) è posto il riscaldatore in tantalio (9) circondato da un primo schermo termico anch'esso in tantalio (10) e uno schermo esterno in tantalio (11). Il tutto è mostrato in Figura 4.9. Per posizionare i campioni all'interno del riscaldatore tubolare, si inserisce una piastrina di grafite con larghezza pari al diametro interno della camera (Figura 4.10). Utilizzando questo sistema è possibile trattare contemporaneamente sei campioni da 13 [mm] o due da 30 [mm].

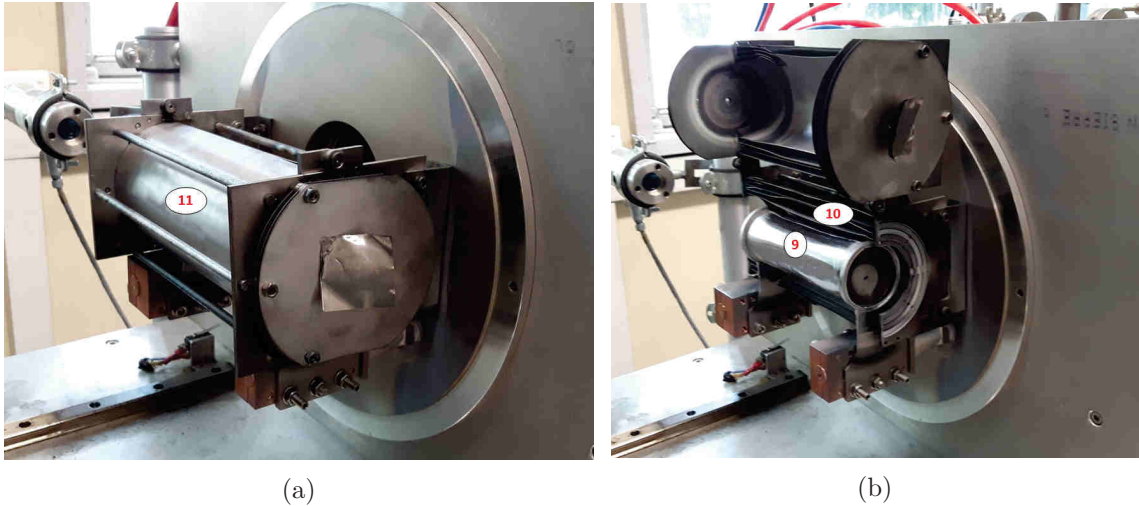


Figura 4.9: Interno camera forno per trattamenti termici.

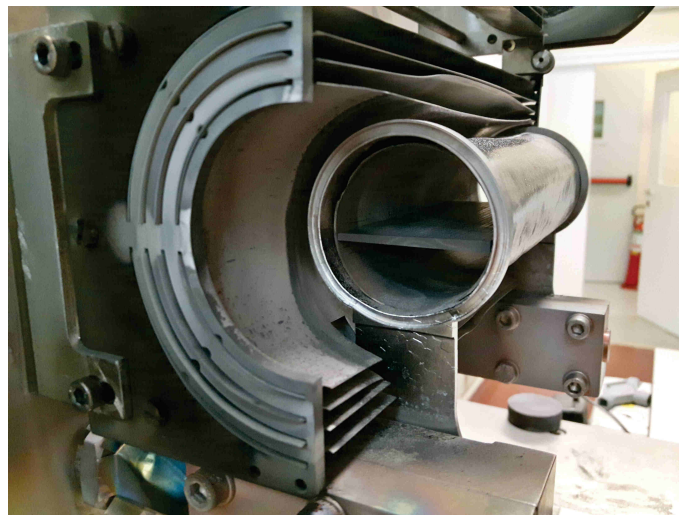


Figura 4.10: Interno del riscaldatore in tantalio con piastrina di grafite per il trattamento di campioni di carburo.

Il sistema di controllo abbinato all'impianto consente di programmare i cicli termici impostando i valori di corrente di alimentazione al variare del tempo in [s], lasciando in automatico la gestione della tensione. La temperatura all'interno della camera in tantalio non viene misurata direttamente, ma calcolata in funzione della corrente con una calibrazione del 2016. Di seguito viene riportata l'equazione utilizzata.

$$T = 25 + 2.95229 \cdot I - 0.00292 \cdot I^2 + 2.24142 \cdot 10^{-6} \cdot I^3 - 5.86243 \cdot 10^{-10} \cdot I^4 \quad (4.7)$$

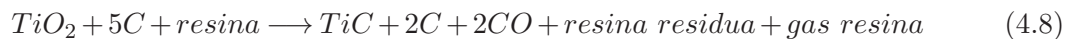
con  $I$  espressa in [A] e  $T$  in [°C]. La risposta in potenza del forno viene comunque confrontata periodicamente con quella ottenuta durante la calibrazione per controllare che il sistema riscaldante si stia comportando allo stesso modo.

#### 4.2.6 Caratterizzazione completa dei campioni

Come già visto nel paragrafo 4.2.4, per prima cosa si rilevano le dimensioni e la massa, poi si può procedere ad applicare le tecniche viste nel Capitolo 3.

### 4.3 Carburo di titanio da polveri di grafite

Partendo dalla reazione chimica che avverrà durante la fase di trattamento termico e dalle proprietà dei precursori (la densità in particolare) è possibile calcolare la perdita in peso teorica prevista. Le schede tecniche delle polveri di partenza sono riportate in Appendice. Rispetto alla reazione chimica 4.1, per poter ottenere dei verdi pressati con una resistenza meccanica sufficiente alla manipolazione e misurazione degli stessi, alle polveri di partenza viene aggiunta della resina fenolica in soluzione di acetone al 20%. La resina contribuirà a tenere insieme le polveri tuttavia occorre modificare la reazione chimica come segue:



La resina è stata aggiunta alla miscela di polveri con una pipetta conoscendo la massa di ogni singola goccia versata (0.0209 [g]). Per ogni campione della massa complessiva di 0.500 [g] circa, sono state aggiunte 5 gocce di soluzione pari a 0.0209 [g] di resina fenolica, quantità sufficiente per raggiungere lo scopo desiderato. Dall'esperienza sperimentale è nota la percentuale di resina residua che rimane nel campione al termine del trattamento termico pari al 45% in peso del totale aggiunto alle polveri.

La perdita in peso complessiva è la somma del contributo di rilascio di  $CO$  e di  $gas\ resina$ . Su un campione da 500 [mg] sono contenute 0.003568 [moli] di ossido di titanio che si trasformano in 0.0071366 [moli] di  $CO$  pari a 0.199825 [g]. La perdita in peso di resina è pari a 0.011495 [g]. Quindi sommando i due contributi e dividendo per la massa totale iniziale del campione (0.5209 [g]) si ottiene una perdita in peso teorica pari a 40.57%.

#### 4.3.1 Metodo di conservazione dei campioni

Con i primi campioni prodotti si è voluto determinare la miglior tecnica di conservazione al termine del trattamento termico. Le ipotesi che sono state investigate sono le seguenti:

- conservazione in aria: procedura standard;

- conservazione in gas inerte (Argon): rientro dopo il trattamento termico fino a pressione ambiente in argon, operazioni di misurazione dei campioni insufflando argon e conservazione in argon tra una prova e l'altra;

Il confronto è stato eseguito osservando i campioni al SEM a distanza di una settimana dal termine del trattamento termico. Come si può vedere dalle immagini seguenti (Figura 4.11), tra di loro non vi è alcuna differenza apprezzabile. Nonostante il risultato ottenuto con questo confronto, è stato scelto di conservare i campioni in vuoto e di eseguire la caratterizzazione e la manipolazione in aria, ciò per ridurre l'assorbimento di umidità e la contaminazione esterna.

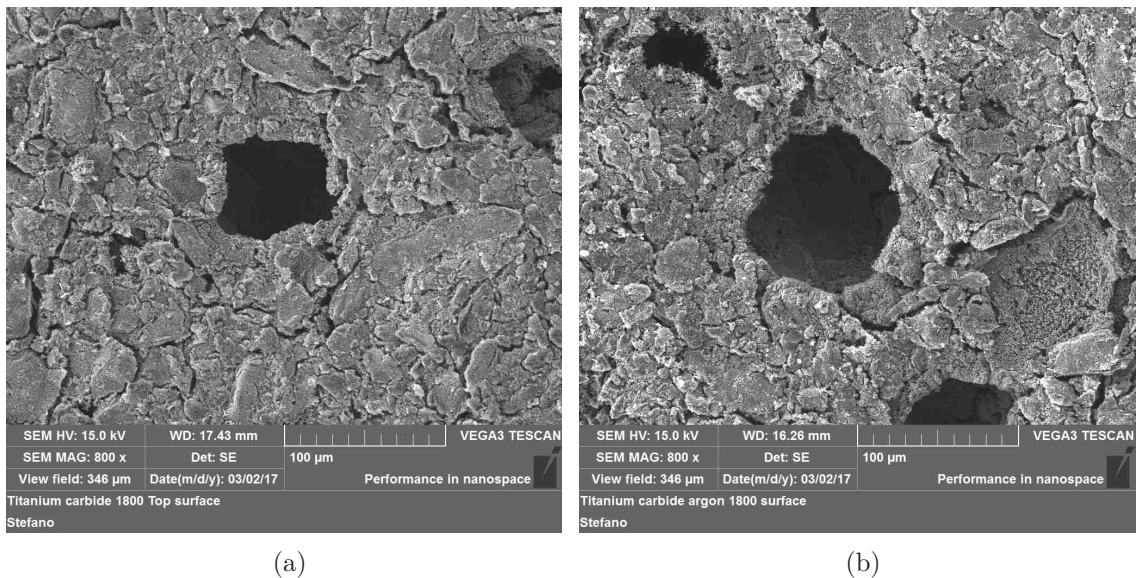


Figura 4.11: Confronto tra le superfici dei campioni conservati in aria, a sinistra, e in argon a destra (800x).

### 4.3.2 Proprietà fisiche e trattamento termico

Sono stati prodotti quattro campioni nominati da 008 a 011 con le seguenti caratteristiche:

Tabella 4.2: Caratteristiche del verde pressato.

Verde pressato						
Campione	Massa [g]	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [ $cm^3$ ]	Densità [ $g/cm^3$ ]	Porosità tot
008	0,502	13,09	1,74	0,1346	3,730	24,34%
009	0,501	13,10	1,75	0,1348	3,717	24,60%
010	0,500	13,09	1,75	0,1346	3,715	24,64%
011	0,501	13,05	1,76	0,1338	3,746	24,02%

I campioni così ottenuti sono stati sottoposti al trattamento termico riportato in Figura 4.12.

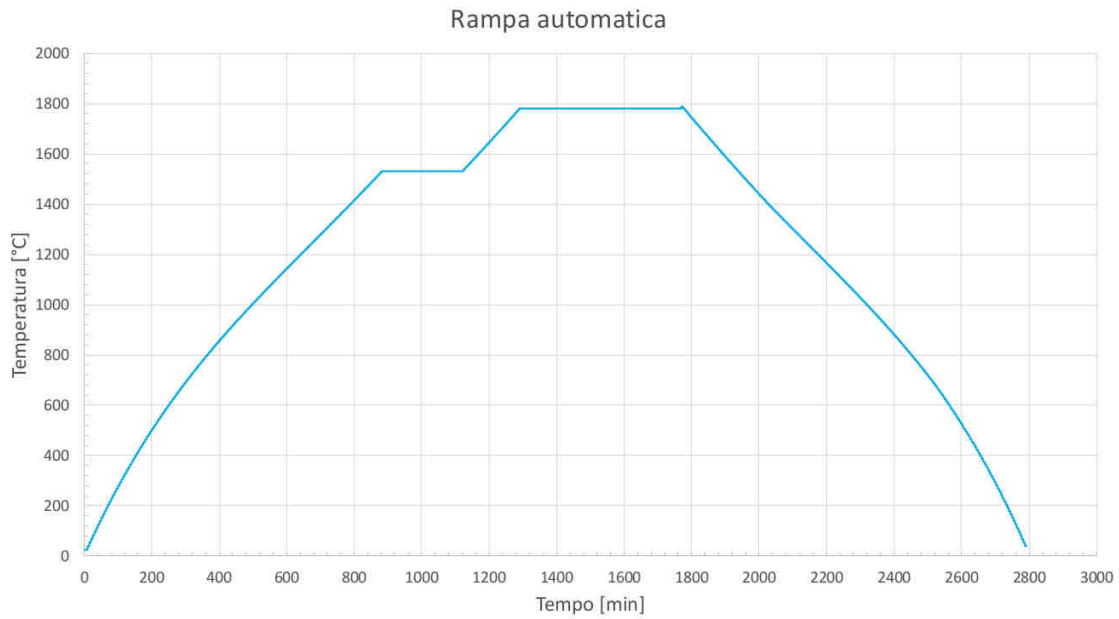
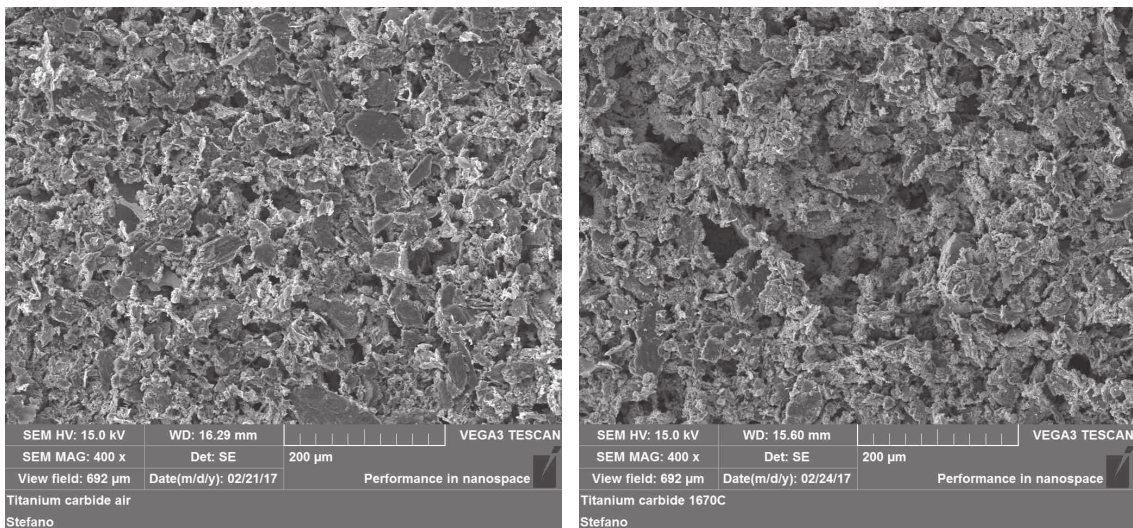


Figura 4.12: Ciclo di sinterizzazione eseguito sui campioni 008-011.

La temperatura di sinterizzazione di circa 1800 [°C] è stata scelta dopo la produzione e l'osservazione al microscopio elettronico di campioni sottoposti ad una temperatura massima di 1670 [°C] e 1540 [°C]; i risultati ottenuti sono riportati in Figura 4.13. Con una temperatura di sinterizzazione di 1540 °C sulla superficie rimane una grande quantità di grafite residua e una scarsa compattazione della struttura, passando a 1670 °C la grafite diminuisce di molto ma la struttura è sempre molto aperta. Al termine del trattamento termico i campioni sono stati nuovamente misurati ottenendo i risultati riportati in Tabella 4.3.



(a)

(b)

Figura 4.13: Struttura della superficie di campioni in TiC sinterizzati a 1540 [°C] (4.13a) e 1670 [°C] (4.13b).

Come si può osservare dalla Tabella 4.3, la perdita in peso reale è leggermente inferiore

Tabella 4.3: Caratteristiche del sinterizzato.

Sinterizzato											
Campione	Massa [g]	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [ $cm^3$ ]	Densità [ $g/cm^3$ ]	Porosità tot	Shrink Ø	Shrink sp.	Vi/Vf	Mpersa [g]	Mpersa %
008	0,307	12,26	2,04	0,1181	2,601	19,87%	0,0634	1,1724	0,8772	0,195	0,3884
009	0,307	12,27	2,00	0,1182	2,596	20,00%	0,0634	1,1429	0,8773	0,194	0,3872
010	0,306	12,25	2,00	0,1179	2,596	20,00%	0,0642	1,1429	0,8758	0,194	0,3880
011	0,306	12,23	2,02	0,1175	2,605	19,73%	0,0628	1,1477	0,8783	0,195	0,3892

alla perdita in peso teorica. Per quanto riguarda la porosità, si ottiene un valore che per i parametri classici dei target SPES è mediamente più basso ma comunque accettabile. Durante il ciclo termico, tramite lo spettrometro di massa sono stati analizzati i gas rilasciati. Per ridurre la dimensione complessiva del file dei risultati è stata svolta un'analisi andando a verificare la presenza dei soli elementi che si prevedano possano essere rilasciati dal materiale (Tabella 4.4)

Tabella 4.4: Masse atomiche analizzate.

Massa Atomica	Composto
2	Idrogeno
12	Carbonio
14	Azoto (N)
16	Ossigeno (O)
18	Acqua
28	Monossido di carbonio (CO) o azoto ( $N_2$ )
32	Ossigeno ( $O_2$ )

L'analisi ha portato al risultato mostrato in Figura 4.14. Di pari passo alla analisi con lo spettrometro, sono stati raccolti i grafici relativi all'andamento della pressione nella camera. Come risulta facilmente prevedibile, i picchi di pressione sono in corrispondenza delle temperature alle quali vi è rilascio di gas (Figura 4.15).

Dal grafico in Figura 4.14, sostanzialmente si deduce come le temperature che provocano il rilascio di gas siano in particolar modo due: 400 e 1300 [°C]. A 400 [°C] viene rilasciata una discreta quantità di acqua e in modo minore ossigeno e CO. La temperatura, unitamente alle specie rilasciate, identificano il tutto come la decomposizione della resina fenolica utilizzata come legante durante la fase di preparazione dei campioni. Tra 1200 e 1400 [°C], vi è un grande rilascio di monossido di carbonio ad indicare senza ombra di dubbio la reazione di carburizzazione. Contemporaneamente c'è rilascio di tutti gli altri composti in quantità decisamente inferiore rispetto al CO. La presenza contemporanea di gas con massa atomica 12 e 16 (carbonio e ossigeno) sta ad indicare che una parte del monossido di carbonio all'interno dello strumento di misura si è dissociato durante la formazione del plasma grazie alle particolari condizioni di lavoro del forno (alto vuoto in particolare). Confrontando il grafico Temperatura-Pressione e Temperatura-Ion Current si vede chiaramente che il rilascio di gas termina ad una temperatura di circa 1500 [°C], tuttavia a

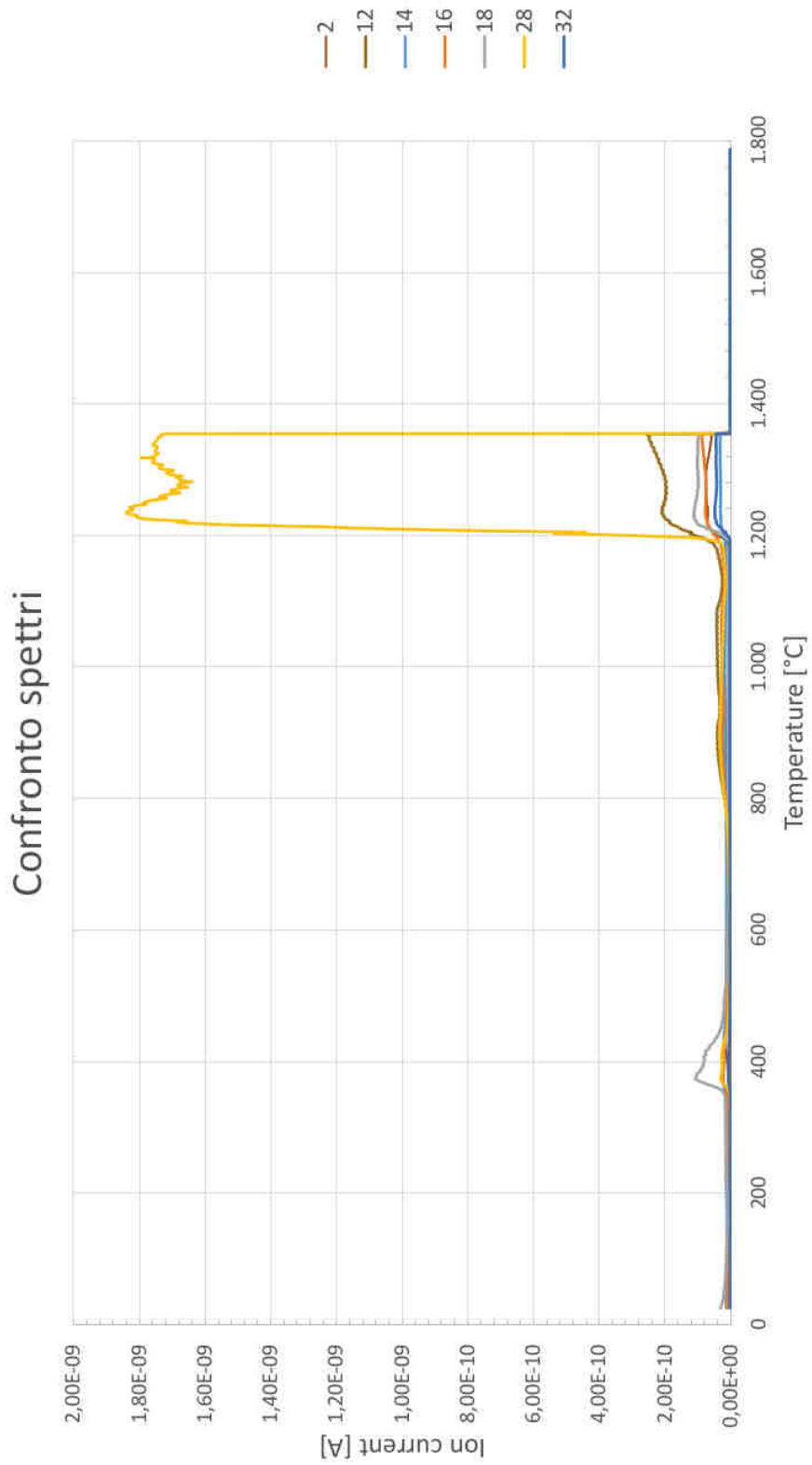


Figura 4.14: Spettri per le specie di interesse.

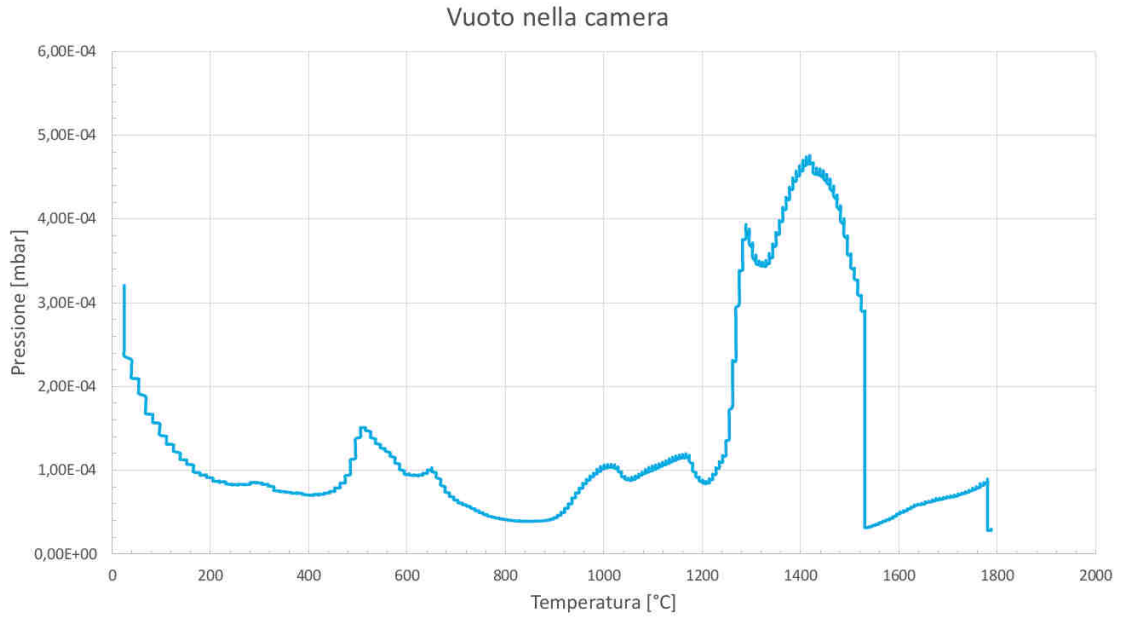


Figura 4.15: Livello di vuoto nella camera in funzione della temperatura.

causa di un errore interno allo spettrometro e la caratterizzazione dei gas rilasciati cessa prima di aver raggiunto i 1400 [°C].

### 4.3.3 Microscopia elettronica ed EDS

Il campione da 13 [mm] è stato spezzato in modo da poter indagare la struttura superficiale e la superficie di frattura. Il campione è stato montato sul sistema di supporto all'interno del SEM come mostrato in Figura 4.16.

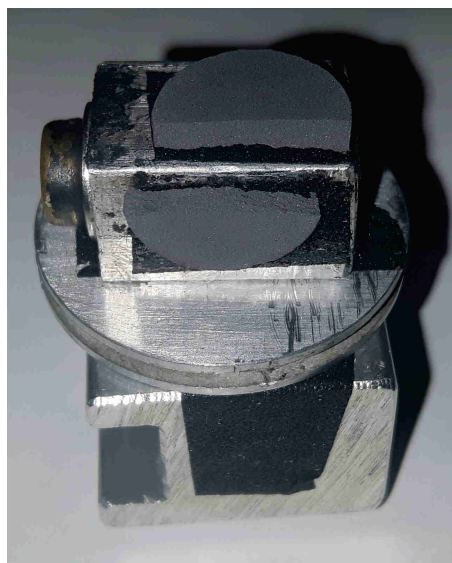


Figura 4.16: Campione spezzato e montato sull'apposito supporto con scotch conduttivo.

## Superficie esterna

Guardando la superficie a 100x, si nota subito la presenza di porosità circolari di circa 50  $\mu\text{m}$  di diametro e di un numero limitato di porosità aventi dimensione maggiore (circa 250  $\mu\text{m}$  di diametro). Aumentando gli ingrandimenti fino a 1600x, e in sequenza fino a 3200x, si rileva una struttura granulare molto fine che ricopre le zone adiacenti i pori e la loro superficie interna. Con un'analisi EDS sull'area riportata in rosso in Figura 4.18, si è identificata la fase come carburo di titanio. Spostando l'attenzione sulla superficie del campione lontano dalle porosità, si sono trovate ed identificate tramite EDS, due fasi principali: la matrice di TiC e, evidenziato in rosso in Figura 4.20, il carbonio residuo come previsto dalla reazione chimica. Lo spettro EDS ottenuto dall'analisi dell'area indicata in azzurro in Figura 4.20 è del tutto simile a quello ottenuto a bordo porosità.

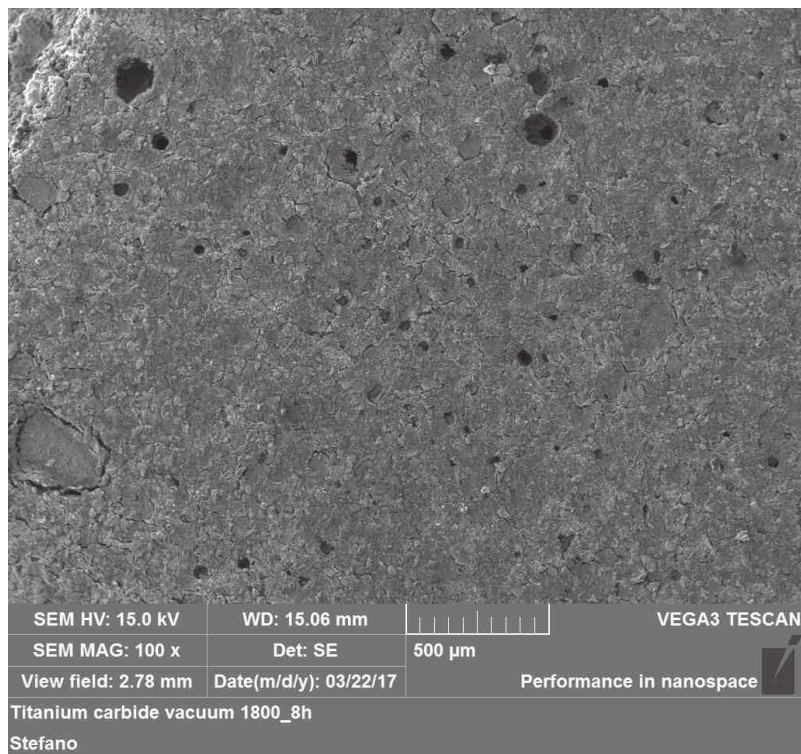


Figura 4.17: Immagine a 100x della superficie.

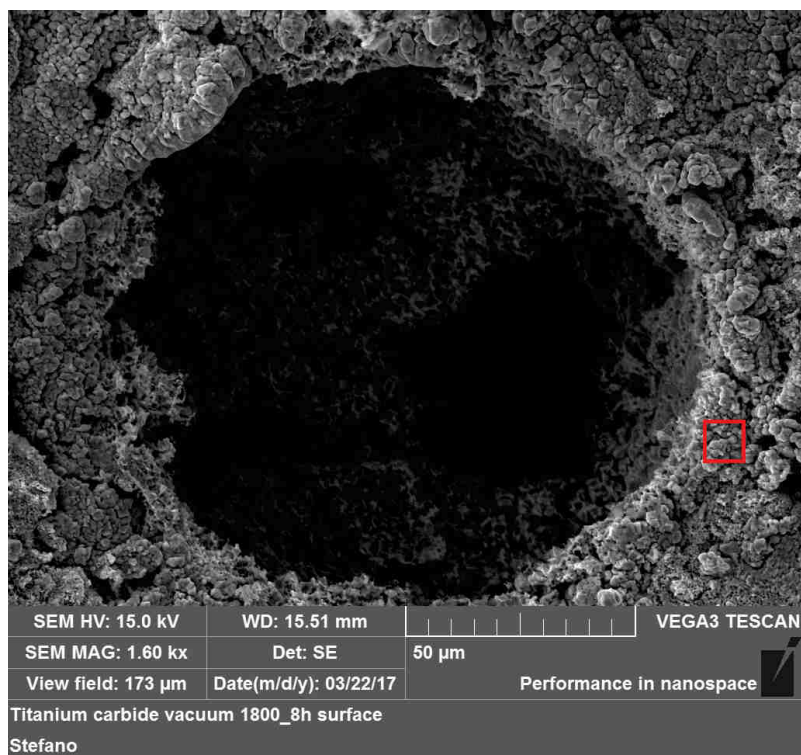


Figura 4.18: Immagine a 1600x della superficie.

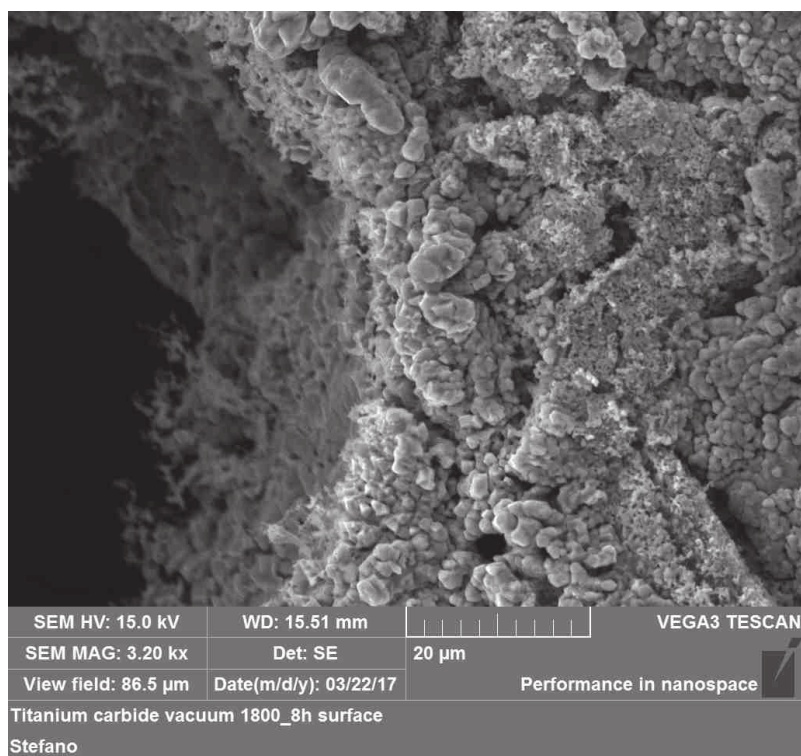


Figura 4.19: Immagine a 3200x della superficie.

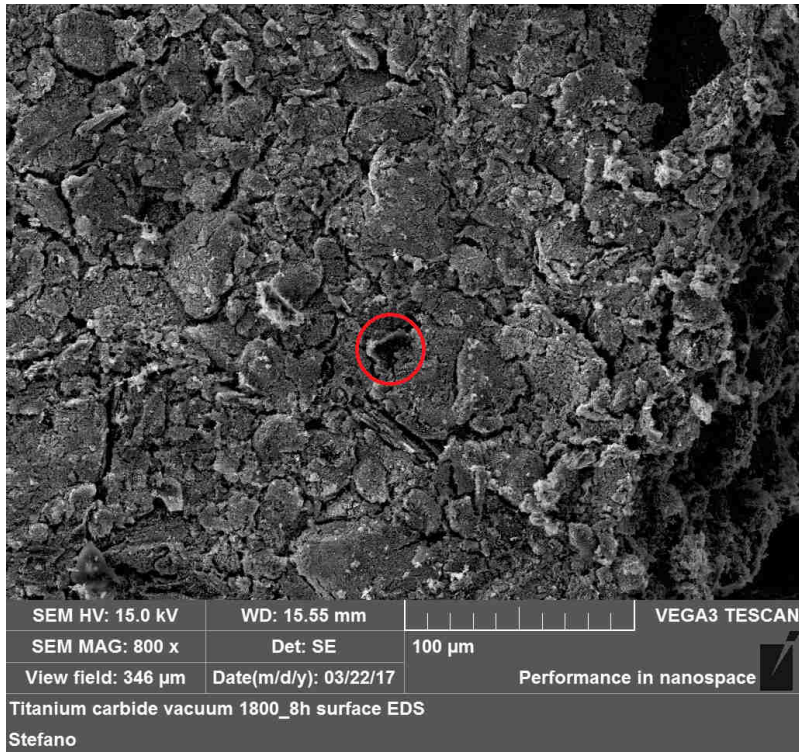


Figura 4.20: Immagine a 800x della superficie con evidenziato in rosso il carbonio residuo.

Di seguito si riportano gli spettri delle analisi EDS trovati nelle aree riportate nelle figure precedenti. In ascissa si riportano le energie dei raggi X rilevati in [keV], mentre in ordinata i conteggi normalizzati sui conteggi massimi.

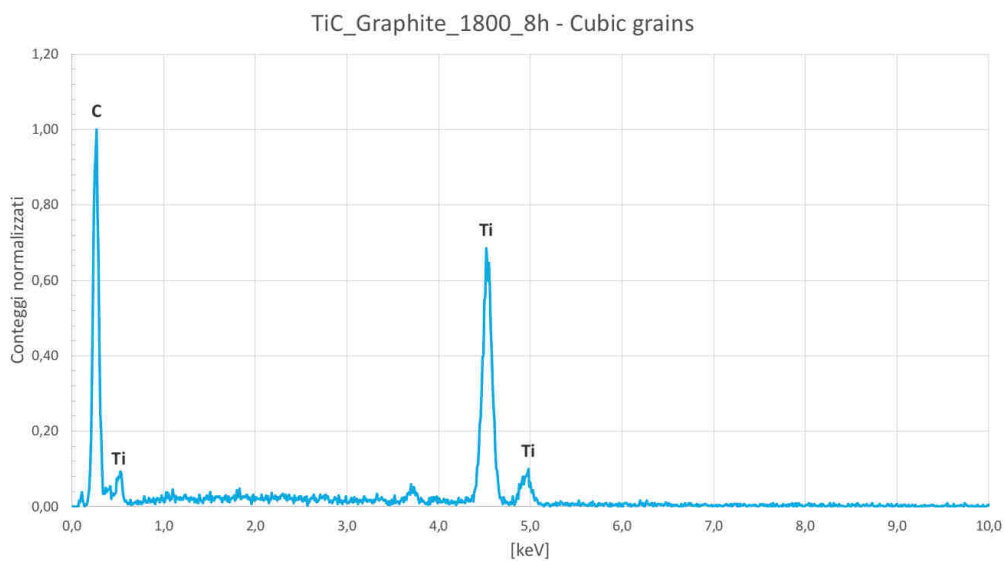


Figura 4.21: Analisi EDS relativa alla Figura 4.18.

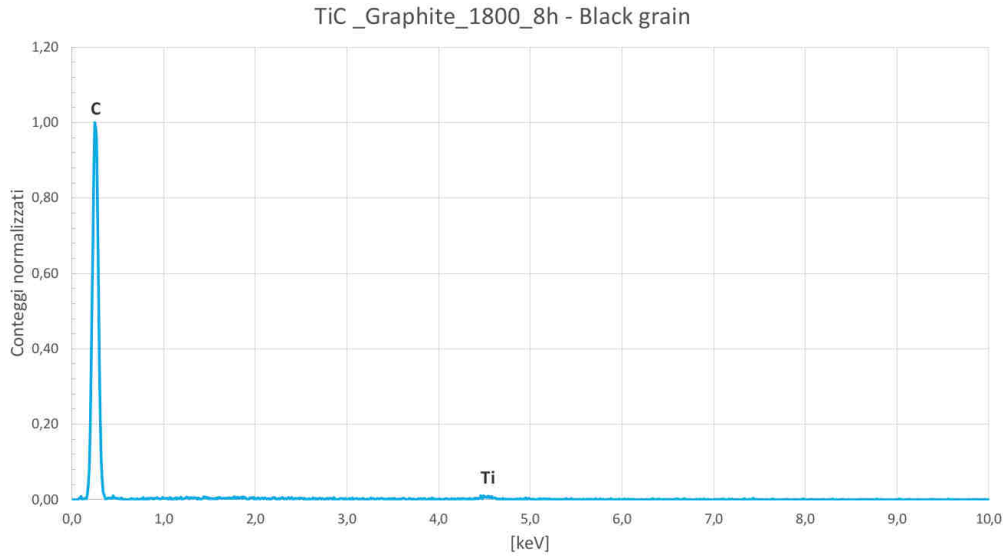
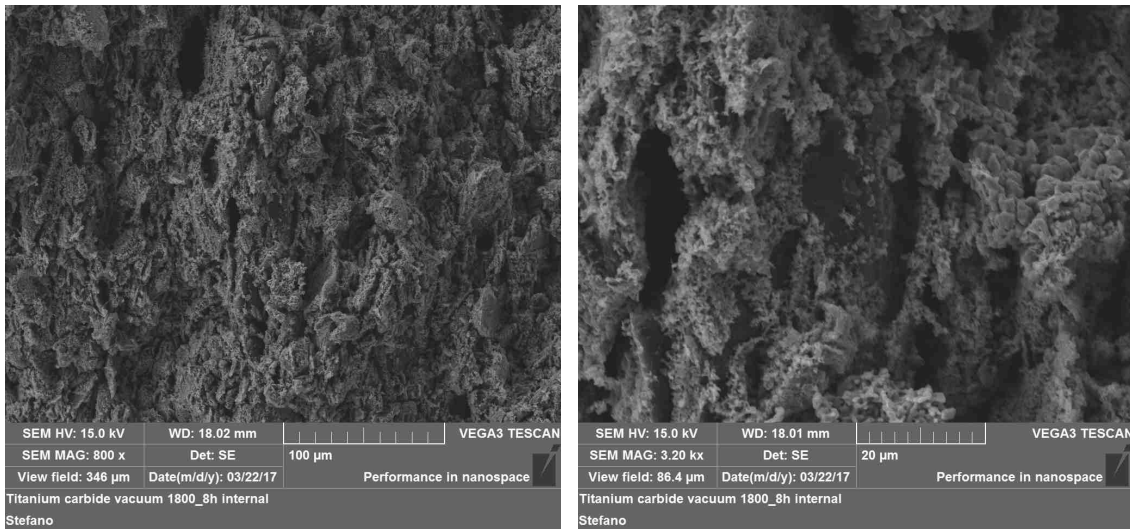


Figura 4.22: Analisi EDS relativa alla Figura 4.20.

### Superficie di frattura

Osservando la superficie interna a 800 ingrandimenti si riesce già ad apprezzare la presenza di due fasi distinte cioè la matrice di carburo di titanio (colore chiaro) e in essa dispersi delle lamelle di grafite di colore più scuro. Rispetto a quanto visto in superficie, è molto evidente la struttura porosa del materiale e la configurazione e la distribuzione delle fasi così come previsto dalla reazione chimica.



(a)

(b)

Figura 4.23: Superficie di frattura del campione a 800 e 3200 ingrandimenti.

### 4.3.4 XRD

L'analisi XRD è stata eseguita sulle polveri di due campioni da 13 [mm] per avere materiale sufficiente ad ottenere risultati affidabili (circa 1 [g]). Lo spettro riportato in Figura 4.24

mostra chiaramente la presenza di sole due fasi cioè grafite residua (C) e carburo di titanio (TiC). Non sono state trovate altre fasi diverse da quelle previste dalla reazione chimica.

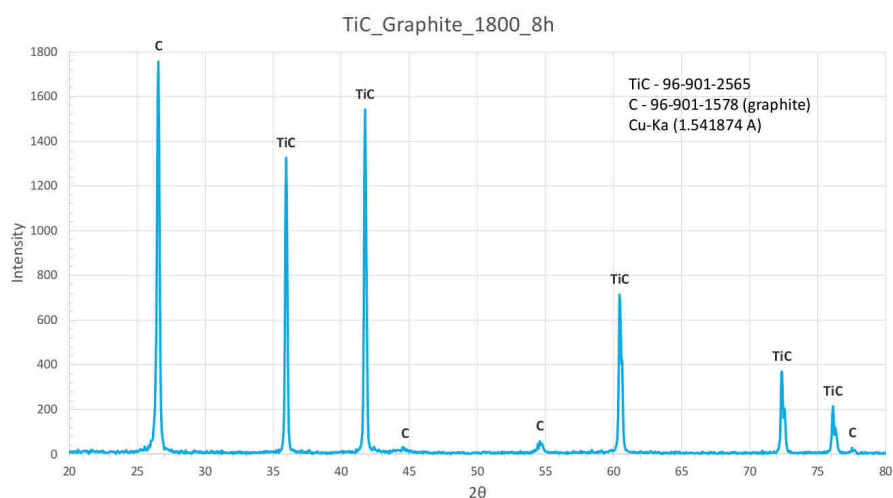


Figura 4.24: Spettro XRD per i campioni prodotti con grafite.

#### 4.3.5 Analisi di fisisorbimento

L'analisi di fisisorbimento è stata eseguita su due campioni da 13 [mm] rotti in pezzi di medie dimensioni a seguito di una prova svolta con un campione soltanto che ha portato a risultati palesemente errati. Le curve di adsorbimento (*adsorption*) e desorbimento (*desorption*) sono riportate in Figura 4.25. L'assenza di uno scalino iniziale, cioè di un rapido assorbimento di gas con piccole variazioni di pressione relativa, indica che la quantità di micropori è molto limitata o nulla. Per un intervallo di pressione relativa tra 0.55 e 1 si verifica un fenomeno di isteresi tra le due curve, questo sta a significare la presenza di mesopori sottili e allungati. L'assenza di saturazione indica la presenza di macropori in quantità significativa.<sup>1</sup> La mancata coincidenza delle due curve per pressione relativa minore di 0,5, è dovuta ad un errore causato dall'utilizzo di una quantità di materiale leggermente troppo bassa.

<sup>1</sup>Classificazione dei pori secondo la notazione IUPAC: micropori (< 2 [nm]), mesopori (tra 2 e 50 [nm]), macropori (> 50 [nm]).

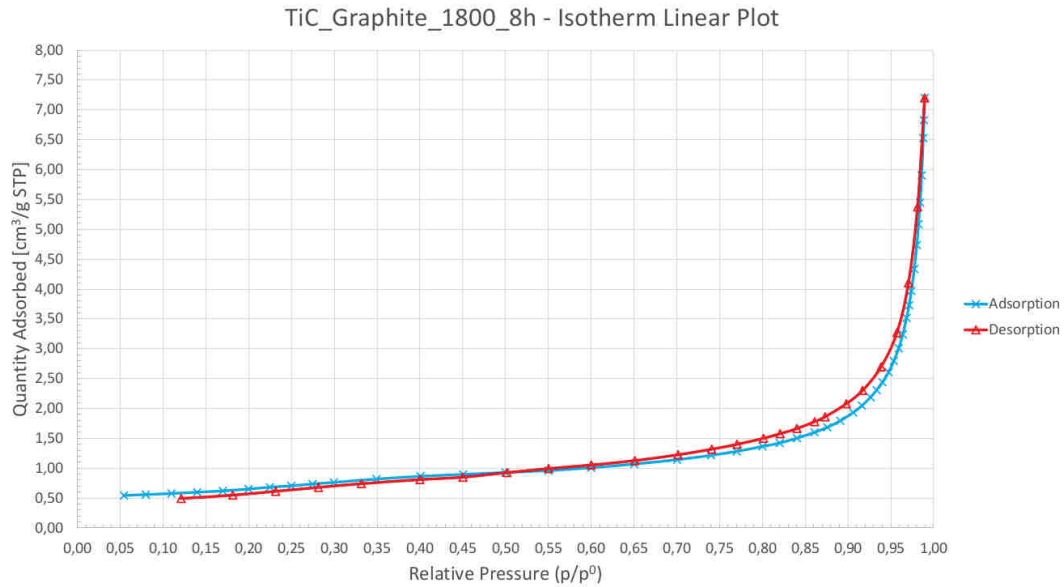


Figura 4.25: *Isotherm Linear Plot* per i campioni prodotti con grafite.

Dal grafico rappresentante la distribuzione dimensionale dei pori (Figura 4.26), non si riscontrano particolari dimensioni preferenziali su altre.

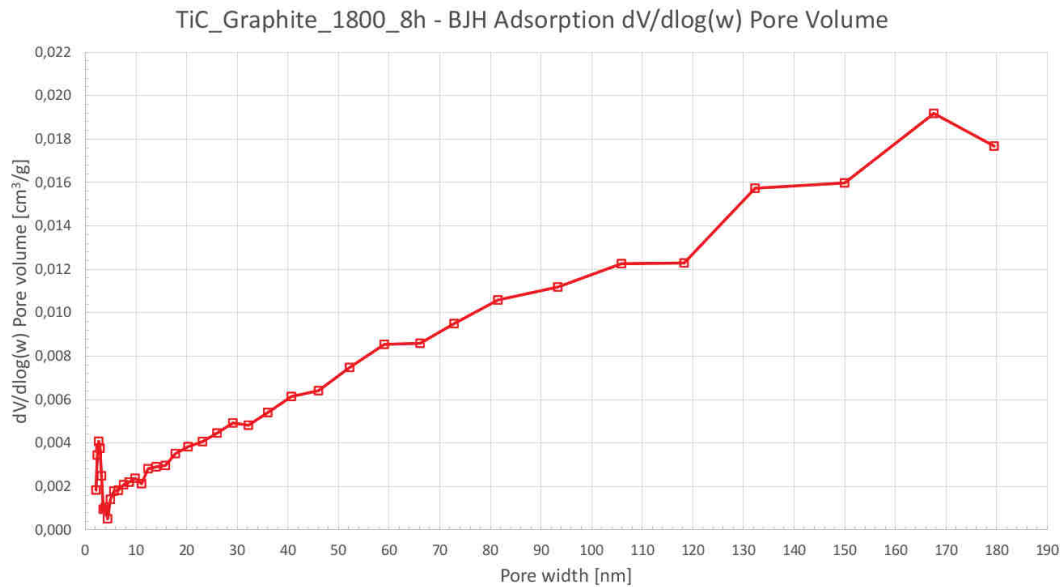


Figura 4.26: Distribuzione dimensionale dei pori per i campioni prodotti con grafite.

La *BET Surface Area* è risultata pari a  $1,8866 [m^2/g]$ , valore simile (di poco inferiore) rispetto allo standard per i target del Progetto SPES ( $2-3 [m^2/g]$ ).

#### 4.4 Carburo di titanio da polveri di carbonio mesoporoso

Rispettando la reazione chimica 4.1, sono stati prodotti 5 [g] di polveri teoricamente sufficienti alla produzione dei campioni necessari a caratterizzare il materiale. Come nel caso

precedente la quantità di resina in soluzione acetone aggiunta è stata pari 10 gocce ogni grammo di miscela di polveri di partenza.

Durante la produzione dei campioni sono state riscontrate numerose problematiche. L'intenzione era quella di produrre quattro campioni da 13 [mm] di diametro e una massa di 500 [mg] applicando un carico di 10 [ton] (limite massimo dello stampo), pari a 740 [MPa], per una permanenza di 1 [h]. Nonostante la grande quantità di resina impiegata, i campioni prodotti si sono rotti durante l'estrazione dallo stampo. Il problema è stato affrontato cercando delle configurazioni alternative, di seguito riportate, per la fase di pressatura delle polveri:

- riduzione della massa di polveri a 300 [mg], per ridurre i gradienti di pressione all'interno dello spessore del campione;
- riscaldamento dello stampo fino a 150 [°C] in stufa per circa 1 [h] e pressatura posizionando una fascia riscaldante intorno allo stampo;
- produzione di un campione da 30 [mm] e 2 [g] con stampo preriscaldato e fascia riscaldante, utilizzando un carico di 55 [ton] (85 [MPa], pressa industriale).

Con stampo da 13 [mm]:

- 300 [mg] (due tentativi): coesione del verde pressato migliore rispetto ai campioni precedenti ma ancora insufficiente per estrarre il campione intatto dallo stampo;
- 300 [mg] e pressatura a caldo (due tentativi): stampo troppo piccolo per la fascia riscaldante a disposizione e quindi scarsa efficienza del processo; rottura del campione durante il trasferimento al contenitore;

Con stampo da 30 [mm]:

- 2 [g] e pressatura a caldo con pressa idraulica: la pressa idraulica scarica in modo istantaneo, il secondo campione è stato estratto intatto dallo stampo risultando tuttavia ancora molto fragile.

Data l'elevata fragilità dei campioni, non è stato possibile pesare e misurare le dimensioni dei campioni per ottenere la perdita in peso reale, il ritiro, la porosità, ecc.

Durante l'esecuzione del trattamento termico riportato in Figura 4.12, i campioni si sono deteriorati ulteriormente come ben visibile in Figura 4.27.

#### 4.4.1 Microscopia elettronica ed EDS

L'analisi dei campioni al SEM ha portato ai seguenti risultati

La superficie dei campioni è molto compatta e omogenea ma presenta una significativa quantità di fratture di grandi dimensioni che ne causano l'estrema fragilità (Figura 4.28). Le analisi EDS effettuate hanno messo in luce la presenza di solo carburo di titanio come riportato nello spettro in Figura 4.29.

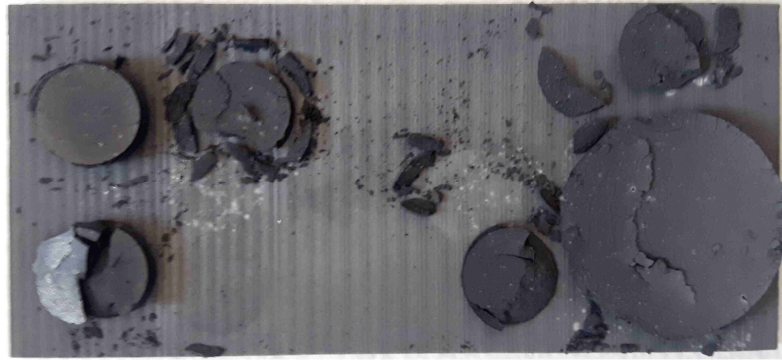
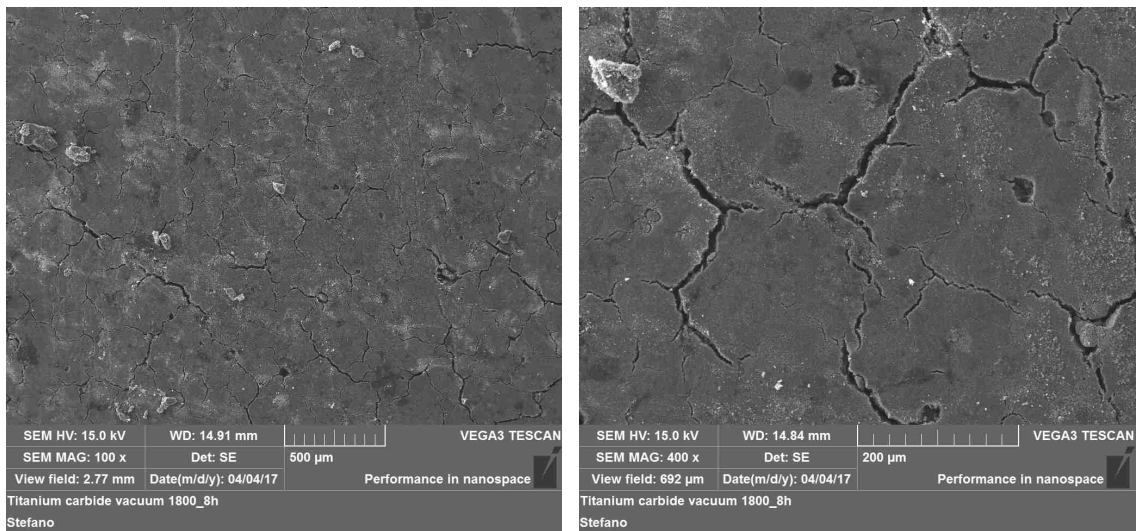


Figura 4.27: Campioni prodotti con carbonio mesoporoso dopo il trattamento termico.



(a)

(b)

Figura 4.28: Superficie del campione a 100 e 400 ingrandimenti.

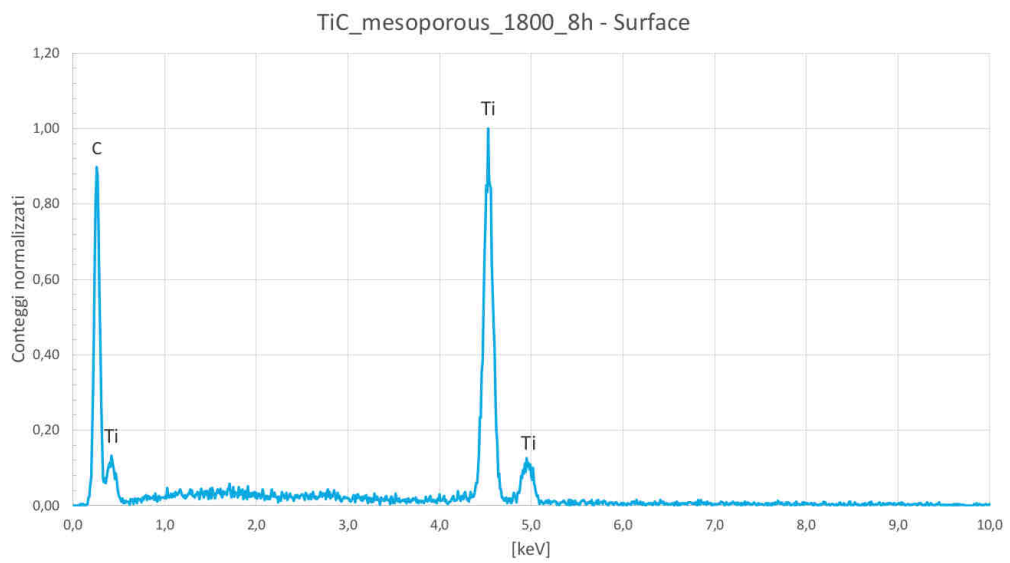


Figura 4.29: Analisi EDS relativa alla Figura 4.28b.

La superficie di frattura è anch'essa molto compatta (Figura 4.30) e eseguendo l'analisi EDS sull'area evidenziata in Figura 4.30b si è individuata il carbonio residuo (Figura 4.31), disperso nella matrice di carburo (spettro EDS in Figura 4.31), così come previsto dalla reazione chimica.

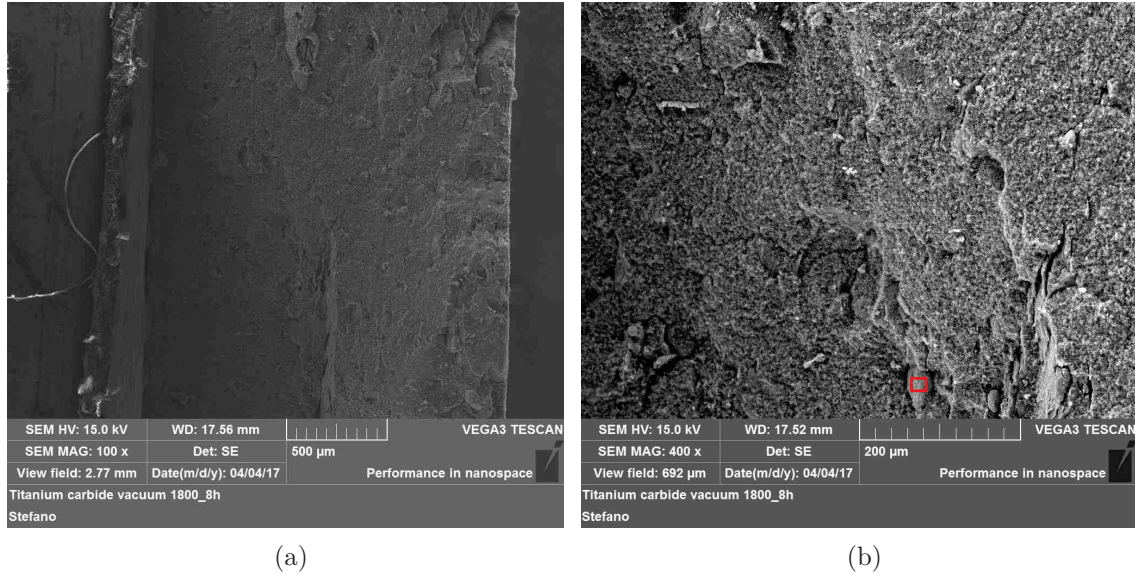


Figura 4.30: Superficie interna del campione a 100 e 400 ingrandimenti.

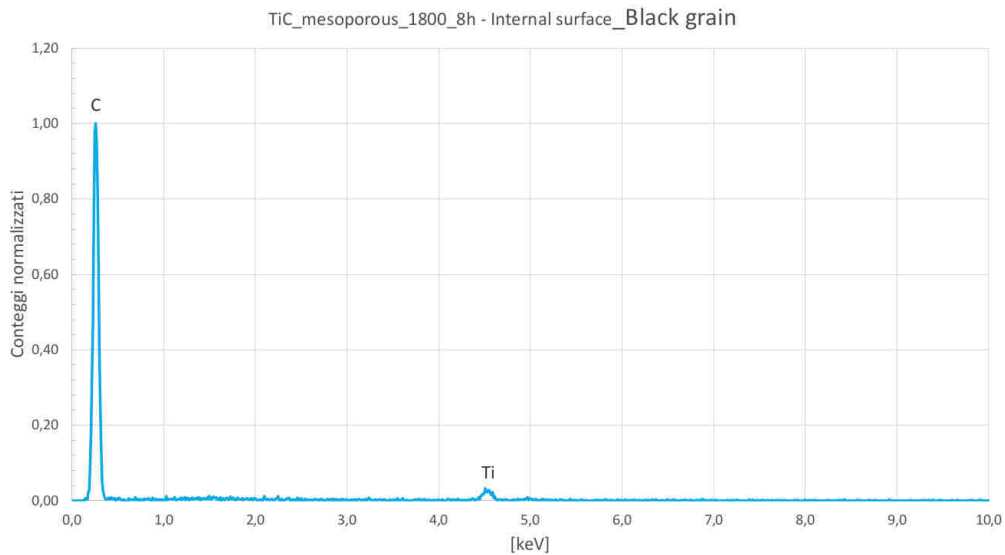


Figura 4.31: Analisi EDS relativa alla Figura 4.30b.

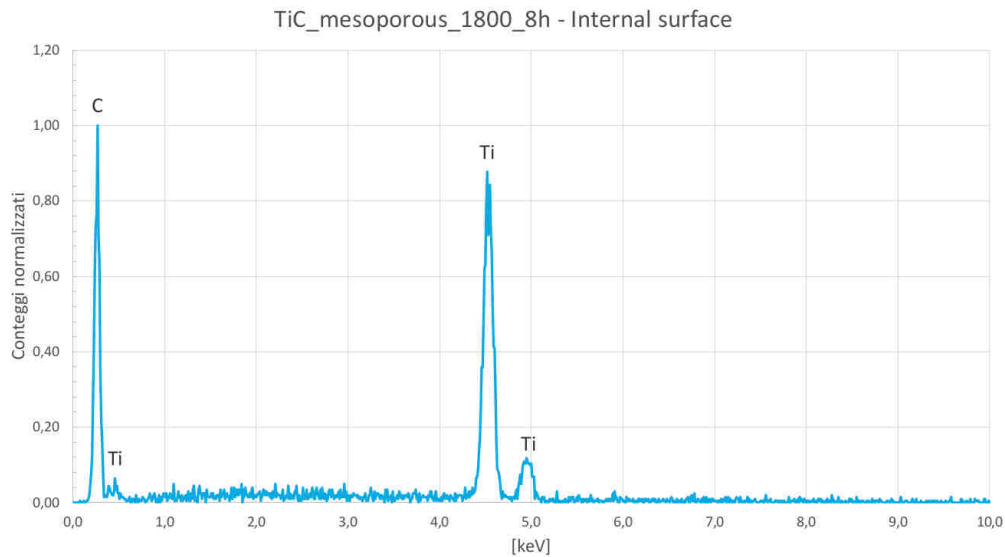


Figura 4.32: Analisi EDS relativa alla Figura 4.30b.

## 4.5 Carburo di titanio da polveri di grafene ossido

Il grafene ossido è un materiale già testato con successo all'interno del Progetto SPES per la produzione di carburi di lantanio e di uranio. In questo lavoro di tesi è stato impiegato come terzo *carbon supplier* a causa dell'elevato costo (circa 100 [€/g]) e quindi della scarsa disponibilità. Per la produzione e caratterizzazione dei primi campioni si è preparata una miscela con 1 [g] di grafene corrispondente ad un intero flacone di polveri. In Tabella 4.5 vengono riportate le quantità di reagenti impiegati per la produzione della miscela.

Tabella 4.5: Miscela di polveri per la produzione dei campioni a partire dal grafene

	Massa [g]
Grafene ossido	1,000
Ossido di titanio	1,326

Come legante sono state aggiunte 25 gocce di resina fenolica in soluzione acetone al 20%. Dopo la macinazione con il mulino, sono stati prodotti quattro campioni (001-004) da 13 [mm] di diametro e 300 [mg] di miscela pressando a freddo con un carico di 10000 [kg]. Come si può vedere chiaramente in Figura 4.33, i campioni così prodotti presentano un'ottima stabilità motivo per il quale è stato possibile rilevare diametro, spessore e massa senza romperli. I risultati sono riportati in Tabella 4.6.

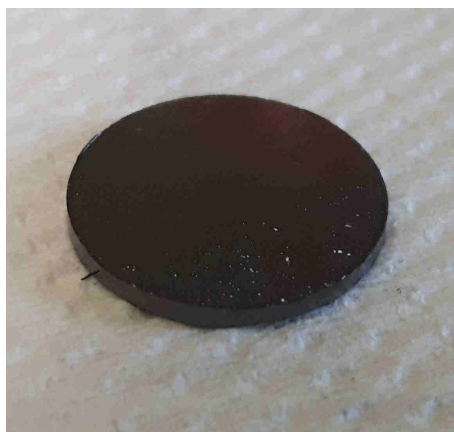


Figura 4.33: Campione da 13 [mm] e 300 [mg] ottenuto dopo la pressatura.

Tabella 4.6: Caratteristiche del verde pressato.

Campione	Massa [g]	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [ $cm^3$ ]	Densità [ $g/cm^3$ ]	Porosità tot
001	0,295	13,05	1,05	0,1338	2,2055	55,26%
002	0,299	13,06	1,05	0,1340	2,2320	54,73%
003	0,300	13,06	1,03	0,1340	2,2395	54,57%
004	0,300	13,05	1,03	0,1338	2,2429	54,51%

#### 4.5.1 Trattamento termico

I campioni così prodotti sono stati sottoposti al trattamento termico riportato in Figura 4.12 durante il quale, tramite lo spettrometro è stato analizzato il rilascio delle specie riportate in Tabella 4.4. Come successo durante il trattamento dei campioni prodotti a partire da grafite, a seguito di un errore, lo spettrometro ha interrotto la misura prima del termine del ciclo e in particolare, ad una temperatura dove si sono osservati i rilasci massimi di gas. Appena è stato possibile, lo strumento è stato riavviato ma il trattamento era ormai terminato e quindi i dati raccolti in questa seconda fase sono stati irrilevanti. L'andamento della pressione in camera è riportato in Figura 4.34, mentre gli spettri misurati in Figura 4.36. Il principale picco di pressione è rilevato a circa 700 [°C], per questa temperatura la scala del grafico in Figura 4.36 non consente di vedere quali siano le specie rilasciate, quindi si è provato a riportare un ulteriore spettro dedicato ad un range di temperatura ridotto. Come si vede dalla Figura 4.35, a causa di un *failure* dello spettrometro per il range di temperatura desiderato non sono disponibili i dati.

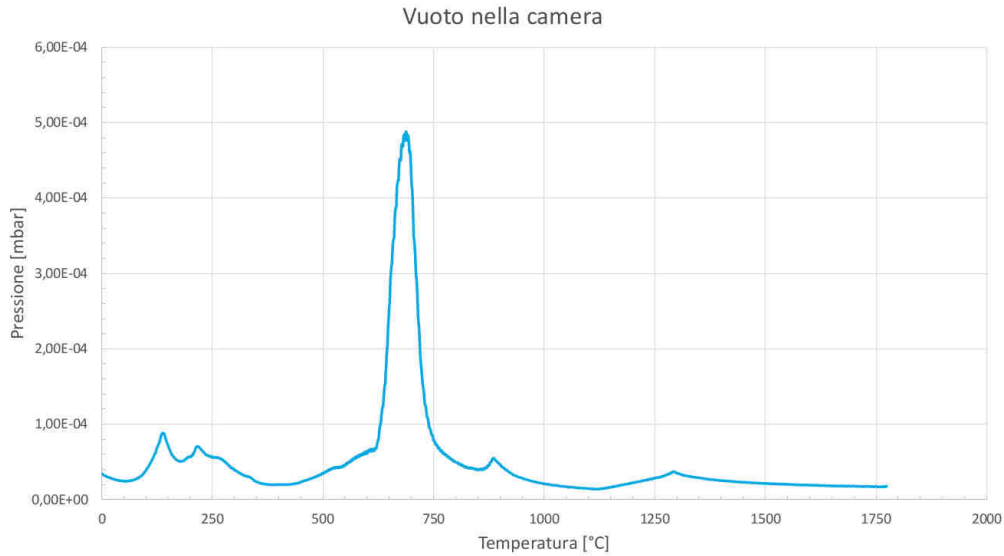


Figura 4.34: Livello di vuoto nella camera in funzione della temperatura.

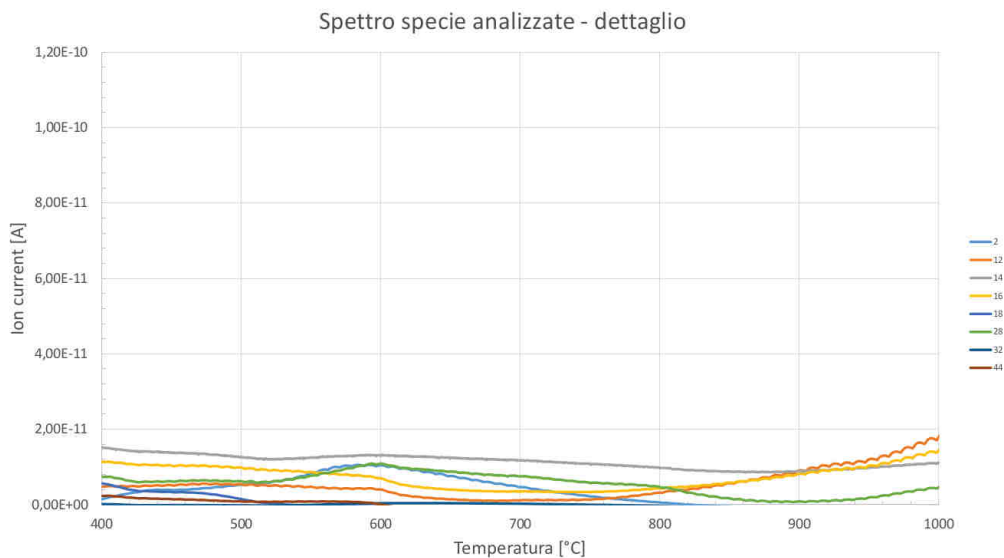


Figura 4.35: Spettri per le specie di interesse nell'intervallo di temperatura compreso tra 400 e 1000 [°C].

Prima dell'interruzione della misura, così come visto per i campioni prodotti a partire dalla grafite, a circa 1200 [°C] inizia la reazione di carburizzazione con grande rilascio di monossido di carbonio (28) e in quantità minore di tutti gli altri composti cercati.

All'estrazione dei campioni dal forno, si è notato un deposito di titanio metallico sul supporto (Figura 4.37b) in grafite cosa già avvenuta durante la sinterizzazione di campioni in TiC prodotti per *additive manufacturing* in un altro lavoro di tesi (zANINI, 2017). In particolare si è notato come i depositi fossero in corrispondenza di porosità anche di grandi dimensioni presenti sulla superficie dei campioni a contatto con la grafite.

Al termine del ciclo termico i campioni sono stati nuovamente misurati e pesati ottenendo i risultati riportati in Tabella 4.7. In linea con quanto visto per la grafite, è possibile

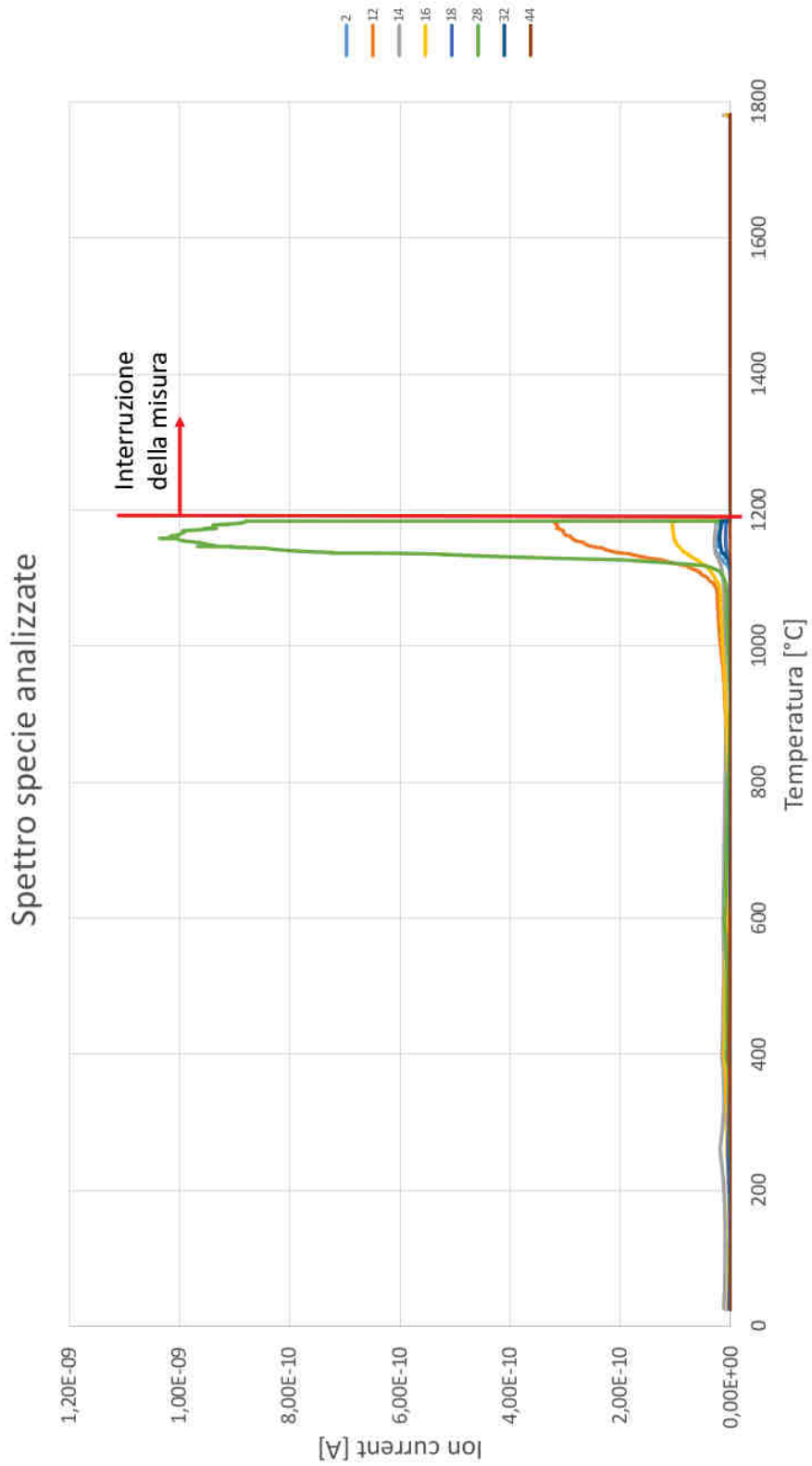


Figura 4.36: Spettri per le specie di interesse.

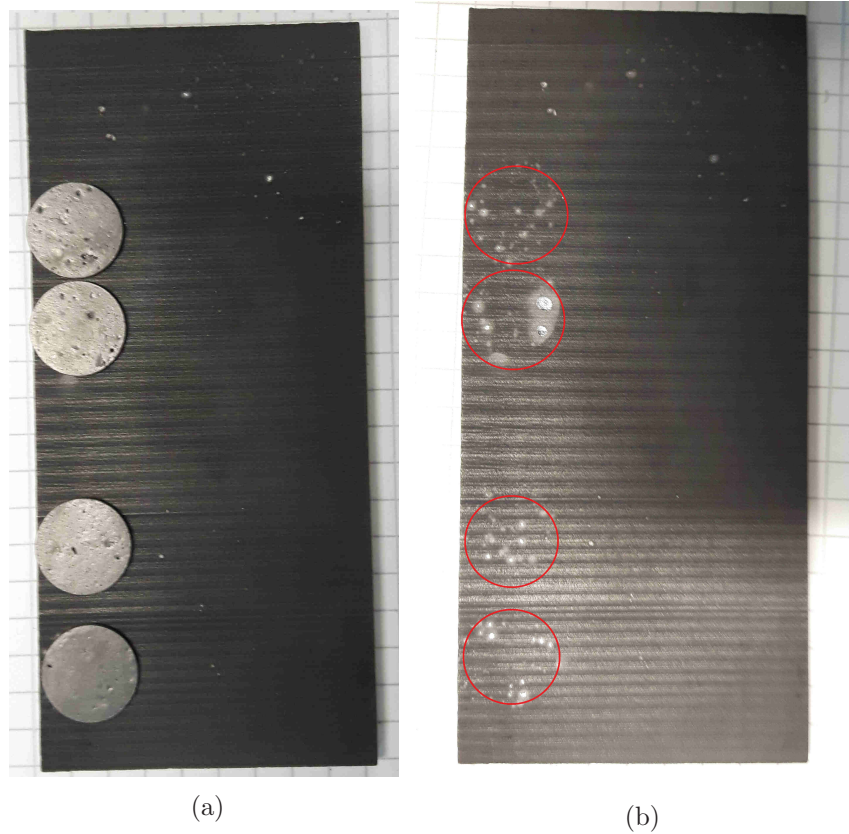


Figura 4.37: Campioni prodotti a partire da grafene ossido appena estratti dal forno.

calcolare la perdita in peso teorica che, vista la differenza tra le densità dei *carbon suppliers*, è leggermente diversa e pari a 40.06%.

Tabella 4.7: Caratteristiche del sinterizzato.

Campione	Massa [g]	Diametro [mm]	Spessore [mm]	Volume [ $cm^3$ ]	Densità [ $g/cm^3$ ]	Porosità tot	Mpersa [g]	%wt persa
001	0,169	12,74	0,99	0,1275	1,3257	58,72%	0,126	42,71%
002	0,171	12,75	1,00	0,1277	1,3393	58,30%	0,128	42,81%
003	0,171	12,74	1,00	0,1275	1,3414	58,24%	0,129	43,00%
004	0,170	12,75	1,00	0,1277	1,3315	58,54%	0,130	43,33%

## 4.5.2 Microscopia elettronica ed EDS

### Superficie esterna

Con un'immagine *wide field* della superficie che era a contatto con la piastrina di grafite durante il trattamento, si notano delle porosità di grandi dimensioni poste in corrispondenza dei depositi di titanio metallico visti precedentemente (evidenziate in rosso in Figura 4.38). Andando ad ingrandire la zona della porosità di dimensione maggiore (Figura 4.39a) si vede chiaramente come tutta la superficie circostante sia rivestita da una patina di materiale cristallino come evidenziato dalla foto presa a 1660x (Figura 4.39b).

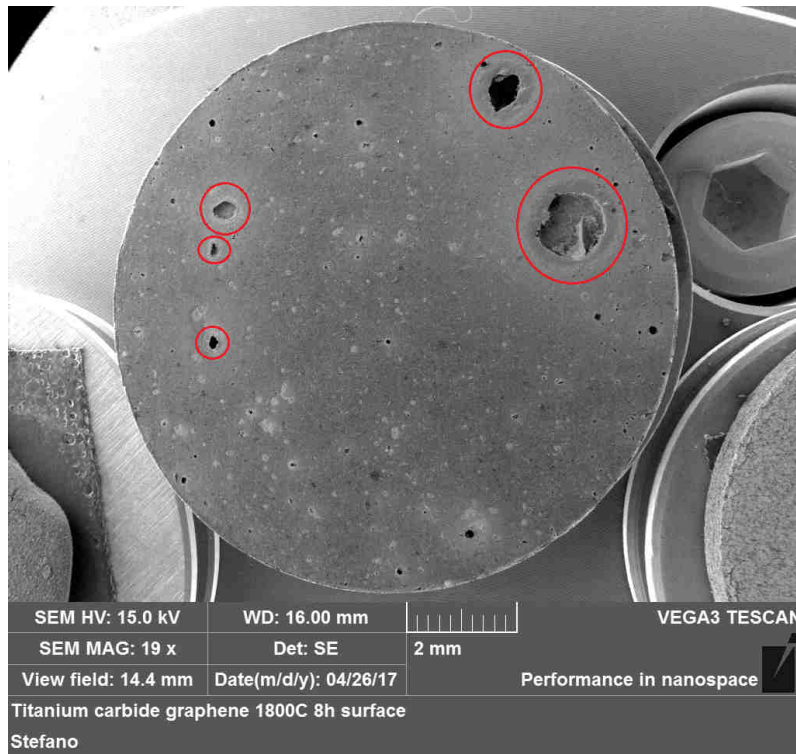
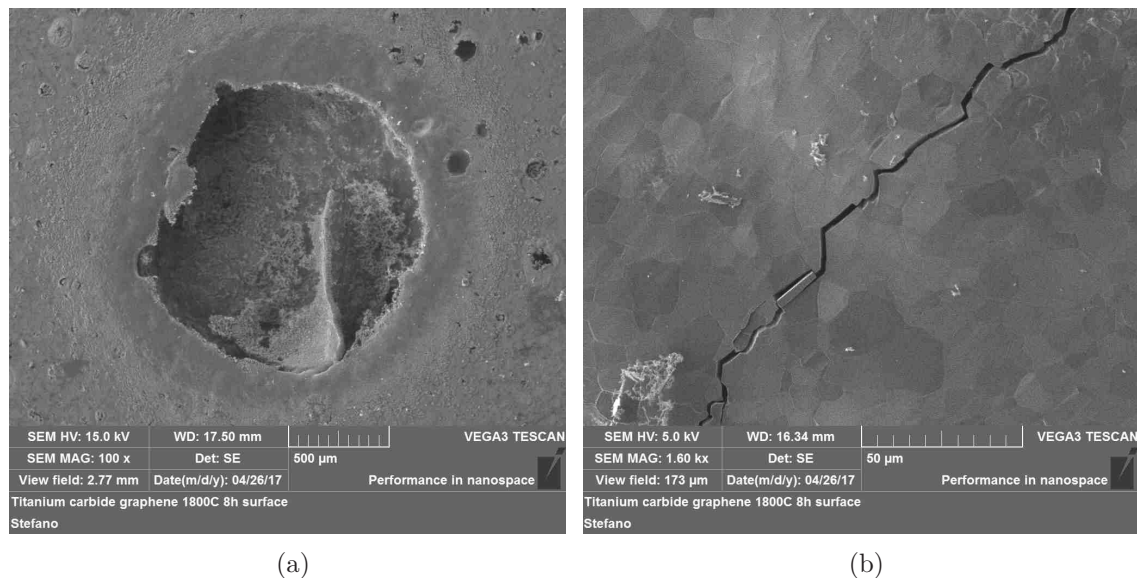


Figura 4.38: Immagine *wide field* della superficie del campione a contatto con il supporto in grafite durante il trattamento termico.



(a)

(b)

Figura 4.39: Dettaglio della superficie circondate una porosità di grande dimensione sulla superficie del campione.

In Figura 4.40 viene riportato lo spettro EDS svolto sull'immagine in Figura 4.39b. Nonostante la struttura in esame sia palesemente cristallina e quindi metallica, lo spettro è inquinato dalla presenza del picco relativo al carbonio. L'ipotesi fatta per spiegare il fenomeno è uno spessore molto limitato di titanio metallico su uno strato sottostante costituito da TiC o carbonio residuo. La stessa struttura cristallina presente sul bordo delle porosità più grandi si osserva anche all'interno delle stesse (Figura 4.41).

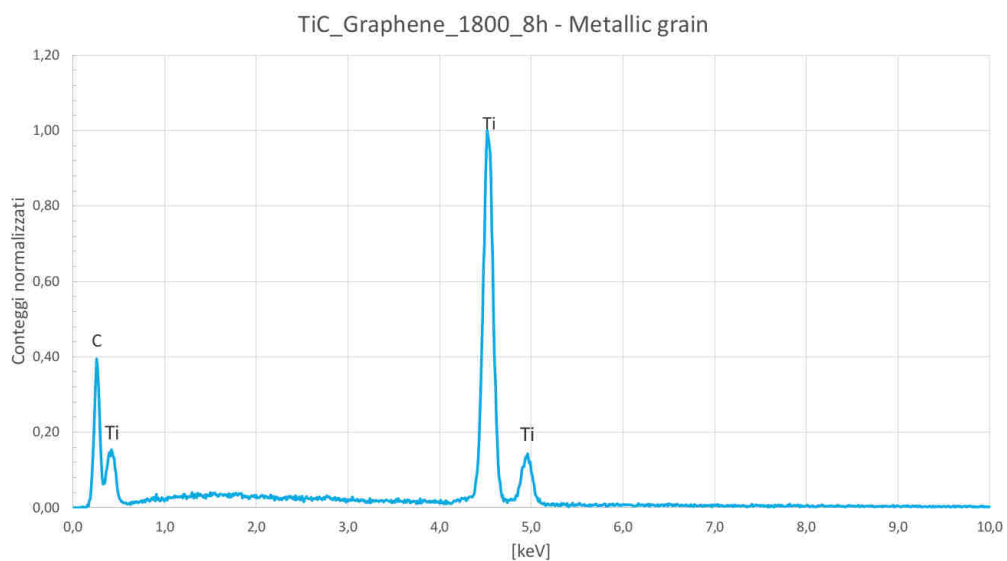


Figura 4.40: Analisi EDS relativa alla Figura 4.39b.

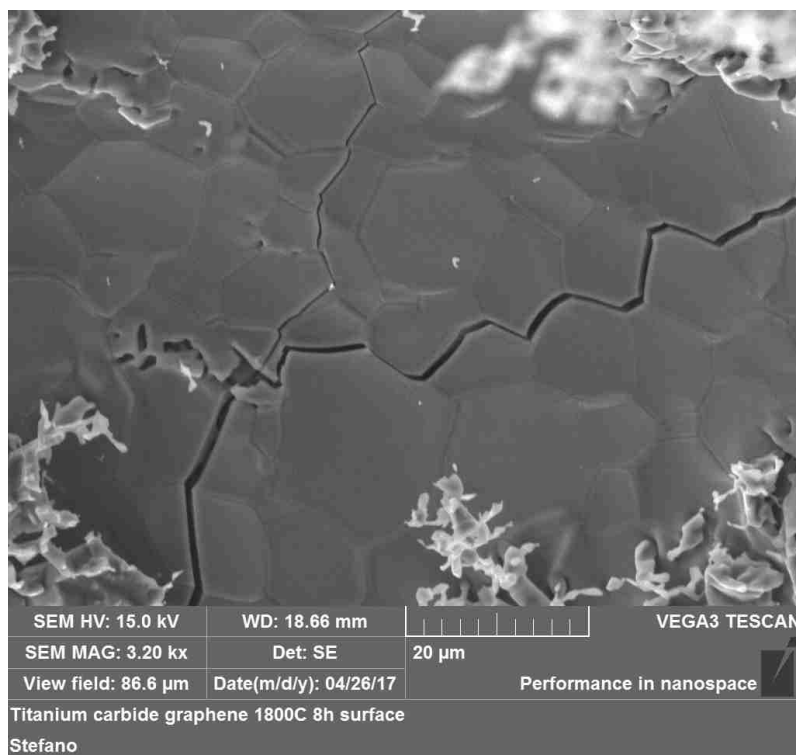


Figura 4.41: Immagine della superficie interna della porosità in Figura 4.39a.

Guardando la superficie a 800x, si vedono chiaramente altre cavità dove al centro c'è una struttura a grani fini di carburo di titanio, come confermato dall'analisi EDS in Figura 4.43, che si protendono verso l'esterno del campione.

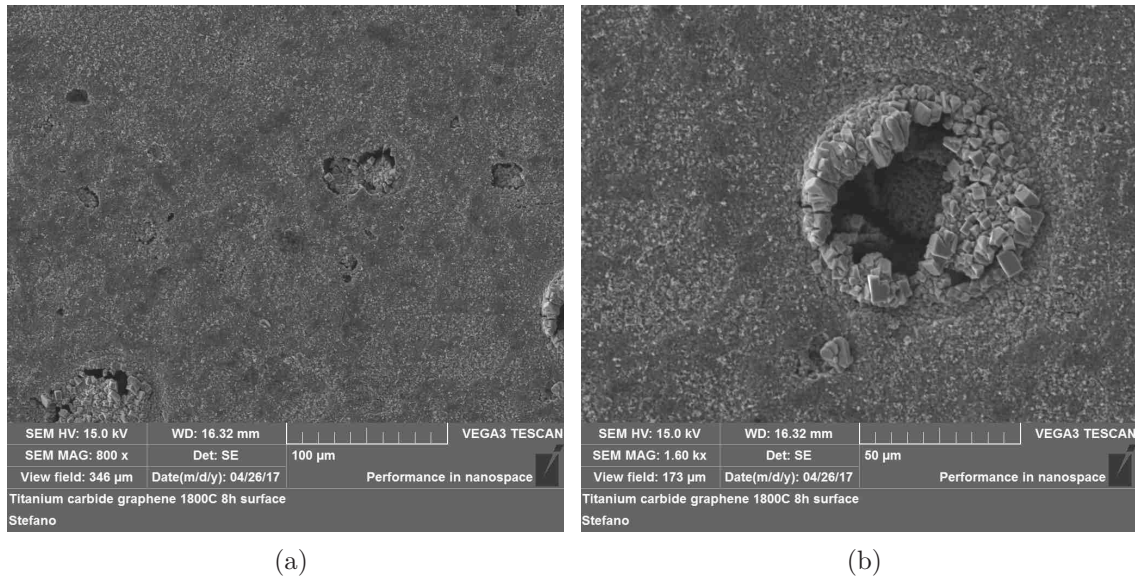


Figura 4.42: Superficie esterna del campione a 800 e 1600 ingrandimenti.

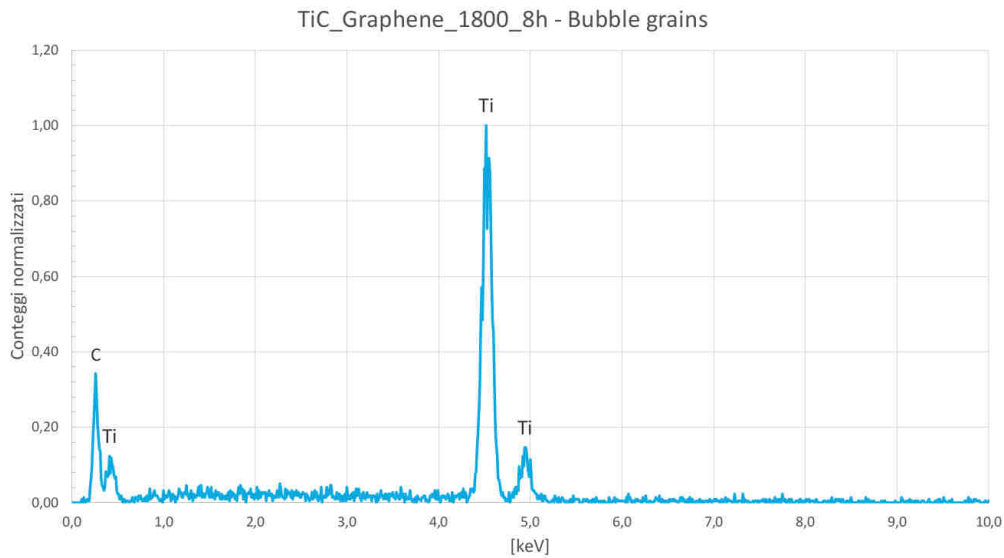


Figura 4.43: Analisi EDS relativa alla Figura 4.42b.

Come ultima analisi sulla superficie esterna del campione, si sono cercate tracce di eventuale carbonio residuo affiorante. Tramite EDS ne è stata dimostrata la presenza sotto forma delle aree più scure in Figura 4.44. L'analisi EDS a conferma delle ipotesi fatte è riportata in Figura 4.45.

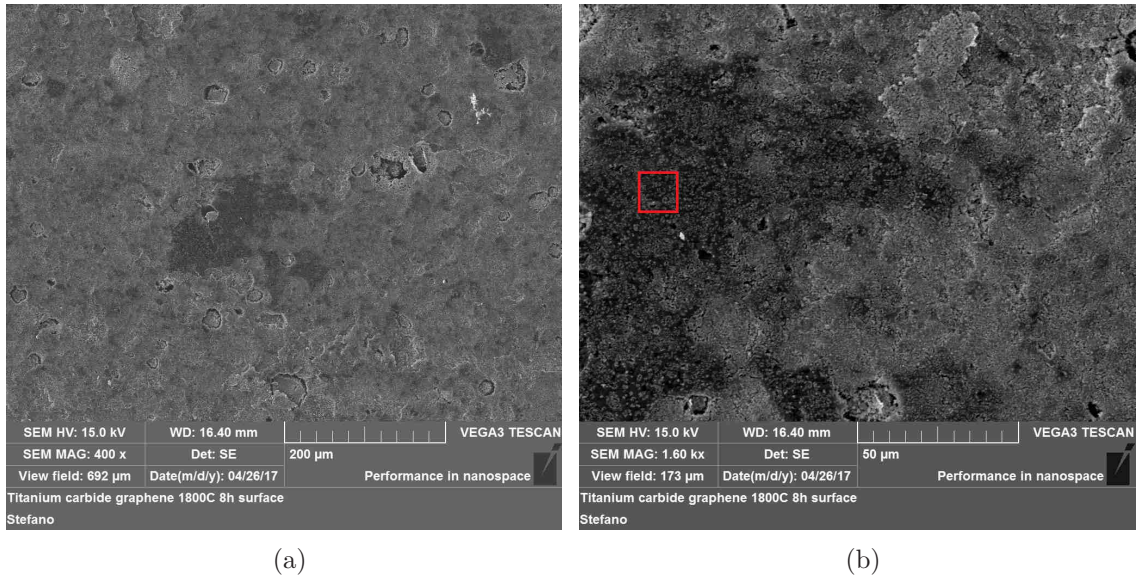


Figura 4.44: Carbonio residuo sulla superficie esterna del campione a 400 e 1600 ingrandimenti.

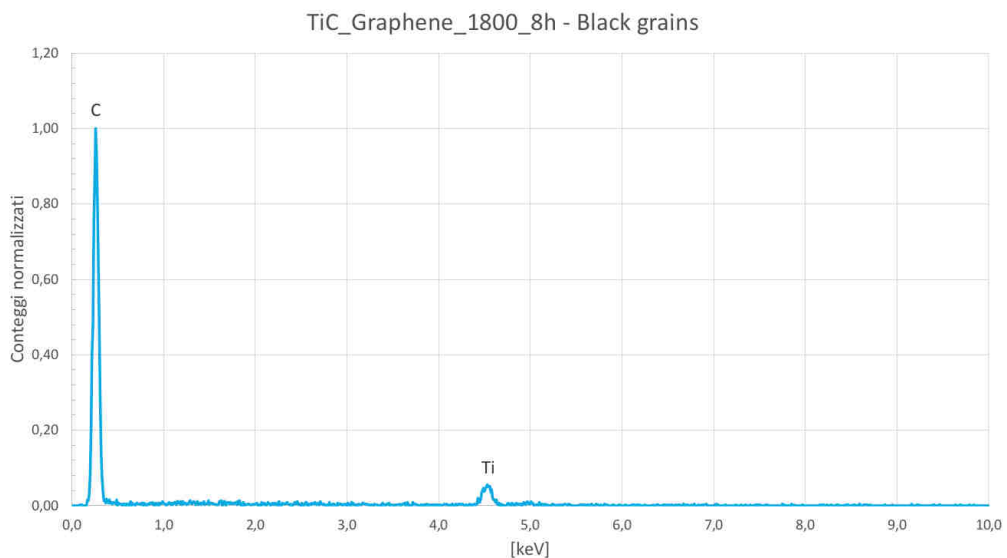


Figura 4.45: Analisi EDS relativa alla Figura 4.44b.

### Superficie di frattura

Analizzando la superficie di frattura si nota una struttura compatta grigio chiaro intervallata da una seconda fase più scura evidenziata in rosso in Figura 4.46a. L'analisi EDS svolta sull'area riportata in Figura 4.46b ha dimostrato che si tratta di carbonio residuo (Figura 4.47). La matrice invece, come previsto dalla reazione chimica, è costituita da carburo di titanio. Data la presenza di titanio metallico sulla superficie esterna, si è cercato di individuarne l'eventuale presenza anche a cuore senza però trovare un riscontro. Un'analisi EDS svolta sul composto evidenziato in azzurro in Figura 4.46a ha dimostrato che si tratti di grani di TiC.

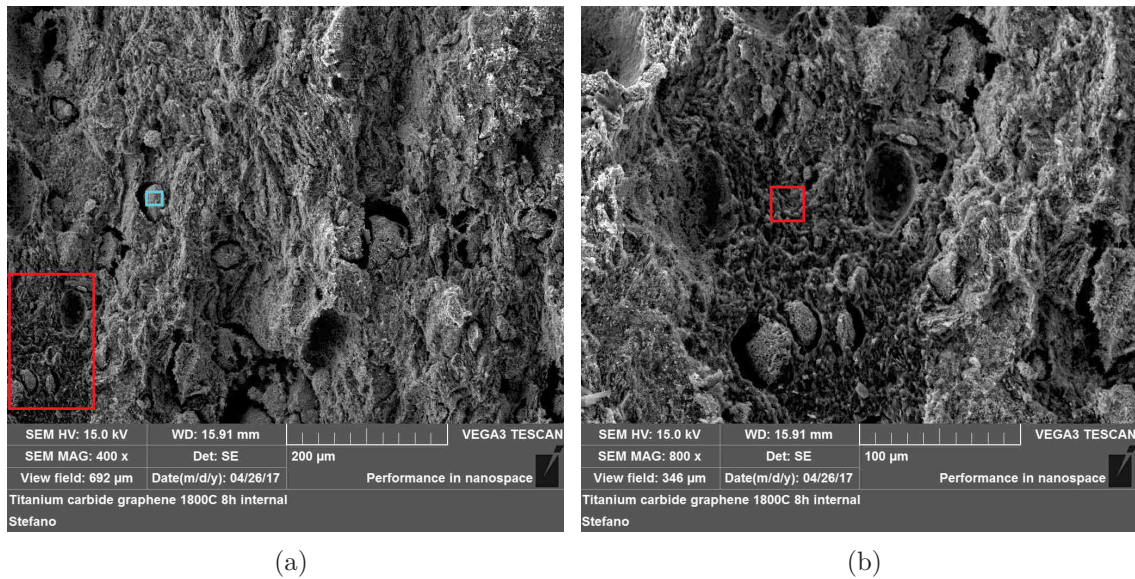


Figura 4.46

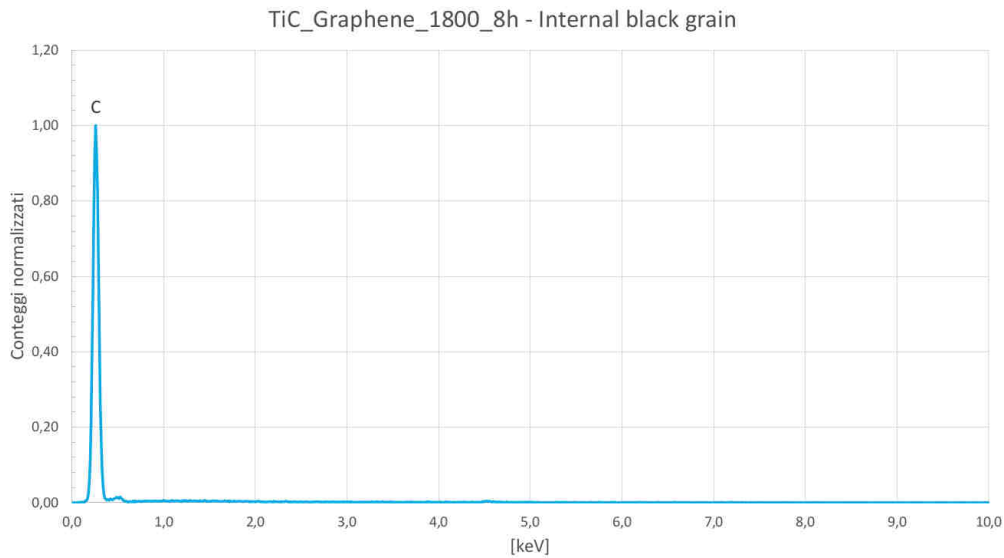


Figura 4.47: Analisi EDS relativa alla Figura 4.46b.

### Superficie interna

Con la caratterizzazione classica al SEM, vista anche con i carburi prodotti partendo da grafite e carbonio mesoporoso, le informazioni raccolte sono sicuramente interessanti ma incomplete. Per investigare ulteriormente la struttura del materiale prodotto parte di un campione da 13 [mm] è stato inglobato in resina e lucidato (Figura 4.48). Come visto nel Capitolo 3 riguardo l'uso del microscopio elettronico a scansione e del sistema EDS, i campioni lucidati sono ben osservabili con il rilevatore degli elettroni *back scattered*. Presa un'area del campione rappresentativa, contenente cioè tutte le fasi identificate con le analisi precedenti, con l'EDS si sono eseguite mappature su aree e su linee. La lucidatura ha inoltre permesso l'osservazione del campione anche con il microscopio ottico.

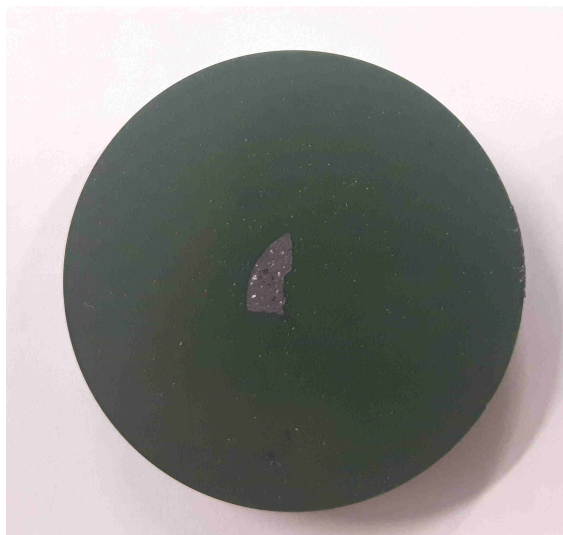
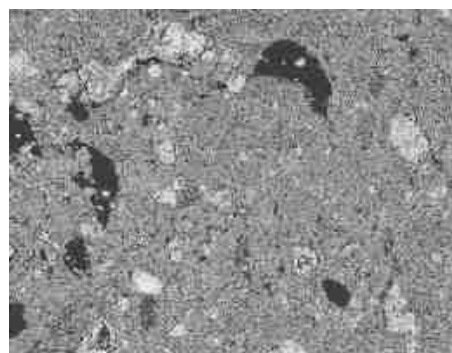
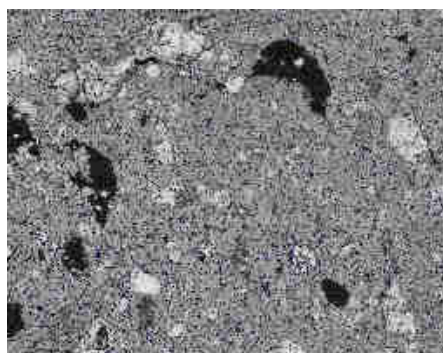


Figura 4.48: Porzione di campione da 13 [mm] inglobato e lucidato.

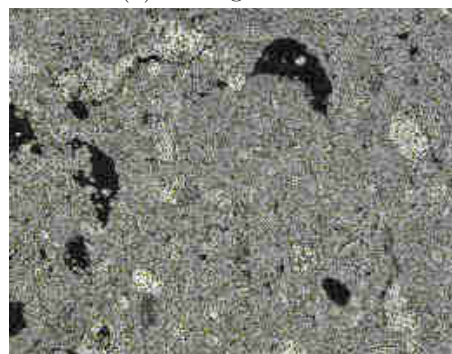
Le analisi su aree, in Figura 4.49 hanno subito mostrato una presenza diffusa su tutta la superficie di ossigeno e di silicio, residui dell'ultima fase di lucidatura svolta appunto con ossidi di silicio. Il titanio è disperso in modo uniforme su tutta la matrice mentre è assente dalla fase di colore scuro dove invece c'è una concentrazione di carbonio. Una terza fase è rappresentata dai grani di colore più chiaro dove la contemporanea assenza di carbonio, insieme alla presenza di titanio, la identificano come titanio metallico. La differenza tra le tre fasi individuate è ancora più evidente eseguendo un'analisi EDS lineare (Figura 4.50).



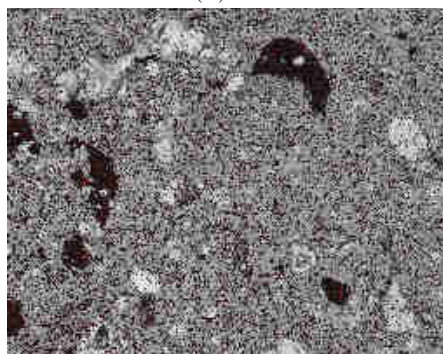
(a) Immagine base.



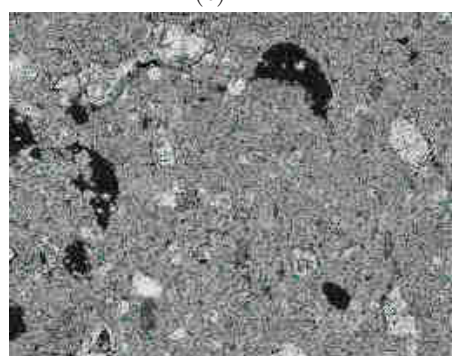
(b) Si.



(c) Ti.



(d) C.



(e) O.

Figura 4.49: Analisi EDS su area.

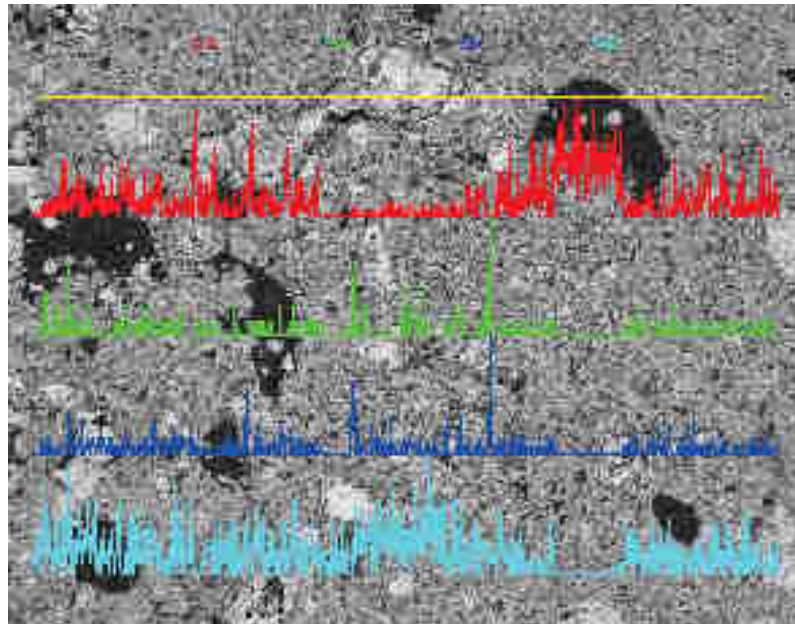


Figura 4.50: Analisi EDS su una linea (gialla): Ti-azzurro, C-rosso, O-verde e Si-blu.

### 4.5.3 XRD

Con l'analisi XRD si sono cercate conferme a quanto visto al SEM ed EDS, in particolare la presenza del titanio metallico ed eventuali altre fasi non ancora rilevate.

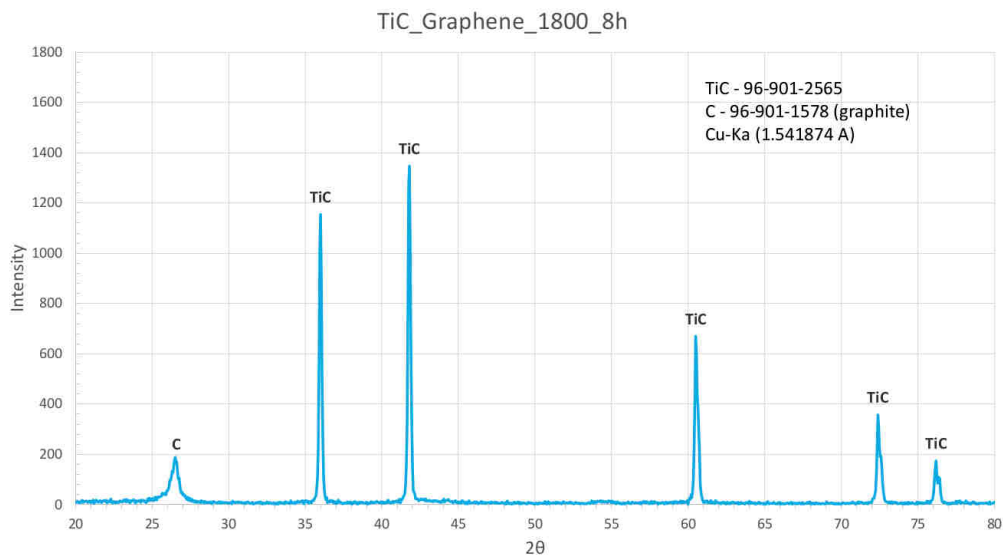


Figura 4.51: Spettro XRD per i campioni prodotti con grafene.

Come si vede chiaramente dallo spettro riportato in Figura 4.51, lo strumento non ha rilevato la presenza di titanio metallico a significare quindi una percentuale sicuramente inferiore alla sensibilità dello strumento che si attesta a circa il 4%. Le fasi che quindi sono presenti nei campioni studiati, sono solamente quelle previste dalla reazione chimica.

La prima cosa che si nota osservando il campione al microscopio ottico (Figura 4.52), è la presenza di residui solchi derivanti dalla lucidatura che, nonostante una lavorazione

prolungata, non è stato possibile eliminare soprattutto a causa della natura fragile del materiale che provoca il continuo distacco di particelle dure che rigano il resto della superficie del campione. Dopo la lucidatura non è stato eseguito alcun tipo di attacco acido e quindi il titanio metallico che è stato identificato grazie alle prove precedenti riflette completamente rendendolo facilmente identificabile nelle zone più luminose della superficie. Sulla restante superficie si riescono ad individuare altre tre fasi: in nero il carbonio residuo come previsto dalla reazione chimica, la matrice di carburo e una fase più chiara che, come visto con l'EDS è costituita da titanio ossido residuo. In Figura 4.53, catturata a 200x, sono apprezzabili le differenze tra la matrice con all'interno disperso il carbonio residuo e il  $TiO_2$  residuo.

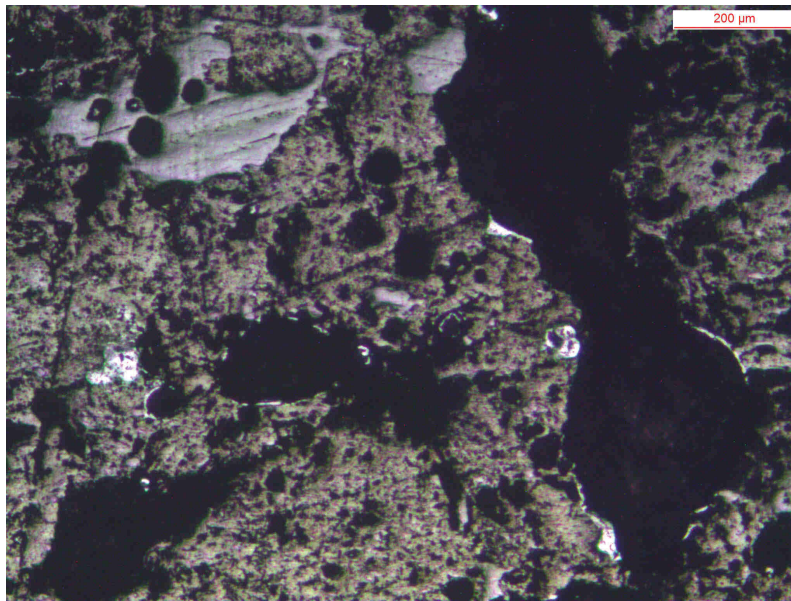


Figura 4.52: Superficie interna a 50x.

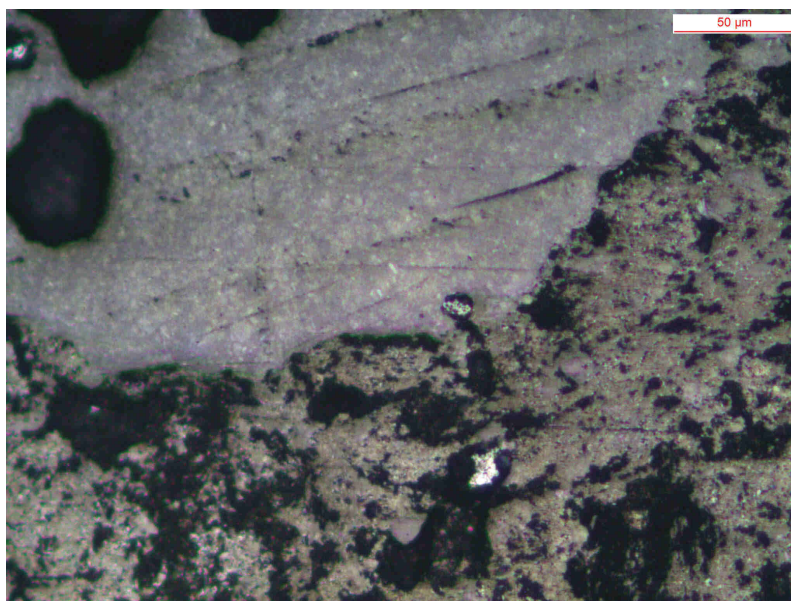


Figura 4.53: Superficie interna a 200x.

#### 4.5.4 Analisi di fisisorbimento

L'analisi di fisisorbimento è stata svolta utilizzando tre campioni da 13 [mm] completi pari ad una massa complessiva di quasi 1 [g]. Le curve di adsorbimento e di desorbimento sono riportate in Figura 4.54. L'assenza di uno scalino iniziale, cioè di un rapido assorbimento di gas con piccole variazioni di pressione relativa, indica che la quantità di micropori è molto limitata o nulla. Nell'intervallo di pressione relativa tra 0.45 e 1 c'è isteresi marcata. Una isteresi di questo tipo solitamente sta a significare solidi formati dall'aggregazione di particelle di forma schiacciata che producono dei pori allungati con una distribuzione ampia e irregolare di mesopori. Ulteriori informazioni utili si ottengono dal grafico rappresentante la distribuzione dimensionale dei pori riportato in Figura 4.55. Le curve di distribuzione statistica della dimensione dei pori mostrano un picco per pori di dimensione 3.75 [nm] cioè mesopori a supporto di quanto visto con l'*Isotherm linear plot*.

La *BET Surface Area* è risultata pari a 38,2999 [ $m^2/g$ ], valore molto buono in vista delle applicazioni future del materiale.

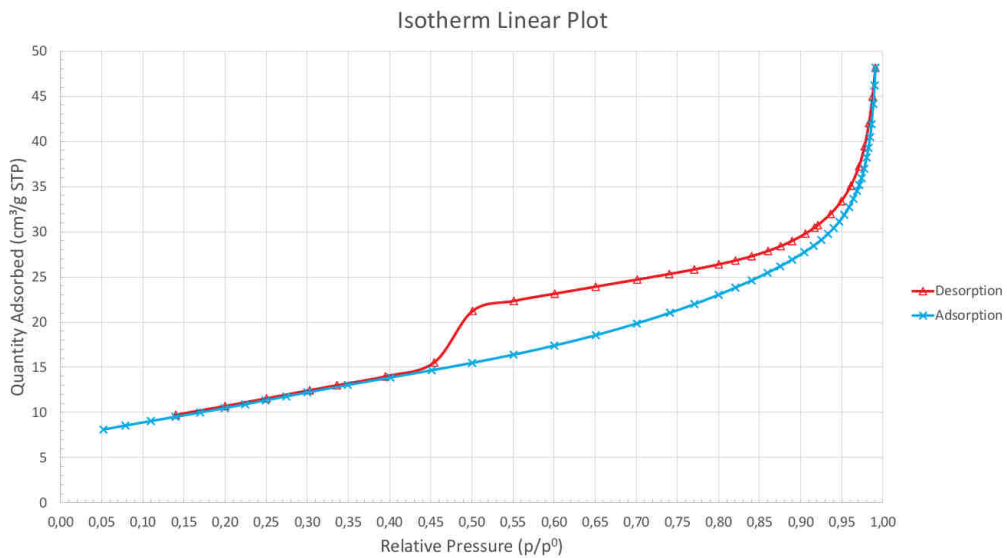
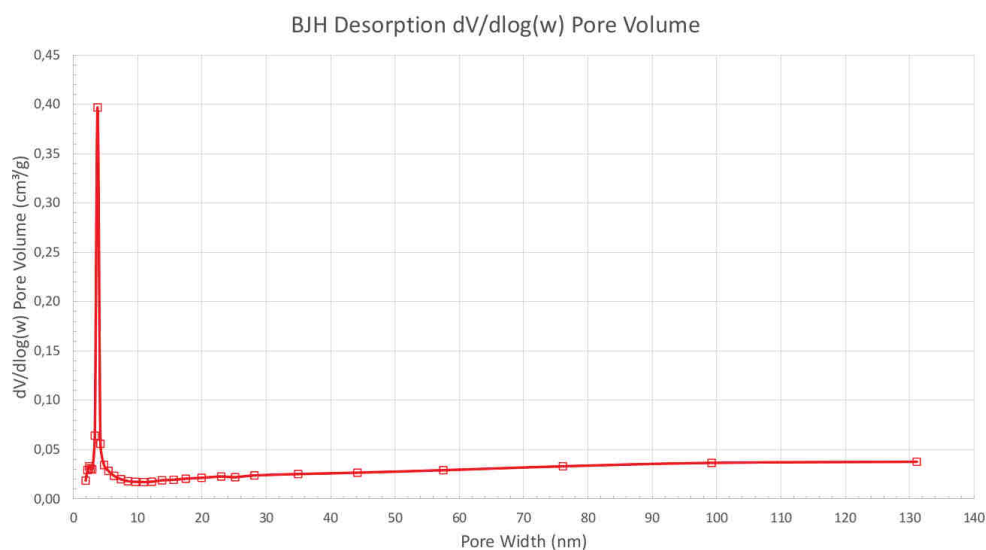
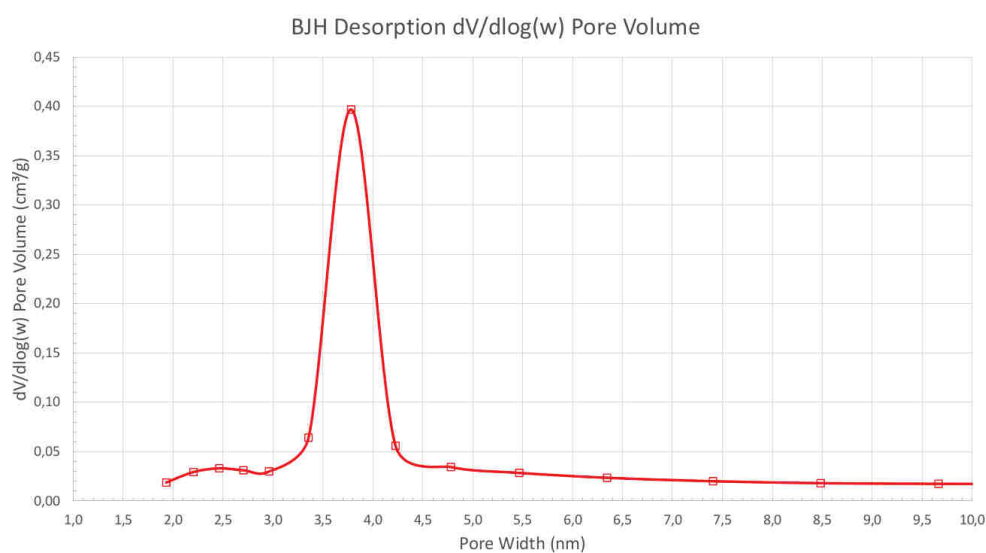


Figura 4.54: *Isotherm linear plot* per i campioni prodotti con grafene.



(a) Distribuzione dimensionale dei pori per i campioni prodotti con grafene.



(b)

Figura 4.55: Distribuzione dimensionale dei pori per i campioni prodotti con grafene.

## 4.6 Conclusioni

In questo capitolo si è descritto il processo produttivo e si è fatta la caratterizzazione del carburo di titanio prodotto a partire da diversi *carbon suppliers*. Al termine dell'attività sperimentale sopra descritta si possono trarre le seguenti conclusioni:

- Carbonio mesoporoso: realizzando una miscelazione a secco non si riesce ad ottenere verdi pressati meccanicamente stabili, inoltre si tratta di polveri tossiche che richiedono delle precauzioni particolari durante l'uso. Questi due fattori uniti ai buoni risultati ottenuti con i campioni prodotti con grafite e grafene hanno portato a posporre lo studio del carburo di titanio prodotto con questo materiale;
- Grafite: si è individuato il processo produttivo ottimo come miscela iniziale e tratta-

mento termico. Per migliorare ulteriormente le caratteristiche meccaniche dei campioni che verranno prodotti in futuro, il trattamento termico viene modificato ampliando l'intervallo di tempo di permanenza alla temperatura massima per realizzare una maggiore sinterizzazione. Data l'economicità delle polveri di partenza, il carburo di titanio prodotto a partire da polveri di titania e di grafite, sarà il primo materiale ad essere testato con l'apparato sperimentale per prove di conducibilità;

- Grafene ossido: con l'impiego di grafene ossido si sono ottenuti i risultati più interessanti, rendendolo di gran lunga il candidato principale per la produzione finale del TiC. Tuttavia l'attività sperimentale è stata molto influenzata dalla scarsa disponibilità di polveri di partenza. Con studi ulteriori resta da migliorare il ciclo termico in modo da eliminare completamente la presenza di titanio metallico dai campioni prodotti.



## Capitolo 5

# Apparato sperimentale per la stima della conducibilità termica dei carburi ad alta temperatura

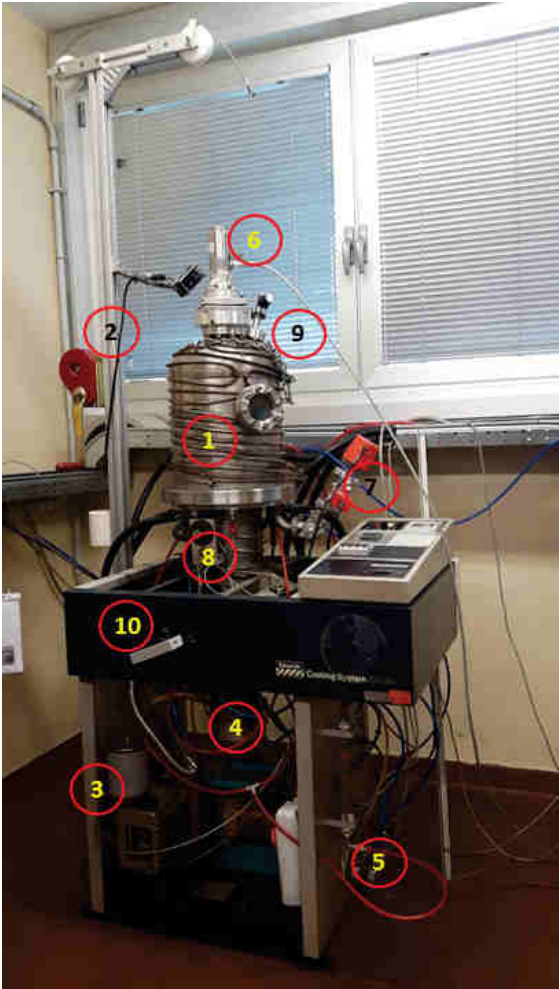
Come visto nel Paragrafo 2.3.3, la conducibilità termica dei materiali che costituiscono i target è una proprietà molto importante da conoscere. La conducibilità termica di un carburo si può sia trovare in letteratura sia misurare sperimentalmente con dei metodi più o meno consolidati. All'interno del Progetto SPES tuttavia, si è sviluppato un metodo proprio, che consente di stimare la conducibilità riproducendo le condizioni operative di un target SPES.

In questo capitolo si descrive l'apparato, con un focus particolare sul nuovo sistema di supporto del campione sviluppato nel 2016, e il metodo utilizzato per il calcolo della conducibilità a partire dai dati sperimentali.

### 5.1 Architettura dell'apparato

In Figura 5.1 è mostrato l'apparato sperimentale completo. In Figura 5.1a è riportato il banco di prova, mentre in Figura 5.1b, è mostrato il *rack* contenente l'alimentatore e il PLC. Nel seguente elenco vengono descritti i componenti principali così come indicati nelle foto riportate.

1. Campana: in posizione di lavoro è appoggiata sulla piastra sottostante, la tenuta del vuoto è garantita da una guarnizione in gomma tipo O-ring;
2. Sistema di sollevamento della campana: è un dispositivo fondamentale per poter sollevare la campana e quindi accedere alla camera dove vanno posizionati i campioni;
3. Pompa rotativa: ha il compito di fare il vuoto fino ad una pressione dell'ordine di  $1 \cdot 10^{-4}$  [mbar] nel intero impianto;
4. Pompa diffusiva: ha il compito di portare la camera ad una pressione dell'ordine di  $1 \cdot 10^{-6}$  [mbar], valore necessario per garantire l'integrità del crogiolo e del disco nonostante le temperature elevate;



(a)



(b)

Figura 5.1: Apparato sperimentale per la stima della conducibilità termica di carburi.

5. Derivazioni sistema di raffreddamento: dal *chiller* posto all'esterno dell'edificio arriva acqua ad una temperatura di 17 [°C] per mantenere controllata la temperatura della campana e della pompa diffusiva;
6. Pirometro: è lo strumento di misura principale dell'apparato, tramite esso si rileva la temperatura e l'emissività della superficie in esame. Per consentire il puntamento di zone distinte all'interno della camera, è montato su un supporto apposito che consente una facile regolazione senza dover agire direttamente sullo strumento;
7. Sensori di pressione (Edwards Vacuum): i principali sono due, per alto e basso vuoto. Il sensore di alto vuoto è del tipo AIM (Active Inverted Magnetron) mentre il sensore di basso vuoto è del tipo APG (Active Pirani vacuum Gauge);
8. Valvola di rientro 1: per eseguire la prima parte del rientro in modo molto graduale per evitare il danneggiamento dei componenti presenti all'interno della campana;
9. Valvola di rientro 2: per eseguire la parte finale del rientro in modo rapido fino a riportare l'interno della campana a pressione atmosferica;
10. Valvola principale: necessaria durante la procedura di messa in vuoto e di rientro e per commutare le varie valvole che collegano le pompe alla camera;
11. Alimentatore: fornisce la corrente necessaria fino ad un massimo di 10 [V] di tensione;
12. PLC: tutta la strumentazione è collegata ad un PLC e attraverso di esso al PC dove si controllano tutte le fasi di misura tramite un software apposito.

Tramite una scheda SD si possono caricare su il PLC delle rampe automatiche in controllo di corrente. La tensione sarà sempre impostata sul valore massimo in modo che istante per istante il sistema richieda la differenza di potenziale necessaria a mantenere il valore di corrente impostato. In Figura 5.2 è riportata la schermata del software durante una misura. Come si vede dall'immagine, tramite la schermata principale si possono monitorare i parametri fondamentali del test in corso: le temperature della termocoppia posta al di sotto dello schermo, la temperatura misurata dal pirometro (*PyroA*), l'emissività (*EmissivityA*), il livello di vuoto nella camera (*Vacuum in chamber*), i parametri di tensione e corrente relativi allo step in corso e i tempi di completamento totale e del singolo step. Al termine di ogni prova viene salvato un file testo contenente una misura raccolta ogni 60 [s] per tutti gli strumenti di misura montati sull'impianto. Un esempio del formato dei dati salvati prima di operare qualsiasi elaborazione è riportato in Figura 5.3.

## 5.2 Circuito principale

Il circuito principale (Figura 5.5) è costituito da tutti gli elementi necessari per trasferire la corrente in uscita dall'alimentatore al crogiolo che rappresenta l'elemento riscaldante vero e proprio. Tramite irraggiamento il crogiolo scalda il disco generando un campo di temperatura radiale con gradienti di temperatura anche molto elevati (Figura 5.4).



Figura 5.2: Schermata del software di controllo dell'apparato sperimentale.

MeasureTime (min)	RealTime (min)	Voltage (V)	Current (A)	Vac.Chamber(mBar)	Vac.PreChamber (mBar)	Thermocouple (C)	Pyro_A_Temp (C)	Pyro_A_Emis	Power (W)	Failure	Comment	Step 1 Done
06/05/2017 18:38	182	1,75E+00	5,99E+01	2,14E-06	1,00E-04	2,42E+01			1,05E+02			
06/05/2017 18:39	183	1,75E+00	5,99E+01	2,14E-06	1,00E-04	2,44E+01			1,05E+02			
06/05/2017 18:40	184	1,75E+00	5,99E+01	2,14E-06	1,00E-04	2,44E+01			1,05E+02			
06/05/2017 18:41	185	1,75E+00	5,99E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,45E+01			1,05E+02			
06/05/2017 18:42	186	1,75E+00	5,99E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,46E+01			1,05E+02			
06/05/2017 18:43	187	1,75E+00	5,99E+01	2,14E-06	1,00E-04	2,46E+01			1,05E+02			
06/05/2017 18:44	188	1,75E+00	5,99E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,48E+01			1,05E+02			Step 14 Done
06/05/2017 18:45	188	1,86E+00	6,49E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,48E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:45	189	1,86E+00	6,49E+01	2,17E-06	1,00E-04	2,48E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:46	190	1,86E+00	6,49E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,47E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:47	191	1,86E+00	6,49E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,50E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:48	192	1,86E+00	6,49E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,49E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:49	193	1,86E+00	6,49E+01	2,20E-06	1,00E-04	2,50E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:50	194	1,86E+00	6,49E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,53E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:51	195	1,86E+00	6,49E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,51E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:52	196	1,86E+00	6,49E+01	2,15E-06	1,00E-04	2,53E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:53	197	1,86E+00	6,49E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,54E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:54	198	1,86E+00	6,49E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,56E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:55	199	1,86E+00	6,49E+01	2,15E-06	1,00E-04	2,54E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:56	200	1,86E+00	6,49E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,56E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:57	201	1,86E+00	6,49E+01	2,20E-06	1,00E-04	2,57E+01			1,21E+02			
06/05/2017 18:58	202	1,86E+00	6,49E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,58E+01			1,21E+02			Step 15 Done
06/05/2017 18:59	203	1,98E+00	6,99E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,58E+01			1,40E+02			
06/05/2017 19:00	204	1,98E+00	6,99E+01	2,15E-06	1,00E-04	2,59E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:01	205	1,98E+00	6,99E+01	2,15E-06	1,00E-04	2,59E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:02	206	1,98E+00	6,99E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,59E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:03	207	1,98E+00	6,99E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,62E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:04	208	1,98E+00	6,99E+01	2,19E-06	1,00E-04	2,61E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:05	209	1,98E+00	6,99E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,61E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:06	210	1,98E+00	6,99E+01	2,15E-06	1,00E-04	2,63E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:07	211	1,98E+00	6,99E+01	2,20E-06	1,00E-04	2,63E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:08	212	1,97E+00	6,99E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,62E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:09	213	1,97E+00	6,99E+01	2,16E-06	1,00E-04	2,64E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:10	214	1,97E+00	6,99E+01	2,14E-06	1,00E-04	2,66E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:11	215	1,97E+00	6,99E+01	2,14E-06	1,00E-04	2,65E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:12	216	1,97E+00	6,99E+01	2,18E-06	1,00E-04	2,69E+01			1,38E+02			
06/05/2017 19:13	217	1,97E+00	6,99E+01	2,22E-06	1,00E-04	2,69E+01			1,38E+02			Step 16 Done
06/05/2017 19:13	217	2,00E+00	7,48E+01	2,15E-06	1,00E-04	2,68E+01			1,57E+02			
06/05/2017 19:14	218	2,08E+00	7,48E+01	2,23E-06	1,00E-04	2,68E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:15	219	2,08E+00	7,48E+01	2,26E-06	1,00E-04	2,71E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:16	220	2,08E+00	7,48E+01	2,25E-06	1,00E-04	2,70E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:17	221	2,08E+00	7,48E+01	2,22E-06	1,00E-04	2,71E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:18	222	2,08E+00	7,48E+01	2,23E-06	1,00E-04	2,71E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:19	223	2,08E+00	7,48E+01	2,22E-06	1,00E-04	2,74E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:20	224	2,08E+00	7,48E+01	2,21E-06	1,00E-04	2,73E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:21	225	2,08E+00	7,48E+01	2,25E-06	1,00E-04	2,76E+01			1,56E+02			
06/05/2017 19:22	226	2,08E+00	7,48E+01	2,20E-06	1,00E-04	2,79E+01			1,56E+02			

Figura 5.3: Esempio di dati sperimentali raccolti.

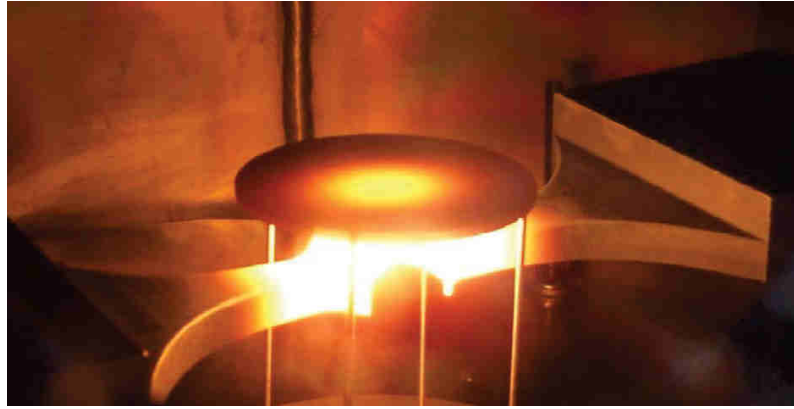


Figura 5.4: Crogiolo ad alta temperatura che riscalda il disco per irraggiamento.

I cavi di alta corrente sono collegati a degli elementi in rame (1), raffreddati internamente con acqua, e fissati in posizione con due dadi di ottone ciascuno. Su di essi sono montati per degli elettrodi in rame (2) sui quali sono fissate otto vite prigioniere in acciaio inossidabile con i relativi dadi (3) per il centraggio e montaggio del crogiolo, e sono appoggiati due cilindri in rame (4), utilizzati per porre all'altezza corretta l'elemento riscaldante. Sfruttando i prigionieri, si fissano sulla superficie superiore delle estremità del crogiolo due schermi in tantalio (5) per limitare il riscaldamento, e quindi la dilatazione delle viti e dei dadi riducendo parzialmente le tensioni meccaniche sul crogiolo.

Il crogiolo (6), in Figura 5.6, è il componente più importante di tutto l'apparato. Ha il compito di generare il campo di temperatura nel campione che sarà sospeso sopra di esso tramite il sistema di supporto. La progettazione del componente è stata orientata a concentrare la resistenza elettrica al centro e di ridurre al minimo le tensioni meccaniche indotte dai forti gradienti termici e dai vincoli imposti dal fissaggio al circuito principale. Il materiale scelto è Graphite Poco EDM3 che è in grado di sopportare temperature molto elevate senza degradarsi e mantenendo costanti le proprietà meccaniche.

### 5.3 Sistema di supporto

Il sistema di supporto è stato ri-progettato a fine 2016 con l'obiettivo di superare i limiti del vecchio sistema (Figura 5.7):

- schermo termico in acciaio inossidabile: emissività molto più elevata ( $\sim 0,7$ ) rispetto a quella teorica ( $0,16 \div 0,45$ ) a causa di depositi sulla superficie generati durante i cicli termici;
- centro del crogiolo non allineato con il centro della finestra superiore;
- difficoltà nel regolare la distanza tra campione e superficie superiore del crogiolo;
- difficoltà nel mantenere in posizione il campione durante tutta la durata della prova.

Tenendo conto delle limitazioni sopra citate, il nuovo sistema di supporto con regolazione integrata della distanza crogiolo-campione è mostrato in Figura 5.8.

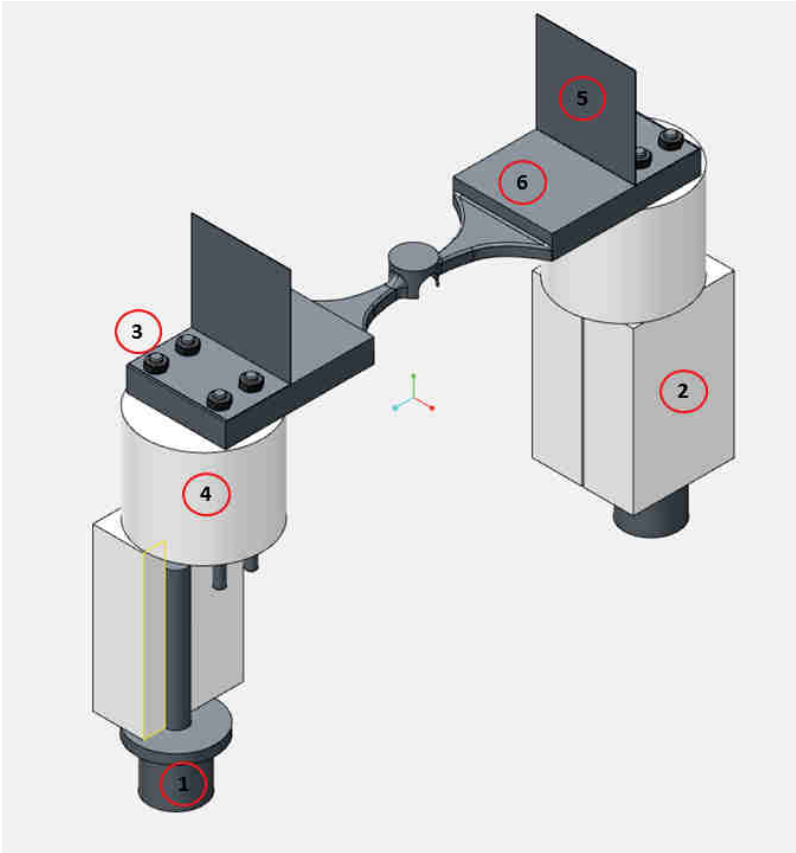


Figura 5.5: Circuito principale.

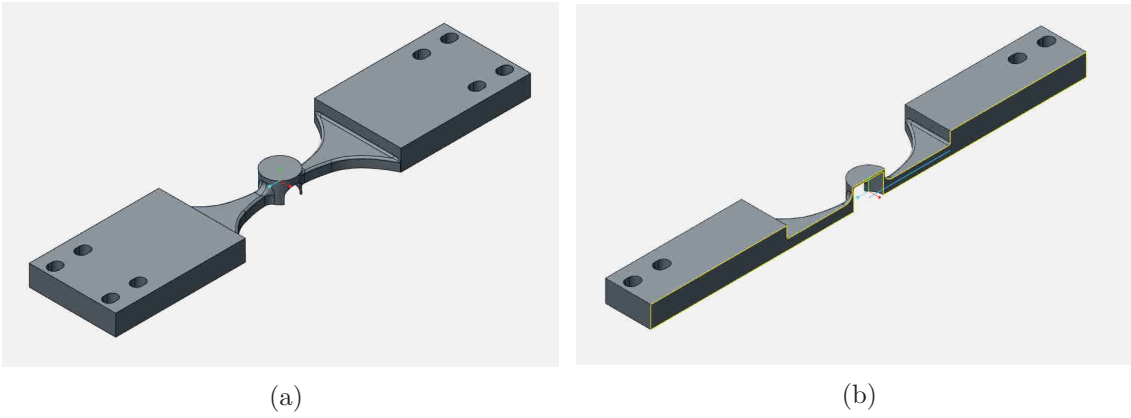


Figura 5.6: Crogiolo ottimizzato.



Figura 5.7: Vecchio sistema di supporto montato all'interno della campana.



Figura 5.8: Nuovo sistema di supporto operativo da gennaio 2017.

Il nuovo sistema di supporto, il cui modello 3D è riportato in Figura 5.9 si può dividere in due sottoassiemi:

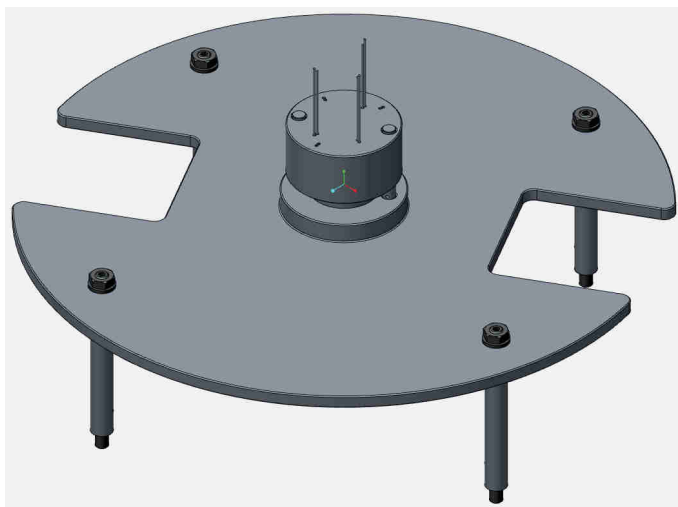


Figura 5.9: Modello 3D del nuovo sistema di supporto.

- sistema di regolazione (Figura 5.10a);
- schermo termico (Figura 5.10b).

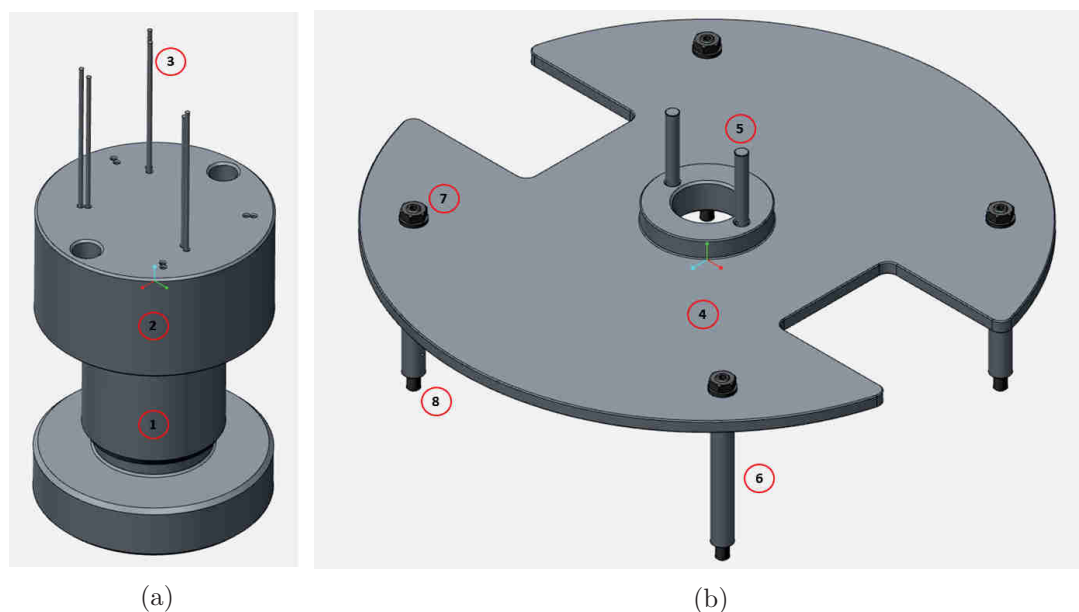


Figura 5.10: Sottoassiemi del nuovo sistema di supporto.

Dove:

1. Vite di regolazione (POCO EDM3): sul gambo è realizzata una filettatura metrica a passo fine, viene fatta ruotare all'interno dell'apposito foro filettato sulla piastra per alzare e abbassare i componenti appoggiati sopra;
2. Base (POCO EDM3): poggia senza vincoli sulla testa della vite di regolazione; presenta due fori passanti che si accoppiano con le spine cilindriche (5);

3. Astine (tungsteno): sono dei cilindri di diametro 1 [mm]; i più interni supportano il campione mentre i più esterni e più lunghi lo vincolano in posizione radiale. Sulla base ci sono due serie di fori che consentono di regolare le astine per alloggiare campioni con diametro 30 o 40 [mm];
4. Piastra (POCO EDM3): è lo schermo termico unico; lo spessore è di 5 [mm] per ridurre l'inerzia termica tranne che in prossimità della filettatura della vite dove raggiunge i 15 [mm]. La geometria è sagomata in modo da avvolgere anche lateralmente gli elettrodi in rame;
5. Spine (POCO EDM3): fungono da coppia cinematica per il sistema di regolazione. In particolare hanno il compito di impedire la rotazione della base durante la regolazione e di mantenere allineato il tutto con il centro del setup. Sono fissate alla piastra con un dado in acciaio inox nella parte inferiore;
6. Aste (POCO EDM3): pongono lo schermo alla giusta altezza al di sopra della piastra di base della campana e mantengono ancorato tutto il nuovo setup in modo rigido. Il collegamento è stato realizzato saldando in opera sulla piastra forata dell'impianto dei dadi e quindi avvitando le aste tramite dei grani (8). Di nuovo il collegamento schermo-aste è realizzato con dadi in inox (7).

L'allineamento con il centro della campana è stato realizzato sfruttando i fori già presenti sulla piastra di base della camera in modo da riposizionare i vari elementi essenziali in modo ottimale rispettando i requisiti di progettazione.

Le tavole costruttive del nuovo setup sono allegate in ??.

## 5.4 Metodo della funzione ottima per la stima della conducibilità termica (Ferrari, 2012)

La formulazione classica della conducibilità termica che si trova in letteratura è la seguente:

$$k = -\frac{q \cdot \Delta x}{A \cdot \Delta T} \quad (5.1)$$

equazione valida per una parete di area  $A$  e spessore  $\Delta x$ , tra le cui facce c'è una differenza di temperatura  $\Delta T$  ed è attraversata in direzione normale da un flusso di calore  $q$ . Questa relazione è valida solo sotto alcune ipotesi semplificative riportate di seguito:

- materiale della parete omogeneo;
- materiale isotropo;
- conducibilità termica indipendente dalla temperatura.

Le ipotesi sopra citate in generale non sono verificate per i materiali che costituiscono i target del Progetto SPES, quindi occorre trovare una formulazione più completa e adatta allo scopo. In particolare si assume che la conducibilità termica media sia associabile alla

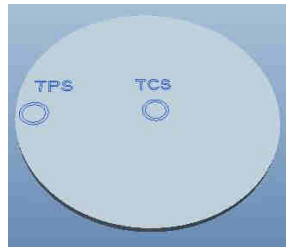


Figura 5.11: Posizioni sul disco dei punti di rilevazione della misura di temperatura.

I (A)	TPS (°C)	TCS (°C)
0160.0000000	0638.6666667	0691.0000000
0170.0000000	0680.3333333	0745.0000000
0180.0000000	0718.6666667	0797.0000000
0190.0000000	0755.3333333	0848.0000000
0200.0750000	0790.6666667	0898.0000000
0210.0583333	0824.0000000	0948.0000000
0220.0000000	0855.3333333	0998.0000000
0230.1000000	0886.3333333	1049.0000000
0240.1000000	0915.3333333	1098.0000000
0249.9250000	0944.0000000	1146.5000000

Figura 5.12: Esempio di dati sperimentali da fornire al codice iterativo per il calcolo della conducibilità.

temperatura assoluta media tra due punti estremi (dal punto di vista della temperatura) del campione<sup>1</sup>. La formulazione proposta per il metodo della funzione ottima è la seguente:

$$k(T |_{x=a}) = -\frac{q}{A \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial x}\right) |_{x=a}} \quad (5.2)$$

dove  $a$  è la coordinata del punto considerato lungo l'asse  $x$ .

Nella pratica, sperimentalmente si rilevano la temperatura al centro del disco (TCS) e la temperatura in periferia (TPS) come mostrato in Figura 5.11. Per ciascun step di corrente si rilevano le temperature verso la parte terminale dello stesso in modo da essere sicuri di aver raggiunto una condizione di equilibrio. Un esempio dei dati sperimentali raccolti è riportato in Figura 5.12.

I dati così raccolti saranno l'input per il modello numerico che, tramite un processo iterativo, andrà a variare la conducibilità termica fino a far coincidere le temperature calcolate, TCN e TPN, con le temperature sperimentali. La funzione che viene impiegata per valutare l'uguaglianza tra questi valori è la formula dei minimi quadrati la cui espressione generale è riportata di seguito:

$$\sum_{i=1}^n (y_i - f(x_i))^2 \quad (5.3)$$

<sup>1</sup>Questa ipotesi è tanto più veritiera quanto più piccolo è lo spessore e quindi il salto di temperatura esiguo.

Se minimizzata con un opportuno criterio di ottimizzazione, consente di determinare i parametri ottimali che danno modo di approssimare alla funzione  $f$  la serie di punti  $x_1$  e  $y_i$ . La formula usata nel metodo della funzione ottima prende spunto da quella dei minimi quadrati ed ha la seguente forma:

$$RQ = \sum_{I=I_{min}}^{I_{max}} [TCS(I) - TCN(I)]^2 + [TPS(I) - TPN(I)]^2 \quad (5.4)$$

La funzione  $RQ$  una volta minimizzata consente di trovare una funzione parametrica della conducibilità valida per il campo di temperature compreso tra  $TPS(I_{min})$  e  $TCS(I_{max})$ . All'interno del software Ansys è possibile definire delle funzioni polinomiali fino al quarto grado per descrivere le proprietà di un materiale al variare della temperatura con l'ausilio dei coefficienti  $C_0, \dots, C_4$ .

$$k(T) = C_0 + C_1T + C_2T^2 + C_3T^3 + C_4T^4 \quad (5.5)$$

Al termine della ottimizzazione si ricavano i parametri  $C_{0ott}, \dots, C_{4ott}$  che meglio approssimano il campo di temperatura sperimentale.

L'analisi FEM che si esegue è di tipo iterativo; nella Figura seguente (5.13) vengono riportati il ciclo che si esegue e le condizioni che si applicano per il passaggio alle fasi successive.

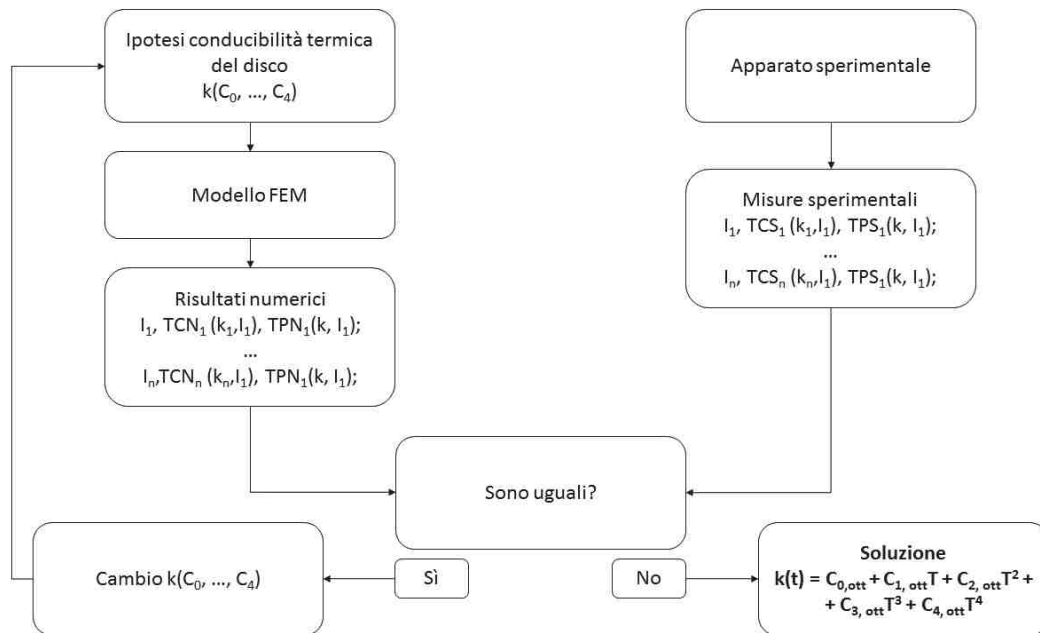


Figura 5.13: Ciclo iterativo svolto dal calcolatore per ottenere la conducibilità termica.



## Capitolo 6

# Sviluppo e validazione del modello numerico del nuovo set-up

In questo capitolo si illustrano in dettaglio il procedimento seguito per lo sviluppo del nuovo modello numerico, riportando immagini, dati e grafici di confronto tra le alternative valutate e la campagna sperimentale svolta per la raccolta dei dati necessari per eseguire la validazione del modello sviluppato.

### 6.1 Sviluppo del modello

Come illustrato nel Paragrafo 5.4, il metodo impiegato per la stima della conducibilità termica prevede di caricare i dati sperimentali in un modello numerico e, tramite un'analisi agli elementi finiti, ottenere il valore di conducibilità termica cercato. Avendo variato radicalmente l'architettura all'interno della campana, diventa di fondamentale importanza sviluppare un nuovo modello che riproduca fedelmente la realtà sperimentale. I passi che sono stati fatti per raggiungere tale scopo sono i seguenti:

- semplificazione del modello geometrico 3D eliminando tutte le *features* ininfluenti al fine di un'analisi FEM elettro-termica come fori, filettature, raggi di raccordo, smussi, ecc;
- creazione di due modelli base di riferimento che adottino delle soluzioni diverse per la modellazione di alcune parti;
- valutazione dell'alternativa migliore tra le configurazioni analizzate;
- sul modello preso a riferimento, analisi di sensitività dei componenti andando a monitorare dei parametri presi a riferimento per fare un confronto rapido ma efficace;
- trovata una configurazione che consenta di ottimizzare i tempi di calcolo mantenendo una precisione adeguata, ulteriore miglioramento del modello e del codice APDL per renderlo parametrico, cioè adattabile facilmente e rapidamente ad ogni possibile variante sperimentale;
- studio di convergenza sulla mesh per ottimizzare al massimo i tempi di calcolo;

- validazione del modello con dati sperimentali raccolti eseguendo prove con dischi di materiale con proprietà note alle condizioni di lavoro dell'apparato.

Nota: Uno dei parametri considerati più importanti al fine della valutazione delle varie versioni proposte è stato il tempo di calcolo. Le analisi sono state eseguite per la prima parte del lavoro con un computer avente le seguenti caratteristiche:

Tabella 6.1: Caratteristiche del computer usato per le analisi FEM.

Sistema operativo	Windows 8.1 Enterprise
Processore	Intel ® Core™ i5-4670 CPU @ 3.40 GHz
Memoria installata (RAM)	32.0 Gb
Tipo di sistema	Sistema operativo a 64 bit, processore basato su x64

Le prime analisi sono state svolte con il medesimo PC ma con una memoria RAM da 16 [Gb] anziché 32 [Gb].

## 6.2 Vincoli e carichi

A seguito della creazione della geometria occorre applicare i vincoli e i carichi al modello:

- Superfici raffreddate: temperatura imposta sulle superfici bagnate dall'acqua di raffreddamento quindi le superfici esterne della campana e le superfici interne degli elettrodi;
- Tensione nulla sulla base dell'elettrodo di destra (rispetto le viste assonometriche delle figure nelle pagine seguenti) e corrente variabile nel tempo applicata a tutti i nodi della superficie inferiore dell'elettrodo di sinistra;
- Superfici radianti: assegnazione dell'emissività alle superfici interne alla campana.

## 6.3 Modello geometrico semplificato

Il modello di partenza è rappresentato in Figura 6.1 senza la campana che è stata aggiunta come ultimo elemento per non complicare l'assemblaggio dei componenti al suo interno. A partire da esso si sono sviluppati due possibili modelli di riferimento per tutte le analisi successive:

- Modello Base (MB);
- Modello Base Semplificato (MBS);

Il Modello Base, riportato senza campana in Figura 6.2, è una fedele rappresentazione del modello reale ma privato delle *features* inutili come fori, raccordi, smussi, ecc. Con il Modello Base Semplificato, si è indagata la possibilità di semplificare il circuito principale sostituendo elettrodo e cilindro in rame con un unico volume a sezione quadrata con un foro

cieco per il raffreddamento (Figura 6.3). La campana in versione semplificata è riportata in Figura 6.4.

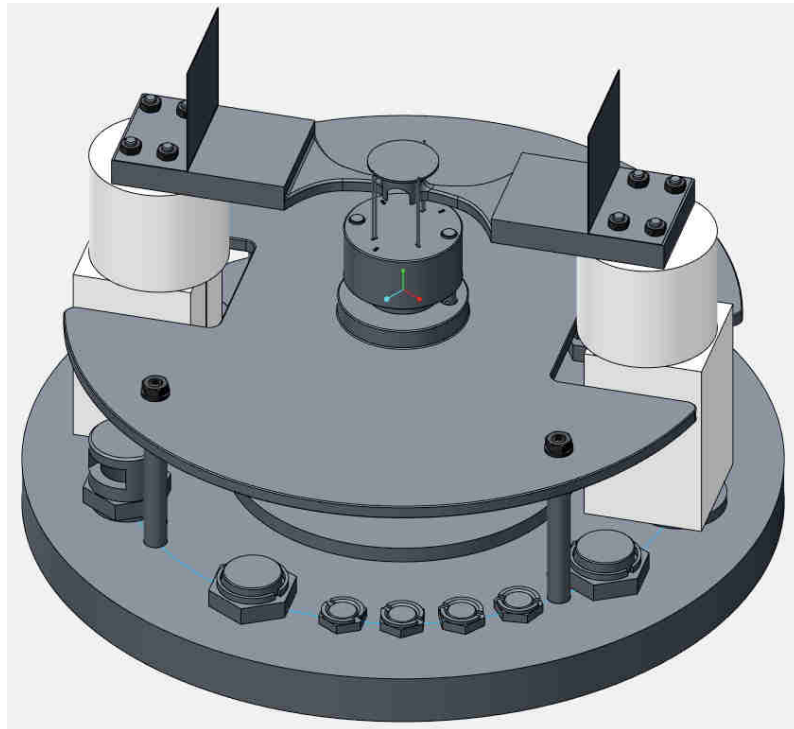


Figura 6.1: Modello geometrico completo di partenza.

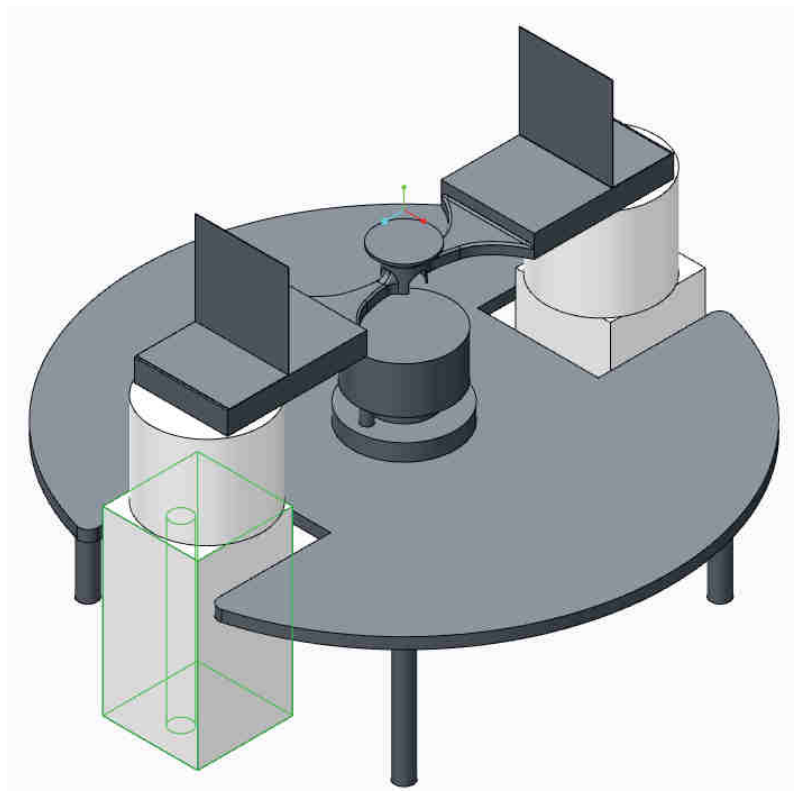


Figura 6.2: Modello Base (MB).

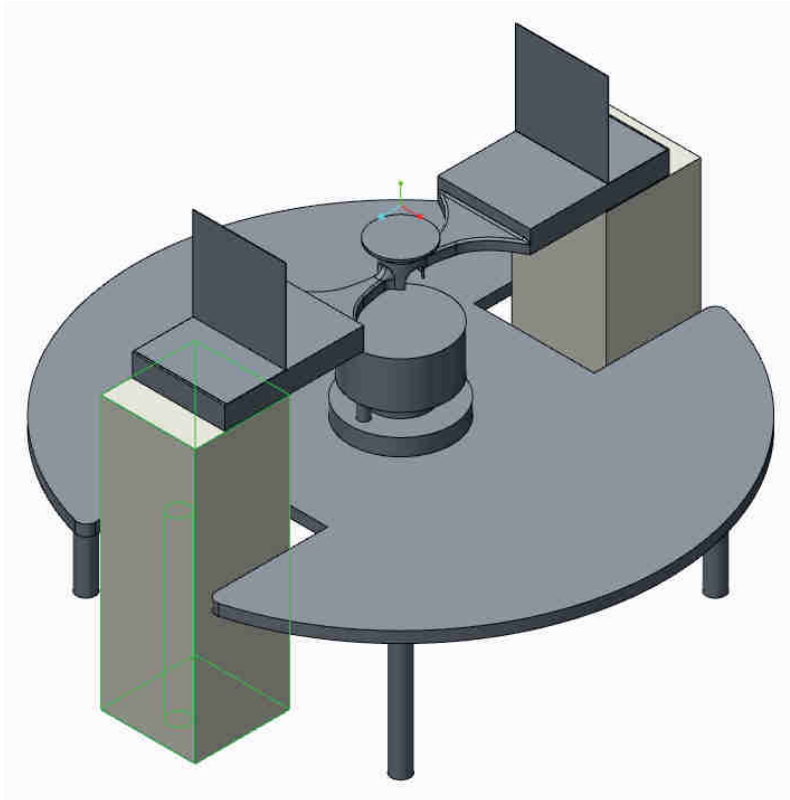


Figura 6.3: Modello Base Semplificato (MBS).



Figura 6.4: Campana semplificata.

I modelli sono stati salvati in formato IGES e quindi importati all'interno del software Ansys come volumi. Per fare un confronto efficace tra le due alternative, la dimensione della mesh e i carichi applicati sono stati applicati in modo equivalente. Gli APDL di MB e MBS sono riportati in Appendice.

In Figura 6.6 sono riportate le mesh dei due modelli. Il confronto viene effettuato verifi-

cando l'andamento della temperatura sulle superfici del disco e del crogiolo, in particolare si monitorano le temperature su sei *path* individuati come segue e per quanto riguarda il disco, mostrati in Figura 6.5

- Path in direzione x sulla superficie superiore del disco;
- Path in direzione z sulla superficie superiore del disco;
- Path in direzione x sulla superficie inferiore del disco;
- Path in direzione z sulla superficie inferiore del disco;
- Path in direzione x sulla superficie del crogiolo;
- Path in direzione z sulla superficie del crogiolo;

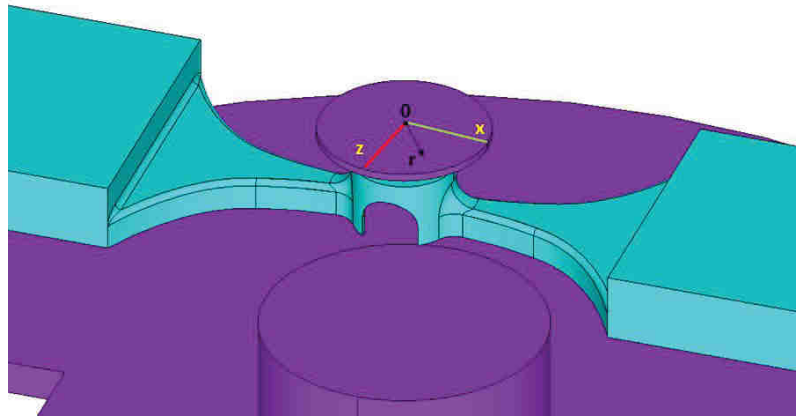
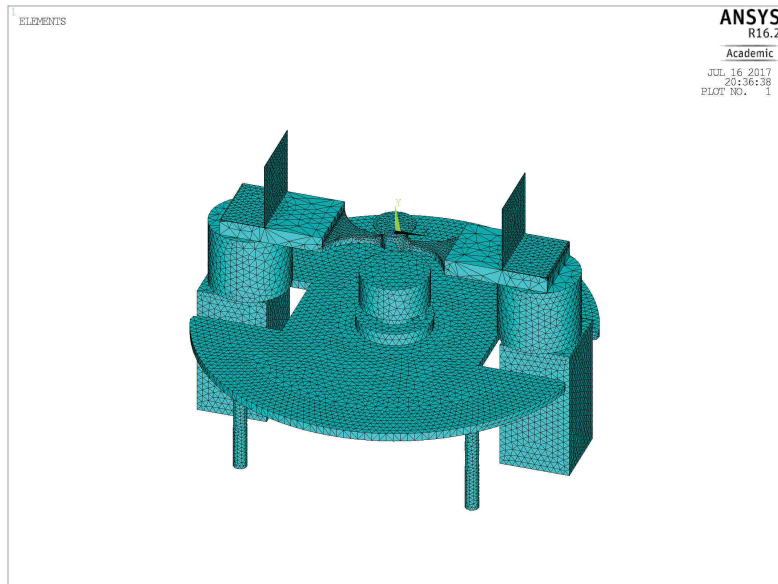
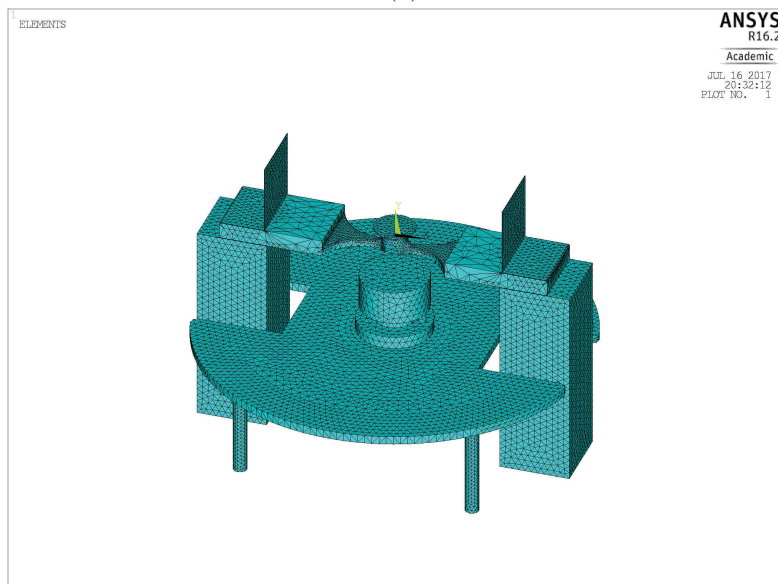


Figura 6.5: Schema dei *path* per la faccia superiore del disco.

L'analisi prevede di analizzare il comportamento dell'impianto per una rampa di corrente descritta in Tabella 6.2. Per ciascun *path* vengono mappate le temperature prese ad un tempo di 200 [s] in anticipo rispetto allo step di corrente successivo, vengono inoltre confrontati i valori di tensione per ciascun intervallo di tempo. In Figura 6.7 sono riportati a titolo di esempio i risultati visivi (*nodal temperature*) che si ottengono al termine dell'analisi numerica.



(a)



(b)

Figura 6.6: Mesh di Modello Base e Modello Base Semplificato.

Per prima cosa si riportano i dati relativi alla soluzione dei due modelli (Tabella 6.3). In seconda analisi si riporta il confronto tra le tensioni ottenute per ciascun step di corrente nei due modelli (Tabella 6.4), mentre in Tabella 6.5 sono riportati i confronti tra le temperature sulla superficie superiore del disco per l'ultimo step di corrente (270 [A]). La differenza massima tra i due modelli proposti è di 1,1 [°C] in direzione x pari al 0.1% rispetto alla temperatura massima; dato che le temperature sperimentali verranno misurate in direzione z, dove la differenza massima tra i due modelli è del 0.06%, visto il tempo di calcolo inferiore si prende a riferimento per le successive analisi il Modello Base.

Tabella 6.2: Step di corrente applicati.

Tempo [s]	Corrente [A]
0	170
4500	180
6000	190
7500	200
9000	210
10500	220
12000	230
13500	240
15000	250
16500	260
18000	270

Tabella 6.3: Dati relativi alla soluzione dei due modelli in esame.

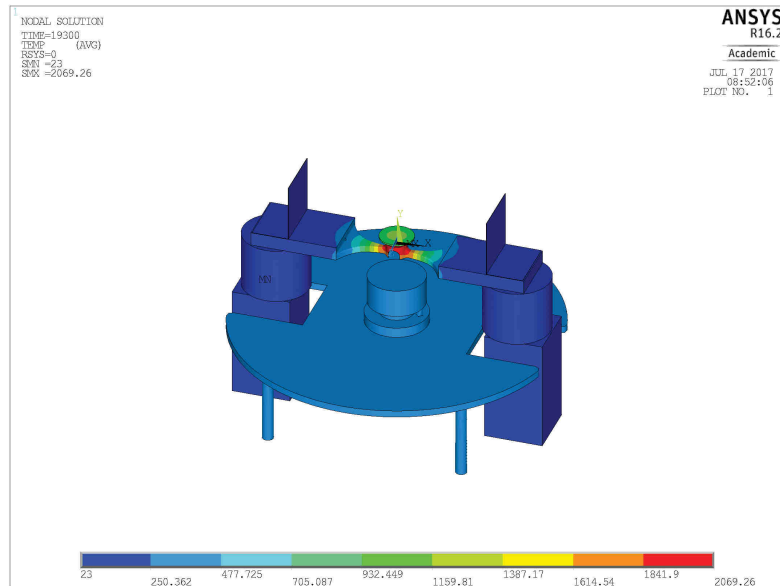
	MB	MBS
N. nodi	169480	210336
N. Elementi	99284	123454
Tempo di calcolo [h]	6	9

Tabella 6.4: Confronto tra tensione ottenuta con MB e MBS.

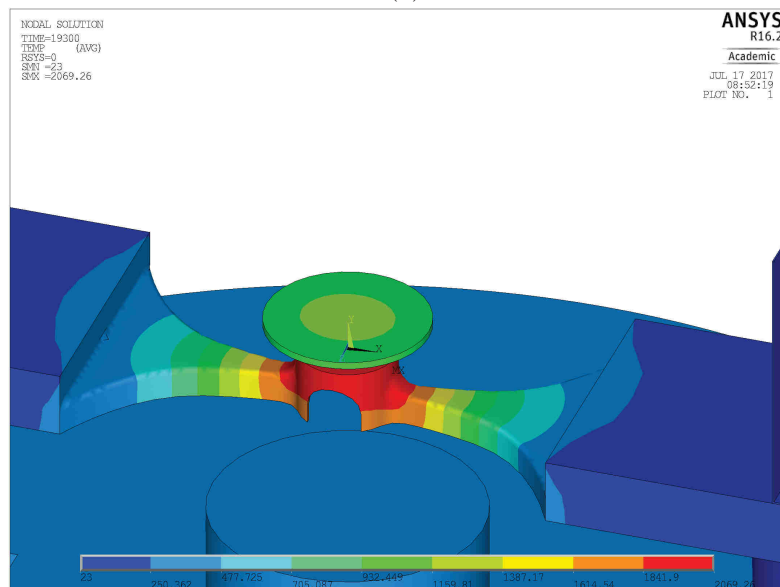
I [A]	$\Delta V$ [V]		
	MB	MBS	MB-MBS
170	4,6514	4,6796	-0,0282
180	4,9572	4,9873	-0,0301
190	5,2738	5,3060	-0,0322
200	5,5978	5,6320	-0,0342
210	5,9312	5,9674	-0,0362
220	6,2717	6,3100	-0,0383
230	6,6161	6,6562	-0,0401
240	6,9654	7,0075	-0,0421
250	7,3206	7,3646	-0,0440
260	7,6758	7,7218	-0,0460
270	8,0310	8,0790	-0,0480

Tabella 6.5: Confronto tra le temperature sulla superficie superiore del disco di MB e MBS.

r [m]	Temp. in x a 270 [A]			Temp. in z a 270 [A]		
	MB	MBS	MB-MBS	MB	MBS	MB-MBS
0,0000	1240,6	1240,9	-0,3	1240,6	1240,9	-0,3
0,0008	1239,8	1240,2	-0,4	1239,7	1240,1	-0,4
0,0015	1237,6	1238,1	-0,5	1237,1	1237,4	-0,3
0,0023	1233,8	1234,4	-0,6	1232,8	1233,1	-0,3
0,0030	1228,8	1229,3	-0,5	1226,7	1227,2	-0,5
0,0038	1222,4	1222,8	-0,4	1219,1	1219,6	-0,5
0,0045	1214,7	1215,2	-0,5	1210,0	1210,5	-0,5
0,0053	1206,0	1206,7	-0,7	1199,8	1200,1	-0,3
0,0060	1196,4	1197,2	-0,8	1188,3	1188,7	-0,4
0,0068	1186,1	1186,9	-0,8	1175,8	1176,3	-0,5
0,0075	1175,5	1176,3	-0,8	1163,1	1163,5	-0,4
0,0083	1165,1	1166,0	-0,9	1150,4	1150,8	-0,4
0,0090	1154,8	1155,8	-1,0	1138,0	1138,3	-0,3
0,0098	1144,6	1145,7	-1,1	1125,7	1126,0	-0,3
0,0105	1135,2	1136,2	-1,0	1114,1	1114,6	-0,5
0,0113	1126,7	1127,6	-0,9	1103,8	1104,4	-0,6
0,0120	1119,1	1120,1	-1,0	1094,7	1095,4	-0,7
0,0128	1112,5	1113,5	-1,0	1087,0	1087,6	-0,6
0,0135	1106,8	1107,9	-1,1	1080,5	1081,1	-0,6
0,0143	1102,3	1103,4	-1,1	1075,5	1076,1	-0,6
0,0150	1098,8	1099,9	-1,1	1071,9	1072,5	-0,6



(a)



(b)

Figura 6.7: Nodal temperature per il Modello Base.

## 6.4 Analisi di sensitività

Come anticipato nel Paragrafo 6.1, l'analisi di sensitività viene eseguita per verificare l'influenza sul risultato finale dei componenti che costituiscono il Modello Base (MB). L'analisi è stata impostata confrontando i seguenti casi mantenendo invariata la mesh degli elementi presenti di volta in volta.

- MB\_V0: corrispondente al Modello Base;
- MB\_V1: eliminazione degli schermi in tantalio;
- MB\_V2: eliminazione delle aste che collegano la piastra in grafite alla campana. Con questa analisi si evidenzia o meno l'effetto della conduzione tra campana e sistema

di supporto;

- MB\_V3: eliminazione delle astine in grafite rappresentanti le spine per il centraggio e la guida della base;
- MB\_V4: eliminazione del cilindro rappresentativo della vite e determinazione dell'influenza della conduzione tra sistema di regolazione e schermo termico;
- MB\_V5: eliminazione della base in grafite e analisi dei risultati in assenza del sistema di regolazione;
- Nel caso in cui le differenze tra le precedenti alternative siano minime, si procederà allo studio del modello in assenza della piastra e successivamente della campana.

In Tabella 6.6 vengono riportati i risultati di ciascuna versione in termini di tempo di calcolo.

Il confronto viene fatto sulle temperature in centro, periferia e metà del raggio, calcolate come media integrale in un intorno del punto considerato di diametro 0,004 [mm] pari alla dimensione dello spot di misura dei pirometri in dotazione. Come visto in precedenza, si setta il tempo a 200 [s] dal termine dello step di corrente per assicurarsi una condizione di equilibrio.

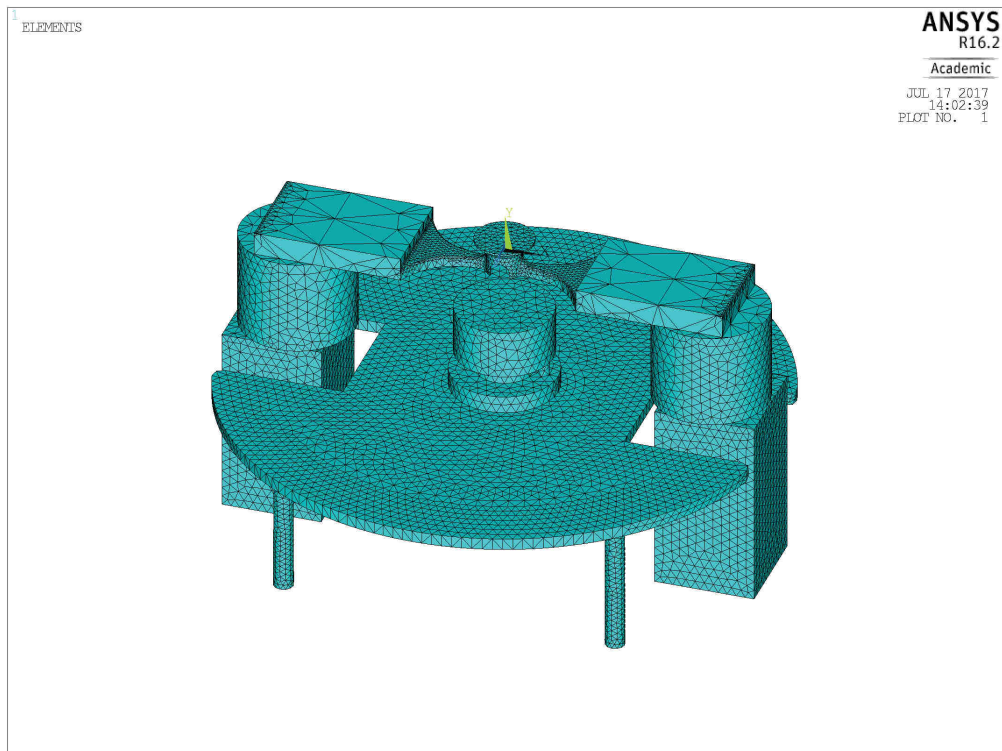
Tabella 6.6: Tempi di calcolo per i modelli dell'analisi di sensitività.

	Tempo di calcolo
MB_V0	6h
MB_V1	5h 45 min
MB_V2	4h 45 min
MB_V3	4h 45 min
MB_V4	4h 50 min

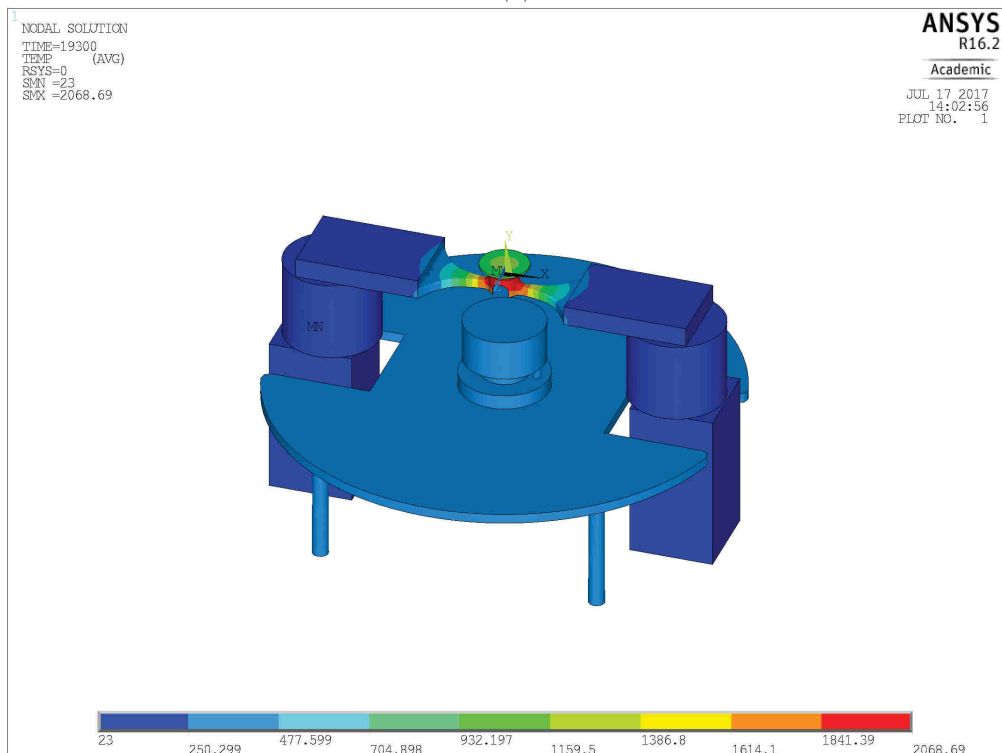
#### 6.4.1 MB\_V1

Come si può vedere dai valori riportati in Tabella 6.7 la differenza massima di temperatura tra i due modelli è inferiore ad 1 [°C] e quindi trascurabile.

La presenza o meno degli schermi in tantalio nel modello non influisce sui risultati che si ottengono quindi possono essere eliminati nelle prossime analisi.



(a)



(b)

Figura 6.8: Mesh e *Nodal temperature* per il modello MB\_V1.

Tabella 6.7: Differenza tra MB\_V0 e MB\_V1.

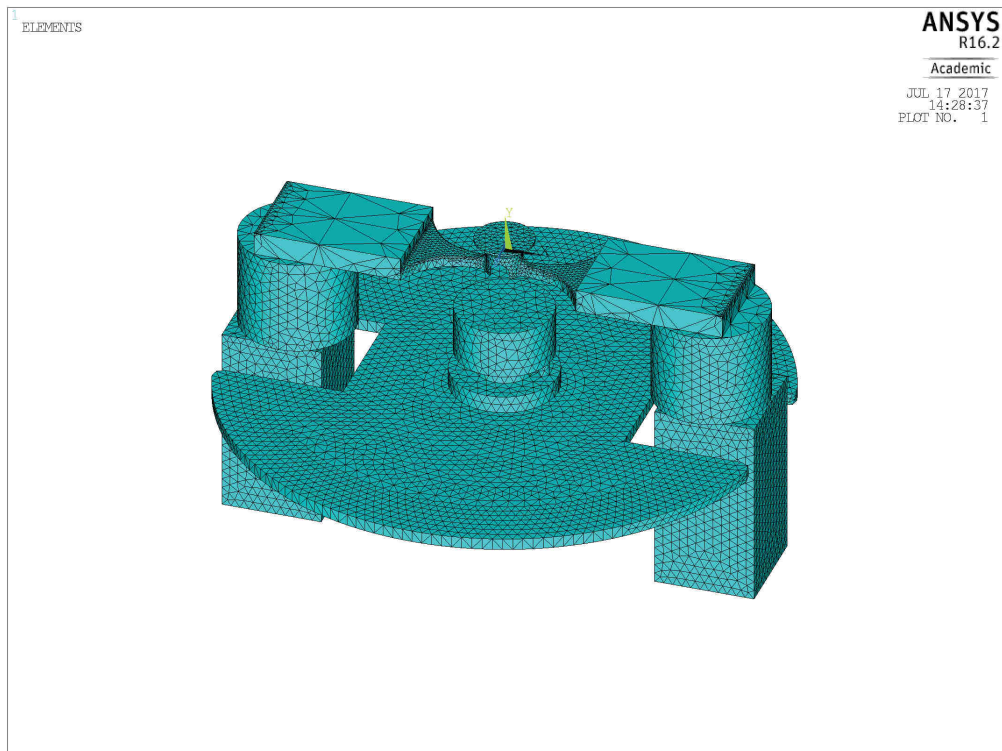
I [A]	$\Delta V$ [V]	MB_VO-MB_V1		
		TCN [°C]	TMN [°C]	TPN [°C]
170	0,0058	0,654	0,597	0,546
180	0,0062	0,719	0,671	0,633
190	0,0066	0,747	0,687	0,638
200	0,0069	0,763	0,701	0,650
210	0,0074	0,787	0,719	0,663
220	0,0077	0,803	0,730	0,672
230	0,0081	0,798	0,718	0,655
240	0,0084	0,848	0,763	0,695
250	0,0088	0,864	0,776	0,706
260	0,0092	0,874	0,779	0,700
270	0,0097	0,894	0,800	0,730

#### 6.4.2 MB\_V2

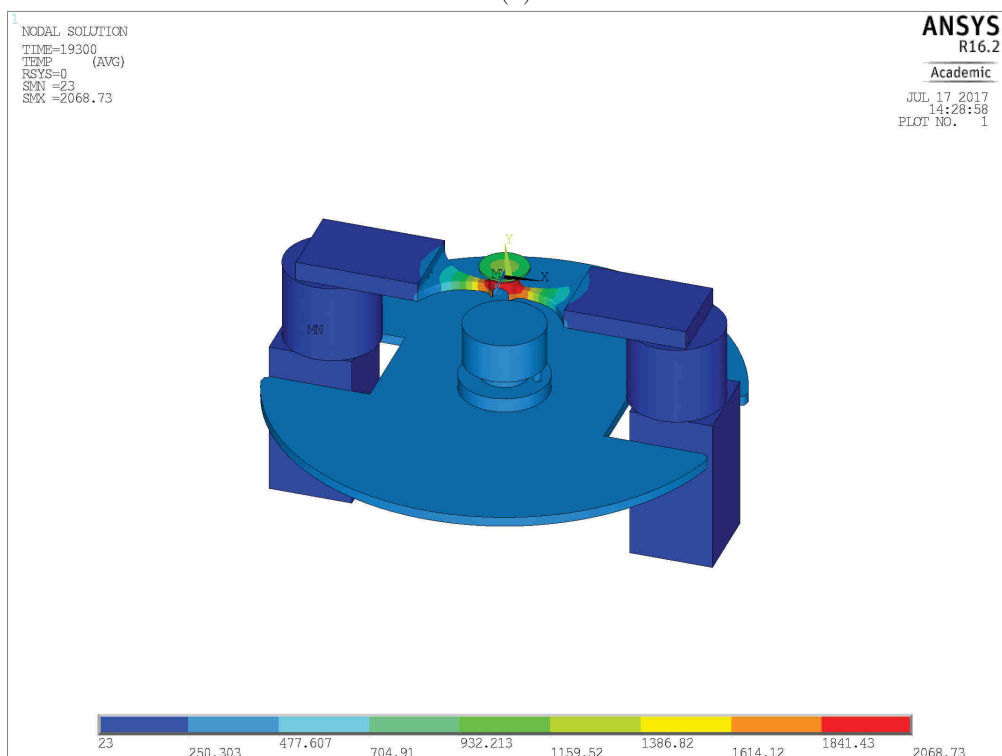
Con il modello MB\_V2 si è valutata la possibilità di eliminare le quattro aste cilindriche di collegamento tra piastra e campana e quindi di capire se i fenomeni conduttivi tra campana e sistema di supporto fossero più o meno significativi sul risultato finale. I risultati riportati in Tabella 6.8 dimostrano come l'effetto sia trascurabile con differenze tra le temperature sempre inferiori a 1 [°C].

Tabella 6.8: Differenza tra MB\_V0 e MB\_V2.

I [A]	$\Delta V$ [V]	MB_VO-MB_V2		
		TCN [°C]	TMN [°C]	TPN [°C]
170	0,0058	0,597	0,552	0,500
180	0,0062	0,660	0,626	0,585
190	0,0066	0,686	0,642	0,590
200	0,0069	0,701	0,656	0,602
210	0,0074	0,724	0,674	0,615
220	0,0077	0,739	0,686	0,624
230	0,0081	0,733	0,674	0,607
240	0,0084	0,782	0,721	0,648
250	0,0088	0,797	0,734	0,660
260	0,0092	0,807	0,738	0,654
270	0,0097	0,827	0,761	0,685



(a)



(b)

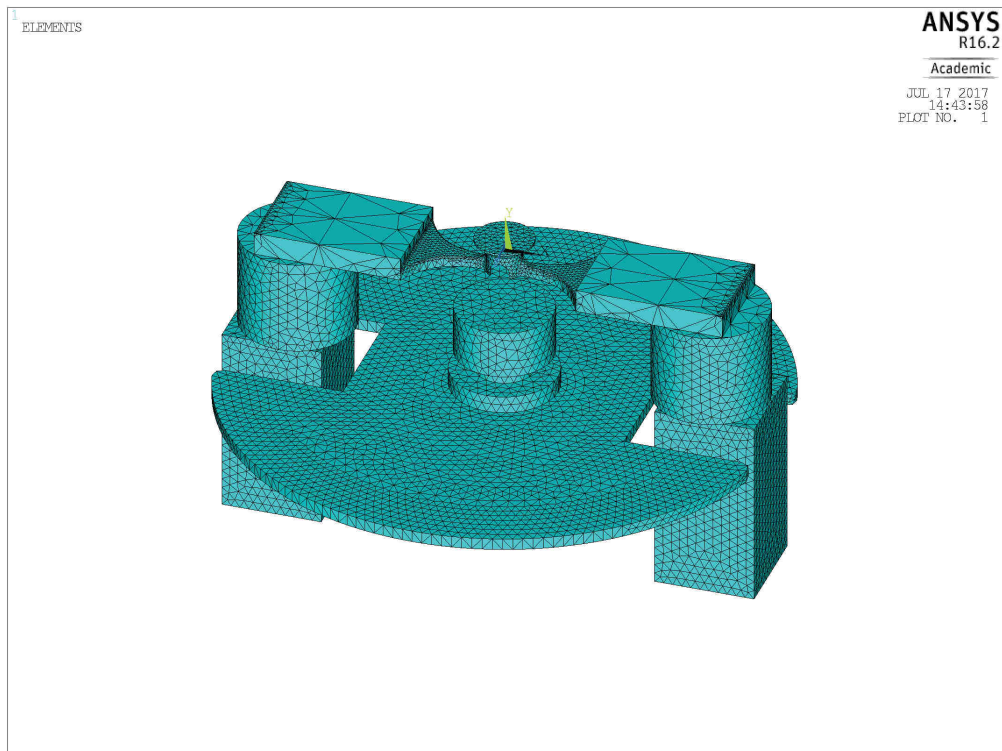
Figura 6.9: Mesh e Nodal temperature per il modello MB\_V2.

### 6.4.3 MB\_V3

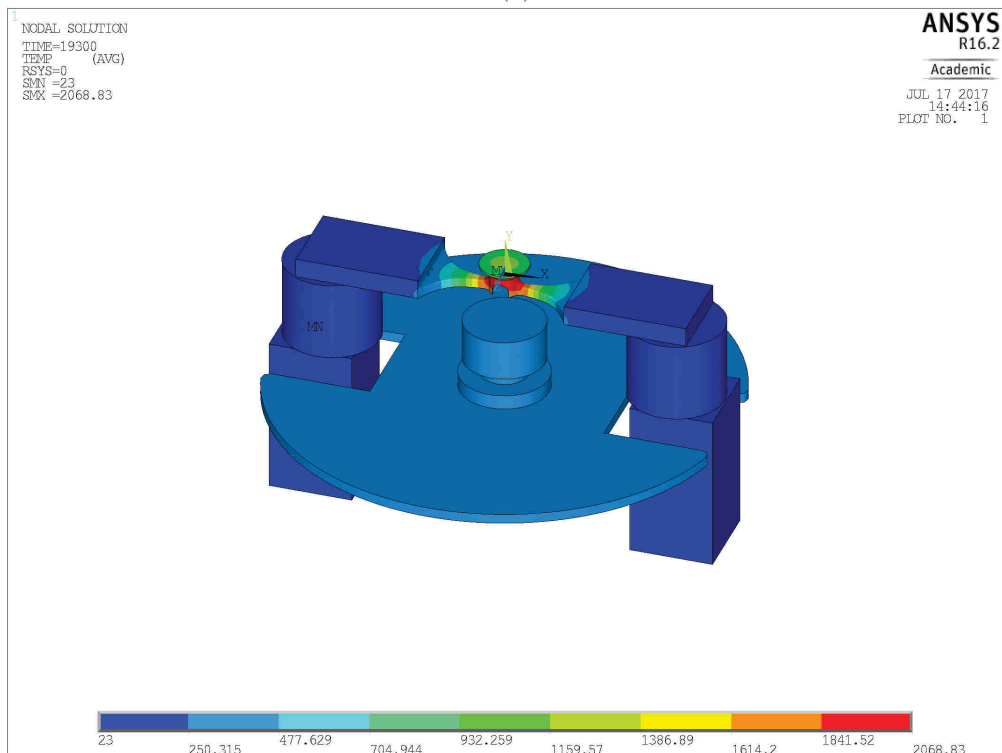
Nel modello MB\_V3 rispetto al precedente vengono eliminate le due astine in grafite rappresentative delle spine cilindriche nella realtà. Come si vede dai risultati la differenza tra le temperature rimane invariata e inferiore ad 1[°C].

Tabella 6.9: Differenza tra MB\_V0 e MB\_V3.

I [A]	$\Delta V$ [V]	MB_VO-MB_V3		
		TCN [°C]	TMN [°C]	TPN [°C]
170	0,0058	0,571	0,540	0,498
180	0,0062	0,654	0,618	0,576
190	0,0066	0,672	0,636	0,588
200	0,0069	0,688	0,646	0,595
210	0,0073	0,710	0,668	0,611
220	0,0077	0,724	0,676	0,617
230	0,0082	0,734	0,672	0,597
240	0,0083	0,810	0,735	0,642
250	0,0089	0,687	0,651	0,602
260	0,0092	0,794	0,725	0,633
270	0,0096	0,802	0,746	0,676



(a)



(b)

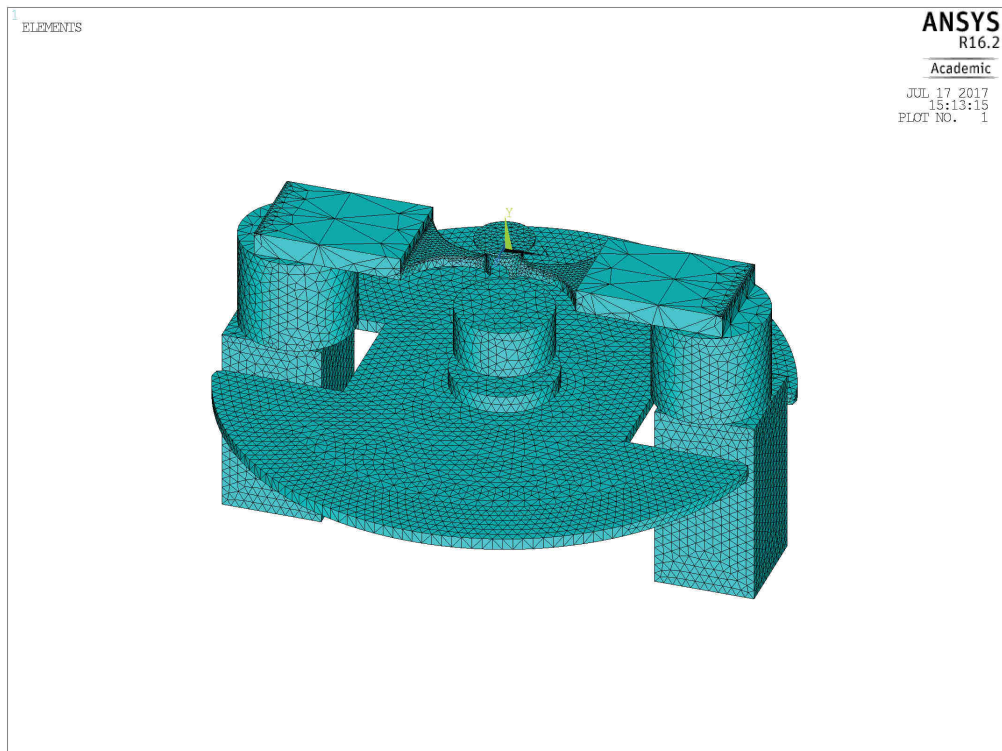
Figura 6.10: Mesh e *Nodal temperature* per il modello MB\_V3.

#### 6.4.4 MB\_V4

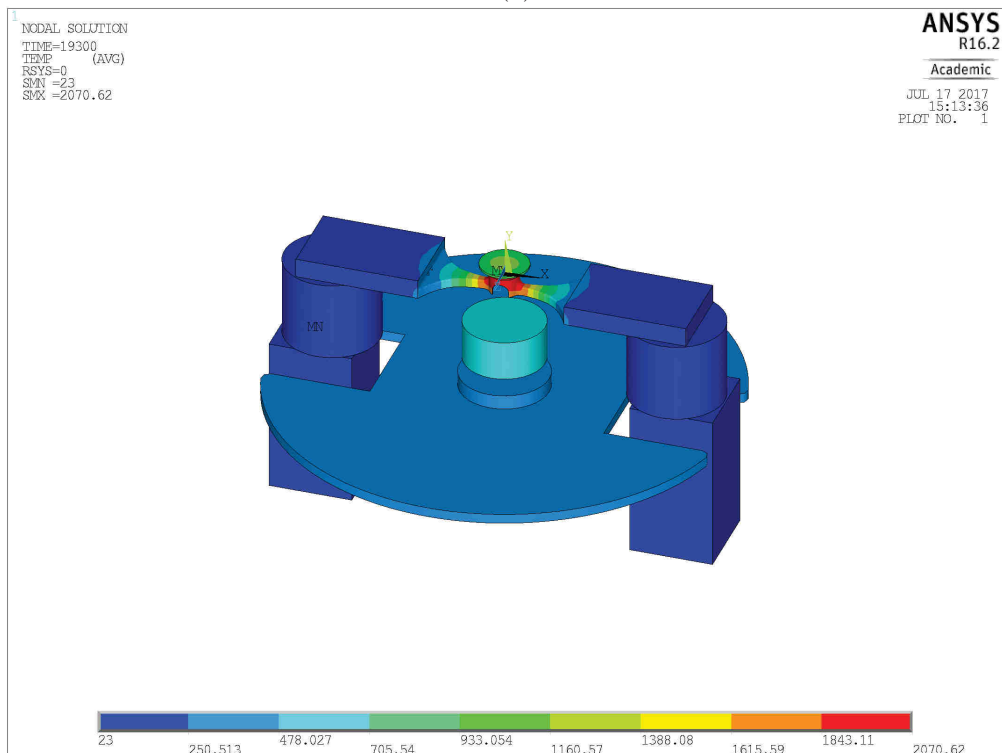
In questo modello sono stati rimossi le astine e la vite che collegavano la piastra con la base superiore, in modo tale da studiare l'influenza dei fenomeni conduttivi e la presenza o meno dei componenti. In questo caso le differenze tra le temperature superano i -2 [°C], quindi rispetto al modello MB\_V3 si calcolano delle temperature di quasi 3 [°C] superiori.

Tabella 6.10: Differenza tra MB\_V0 e MB\_V4.

I [A]	V [V]	MB_VO-MB_V4		
		TCN [°C]	TMN [°C]	TPN [°C]
170	0,0055	-1,374	-1,467	-1,572
180	0,0058	-1,416	-1,506	-1,611
190	0,0059	-1,485	-1,595	-1,722
200	0,006	-1,544	-1,671	-1,815
210	0,0062	-1,602	-1,745	-1,913
220	0,0063	-1,639	-1,801	-1,991
230	0,0065	-1,706	-1,893	-2,112
240	0,0067	-1,682	-1,889	-2,131
250	0,0069	-1,702	-1,936	-2,203
260	0,0074	-1,676	-1,936	-2,238
270	0,0076	-1,677	-1,959	-2,289



(a)



(b)

Figura 6.11: Mesh e *Nodal temperature* per il modello MB\_V4.

### 6.4.5 Conclusioni analisi di sensitività

Nonostante la differenza tra Modello Base e MB\_V4 sia di circa lo 0,2% e dunque molto limitata si decide di prendere come modello di riferimento da ottimizzare ulteriormente prima di studiarne la convergenza della mesh la versione MB\_V3, dove la differenza massima con il Modello Base era pari a 0,072%.

## 6.5 Ottimizzazione del modello MB\_V3

L'ottimizzazione del modello è stata svolta per raggiungere i seguenti obiettivi:

- Accorciare all'essenziale il codice APDL;
- Inserire i commenti per spiegare le operazioni svolte man mano;
- Disporre di un codice parametrico su diametro e spessore del disco e sulla distanza dello stesso dalla superficie del crogiolo;
- Creare una mesh adatta al successivo studio di convergenza;

Per sviluppare il secondo punto elencato sopra, gli elementi importati in formato IGES sono stati limitati a quelli del circuito principale e alla piastra in grafite mentre gli altri sono stati creati all'interno di Ansys a seconda dei parametri impostati all'inizio:

- *Diam*: diametro del disco in [m];
- *Depth*: spessore del disco in [m];
- *YOffset*: quota in [m] per spostare il disco dalla posizione di default (0,005 [m]).

In particolare, il cilindro rappresentativo della vite avrà un'altezza a cui si andrà a sommare algebricamente *YOffset*, mentre la base di spessore costante sarà posizionata ad un'altezza funzione di *YOffset*.

Per ridurre ulteriormente i tempi di calcolo si è provato ad eliminare dalla lista delle superfici radianti le superfici degli elettrodi (MB\_V8) supponendo che l'influenza sul risultato fosse minima in quanto posti quasi completamente al di sotto dello schermo termico in grafite. L'ipotesi così formulata risulta valida come evidenziato dai dati riportati in Tabella 6.11 dove la differenza massima è di 1,016 [°C]. Il principale vantaggio rispetto a MB\_V3 è stata la riduzione del tempo di calcolo di circa 90 [min].

Il codice APDL del modello MB\_V8 è riportato in Appendice.

## 6.6 Analisi di convergenza della mesh

L'analisi di convergenza è stata strutturata in due macro fasi:

- convergenza della mesh del crogiolo;
- convergenza della mesh dei restanti volumi;

Tabella 6.11: Differenza tra MB\_V0 e MB\_V4.

MB_V0-MB_V8			
$\Delta V$ [V]	TCN [°C]	TMN [°C]	TPN [°C]
0,0058	0,737	0,699	0,649
0,0062	0,807	0,783	0,745
0,0066	0,841	0,809	0,760
0,0069	0,861	0,832	0,783
0,0074	0,891	0,860	0,807
0,0077	0,911	0,881	0,826
0,0081	0,909	0,878	0,820
0,0084	0,963	0,933	0,872
0,0089	0,994	0,970	0,913
0,0093	0,994	0,965	0,897
0,0097	1,016	0,997	0,942

Come parametro per eseguire il confronto tra le varie versioni è stata presa la temperatura in periferia sulla superficie superiore del disco per lo step a 250 [A] di corrente (TPN(250[A])). Questo perché 250 [A] è il valore massimo di corrente raggiunto durante la raccolta dei dati per la validazione e in periferia in quanto è la zona del disco che più risente dell'irraggiamento delle superfici circostanti in quanto più lontano dal centro del crogiolo.

La mesh del crogiolo è gestita con il codice APDL riportato in Figura 6.12, dove essenzialmente si controlla la dimensione degli elementi sul centro del volume con il parametro *Dimel*, inoltre si esegue un *refine at areas* in corrispondenza delle superfici rettangolari superiori per uniformare parzialmente la dimensione degli elementi. Il risultato che si ottiene eseguendo il codice è mostrato in Figura 6.13.

```

!MESH Crogiolo - volume 8
DIMEL=0.0025                                !Dimensione dell'elemento sulla
                                              !superficie del crogiolo
ANGEL=DIMEL*360/(ACOS(-1)*0.018)
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,1
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
DESIZE,1,1,9999,ANGEL,ANGEL,DIMEL,1,1,4,
VMESH,8

!Refine aree crogiolo
AREFINE,52,,,1,CLEAN,,
AREFINE,80,,,1,CLEAN,,

```

Figura 6.12: APDL per generare la mesh del crogiolo.

Variando progressivamente il parametro *Dimel* si è potuto tracciare il grafico in Figura 6.14 dove si riporta la TPN(250[A]) in funzione del numero di elementi del crogiolo. I dati

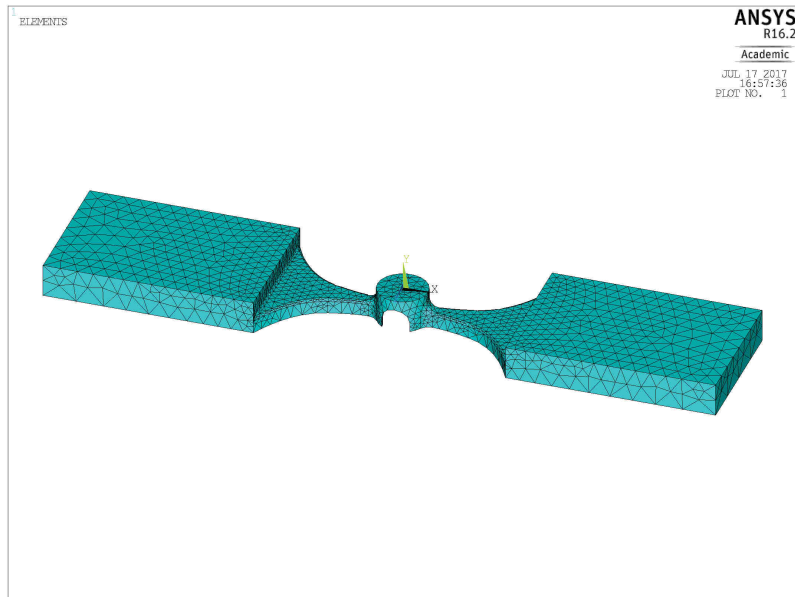


Figura 6.13: Mesh del crogiolo.

utilizzati per costruire il grafico sono riportati in Tabella 6.12. Viene preso a riferimento per lo studio di convergenza degli altri volumi costituenti il modello la versione V20 che rappresenta un buon compromesso tra precisione dei risultati e tempo di calcolo.

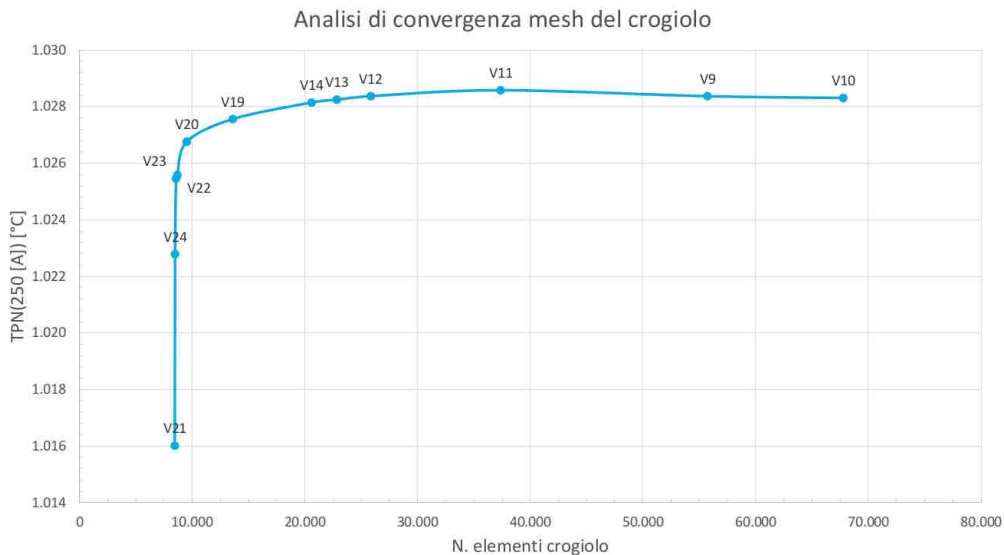


Figura 6.14: Analisi di convergenza della mesh per il crogiolo.

Per eseguire l'analisi di convergenza globale è stato adottato un parametro chiamato Fattore di Riduzione (FR) della dimensione degli elementi. Partendo da una mesh estremamente grossolana (Figura 6.15) e FR pari a 1 si è passati a mesh via via più fini variando progressivamente FR di 0,1. Anche la mesh della campana è stata posta proporzionale a FR, in Figura 6.16 viene riportata la mesh con FR=1. I risultati sono riportati in Figura 6.14.

Tabella 6.12: Dati relativi al grafico in Figura 6.14.

Versione	Durata	N. elementi crogiolo	TPN (250 [A]) [°C]
V21	53 [min]	8464	1016,015
V24	55 [min]	8487	1022,785
V23	56 [min]	8571	1025,453
V22	56 [min]	8690	1025,579
V20	1 [h]	9515	1026,755
V19	1 [h] 15 [min]	13613	1027,560
V14	1 [h] 35 [min]	20597	1028,143
V13	1 [h] 45 [min]	22836	1028,246
V12	1 [h] 55 [min]	25851	1028,368
V11	6 [h] 55 [min]	37372	1028,578
V9	2 [h] 5 [min]	55731	1028,366
V10	4 [h] 35 [min]	67769	1028,306

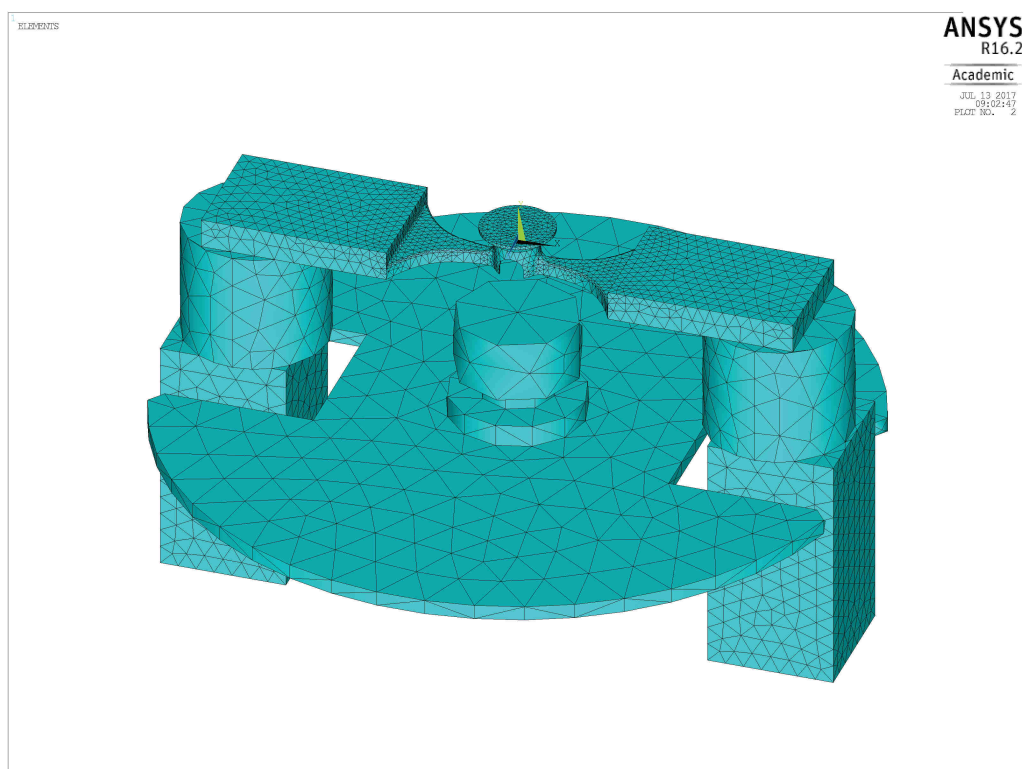


Figura 6.15: Mesh ottenuta con FR pari a 1.

Dal grafico (Figura 6.17) risulta evidente che il campo di temperatura sul disco è *mesh insensitive* rispetto tutti i volumi ad eccezione del crogiolo.

Nonostante sia stato dimostrato come una mesh molto rada sia adatta a descrivere interamente il campo di temperatura, si adotta una mesh leggermente rifinita in modo che la rappresentazione con elementi non alteri eccessivamente la geometria, in particolare per

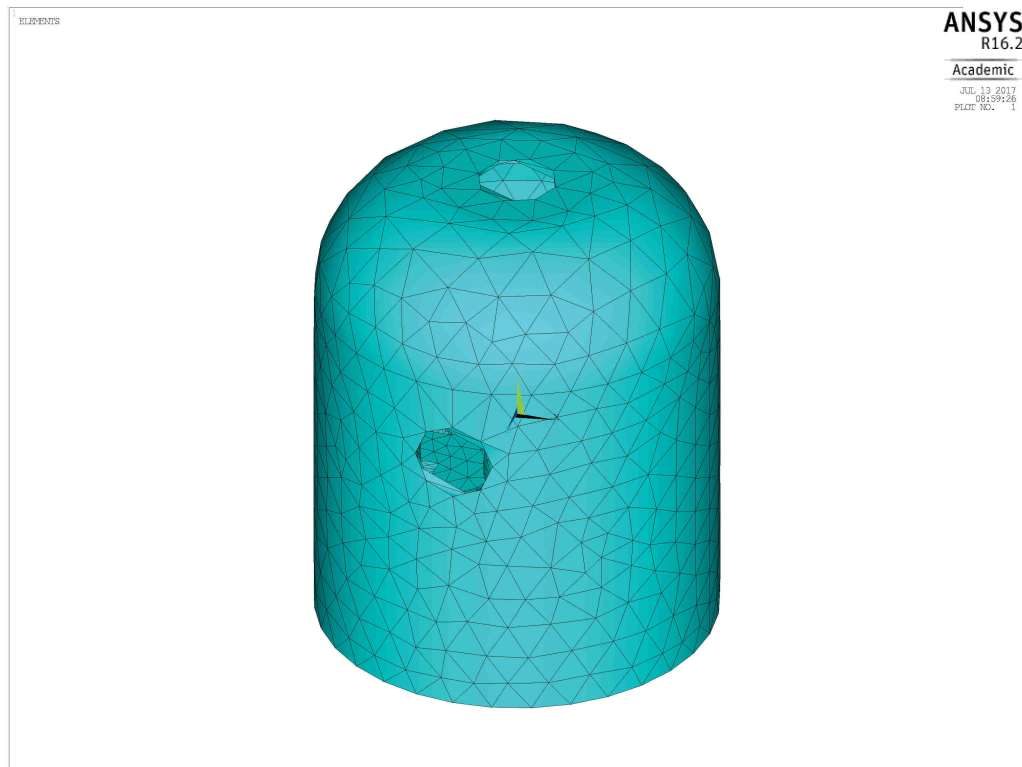


Figura 6.16: Mesh della campana ottenuta con FR pari a 1.

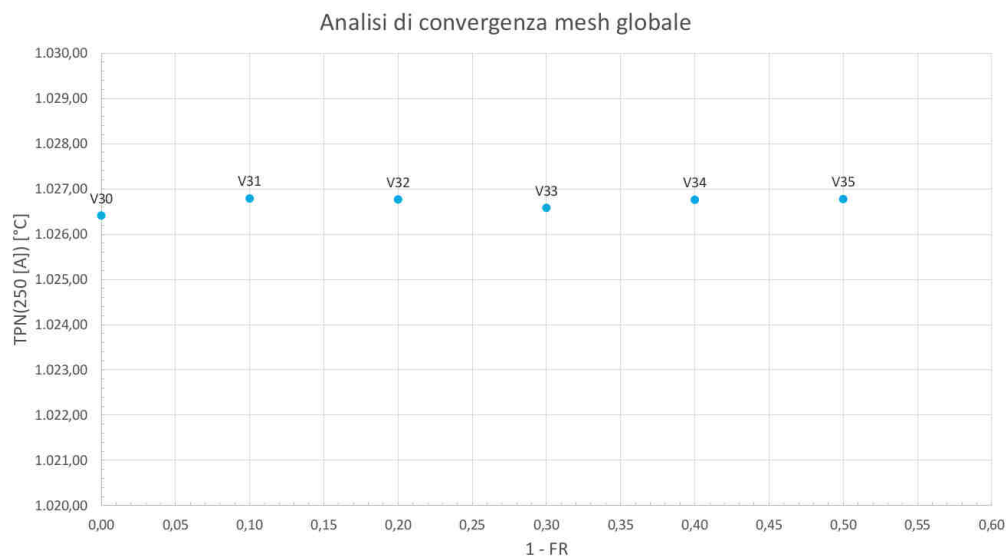


Figura 6.17: Analisi di convergenza della mesh globale tramite Fattore di Riduzione..

quanto riguarda il sistema di regolazione. La mesh proposta è riportata nelle Figura 6.18 - 6.21. Per ridurre ulteriormente i tempi di calcolo è stata valutato l'impatto dato dal *refine* sulle aree del crogiolo. Come si può vedere in Tabella 6.13, la differenza è minima quindi, la versione finale prevede una mesh del crogiolo illustrata in Figura 6.21.



Figura 6.18: Mesh definitiva.

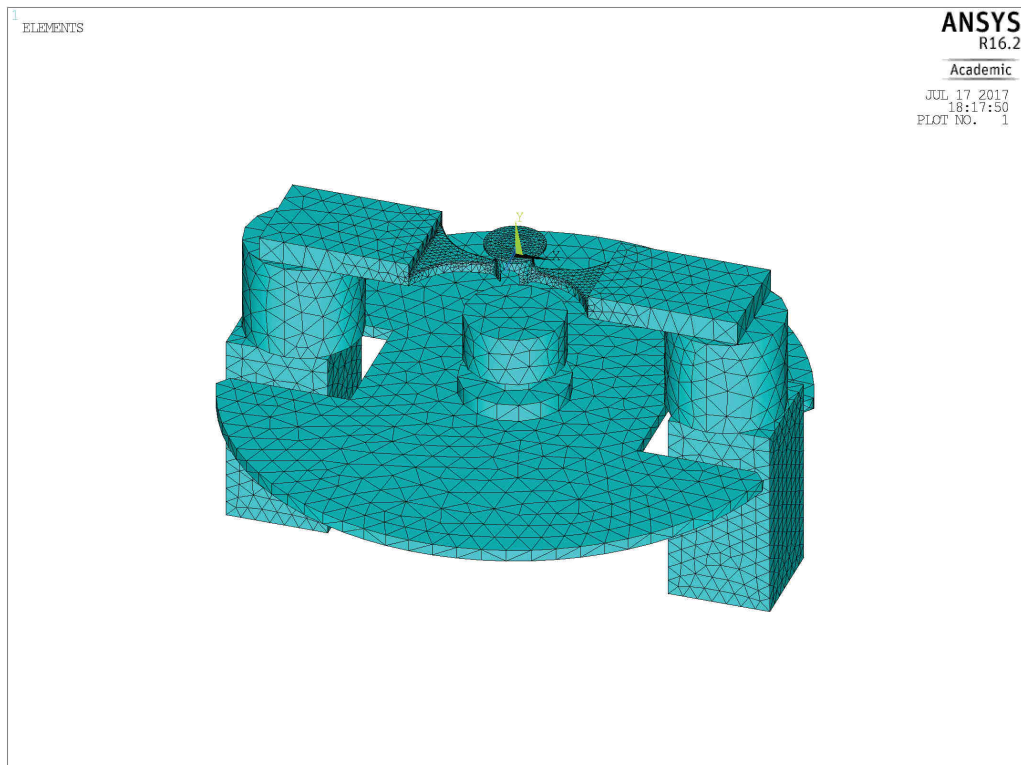


Figura 6.19: Mesh definitiva.

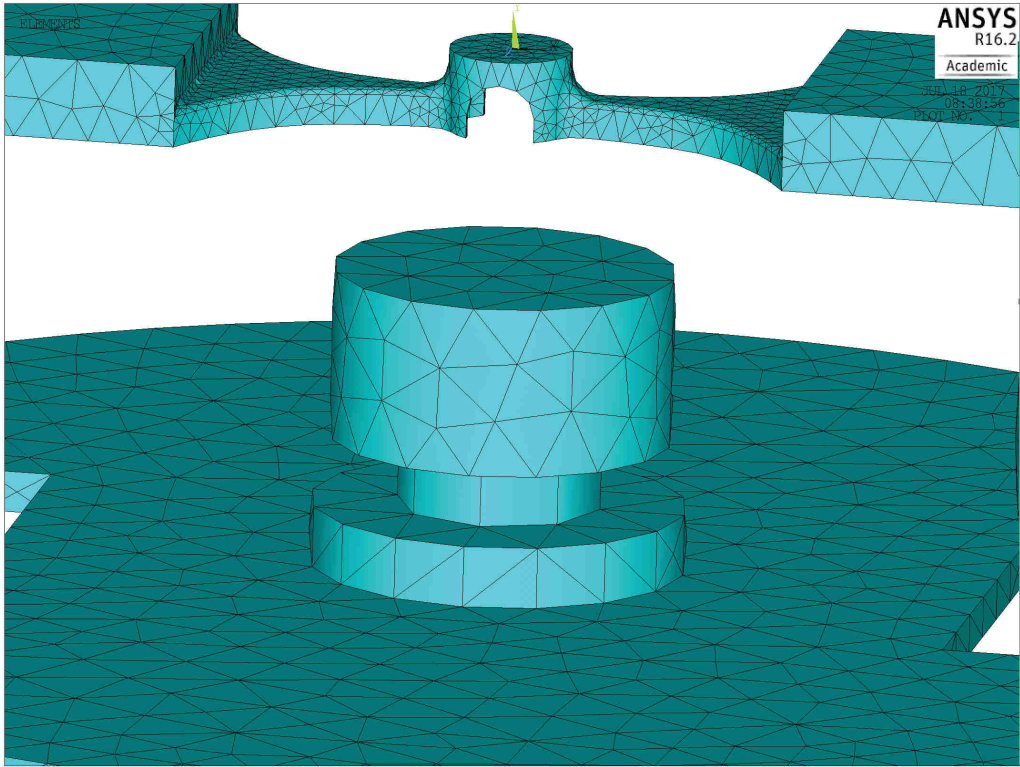


Figura 6.20: Mesh definitiva.

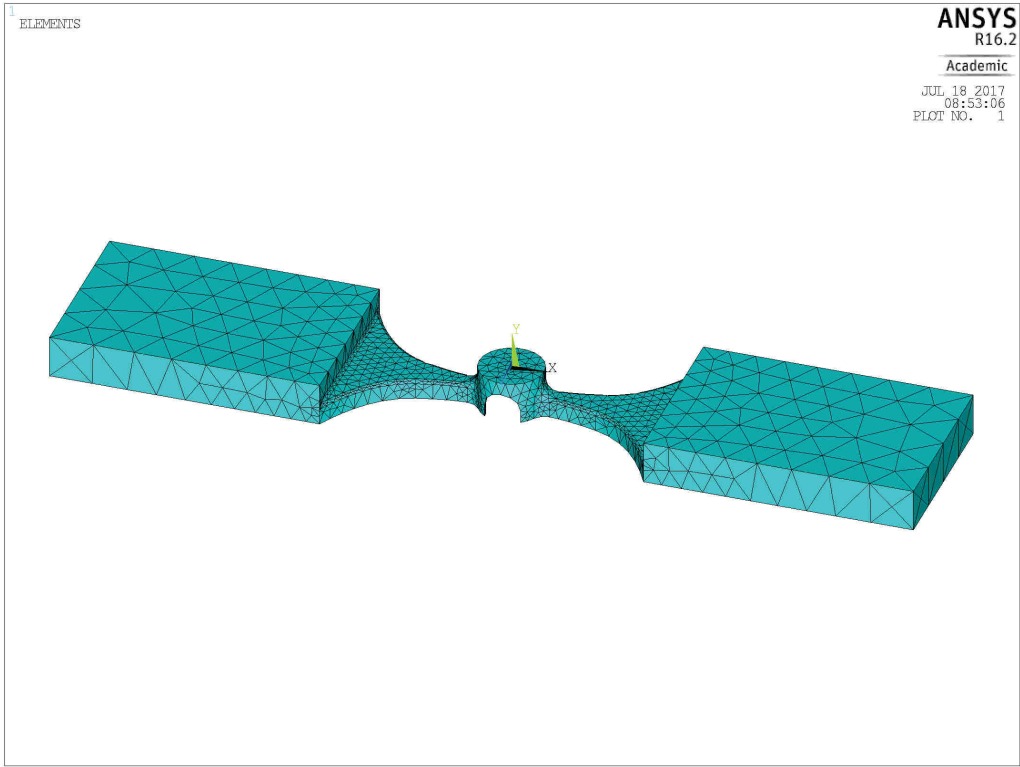


Figura 6.21: Mesh del crogiolo definitiva.

Tabella 6.13: Confronto tra i risultati con *refine* sulle aree (V30) e senza (V50).

I [A]	TCN [°C]	V30-V50	
		TMN [°C]	TPN [°C]
170	0,067	0,062	-0,057
180	0,064	0,059	-0,054
190	0,061	0,056	-0,051
200	0,058	0,052	-0,048
210	0,056	0,050	-0,045
220	0,053	0,047	-0,043
230	0,051	0,045	-0,041
240	0,048	0,043	-0,039
250	0,046	0,041	-0,038
260	0,045	0,040	-0,035
270	0,043	0,038	-0,035

## 6.7 Validazione del modello numerico

A livello puramente teorico, il processo di ottimizzazione svolto fino ad ora si potrebbe considerare sufficiente per poter affermare che il modello sia rappresentativo della realtà. Tuttavia con un modello numerico si svolgono una serie di approssimazioni e ipotesi che spesso non rappresentano la realtà; inoltre per non appesantire eccessivamente l'analisi sono state trascurate le astine in tungsteno di supporto e tutte le resistenze di contatto presenti tra gli elementi del circuito principale. La validazione quindi riveste un ruolo essenziale per l'applicazione consapevole del codice di ottimizzazione per la stima della conducibilità termica.

La validazione si compone di due fasi principali: la raccolta di dati sperimentali e il loro confronto con i dati numerici.

### 6.7.1 Raccolta dei dati sperimentali

La campagna sperimentale è stata svolta utilizzando la rampa automatica in controllo di corrente riportata in Figura 6.22. Il ciclo prevede step di 5 [A] ogni 15 minuti fino ad un valore massimo di 250 [A] per una durata complessiva dell'intero ciclo pari a 24 [h]. La decisione di fermare la salita ad un livello inferiore al simulato (250 [A]) è stata presa per limitare il tempo di una singola prova e in particolare per ridurre i gradienti termici sul crogiolo e quindi limitare le tensioni meccaniche che potrebbero provocare la rottura dello stesso. A monte di questa decisione vi è stata la scarsa disponibilità di crogioli, solamente due per l'intero lavoro da fare.

Per ciascuna configurazione in esame sono state raccolte tre misure di temperatura per ciascun punto di interesse, cioè centro del disco (TCS), periferia del disco (TPS) e a metà tra i due punti (TMS). Le configurazioni caratterizzate sono le seguenti:

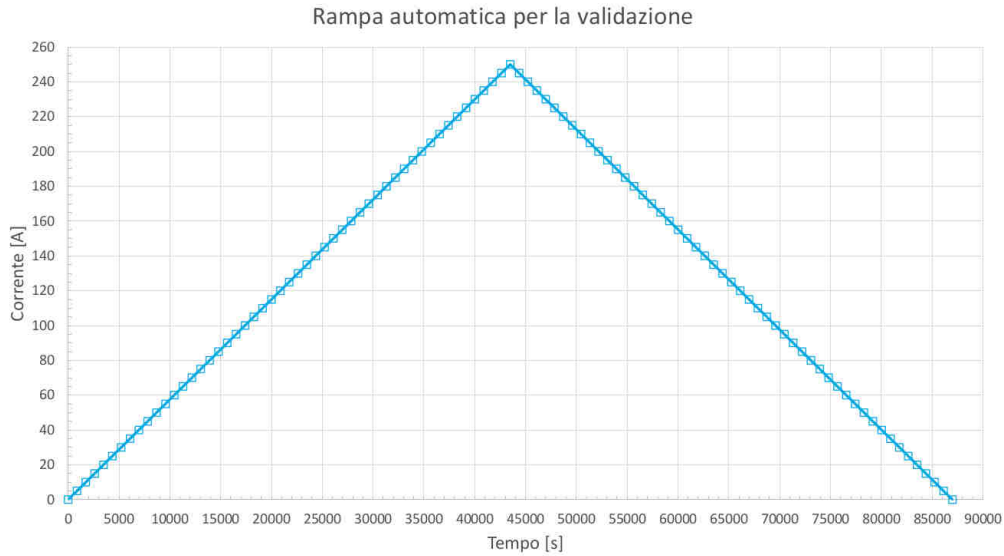


Figura 6.22: Rampa automatica per le prove sperimentali di validazione del modello numerico.

- Disco POCO AF-5, 30 [mm] di diametro, 1,13 [mm] di spessore posto a 5 [mm] dal crogiolo;
- Disco POCO AF-5, 30 [mm] di diametro, 1,13 [mm] di spessore posto a 2,5 [mm] dal crogiolo.

I dati così raccolti sono stati elaborati in una cartella di lavoro *excel*, mediante la quale per ciascun step di corrente compreso tra 170 e 250 [A] con intervallo di 10 [A], è stata fatta la media della temperatura dello spot in esame prendendo in considerazione la seconda metà delle misure per essere certi di aver raggiunto una condizione di equilibrio.

Il confronto con i dati sperimentali ha portato ai risultati riportati nel seguente Paragrafo 6.7.2.

### 6.7.2 Confronto tra dati numerici e dati sperimentali

Per quanto riguarda la configurazione denominata "POCOAF5\_30mm\_5mm", i risultati sono riassunti in Tabella 6.14. Come si può vedere dai grafici in Figure 6.23-6.26, la tensioni numeriche e sperimentali deviano tra loro al massimo del 2% mentre le temperature con il modello numerico vengono sottostimate in media di 30,57 [°C] con una differenza massima che in valore assoluto raggiunge i 35,43 [°C]. E' importante sottolineare come le curve corrente-tensione siano ben approssimabili con una equazione lineare, fatto evidenziato dal valore di deviazione standard prossimo a uno sia per le misure sperimentali sia per quelle numeriche.

Come già anticipato le temperature numeriche risultano sottostimate di circa 30 [°C] però l'andamento è sempre lineare e quasi parallelo alle curve sperimentali.

Tabella 6.14: POCOAF5\_30mm\_5mm, confronto dati numerici - dati sperimentali.

Corrente [A]	$\Delta VN-\Delta VS$ [V]	TCN-TCS [ $^{\circ}C$ ]	TMN-TMS [ $^{\circ}C$ ]	TPN-TPS [ $^{\circ}C$ ]
170	0,0837	-35,4336	-32,1957	-33,5371
180	0,0847	-34,6919	-32,0652	-33,3766
190	0,0898	-33,7929	-30,4589	-32,4588
200	0,1001	-33,3801	-29,8117	-31,1343
210	0,1107	-34,7680	-28,8761	-30,4958
220	0,1206	-32,9722	-29,4016	-29,1807
230	0,1332	-31,5109	-26,8257	-26,7151
240	0,1467	-30,2903	-24,9061	-28,7163
250	0,1588	-29,1726	-23,0550	-26,2526

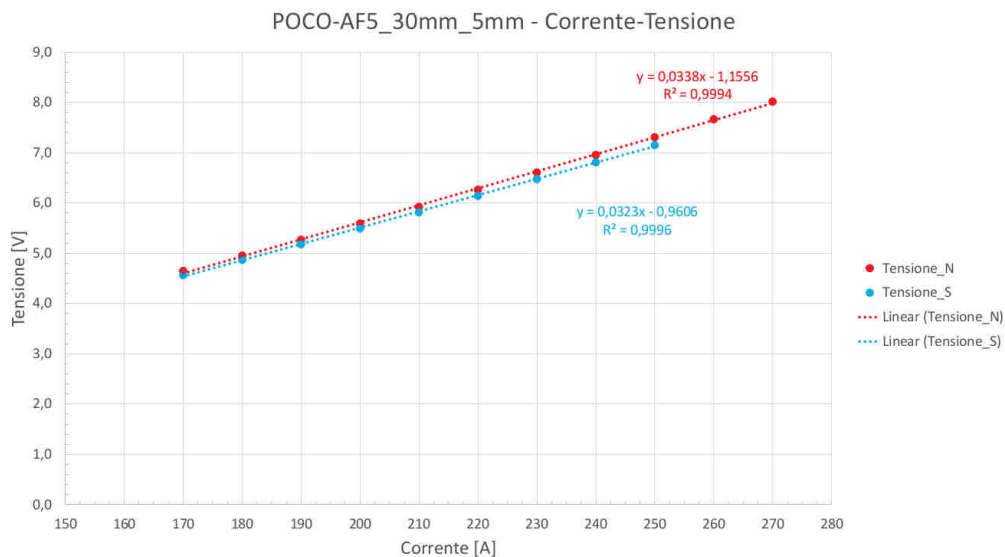


Figura 6.23: POCOAF5\_30mm\_5mm confronto corrente-tensione.

Il confronto tra i dati sperimentali e i dati numerici per la configurazione denominata "POCOAF5\_30mm\_5mm" sono riportati in Tabella 6.15. Come visto in precedenza, le tensioni numeriche e sperimentali variano tra loro al massimo del 2% mentre per le temperature vi è una differenza marcata. Come si vede dai grafici in Figure 6.27-6.30, e in modo più evidente dalla Tabella 6.15, la differenza tra TN e TS diminuisce progressivamente all'aumentare della corrente sempre all'interno dei 30 [ $^{\circ}C$ ] di differenza visti nella configurazione precedente.

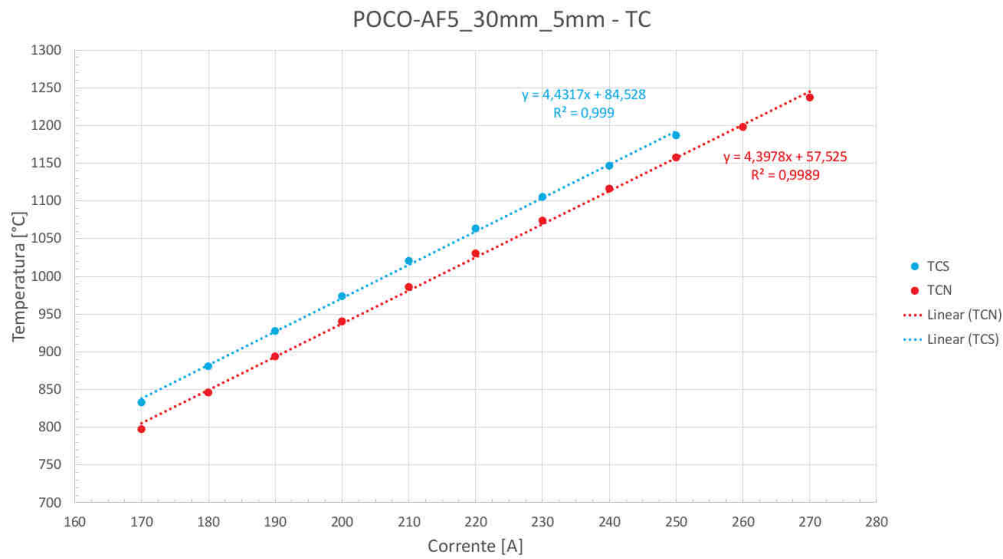


Figura 6.24: POCOAF5\_30mm\_5mm confronto temperatura centro (TC).

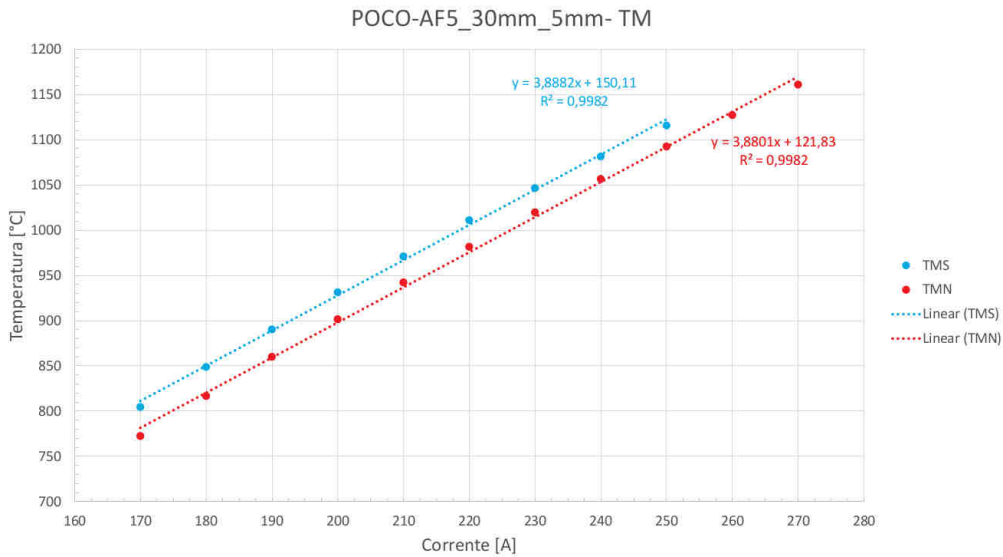


Figura 6.25: POCOAF5\_30mm\_5mm confronto temperatura metà (TM).

## 6.8 Conclusioni

Il processo di sviluppo e di ottimizzazione del modello numerico ha portato ad una sostanziale riduzione dei tempi di calcolo da 6 [h] a circa 40 [min] per la versione definitiva che, tra le altre cose, consente di investigare dischi di diametro e spessore variabile posti alla distanza dal crogiolo preferita. La validazione del modello con dati sperimentali raccolti utilizzando dei dischi in materiale con proprietà note, ha permesso di affermare che la realtà sperimentale è ben riprodotta con un delta di temperatura abbastanza costante di 30 [°C] per dischi posizionati a 5 [mm] dalla superficie del crogiolo. Conoscere questa differenza è di fondamentale importanza in quanto si hanno dei riferimenti precisi su come correggere il codice della funzione ottima per ottenere dei risultati attendibili, o più semplicemente si può affermare che il modello numerico approssima la realtà con un errore del

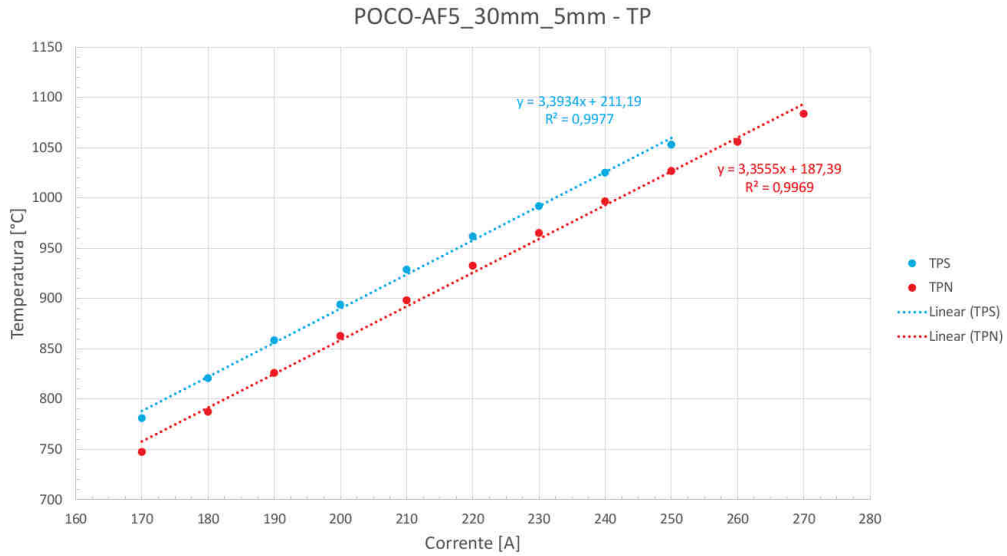


Figura 6.26: POCOAF5\_30mm\_5mm confronto temperatura metà (TP).

Tabella 6.15: POCOAF5\_30mm\_2,5mm, confronto dati numerici - dati sperimentali.

Corrente [A]	VN-VS [V]	TCN-TCS [°C]	TMN-TMS [°C]	TPN-TPS [°C]
170	0,0827	-19,5347	-17,6793	-23,4572
180	0,0850	-20,5586	-15,7420	-21,9181
190	0,0947	-24,7858	-14,6563	-21,1330
200	0,1066	-22,2188	-14,4440	-20,1016
210	0,1174	-18,7239	-14,5369	-18,8694
220	0,1249	-15,9019	-10,8434	-17,1066
230	0,1377	-13,6139	-7,6321	-16,3680
240	0,1524	-11,9648	-5,4220	-14,4499
250	0,1642	-10,1811	-3,0708	-12,1840

2,5%. Per dischi posizionati a 2,5 [mm] sopra il crogiolo, la differenza tra le temperature va progressivamente diminuendo all'aumentare della corrente rimanendo tuttavia sempre al di sotto di 30 [°C]. Rispetto alla configurazione precedente non è possibile eseguire una correzione efficace delle temperature ma si può nuovamente affermare che la precisione del modello numerico è nuovamente inferiore al 2,5%.

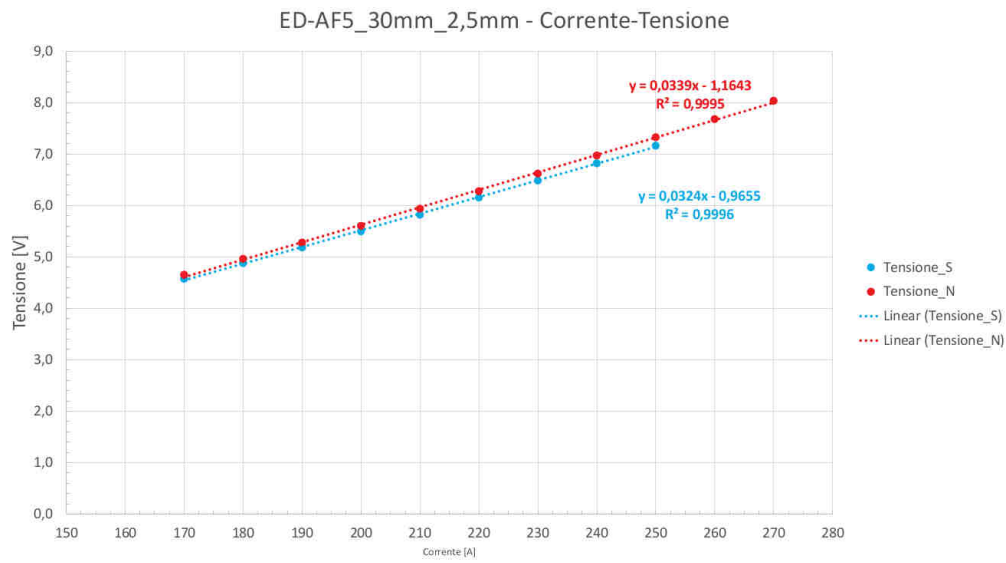


Figura 6.27: POCOAF5\_30mm\_2,5mm confronto corrente-tensione.

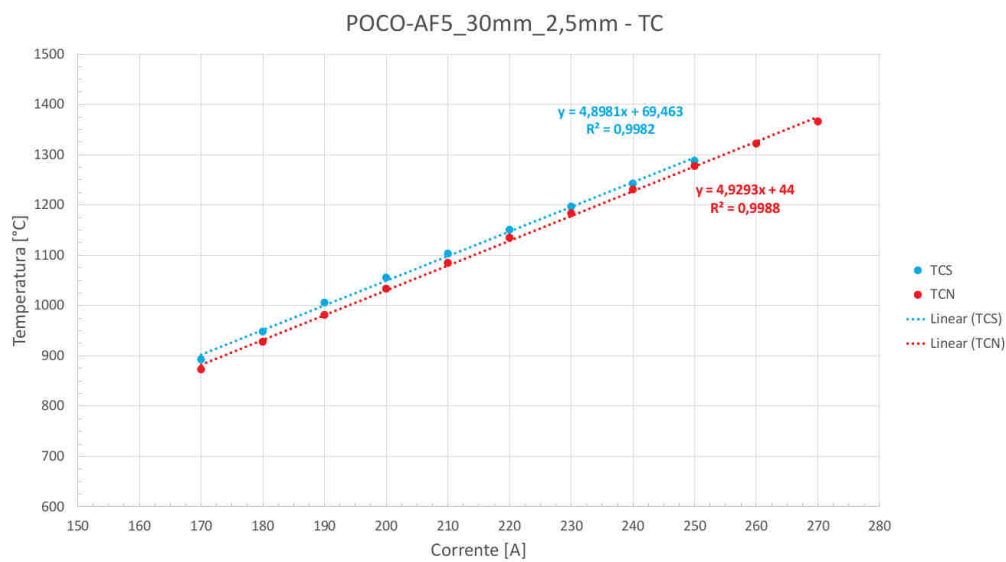


Figura 6.28: POCOAF5\_30mm\_2,5mm confronto temperatura centro (TC).

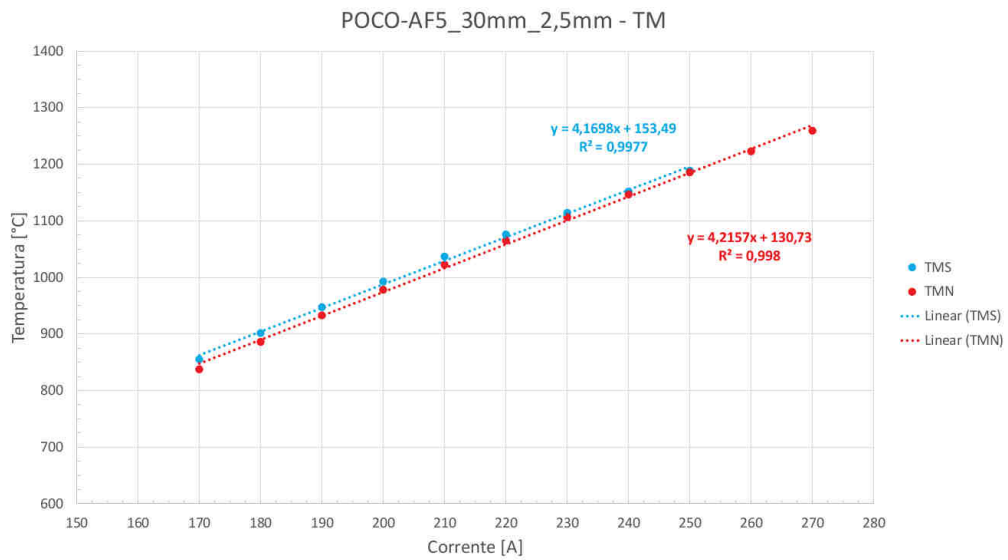


Figura 6.29: POCOAF5\_30mm\_2,5mm confronto temperatura metà (TM).

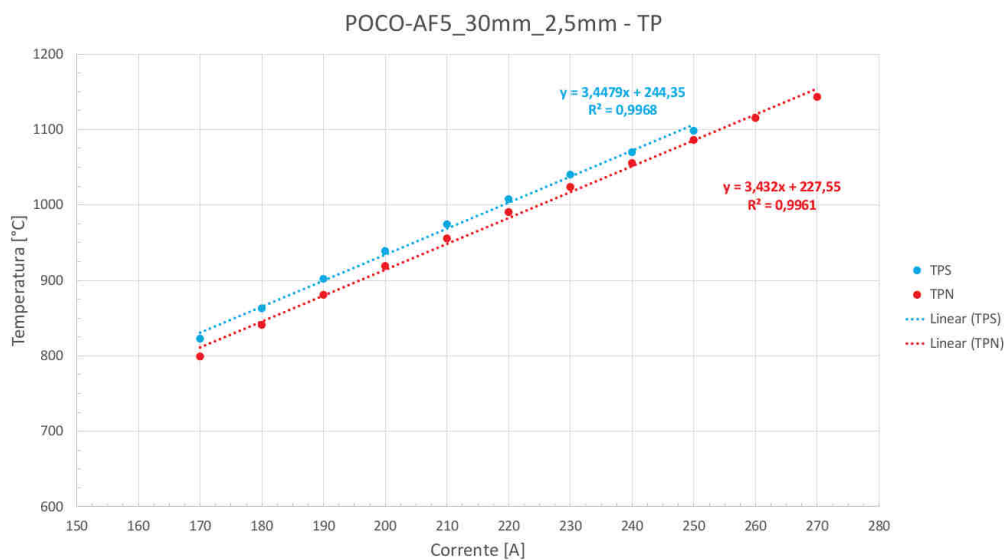


Figura 6.30: POCOAF5\_30mm\_2,5mm confronto temperatura metà (TP).



# Conclusioni

Il presente lavoro di tesi, svolto presso i Laboratori Nazionali di Legnaro dell'Istituto Nazionale di Fisica Nucleare (INFN) nell'ambito del Progetto SPES, è costituito da due parti. La prima parte riguarda uno studio preliminare sulla produzione e caratterizzazione del carburo di titanio, materiale di interesse per studi di medicina e fisica nucleare nell'ambito del Progetto ISOLPHARM. La seconda parte ha invece come tema l'aggiornamento e l'ottimizzazione del modello FEM rappresentativo dell'apparato sperimentale per prove di conducibilità termica su dischi in carburo.

La produzione del carburo di titanio è avvenuta a partire da polveri di ossido di titanio ( $\text{TiO}_2$ ) e tre tipologie diverse di fonti di carbonio, quali grafite, carbonio mesoporoso e grafene ossido. Per ciascun tipo di polveri è stato ottimizzato il processo produttivo in termini di miscela iniziale, trattamento termico e altri parametri di processo. I risultati più positivi sono stati ottenuti con il grafene ossido che tuttavia ha il grande limite di un costo molto elevato che ha precluso la possibilità di indagare a fondo le sue proprietà e determinare i parametri di processo ottimali. Con la grafite i risultati sono stati buoni, ma inferiori rispetto al caso precedente, mentre con il carbonio mesoporoso sono stati ottenuti risultati pessimi ed è quindi stato scartato come materiale di partenza per studi futuri più specifici.

La seconda parte dell'attività di ricerca ha riguardato lo sviluppo del modello numerico rappresentante la realtà sperimentale per il calcolo della conducibilità termica di dischi in carburo. Partendo dalle tavole costruttive dell'apparato, è stato preparato un modello preliminare contenente tutti i componenti reali semplificati; tramite l'analisi di sensitività si è ottimizzato il modello, riducendo il numero di volumi a quello minimo necessario per garantire l'affidabilità e la precisione dei dati. Successivamente è stata condotta l'analisi di convergenza della mesh, scomponendo il problema in due sottoassiemi, ovvero il crogiolo (elemento principale dell'impianto) e il resto dell'apparato. Analizzando i dati raccolti si è dimostrato come la mesh del crogiolo influisca notevolmente sui risultati ottenuti mentre il modello è *mesh insensitive* per i restanti volumi. Il processo di ottimizzazione del modello, che ha riguardato anche la produzione di un codice APDL essenziale e parametrico, ha portato alla riduzione dei tempi di calcolo dalle 6 [h] iniziali a circa 40 [min] per l'ultima versione prodotta. Terminata l'ottimizzazione, il modello è stato validato con dati sperimentali dimostrando come si riesca a prevedere il campo di temperatura reale con un errore massimo di circa 30 [°C], pari al 3% della temperatura massima.

Il lavoro svolto ha affrontato la produzione e caratterizzazione del carburo di titanio cer-

cando una soluzione ottimale da approfondire con studi più dettagliati in futuro. Inoltre ha previsto l'intero sviluppo di un modello numerico per la determinazione della conducibilità termica di tutti i carburi di interesse per il Progetto SPES tra cui il TiC.

I risultati ottenuti e gli sviluppi futuri delle tematiche affrontate sono riportati alla fine di ciascun capitolo e ad essi si rimanda per una conoscenza più completa.

# Appendice

## Schede tecniche delle polveri utilizzate

Di seguito si riportano le schede tecniche delle polveri utilizzate per la produzione del carburo di titanio.

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: [www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)Email USA: [techserv@sial.com](mailto:techserv@sial.com)Outside USA: [eurtechserv@sial.com](mailto:eurtechserv@sial.com)

## Product Specification

Product Name:

Graphite - powder, &lt;45 µm, ≥99.99% trace metals basis

**Product Number:** 496596  
**CAS Number:** 7782-42-5  
**MDL:** MFCD00144065  
**Formula:** C  
**Formula Weight:** 12.01 g/mol

**TEST****Specification**

Appearance (Color)	Black
Appearance (Form)	Powder
Average Particle Size	≤ 45.00 micron
Purity	Meets Requirements
> = 99.99% Based on Trace Metals Analysis	
Trace Metal Analysis	≤ 100.0 ppm

Specification: PRD.1.ZQ5.10000004385

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: [www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)Email USA: [techserv@sial.com](mailto:techserv@sial.com)Outside USA: [eurtechserv@sial.com](mailto:eurtechserv@sial.com)

## Product Specification

Product Name:

CARBON, NANOPOWDER, MESOPOROUS, &lt;500 NM&amp;

**Product Number:** 699632  
**CAS Number:** 1333-86-4

C

**Formula:** C  
**Formula Weight:** 12.01 g/mol

**TEST****Specification**

Appearance (Color)	Black
Appearance (Form)	Powder
Size	≤ 0.500
Particle Size, micron	
Surface Area	150 - 250 m <sup>2</sup> /g
Miscellaneous Assay	1.700 - 2.000
Absolute Density, g/cc	
Trace Metal Analysis	≤ 500 ppm
Aluminum (Al)	
Copper (Cu)	
Iron (Fe)	
Nickel (Ni)	
Titanium (Ti)	
Zinc (Zn)	

Specification: PRD.0.ZQ5.1000038604

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

## Product Specification

Product Name:  
Graphene oxide – powder, 15–20 sheets, 4–10% edge-oxidized

Product Number: 796034

Formula Weight: 4,239.48 g/mol



TEST	Specification
Appearance (Color)	Brown to Very Dark Brown and Black
Appearance (Form)	Powder or Solid or Flakes
X-Ray Diffraction	Conforms to Structure
Carbon (anhydrous) anhydrous basis	≥ 50.0 %
Water (by Karl-Fischer) Report Results	≤ 5.0 %
Oxygen (O) anhydrous basis	≤ 11.0
Product of Supplier Garnor Inc.	Confirmed

Specification: PRD.3.ZG5.10000254183

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at [Sigma-Aldrich.com](http://Sigma-Aldrich.com). For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

## Titanium(IV) oxide

14021-1KG

Versione 1.1

Data di revisione  
20.05.2017

### SEZIONE 1: identificazione della sostanza/miscela e della società/impresa

#### 1.1. Identificatore del prodotto

Nome del prodotto : Titanium(IV) oxide  
SDS-numero : 000000021450  
Tipo di prodotto : Sostanza  
Osservazioni : Documento ai sensi del regolamento 1907/2006/CE, Articolo 32.  
Nome Chimico : Diossido di titanio  
N. CAS : 13463-67-7  
Numero di registrazione REACH : 01-2119489379-17

#### 1.2. Usi identificati pertinenti della sostanza o della miscela e usi sconsigliati

Utilizzazione della sostanza/della miscela : Chimici di laboratorio  
Usi sconsigliati : nessuno(a)

#### 1.3. Informazioni sul fornitore della scheda di dati di sicurezza

Società : Honeywell Specialty Chemicals Seelze GmbH  
Wunstorfer Strasse 40  
30926 Seelze  
Germania  
Honeywell International, Inc.  
115 Tabor Road  
Morris Plains, NJ 07950-2546  
USA  
Telefono : (49) 5137-999 0  
Telefax : (49) 5137-999 123  
Per ulteriori informazioni, contattare: : PMTEU Product Stewardship:  
SafetyDataSheet@Honeywell.com

#### 1.4. Numero telefonico di emergenza

Numero telefonico di emergenza : +1-703-527-3887 (ChemTrec-Transport)  
+1-303-389-1414 (Medical)  
Paese veleno a base Control Center : vedere il capitolo 15.1

---

### SEZIONE 2: identificazione dei pericoli

## Titanium(IV) oxide

14021-1KG

Versione 1.1

Data di revisione  
20.05.2017

### 2.1. Classificazione della sostanza o della miscela

#### REGOLAMENTO (CE) N. 1272/2008

Sostanza o miscela non pericolosa.

### 2.2. Elementi dell'etichetta

#### REGOLAMENTO (CE) N. 1272/2008

Consigli di prudenza : P280

Indossare guanti/ proteggere gli occhi/ il viso.

Sostanza o miscela non pericolosa.

### 2.3. Altri pericoli

Non soggetto ad etichettatura, adottare comunque le consuete precauzioni previste per la manipolazione di prodotti chimici.

## SEZIONE 3: composizione/informazioni sugli ingredienti

### 3.1. Sostanza

Nome Chimico	N. CAS N. INDICE Numero di registrazione REACH N. CE	Classificazione 1272/2008	Concentrazione	Osservazioni
Diossido di titanio	13463-67-7 01-2119489379-17 236-675-5		100 %	N.C.*

N.C.\* - Non è una pericolosa sostanza - a titolo informativo

### 3.2. Miscela

Non applicabile

I limiti di esposizione professionale, se disponibili, sono elencati nella Sezione 8.  
Per quanto riguarda il testo completo delle indicazioni di pericolo menzionate in questo paragrafo, riferirsi al paragrafo 16.

## Macro dei materiali utilizzate

Di seguito si riporta per ciascun materiale utilizzato nel modello FEM, la relativa macro contenente tutte le sue proprietà.

```

!
!
!
!
!-----
!EDM-3 graphite
!Composition: isotropic ultrafine grain graphite

!-----
!Version 1.0 (May 2015) by
!Fabio D'Agostini
!University of Padova
!Master's Thesis Work at INFN - LNL
!-----
!
!Ver. 1.0 - May 2015
!-----

/prep7
!
C_EDM3=10           !Material number in the ANSYS library
MPDELE,all,C_EDM3
!

!-----
!ELECTRICAL RESISTIVITY
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!           Properties and Characteristics of Graphite for the
EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.
!
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.
!-----

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,          1,          12.4,          157.5,
206.2,
MPTEMP,          4,          265.9,          314.9,
391.2,
MPTEMP,          7,          440.3,          555.1,
615.4,
MPTEMP,         10,          719.4,          889.4,
977.1,
MPTEMP,         13,         1015.5,         1114.3,
1174.7,
MPTEMP,         16,         1262.6,         1339.5,
1405.5,
MPTEMP,         19,         1465.9,         1553.9,
1608.8,
MPTEMP,         22,         1707.8,         1762.8,
1856.2,
MPTEMP,         25,         1911.2,         2004.6,
2109.0,

```

MPTEMP, 28, 2202.4, 2251.9,  
2312.4,

!Electrical resistivity table [ohm m]  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 1, 1.318E-05, 1.081E-05,  
1.032E-05,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 4, 9.861E-06, 9.550E-06,  
9.181E-06,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 7, 9.006E-06, 8.754E-06,  
8.676E-06,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 10, 8.579E-06, 8.579E-06,  
8.618E-06,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 13, 8.638E-06, 8.735E-06,  
8.812E-06,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 16, 8.948E-06, 9.084E-06,  
9.206E-06,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 19, 9.317E-06, 9.511E-06,  
9.627E-06,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 22, 9.860E-06, 9.977E-06,  
1.017E-05,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 25, 1.029E-05, 1.044E-05,  
1.062E-05,  
MPDATA,RSVX , C\_EDM3 , 28, 1.081E-05, 1.091E-05,  
1.106E-05,

!-----  
-

!THERMAL CONDUCTIVITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
! Properties and Characteristics of Graphite for the  
EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.  
!  
!NOTE 2 - Data are valid for all POCO "Ultrafine" graphite  
(average grain size <=5µm).  
!  
!NOTE 3 - Above 1653.1°C data refer to POCO AXM-5Q (average  
grain size =5µm) and are taken from:  
! Taylor, R. E., & Groot, H. Thermophysical  
Properties of POCO Graphite.(West Lafayette, Indiana: Purdue  
University, July 1978. [NTIS No.ADA060419]), p.16.  
!  
!NOTE 4 - The S.I. system of units is used.  
!

!-----  
-

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 25.9, 39.3,

66.2,			
MPTEMP,	4,	126.7,	207.6,
298.8,			
MPTEMP,	7,	393.3,	508.2,
623.2,			
MPTEMP,	10,	734.8,	843.0,
954.7,			
MPTEMP,	13,	1056.3,	1161.2,
1266.1,			
MPTEMP,	16,	1377.8,	1486.2,
1581.0,			
MPTEMP,	19,	1635.1,	1728.0,
1878.6,			
MPTEMP,	22,	1979.8,	2076.9,
2128.5,			

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX , C_EDM3	,	1,	119.027,	116.132,
111.304,				
MPDATA,KXX , C_EDM3	,	4,	102.611,	94.876,
89.066,				
MPDATA,KXX , C_EDM3	,	7,	81.808,	75.268,
69.932,				
MPDATA,KXX , C_EDM3	,	10,	66.043,	61.432,
58.266,				
MPDATA,KXX , C_EDM3	,	13,	55.584,	52.4203,
49.256,				
MPDATA,KXX , C_EDM3	,	16,	47.536,	45.094,
43.137,				
MPDATA,KXX , C_EDM3	,	19,	41.434,	41.32,
40.66,				
MPDATA,KXX , C_EDM3	,	22,	39.88,	39.31,
39.12,				

!-----

!EMISSION (hemispherical total emittance)

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!Properties and Characteristics of Graphite for the EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.

!

!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

!

!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table			
MPTEMP,	1,	1426.85,	1526.85,
1626.85,			
MPTEMP,	4,	1726.85,	1826.85,
1926.85,			
MPTEMP,	7,	2026.85,	2126.85,
2226.85,			

```
MPTEMP,          10,          2326.85,  2426.85,
2526.85,
MPTEMP,          13,          2626.85,
```

```
!Emissivity table [-]
```

```
MPDATA,EMIS , C_EDM3 , 1, 0.833, 0.835, 0.837,
MPDATA,EMIS , C_EDM3 , 4, 0.840, 0.842, 0.844,
MPDATA,EMIS , C_EDM3 , 7, 0.846, 0.849, 0.851,
MPDATA,EMIS , C_EDM3 , 10, 0.853, 0.856, 0.858,
MPDATA,EMIS , C_EDM3 , 13, 0.86,
```

```
!-----
```

```
-
```

```
!DENSITY
```

```
!
```

```
!NOTE 1 - Data are taken from:
```

```
!           Properties and Characteristics of Graphite for the
EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.
```

```
!
```

```
!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.
```

```
!-----
```

```
-
```

```
!Temperature table [°C]
```

```
MPTEMP ! erase previous table
```

```
MPTEMP, 1, 20,
```

```
!Density table [kg/m^3]
```

```
MPDATA,DENS , C_EDM3 , 1, 1810,
```

```
!-----
```

```
-
```

```
!SPECIFIC HEAT
```

```
!
```

```
!NOTE 1 - Data are taken from:
```

```
!           Properties and Characteristics of Graphite for the
EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.
```

```
!
```

```
!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.
```

```
!-----
```

```
-
```

```
MPTEMP ! erase previous table
```

```
MPTEMP,          1,          25.1,      128.0,
224.8,
```

```
MPTEMP,          4,          327.2,      423.5,
```

```
525.6,
MPTEMP,          7,          627.5,      729.3,
```

825.1,			
MPTEMP,	10,	926.8,	1028.4,
1130.0,			
MPTEMP,	13,	1225.6,	1327.2,
1428.7,			
MPTEMP,	16,	1530.2,	1631.7,
1727.2,			
MPTEMP,	19,	1828.7,	1930.2,
2031.6,			
MPTEMP,	22,	2133.1,	2228.6,
2330.0,			
MPTEMP,	25,	2431.5,	2527.0,
2628.4,			
MPTEMP,	28,	2729.9,	

!Specific heat table [J/kg°C]

MPDATA,C , C_EDM3	,	1,	711.332,	956.655,
1184.858,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	4,	1367.325,	1509.815,
1623.712,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	7,	1714.752,	1782.936,
1845.428,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	10,	1896.469,	1936.082,
1969.980,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	13,	1998.188,	2026.373,
2048.842,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	16,	2065.599,	2082.355,
2099.134,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	19,	2115.890,	2126.933,
2137.975,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	22,	2149.017,	2160.082,
2171.124,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	25,	2182.166,	2193.230,
2198.558,				
MPDATA,C , C_EDM3	,	28,	2209.600,	

!-----

-

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

! Properties and Characteristics of Graphite for the  
EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.

!

!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.

!-----

-

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	100,	200,
---------	----	------	------

300,	MPTEMP,	4,	400,	500,
600,	MPTEMP,	7,	700,	800,
901,	MPTEMP,	10,	1000,	1100,
1200,	MPTEMP,	13,	1300,	1400,
1500,	MPTEMP,	16,	1600,	1700,
1800,	MPTEMP,	19,	1900,	2000,
2100,	MPTEMP,	22,	2200,	2300,
2400,	MPTEMP,	25,	2500,	

!Secant coefficient of thermal expansion [1/°C]

MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 1,	7.27E-06,	7.34E-06,
7.44E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 4,	7.51E-06,
7.68E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 7,	7.77E-06,
7.95E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 10,	8.03E-06,
8.20E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 13,	8.29E-06,
8.46E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 16,	8.53E-06,
8.71E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 19,	8.79E-06,
8.96E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 22,	9.03E-06,
9.20E-06,	MPDATA,ALPX , C_EDM3	, 25,	9.27E-06,

!-----  
-----

!ELASTIC MODULUS

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

! Properties and Characteristics of Graphite for the  
EDM Industry, Poco Graphite, Decatur, 2002.

!

!NOTE 2 - The S.I. system of units is used.

!-----  
-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20.,

```
!Elastic modulus [Pa]
MPDATA,EX , C_EDM3      , 1, 1.03E+10,
```

```
!-----
```

```
-----
!POISSON'S RATIO
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!           Seisson, Gabriel, et al. "Dynamic cratering of
graphite: Experimental results and simulations." International
Journal of Impact Engineering 63 (2014): 18-28.
!
```

```
!-----
```

```
-----
```

```
!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,          1,          20.,
```

```
!Poisson's ratio [-]
MPDATA,PRXY , C_EDM3      , 1, 3.0E-01,
```

!-----1-----2-----3-----4-----5-----6  
-----7-----8

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Stainless Steel AISI 304

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!create by  
!Nicola Baccini  
!University of Padova  
!Phone: +39 3289455733  
!e-mail: nicola.baccini@yahoo.it

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!  
!Ver. 1.0 - 21 Sept 2009

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!PREP7

INOX=27                   !material number in the ANSYS library

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!ELECTRICAL RESISTIVITY  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: Allegheny Ludlum Corp., product data sheet and A.F.  
Clark, G.E. Childs  
!                   and G.H. Wallace, Cryogenics, v10, p295 (1970)

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]  
MPTMP           !erase previous table  
MPTMP,        1,     0,     100,    200,  
MPTMP,        4,     300,   400,    500,  
MPTMP,        7,     600,   700,    800,  
MPTMP,       10,     900,

!Electrical resistivity table [ohm m]

MPDATA,RSVX,INOX,	1,	7.0073E-07,	7.7612E-07,
8.4801E-07,			
MPDATA,RSVX,INOX,	4,	9.1640E-07,	9.8129E-07,
1.0427E-06,			
MPDATA,RSVX,INOX,	7,	1.1006E-06,	1.1549E-06,
1.2058E-06,			
MPDATA,RSVX,INOX,	10,	1.2531E-06,	

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!THERMAL CONDUCTIVITY  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: 10% error below 100K, 5% at 300-800K, 10% above 1400K;  
Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v1, Y.S.  
Touloukian, R.W. Powell,  
! C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table  
MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,  
MPTEMP, 13, 1200, 1300,

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX,INOX,	1,	1.4735E+01,	1.6489E+01,
1.7968E+01,			
MPDATA,KXX,INOX,	4,	1.9412E+01,	2.0827E+01,
2.2220E+01,			
MPDATA,KXX,INOX,	7,	2.3597E+01,	2.4965E+01,
2.6331E+01,			
MPDATA,KXX,INOX,	10,	2.7701E+01,	2.9080E+01,
3.0477E+01,			
MPDATA,KXX,INOX,	13,	3.1897E+01,	3.3347E+01,

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!HEMISPHERICAL TOTAL EMISSIVITY  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Reference: C.R. Roger, S.H. Yen and K.G. Ramanathen, J  
Optical Soc of Amer., vol 10, p1384 (1979)

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table  
MPTEMP, 1, 70, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
MPTEMP, 7, 600, 700, 800,

!Emissivity table

MPDATA,EMIS,INOX, 1, 1.0500E-01, 1.1001E-01,  
1.2589E-01,  
MPDATA,EMIS,INOX, 4, 1.4049E-01, 1.5380E-01,  
1.6582E-01,  
MPDATA,EMIS,INOX, 7, 1.7656E-01, 1.8602E-01,  
1.9420E-01,

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!DENSITY

!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)

!Note: Allegheny Ludlum Corp

!Reference: calculated from the linear expansion

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table  
MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,

!Density table [Kg/m<sup>3</sup>]

MPDATA,DENS,INOX, 1, 7.8667E+03, 7.8310E+03,  
7.7923E+03,  
MPDATA,DENS,INOX, 4, 7.7509E+03, 7.7075E+03,  
7.6624E+03,  
MPDATA,DENS,INOX, 7, 7.6161E+03, 7.5690E+03,  
7.5215E+03,  
MPDATA,DENS,INOX, 10, 7.4742E+03, 7.4275E+03,  
7.3817E+03,

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!SPECIFIC HEAT  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: mill annealed; below 300K 5% error; data above 300K was multiplied by 1.5  
! to match the low temperature data; Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: below 300K: NIST Cryogenic Technologies Group, Bolder CO; above 300K:  
! Venturi, R. and Seibel, R.D., DRI Rept. 1023, p1-31, 1959

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]  
MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
MPTEMP, 10, 900, 1000,  
  
!Specific Heat table  
MPDATA,C,INOX, 1, 4.6781E+02, 4.7751E+02,  
4.8851E+02,  
MPDATA,C,INOX, 4, 5.0226E+02, 5.1822E+02,  
5.3586E+02,  
MPDATA,C,INOX, 7, 5.5466E+02, 5.7407E+02,  
5.9357E+02,  
MPDATA,C,INOX, 10, 6.1262E+02, 6.3070E+02,

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: this data is representative of well annealed stainless steels; 301, 302, 304,  
! 316, 321, 347, 18Cr-10Ni austenite; 7% error; Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: Thermophysical Properties of Matter, v12, Y.S. Touloukian, R.K. Kirby,  
! R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]  
MPTEMP !erase previous table  
MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,

MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
MPTEMP, 10, 900, 1000, 1100,

!Coefficient of thermal expansion table  
MPDATA,ALPX,INOX, 1, 1.4436E-05, 1.5916E-05,  
1.7210E-05,  
MPDATA,ALPX,INOX, 4, 1.8323E-05, 1.9259E-05,  
2.0019E-05,  
MPDATA,ALPX,INOX, 7, 2.0610E-05, 2.1033E-05,  
2.1293E-05,  
MPDATA,ALPX,INOX, 10, 2.1394E-05, 2.1400E-05,  
2.1400E-05,

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!ELASTIC MODULUS  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: dynamic method; Allegheny Ludlum Corp.  
!Reference: above 295K: S.S. Lee, U-S. Min, B. Ahn and S.H.  
Yoo, J. Materials Science, v33, p687 (1998)  
! below 295K: H.M. Ledbetter, J. of Applied Physics,  
vol 52 no. 3, March (1981);

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]  
MPTEMP !erase previous table  
MPTEMP, 1, 0, 100, 200,  
MPTEMP, 4, 300, 400, 500,  
MPTEMP, 7, 600, 700, 800,  
MPTEMP, 10, 900,

!Elastic modulus table  
MPDATA,EX,INOX, 1, 1.9984E+11, 1.9098E+11,  
1.8205E+11,  
MPDATA,EX,INOX, 4, 1.7313E+11, 1.6420E+11,  
1.5528E+11,  
MPDATA,EX,INOX, 7, 1.4635E+11, 1.3743E+11,  
1.2850E+11,  
MPDATA,EX,INOX, 10, 1.1959E+11,

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!POISSON'S RATIO  
!Composition: 73.9 Fe, 18 Cr, 8 Ni, 0.1 C (wt%)  
!Note: calculated from E and G; errors may be large; Allegheny  
Ludlum Corp.  
!Reference: see E and G

!\*\*\*\*\*  
\*\*\*\*\*

!Temperature table [°C]

MPTEMP !erase previous table

MPTEMP, 1, 0, 100, 200,

MPTEMP, 4, 300, 400, 500,

MPTEMP, 7, 600, 700, 800,

MPTEMP, 10, 900,

! Poisson's ratio table

MPDATA,PRXY,INOX, 1, 2.8834E-01, 2.9593E-01,  
3.0416E-01,

MPDATA,PRXY,INOX, 4, 3.1238E-01, 3.2061E-01,  
3.2883E-01,

MPDATA,PRXY,INOX, 7, 3.3705E-01, 3.4528E-01,  
3.5350E-01,

MPDATA,PRXY,INOX, 10, 3.6171E-01,

!-----1-----2-----3-----4-----5-----6  
-----7-----8

!-----  
!Copper  
!Composition: purity 99.9% or higher  
!-----  
!Version 1.0 (Mar 08) by  
!Ing. Mattia Manzolaro  
!Istituto Nazionale di Fisica Nucleare  
!Laboratori di Legnaro  
!Viale dell'Universita' n. 2; 35020 Legnaro (PD) - Italy  
!Phone: +39 049 8068423  
!fax: +39 049 641925  
!e-mail: Mattia.Manzolaro@lnl.infn.it  
!-----  
!  
!Ver. 1.0 - 01 Apr 08  
!-----

/prep7

Cu=28                   !Material number in the ANSYS library

!-----  
!ELECTRICAL RESISTIVITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!R.A. Matula, J. Phys. Chem. Ref. Data, vol 8, no. 4, p 1147  
(1979).  
!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.  
!-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP,               1,               0.,               100.,  
200.,  
MPTEMP,               4,               300.,               400.,  
500.,  
MPTEMP,               7,               600.,               700.,  
800.,  
MPTEMP,               10,               900.,               1000.,  
1085.,

!Electrical resistivity table [ohm m]  
MPDATA,RSVX , Cu       , 1,   1.5327E-08,   2.2139E-08,  
2.9003E-08,  
MPDATA,RSVX , Cu       , 4,   3.5980E-08,   4.3132E-08,  
5.0520E-08,  
MPDATA,RSVX , Cu       , 7,   5.8206E-08,   6.6251E-08,

7.4717E-08,  
MPDATA,RSVX , Cu , 10, 8.3666E-08, 9.3160E-08,  
1.0169E-07,

!-----  
-  
!THERMAL CONDUCTIVITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Thermophysical Properties of Matter, v1, Y.S. Touloukian, R.W.  
Powell,  
!C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY.  
!  
!NOTE 2 - thermal conductivity is strongly dependent on  
impurities.  
!  
!NOTE 3 - error is 3% near RT, 3-5% at others.  
!  
!NOTE 4 - the S.I. system of units is used.

!-----  
-  
!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 0., 100.,  
200.,  
MPTEMP, 4, 300., 400.,  
500.,  
MPTEMP, 7, 600., 700.,  
800.,  
MPTEMP, 10, 900., 1000.,  
1083.,

!Thermal conductivity table [W/m°C]  
MPDATA,KXX , Cu , 1, 4.0253E+02, 3.9389E+02,  
3.8911E+02,  
MPDATA,KXX , Cu , 4, 3.8393E+02, 3.7835E+02,  
3.7237E+02,  
MPDATA,KXX , Cu , 7, 3.6598E+02, 3.5920E+02,  
3.5201E+02,  
MPDATA,KXX , Cu , 10, 3.4442E+02, 3.3643E+02,  
3.2950E+02,

!-----  
!EMISSIVITY (hemispherical total emissivity)  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Thermophysical Properties of Matter, v7, Y.S. Touloukian &  
D.P. DeWitt,  
!1970, IFI/Plenum, NY, NY.

!  
!NOTE 2 - polished.

!-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0,	100,
200,			
MPTEMP,	4,	300,	400,
500,			
MPTEMP,	7,	600,	700,
800,			
MPTEMP,	10,	900,	

!Emissivity table [-]

MPDATA,EMIS , Cu	, 1,	2.9484E-02,	3.0726E-02,
3.1491E-02,			
MPDATA,EMIS , Cu	, 4,	3.2118E-02,	3.2949E-02,
3.4322E-02,			
MPDATA,EMIS , Cu	, 7,	3.6578E-02,	4.0057E-02,
4.5099E-02,			
MPDATA,EMIS , Cu	, 10,	5.2044E-02,	

!-----

-

!DENSITY

!

!NOTE 1 - Data are calculated from the linear expansion.

!

!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

!-----

-

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,
200.,			
MPTEMP,	4,	300.,	400.,
500.,			
MPTEMP,	7,	600.,	700.,
800.,			
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,

!Density table [kg/m^3]

MPDATA,DENS , Cu	, 1,	8.9659E+03,	8.9226E+03,
8.8768E+03,			
MPDATA,DENS , Cu	, 4,	8.8288E+03,	8.7787E+03,
8.7265E+03,			
MPDATA,DENS , Cu	, 7,	8.6723E+03,	8.6163E+03,
8.5586E+03,			
MPDATA,DENS , Cu	, 10,	8.4991E+03,	8.4382E+03,

```

!-----
-
!SPECIFIC HEAT
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!G.K. White and S.J. Collocott, J. Phys. Chem. Ref. Data, vol
13, no 4, p1251 (1984)
!
!NOTE 2 - error less than 2%
!
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

```

```

!-----
-

MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,      1,      0.,      100.,
200.,
MPTEMP,      4,      300.,      400.,
500.,
MPTEMP,      7,      600.,      700.,
800.,
MPTEMP,     10,      900.,     1000.,
1027.,

!Specific heat table [J/kg°C]
MPDATA,C , Cu    , 1,    3.7967E+02,  3.9238E+02,
4.0332E+02,
MPDATA,C , Cu    , 4,    4.1285E+02,  4.2123E+02,
4.2899E+02,
MPDATA,C , Cu    , 7,    4.3691E+02,  4.4607E+02,
4.5781E+02,
MPDATA,C , Cu    , 10,   4.7376E+02,  4.9580E+02,
5.0303E+02,

```

```

!-----
-
!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!Thermophysical Properties of Matter, v12, Y.S. Touloukian,
R.K. Kirby,
!R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY.
!
!NOTE 2 - 3% error.
!
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

```

```

!-----

```

-

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,          1,          0.,          100.,
200.,
MPTEMP,          4,          300.,          400.,
500.,
MPTEMP,          7,          600.,          700.,
800.,
MPTEMP,          10,         900.,          1000.,
1027.,

```

```

!Secant coefficient of thermal expansion [1/°C]
MPDATA,ALPX , Cu      , 1,    1.6312E-05,    1.7368E-05,
1.8131E-05,
MPDATA,ALPX , Cu      , 4,    1.8737E-05,    1.9283E-05,
2.0036E-05,
MPDATA,ALPX , Cu      , 7,    2.1019E-05,    2.2150E-05,
2.3343E-05,
MPDATA,ALPX , Cu      , 10,   2.4515E-05,    2.5582E-05,
2.5840E-05,

```

```

!-----
!-----
!ELASTIC MODULUS
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!N.J. Simon, E.S. Drexler, R.P. Reed, NIST Monograph 177,
Properties
!of Copper and Copper Alloys at Cryogenic Temperatures (1992).
!
!NOTE 2 - annealed; 2% error.
!
!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

```

```

!-----
!-----
!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,          1,          20.,

!Elastic modulus [Pa]
MPDATA,EX , Cu      , 1,    1.2632E+11,

```

```

!-----
!-----
!POISSON'S RATIO
!

```

!NOTE 1 - Data are taken from:  
!calculated from Elastic modulus and Shear modulus: errors may  
be large.  
!

!-----  
-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP, 1, 20.,

!Poisson's ratio [-]

MPDATA,PRXY , Cu , 1, 3.3507E-01,

!-----1-----2-----3-----4-----5-----6  
-----7-----8

!-----  
!Tantalum  
!Composition: purity 99.9% or higher  
!-----  
!Version 1.0 (Mar 08) by  
!Ing. Mattia Manzolaro  
!Istituto Nazionale di Fisica Nucleare  
!Laboratori di Legnaro  
!Viale dell'Universita' n. 2; 35020 Legnaro (PD) - Italy  
!Phone: +39 049 8068423  
!fax: +39 049 641925  
!e-mail: Mattia.Manzolaro@lnl.infn.it  
!-----  
!  
!Ver. 1.0 - 19 Mar 08  
!-----

/prep7

Ta=26                   !Material number in the ANSYS library  
MPDELE,all,Ta

!-----  
!ELECTRICAL RESISTIVITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!P.D. Desai, T.K. Chu, H.M. James and C.Y. Ho, J. Phys. Ref.  
Data,  
!vol 13, no. 4, p1069 (1984).  
!  
!NOTE 2 - data below 60K is for Ta with a residual resistivity  
of  $0.1 \times 10E-8$  ohm-m;  
!not corrected for thermal expansion; 2% error.  
!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.  
!-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP,               1,               0.,               100.,  
200.,  
MPTEMP,               4,               300.,               400.,  
500.,  
MPTEMP,               7,               600.,               700.,  
800.,  
MPTEMP,               10,               900.,               1000.,  
1100.,  
MPTEMP,               13,               1200.,               1300.,  
1400.,

MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,
1700.,			
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,
2000.,			
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,
2300.,			
MPTEMP,	25,	2400.,	2500.,
2600.,			

```

!Electrical resistivity table [ohm m]
MPDATA,RSVX , Ta      , 1,  1.2237E-07,  1.7023E-07,
2.1664E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 4,  2.6165E-07,  3.0533E-07,
3.4774E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 7,  3.8895E-07,  4.2902E-07,
4.6802E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 10, 5.0601E-07,  5.4305E-07,
5.7922E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 13, 6.1458E-07,  6.4918E-07,
6.8311E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 16, 7.1641E-07,  7.4916E-07,
7.8142E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 19, 8.1326E-07,  8.4474E-07,
8.7592E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 22, 9.0687E-07,  9.3766E-07,
9.6835E-07,
MPDATA,RSVX , Ta      , 25, 9.9900E-07,  1.0297E-06,
1.0605E-06,

```

```

!-----
-

```

```

!THERMAL CONDUCTIVITY
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!Thermophysical Properties of Matter, v1, Y.S. Touloukian, R.W.
Powell,
!C.Y. Ho & P.G. Klemens, 1970, IFI/Plenum, NY, NY.
!
!NOTE 2 - thermal conductivity is strongly dependent on
impurities.
!
!NOTE 3 - error is 5% near RT, 5-10% at others.
!
!NOTE 4 - the S.I. system of units is used.

```

```

!-----
-

```

```

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP,      1,      0.,      100.,
200.,

```

MPTEMP,	4,	300.,	400.,
500.,			
MPTEMP,	7,	600.,	700.,
800.,			
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,
1100.,			
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,
1400.,			
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,
1700.,			
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,
2000.,			
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,
2300.,			
MPTEMP,	25,	2400.,	2500.,
2600.,			

!Thermal conductivity table [W/m°C]

MPDATA,KXX , Ta	, 1,	5.7415E+01,	5.7703E+01,
5.8047E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 4,	5.8503E+01,	5.8887E+01,
5.9279E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 7,	5.9677E+01,	6.0080E+01,
6.0485E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 10,	6.0891E+01,	6.1297E+01,
6.1701E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 13,	6.2100E+01,	6.2494E+01,
6.2880E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 16,	6.3258E+01,	6.3624E+01,
6.3978E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 19,	6.4318E+01,	6.4642E+01,
6.4948E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 22,	6.5235E+01,	6.5501E+01,
6.5745E+01,			
MPDATA,KXX , Ta	, 25,	6.5964E+01,	6.6157E+01,
6.6322E+01,			

!-----  
!EMISSIVITY (hemispherical total emissivity)  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Thermophysical Properties of Matter, v7, Y.S. Touloukian &  
D.P. DeWitt,  
!1970, IFI/Plenum, NY, NY.  
!  
!NOTE 2 - polished; 10% error.  
!-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table			
MPTEMP,	1,	727.,	800.,
900.,			
MPTEMP,	4,	1000.,	1100.,

1200.,			
MPTEMP,	7,	1300.,	1400.,
1500.,			
MPTEMP,	10,	1600.,	1700.,
1800.,			
MPTEMP,	13,	1900.,	2000.,
2100.,			
MPTEMP,	16,	2200.,	2300.,
2400.,			
MPTEMP,	19,	2500.,	2600.,

!Emissivity table [-]

MPDATA,EMIS , Ta	, 1,	1.0811E-01,	1.1867E-01,
1.3273E-01,			
MPDATA,EMIS , Ta	, 4,	1.4634E-01,	1.5952E-01,
1.7225E-01,			
MPDATA,EMIS , Ta	, 7,	1.8455E-01,	1.9640E-01,
2.0782E-01,			
MPDATA,EMIS , Ta	, 10,	2.1879E-01,	2.2932E-01,
2.3942E-01,			
MPDATA,EMIS , Ta	, 13,	2.4907E-01,	2.5828E-01,
2.6705E-01,			
MPDATA,EMIS , Ta	, 16,	2.7538E-01,	2.8328E-01,
2.9073E-01,			
MPDATA,EMIS , Ta	, 19,	2.9774E-01,	3.0431E-01,

!-----

-

!DENSITY

!

!NOTE 1 - Data are calculated from the linear expansion.

!

!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

!-----

-

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,
200.,			
MPTEMP,	4,	300.,	400.,
500.,			
MPTEMP,	7,	600.,	700.,
800.,			
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,
1100.,			
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,
1400.,			
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,
1700.,			
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,

```

2000.,
  MPTEMP,          22,          2100.,          2200.,
2300.,
  MPTEMP,          25,          2400.,          2500.,
2600.,

```

!Density table [kg/m^3]

```

  MPDATA,DENS , Ta      ,  1,    1.6606E+04,    1.6574E+04,
1.6542E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      ,  4,    1.6509E+04,    1.6475E+04,
1.6441E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      ,  7,    1.6406E+04,    1.6371E+04,
1.6336E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      , 10,    1.6300E+04,    1.6264E+04,
1.6227E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      , 13,    1.6190E+04,    1.6152E+04,
1.6113E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      , 16,    1.6072E+04,    1.6031E+04,
1.5987E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      , 19,    1.5942E+04,    1.5894E+04,
1.5843E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      , 22,    1.5789E+04,    1.5731E+04,
1.5668E+04,
  MPDATA,DENS , Ta      , 25,    1.5601E+04,    1.5528E+04,
1.5448E+04,

```

!-----

-

!SPECIFIC HEAT

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!I. Barin, Thermochemical Data of Pure Substances, pub. VCH,  
Weinheim (1993)

!

!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

!-----

-

```

  MPTEMP ! erase previous table
  MPTEMP,          1,          20.,          100.,
200.,
  MPTEMP,          4,          300.,          400.,
500.,
  MPTEMP,          7,          600.,          700.,
800.,
  MPTEMP,          10,         900.,          1000.,
1100.,
  MPTEMP,          13,         1200.,          1300.,
1400.,
  MPTEMP,          16,         1500.,          1600.,
1700.,

```

MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,
2000.,			
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,
2300.,			
MPTEMP,	25,	2400.,	2500.,
2600.,			

!Specific heat table [J/kg°C]

MPDATA,C , Ta	, 1,	1.4046E+02,	1.4229E+02,
1.4429E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 4,	1.4603E+02,	1.4759E+02,
1.4902E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 7,	1.5039E+02,	1.5174E+02,
1.5312E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 10,	1.5457E+02,	1.5613E+02,
1.5782E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 13,	1.5967E+02,	1.6169E+02,
1.6388E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 16,	1.6627E+02,	1.6883E+02,
1.7157E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 19,	1.7448E+02,	1.7753E+02,
1.8070E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 22,	1.8416E+02,	1.8836E+02,
1.9285E+02,			
MPDATA,C , Ta	, 25,	1.9751E+02,	2.0257E+02,
2.0853E+02,			

!-----  
-  
!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!Thermophysical Properties of Matter, v12, Y.S. Touloukian,  
R.K. Kirby,  
! R.E. Taylor & P.D. Desai, 1975, IFI/Plenum, NY, NY.  
!  
!NOTE 2 - 3% error below 1100K, 5% from 1100-2100K, 10% above  
2100K.  
!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----  
-  
!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 0., 100.,  
200.,  
MPTEMP, 4, 300., 400.,  
500.,  
MPTEMP, 7, 600., 700.,  
800.,

MPTEMP, 1100.,	10,	900.,	1000.,
MPTEMP, 1400.,	13,	1200.,	1300.,
MPTEMP, 1700.,	16,	1500.,	1600.,
MPTEMP, 2000.,	19,	1800.,	1900.,
MPTEMP, 2300.,	22,	2100.,	2200.,
MPTEMP, 2600.,	25,	2400.,	2500.,

!Secant coefficient of thermal expansion [1/°C]

MPDATA,ALPX , Ta	, 1,	6.2542E-06,	6.5206E-06,
6.7324E-06,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 4,	6.8984E-06,	7.0274E-06,
7.1281E-06,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 7,	7.2093E-06,	7.2797E-06,
7.3481E-06,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 10,	7.4233E-06,	7.5140E-06,
7.6289E-06,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 13,	7.7769E-06,	7.9666E-06,
8.2069E-06,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 16,	8.5065E-06,	8.8741E-06,
9.3186E-06,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 19,	9.8486E-06,	1.0473E-05,
1.1200E-05,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 22,	1.2040E-05,	1.2999E-05,
1.4089E-05,			
MPDATA,ALPX , Ta	, 25,	1.5316E-05,	1.6690E-05,
1.8220E-05,			

!-----  
-----

!ELASTIC MODULUS

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!R. Farraro and R.B. McLellan, Metall. Trans., vol 10A, p1699, (1979);

!above 2100K P.E. Armstrong and H.L. Brown, Trans. AIME, v230, p962 (1964).

!

!NOTE 2 - fully annealed; 3% error.

!

!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

!-----  
-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,
200.,			
MPTEMP,	4,	300.,	400.,
500.,			
MPTEMP,	7,	600.,	700.,
800.,			
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,
1100.,			
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,
1400.,			
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,
1700.,			
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,
2000.,			
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,
2300.,			
MPTEMP,	25,	2400.,	

!Elastic modulus [Pa]

MPDATA,EX , Ta	, 1,	1.8328E+11,	1.8220E+11,
1.7904E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 4,	1.7240E+11,	1.6647E+11,
1.6216E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 7,	1.5946E+11,	1.5813E+11,
1.5689E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 10,	1.5563E+11,	1.5434E+11,
1.5302E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 13,	1.5167E+11,	1.5030E+11,
1.4890E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 16,	1.4890E+11,	1.4602E+11,
1.4453E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 19,	1.4302E+11,	1.3980E+11,
1.3472E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 22,	1.3472E+11,	1.2030E+11,
1.1097E+11,			
MPDATA,EX , Ta	, 25,	1.0024E+11,	

!-----

-----

!POISSON'S RATIO

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!calculated from Elastic modulus and Shear modulus: errors may be large.

!

!NOTE 2 - values above 600°C are kept constant to match the temperature table

!used for the Elastic Modulus (this is a constraint imposed by ANSYS)

!

!-----

-----

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	100.,
200.,			
MPTEMP,	4,	300.,	400.,
500.,			
MPTEMP,	7,	600.,	700.,
800.,			
MPTEMP,	10,	900.,	1000.,
1100.,			
MPTEMP,	13,	1200.,	1300.,
1400.,			
MPTEMP,	16,	1500.,	1600.,
1700.,			
MPTEMP,	19,	1800.,	1900.,
2000.,			
MPTEMP,	22,	2100.,	2200.,
2300.,			
MPTEMP,	25,	2400.,	

!Poisson's ratio [-]

MPDATA,PRXY , Ta	,	1,	2.7745E-01,	2.7760E-01,
2.7778E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	4,	2.7797E-01,	2.7816E-01,
2.7835E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	7,	2.7853E-01,	2.7868E-01,
2.7868E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	10,	2.7868E-01,	2.7868E-01,
2.7868E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	13,	2.7868E-01,	2.7868E-01,
2.7868E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	16,	2.7868E-01,	2.7868E-01,
2.7868E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	19,	2.7868E-01,	2.7868E-01,
2.7868E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	22,	2.7868E-01,	2.7868E-01,
2.7868E-01,				
MPDATA,PRXY , Ta	,	25,	2.7868E-01,	

!-----1-----2-----3-----4-----5-----6  
-----7-----8

/prep7

DISCO=71                   !Material number in the ANSYS library

!-----

-  
!THERMAL CONDUCTIVITY  
!  
!NOTE 1 - Data are taken from: DATASHEET Grafite POCO\_EDM\_AF5  
!  
!NOTE 2 - thermal conductivity is strongly dependent on  
impurities.  
!  
!NOTE 3 - the S.I. system of units is used.

!-----

-  
!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	0.,	50.,	150.,
MPTEMP,	4,	200.,	300.,	400.,
MPTEMP,	7,	500.,	700.,	900.,
MPTEMP,	10,	1100.,	1300.,	1500.,
MPTEMP,	13,	1700.,	1900.,	2000.,

!Thermal conductivity table [W/m\*K]

MPDATA,KXX,DISCO,	1,	59.97352664,	58.54967566,
55.80468377,			
MPDATA,KXX,DISCO,	4,	54.48354286,	51.94397112,
49.54134614,			
MPDATA,KXX,DISCO,	7,	47.27566792,	43.15515177,
39.58242268,			
MPDATA,KXX,DISCO,	10,	36.55748063,	34.08032564,
32.15095769,			
MPDATA,KXX,DISCO,	13,	30.7693768,	29.93558296,
29.72410618,			

!-----

!EMISSIVITY (hemispherical total emissivity)

!  
!NOTE 1 - Data are taken from:  
!  
!S.Corradetti Emissivity measurements (03/2014)  
!  
!NOTE 2 - Grafite POCO\_EDM\_AF5

```

!
!-----

MP,EMIS,DISCO,0.79

!-----
-
!DENSITY
!
!NOTE 1 - UCAR "Technical Data Sheet: 31": Grade ATJ Isomolded
Graphite.
!
!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

!-----
-

!Temperature table [°C]
MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 20.,

!Density table [kg/m^3]
MPDATA,DENS , DISCO , 1, 1.76E+03,

!-----
-

!SPECIFIC HEAT
!
!NOTE 1 - Data are taken from:
!UCAR Data Sheet (file "UCAR_vol1.2.pdf")

!-----
-

MPTEMP ! erase previous table
MPTEMP, 1, 0., 500.,
1000.,
MPTEMP, 4, 1500., 2000.,
2500.,

!Specific heat table [J/kg°C]
MPDATA,C , DISCO , 1, 600, 1550, 1800,
MPDATA,C , DISCO , 4, 1900, 2000, 2000,

!-----
-

!COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION
!
!NOTE 1 - Data are taken from:

```

!Thermophysical Properties of Matter, v13, Y.S. Touloukian,  
R.K.

!Kirby, R.E. Taylor & T.Y.R. Lee, 1977, IFI/Plenum, NY, NY.

!

!NOTE 2 - Orientation: with grain

!

!NOTE 3 - 10% error; National Carbon Co..

!

!NOTE 4 - the S.I. system of units is used.

!-----  
-

!Temperature table [°C]

MPTEMP ! erase previous table

MPTEMP,	1,	20.,	100.,
500.,			
MPTEMP,	4,	1000.,	1500.,
1600.,			
MPTEMP,	7,	1700.,	1800.,
1900.,			
MPTEMP,	10,	2000.,	2100.,
2200.,			
MPTEMP,	13,	2300.,	2400.,
2500.,			
MPTEMP,	16,	2600.,	2700.,
2800.,			

!Secant coefficient of thermal expansion [1/°C]

MPDATA,ALPX , DISCO	, 1,	2.2162E-06,	2.4088E-06,
3.2597E-06,			
MPDATA,ALPX , DISCO	, 4,	4.1250E-06,	4.8376E-06,
4.9649E-06,			
MPDATA,ALPX , DISCO	, 7,	5.0872E-06,	5.2044E-06,
5.3162E-06,			
MPDATA,ALPX , DISCO	, 10,	5.4224E-06,	5.5227E-06,
5.6165E-06,			
MPDATA,ALPX , DISCO	, 13,	5.7034E-06,	5.7828E-06,
5.8539E-06,			
MPDATA,ALPX , DISCO	, 16,	5.9159E-06,	5.9681E-06,
6.0096E-06,			

!-----  
-----

!ELASTIC MODULUS

!

!NOTE 1 - Data are taken from:

!UCAR "Technical Data Sheet: 31": Grade ATJ Isomolded Graphite

!

!NOTE 2 - the S.I. system of units is used.

!-----

-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 20.,

!Elastic modulus [Pa]  
MPDATA,EX , DISCO , 1, 9.8E+09,

!-----

-----

!POISSON'S RATIO  
!  
!NOTE 1 - No data available:  
!To perform thermo-structural analysis we assign the  
"reasonable" value of 0.3.  
!

!-----

-----

!Temperature table [°C]  
MPTEMP ! erase previous table  
MPTEMP, 1, 20.,

!Poisson's ratio [-]  
MPDATA,PRXY , DISCO , 1, 3.0E-01,

Codice APDL utilizzato per l'analisi di sensitività



```

VPLOT
IGESIN,'cilindro_rame_cpy_1','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'elettrodo','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'elettrodo_cpy_1','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'base','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'piastra','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'vite','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'astina','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'astina_cpy_1','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'schermo','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'schermo_cpy_1','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'asta','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'asta_cpy_1','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'asta_cpy_2','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'asta_cpy_3','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'disco','igs',' '
VPLOT
IGESIN,'campana','igs',' '
VPLOT
FINISH

/PREP7
VGLUE,1,2,3,4,5,11,12
VPLOT
NUMCMP,VOLU
!Compresses the numbering of volumes
NUMCMP,AREA
!Compresses the numbering of areas
NUMCMP,LINE
!Compresses the numbering of lines

VGLUE,1,2,3,4,5,8,9,10,11
VPLOT
!Generates new volumes by "gluing" volumes
NUMCMP,VOLU
!Compresses the numbering of volumes
NUMCMP,AREA
!Compresses the numbering of areas
NUMCMP,LINE

```

```
VLSCALE,ALL,,0.001,0.001,0.001,,0,1 !scala i volumi da mm a m
VPLOT
```

```
NUMCMP,VOLU
!Compresses the numbering of volumes
NUMCMP,AREA
!Compresses the numbering of areas
NUMCMP,LINE
!Compresses the numbering of lines
```

```
!creazione della mesh
```

```
!-----
```

```
--
```

```
!mesh campana - volume 11
```

```
/PREP7
```

```
TYPE,2
```

```
MAT,INOX
```

```
MSHAPE,1,3D
```

```
MSHKEY,0
```

```
!c: imposta la
```

```
mesh su free
```

```
ESIZE,0.015
```

```
!c: dimensione
```

```
elementi
```

```
VMESH,11
```

```
!MESH schermo - volume 4, 5
```

```
/PREP7
```

```
ESIZE,DEFA
```

```
DESIZE,DEFA
```

```
TYPE,1
```

```
MAT,Ta
```

```
MSHAPE,1,3D
```

```
MSHKEY,0
```

```
ESIZE,0.004
```

```
VMESH,4,5
```

```
!MESH Crogiolo - volume 16
```

```
!Dimensione dell'elemento sulla superficie del crogiolo
```

```
/PREP7
```

```
DIMEL=0.002
```

```
ANGEL=DIMEL*360/(ACOS(-1)*0.018)
```

```
ESIZE,DEFA
```

```
DESIZE,DEFA
```

```
TYPE,1
```

```
MAT,C_EDM3
```

```
MSHAPE,1,3D
```

```
MSHKEY,0
```

```
DESIZE,1,1,9999,ANGEL,ANGEL,DIMEL,1,1,4,
```

```
VMESH,16
```

```
!MESH della piastra - volume 18
```

```
ESIZE,DEFA
```

```
DESIZE,DEFA
```

```
TYPE,2
```

```
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.005
VMESH,18
```

```
!MESH base - volume 17
/PREP7
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.005
VMESH,17
```

```
!MESH astina - volume 2, 3
/PREP7
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.005
VMESH,2,3
```

```
!MESH vite - volume 1
/PREP7
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.005
VMESH,1
```

```
!MESH cilindro_rame - volume 12, 13
/PREP7
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,1
MAT,Cu
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.005
VMESH,12,13
```

```
!MESH elettrodo - volume 14, 15
/PREP7
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
```

```
TYPE,1
MAT,Cu
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.005
VMESH,14,15
```

```
!MESH disco - volume 10
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,DISCO
VSEL,S,,,10
ASLV,S
AESIZE,ALL,0.003
VMESH,10
ALLSEL,ALL
```

```
!MESH asta - volume 6, 7, 8, 9
/PREP7
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.003
VMESH,6
VMESH,7
VMESH,8
VMESH,9
```

```
!-----
-----
```

```
!VINCOLI E CARICHI
```

```
/PREP7
```

```
ALLSEL,ALL
TUNIF,20
temp su tutti i nodi
```

```
!condizione iniziale di
```

```
!SUPERFICI REFFREDDATE
```

```
!superfici esterne della campana
ASEL,S,AREA,,143,148,1
DA,ALL,TEMP,23
ALLSEL,ALL
```

```
!superfici interne degli elettrodi
ASEL,S,AREA,,1
ASEL,A,AREA,,11
ASEL,A,AREA,,136
ASEL,A,AREA,,14
DA,ALL,TEMP,23
```

ALLSEL,ALL

!ELEMENTI IRRAGGIANTI

/PREP7

!superficie interna della camera

ASEL,S,AREA,,151,156,1  
SFA,ALL,,RDSF,EMISCAMERA,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!superfici della piastra

VSEL,S,VOLU,,18  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,16  
ASEL,U,AREA,,20  
ASEL,U,AREA,,24  
ASEL,U,AREA,,98  
ASEL,U,AREA,,118  
ASEL,U,AREA,,122  
ASEL,U,AREA,,126  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!superfici del crogiolo

VSEL,S,VOLU,,16  
ASLV,S  
ASEL,U,AREA,,99  
ASEL,U,AREA,,107  
ASEL,U,AREA,,131  
ASEL,U,AREA,,140  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!superfici base

VSEL,S,VOLU,,17  
ASLV,,S  
ASEL,U,AREA,,23  
ASEL,U,AREA,,27  
ASEL,U,AREA,,19  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

!superfici astina

ASEL,S,AREA,,21,22,1  
ASEL,A,AREA,,25,26,1  
SFA,ALL,,RDSF,-C\_EDM3,1  
APLOT  
ALLSEL,ALL

```
!superficie del disco
VSEL,S,VOLU,,10
ASLV,S
SFA,ALL,,RDSF,EMISDISCO,1
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!superfici vite
ASEL,S,AREA,,17,18,1
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!superfici aste
VSEL,S,VOLU,,6,9,1
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,28
ASEL,U,AREA,,98
ASEL,U,AREA,,115
ASEL,U,AREA,,118,119,1
ASEL,U,AREA,,122,123,1
ASEL,U,AREA,,126
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!superfici cilindro_rame
VSEL,S,VOLU,,12,13,1
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,1
ASEL,U,AREA,,131
ASEL,U,AREA,,135,136,1
ASEL,U,AREA,,140
ASEL,U,AREA,,160
SFA,ALL,,RDSF,-Cu,1
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!superfici elettrodi
VSEL,S,VOLU,,14,15,1
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,1
ASEL,U,AREA,,8
ASEL,U,AREA,,11
ASEL,U,AREA,,13,14,1
ASEL,U,AREA,,135,136,1
ASEL,U,AREA,,160
SFA,ALL,,RDSF,-Cu,1
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!superfici schermi
VSEL,S,VOLU,,4,5,1
```

```
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,99
ASEL,U,AREA,,107
SFA,ALL,,RDSF,-Ta,1
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!TENSIONE
ASEL,S,AREA,,13
DA,ALL,VOLT,0
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!CORRENTE
ASEL,S,AREA,,8
NSLA,S,1
CP,1,VOLT,ALL
ni=ndnext(0)
APLOT
ALLSEL,ALL
```

```
!definizione del vettore corrente come funzione del tempo - START
!-----
```

```
-----
Imin=160          !minimum electrical current assigned [A]
Imax=270          !maximum electrical current assigned [A]
Iinc=10           !electrical current increment [A]
Tst_main=3000     !stabilization time for the first
current step (from 0 to Imin)
Tst_inc=1500      !stabilization time for the single
electrical current increment (Iinc)
!comment: usually Tst_main > Tst_inc for practical physical
reasons
```

```
!-----
-----
```

```
Nstep=(Imax-Imin)/Iinc+1          !current steps number
(number of stabilized current values)
TIME_TOT=(Tst_main+Tst_inc*(Nstep-1)) !total analysis time [s]
```

```
*DIM,I_HEAT, TABLE, (Nstep*2), 1, 1, TIME
```

```
*SET,I_HEAT(1,0),0          ! TIME [s]
*SET,I_HEAT(1,1),Imin      ! CURRENT [A]
```

```
*SET,I_HEAT(2,0),Tst_main
*SET,I_HEAT(2,1),Imin
```

```
KA=1
KB=1
```

```
*DO,I,1,(Nstep-1),1
```

```
*SET,I_HEAT((2+KA),0),(Tst_main+(KB-1)*Tst_inc+1)
```

```

*SET,I_HEAT((2+KA),1),(Imin+KB*Iinc)

*SET,I_HEAT((2+KA+1),0),(Tst_main+KB*Tst_inc)
*SET,I_HEAT((2+KA+1),1),(Imin+KB*Iinc)

KA=KA+2
KB=KB+1

*ENDDO

!definizione del vettore corrente come funzione del tempo - STOP

F,ni,AMPS,%I_HEAT%

! current load
-----

ALLSEL,ALL
VPLOT

!c: OPTIONS

!c: SPACE Temperature definition (open enclosure)
SPCTEMP,1,25 !defines a free-space
ambient temperature for radiation using the Radiosity method [°C]

!c: defining solution options
STEF,5.67e-8 !specifies Stefan-Boltzmann
radiation constant [W/(m^2*K^4)]
RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1 !specifies Gauss-Seidel
Radiosity Solver options
TOFFST,273.15 !specifies the temperature
offset from absolute zero to zero [°C]

!c: defining View Factor Options
HEMIOPT,100 !specifies options for
Hemicube view factor calculation
VFOPT,OFF !specifies options for view
factor file

FINISH !exits normally from a
processor

!c: SOLVER
/SOLU !enters the solution processor
SOLCONTROL,ON !specifies whether to use
optimized nonlinear solution defaults
!and some enhanced internal
solution algorithms
ANTYPE,TRANS !specifies the analysis type and
restart status
AUTOTS,ON !use automatic time stepping
KBC,1 !specifies stepped or ramped
loading within a load step

```

```

    DELTIM,0.0001,0.00005,100      !specifies the time step sizes to
be used for this load step
    OUTRES,NSOL,ALL                !controls the solution data
written to the database
    TIME,TIME_TOT                  !sets the time for a load step
    SOLVE                          !starts a solution
    SAVE,,,,ALL                   !saves all current database
information
    FINISH                         !exits normally from a processor

```

```

!-----
-----

```

```

!NASCONDERE CAMPANA
VSEL,S, , ,P51X
VSEL,U, , , 11
ALLSEL,BELOW,VOLU

```

```

!-----
-----

```

```

!POST-PROCESSING-----
-----

```

```

!corrente e tensione
*CFOPEN,CORR_VOLT,txt,,APPEND      !crea il file dove
verranno scritti i risultati
VWRITE,'i [A]','V [V]'             !prima riga scritta nel
nuovo file
(4x,A8,4x,A8)                       !formato
prima riga
*CFCLOS
!chiude il file
K_POST=0
BACK_TIME=200                       !incremento di tempo per
tornare indietro per evitare la transizione
corrente                             !tra uno step e l'altro di

```

```

*DO,I,1,Nstep,1
    /POST1
    SET,,,,(Tst_main+(Tst_inc*K_POST)-BACK_TIME)
!defines the data set to be read from the results file
    ALLSEL,ALL

```

```

    el_current=Imin+K_POST*Iinc      !stores the
electrical current values

```

```

    NSORT,VOLT,,1                    !sorts
nodes according to their VOLTAGE value
    *GET,vmax,SORT,0,MAX              !stores the
maximum value of the last sorted item (VOLTAGE in this case)

```

```

    ALLSEL,ALL

```

```

    *CFOPEN,CORR_VOLT,txt,,APPEND

```

```
          *VWRITE,e1_current,vmax  
(4x,F8.0,4x,F8.4)  
          *CFCLOS  
          ALLSEL,ALL  
  
          K_POST=K_POST+1  
          FINISH  
  
*ENDDO
```

Codice APDL utilizzato per l'analisi di convergenza

!Version 1.0 (Lug 2017) by  
!Dott. Paolo Todesco  
!Istituto Nazionale di Fisica Nucleare  
!Laboratori di Legnaro  
!Viale dell'Universita' n. 2; 35020 Legnaro (PD) - Italy  
!e-mail: Paolo.Todesco@lnl.infn.it

/PREP7

!-----  
-

!Definizione degli elementi

ET,1,SOLID226,110 !Elemento termo-elettrico 12 nodi - per il

!circuito principale

ET,2,SOLID90 !Elemento termico 2 nodi - tutti i

!componenti del sistema di

regolazione

!Definizione dei materiali presenti

M27INOX !Acciaio inox campana

M71DISCO !Graphite disco POCO ED AF-5

M10C\_EDM3 !Graphite crogiolo/piastra/vite

M28Cu !Rame elettrodo/cilindro

FINISH

!-----  
-

!Emissività delle superfici interne della camera, misura del 2012  
EMISCAMERA=0.73

!-----  
-

!Posizione di default del disco: 0.005 [m] dal crogiolo(x,y,z=0)

!Dimensione del disco

Diam=0.03

!Dimensione del disco [m]

Depht=0.0013

!Spessore del disco [m]

!Coordinate in [m] per spostamento del disco dalla posizione di

!default (Y=0.005m)

Xoffset=0

Yoffset=0

Zoffset=0

!-----  
-

!Importazione dei file .igs

/AUX15 !Enters the IGES file transfer processor

!opzioni importazione .igs

IOPTN,IGES,SMOOTH

IOPTN,MERGE,YES

IOPTN,SOLID,YES

IOPTN,SMALL,YES

IOPTN,GTOLER,0.00001

!importazione .igs

IGESIN,'crogiolo','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'cilindro\_rame','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'cilindro\_rame\_cpy\_1','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'elettrodo','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'elettrodo\_cpy\_1','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'piastra\_v2','igs',' '

VPLOT

IGESIN,'campana','igs',' '

VPLOT

FINISH

VPLOT

FINISH

!-----

-

!Generazione dei volumi mancanti

WPSTYLE,,,,,,,,,1

/PREP7

!Creazione disco

WPRO,,-90.000000,

WPOFFS,0,0,5+YOffset\*1000

CYL4,0,0,Diam\*1000/2,,,,Depht\*1000

APLOT

WPCSYS,-1

!Creazione della base

WPRO,,-90.000000,

WPOFFS,0,0,-58+YOffset\*1000

CYL4,0,0,50/2,,,,,25

APLOT

WPCSYS,-1

!Creazione elemento cilindrico centro piastra

WPRO,,-90.000000,

WPOFFS,0,0,-77

```

CYL4,0,0,55/2,,,,,9
APLOT
WPCSYS,-1

!Creazione vite altezza cilindro dipende dalla posizione del disco
WPRO,,-90.000000,
WPOFFS,0,0,-68
CYL4,0,0,30/2, , , ,10+YOffset*1000
APLOT
WPCSYS,-1

ALLSEL,ALL
VPLOT

FINISH

!-----
!Scala dei volumi creati
/PREP7
VLSCALE,ALL,,0.001,0.001,0.001,,0,1    !scalare i volumi da [mm]

        !a [m]
FINISH

!-----
-
!Unione volumi e compattazione numerazione

/PREP7
VGLUE,1,2,3,4,5    !Unione dei volumi del circuito
primario
VPLOT
NUMCMP,VOLU    !Comprime la numerazione dei
volumi
NUMCMP,AREA    !Comprime la numerazione delle
aree
NUMCMP,LINE    !Comprime la numerazione
delle linee

VGLUE,1,4,5,6    !Unione dei volumi piastra,
cilindro sopra    !piastra, vite e

base della campana
VPLOT
NUMCMP,VOLU    !Comprime la numerazione dei
volumi
NUMCMP,AREA    !Comprime la numerazione delle
aree
NUMCMP,LINE    !Comprime la numerazione
delle linee
FINISH

!-----
-

```

!Mesh dei volumi con elementi solidi  
/PREP7

!MESH disco - volume 2  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,DISCO  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
VSEL,S,,,2  
ASLV,S  
AESIZE,ALL,0.002  
VMESH,2  
ALLSEL,ALL

!MESH Crogiolo - volume 8  
DIMEL=0.0025  
dell'elemento sulla

!Dimensione

!superficie del crogiolo  
 $ANGEL = DIMEL * 360 / (\text{ACOS}(-1) * 0.018)$   
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,1  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
DESIZE,1,1,9999,ANGEL,ANGEL,DIMEL,1,1,4,  
VMESH,8

FR=0.60

!MESH della piastra - volume 11  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VMESH,11

!MESH base - volume 9  
ESIZE,DEFA  
DESIZE,DEFA  
TYPE,2  
MAT,C\_EDM3  
MSHAPE,1,3D  
MSHKEY,0  
ESIZE,0.020\*FR  
VMESH,9

!MESH vite - volume 3

```
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.020*FR
VSWEEP,3
```

```
!MESH cilindro sopra piastra - volume 10
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,2
MAT,C_EDM3
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.020*FR
VMESH,10
```

```
!MESH cilindro_rame - volume 4, 5
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,1
MAT,Cu
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.012
VMESH,4,5
```

```
!MESH elettrodo - volume 6, 7
ESIZE,DEFA
DESIZE,DEFA
TYPE,1
MAT,Cu
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
ESIZE,0.008
VMESH,6,7
```

```
!Mesh campana - volume 1
TYPE,2
MAT,INOX
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
su "free"
ESIZE,0.020
elementi
VMESH,1
```

!imposta la mesh

!dimensione

!-----

-

!Vincoli e carichi

!Condizione iniziale di temperatura per tutti i nodi

```

ALLSEL,ALL
TUNIF,20                                !temepratura ambiente

!Superfici raffreddate
!Superfici esterne della campana
ASEL,S,AREA,,36,41,1
DA,ALL,TEMP,18                          !temperatura in uscita dal chiller
ALLSEL,ALL

!Superfici interne degli elettrodi
ASEL,S,AREA,,10,11,1
ASEL,A,AREA,,14,15,1
DA,ALL,TEMP,18                          !temperatura in uscita dal chiller
ALLSEL,ALL

!Elementi irraggianti
!Superfici interne della campana
ASEL,S,AREA,,98,103,1
SFA,ALL,,RDSF,EMISCAMERA,1
APLOT
ALLSEL,ALL

!Superfici della piastra
VSEL,S,VOLU,,11
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,16                          !Deselezionare area comune con
cilindro
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL

!Superfici del cilindro sopra la piastra
VSEL,S,VOLU,,10
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,16                          !Deselezionare area comune con
piastra
ASEL,U,AREA,,19                          !Deselezionare area comune con
vite
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL

!Superfici della vite
VSEL,S,VOLU,,3
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,20                          !Deselezionare area comune con
base
ASEL,U,AREA,,19                          !Deselezionare area comune
cilindro
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL

!Superfici della base

```

```

VSEL,S,VOLU,,9
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,20                !Deselezionare area comune con
vite
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL

!Superfici del disco
VSEL,S,VOLU,,2
ASLV,S
SFA,ALL,,RDSF,-DISCO,1
APLOT
ALLSEL,ALL

!Superfici del crogiolo
VSEL,S,VOLU,,8
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,119                !Deselezionare area comune
cilindro rame
ASEL,U,AREA,,110                !Deselezionare area comune
cilindro rame
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
APLOT

!Superfici del cilindro in rame
VSEL,S,VOLU,,4,5,1
ASLV,S
ASEL,U,AREA,,119                !Deselezionare area comune
crogiolo
ASEL,U,AREA,,110                !Deselezionare area comune
crogiolo
ASEL,U,AREA,,114                !Deselezionare area comune
elettrodo
ASEL,U,AREA,,123                !Deselezionare area comune
elettrodo
ASEL,U,AREA,,107                !Deselezionare area comune
elettrodo (circ)
ASEL,U,AREA,,115                !Deselezionare area comune
elettrodo (circ)
SFA,ALL,,RDSF,-C_EDM3,1
APLOT
ALLSEL,ALL
APLOT

!Tensione e corrente
!Tensione
ASEL,S,AREA,,13                !area inferiore elettrodo di dx
DA,ALL,VOLT,0

!Start - Corrente
ASEL,S,AREA,,8                !area inferiore elettrodo di sx

```

```
NSLA,S,1
CP,1,VOLT,ALL
ni=ndnext(0)
```

```
!START - Definizione del vettore corrente come funzione del tempo
!-----
```

```
-----
Imin=160                                !Minima corrente assegnata
[A]
Imax=270                                !Massima corrente
assegnata [A]
Iinc=10                                  !Incremento di corrente
elettrica [A]
Tst_main=3000                            !Tempo di stabilizzazione per il
primo step di corrente (da 0 a Imin)
Tst_inc=1500                              !Tempo di stabilizzazione per il
singolo step di corrente (Iinc)
```

```
!-----
-----
```

```
Nstep=(Imax-Imin)/Iinc+1                !Numero di
step di corrente (numero di valori stabili di corrente)
TIME_TOT=(Tst_main+Tst_inc*(Nstep-1))   !Tempo totale analisi [s]
```

```
*DIM,I_HEAT, TABLE, (Nstep*2), 1, 1, TIME
```

```
*SET, I_HEAT(1, 0), 0                    !Tempo [s]
*SET, I_HEAT(1, 1), Imin                 !Corrente [A]
```

```
*SET, I_HEAT(2, 0), Tst_main
*SET, I_HEAT(2, 1), Imin
```

```
KA=1
KB=1
```

```
*DO, I, 1, (Nstep-1), 1
```

```
*SET, I_HEAT((2+KA), 0), (Tst_main+(KB-1)*Tst_inc+1)
*SET, I_HEAT((2+KA), 1), (Imin+KB*Iinc)
```

```
*SET, I_HEAT((2+KA+1), 0), (Tst_main+KB*Tst_inc)
*SET, I_HEAT((2+KA+1), 1), (Imin+KB*Iinc)
```

```
KA=KA+2
KB=KB+1
```

```
*ENDDO
```

```
!FINISH - Definizione del vettore corrente come funzione del tempo
!-----
```

```

F,ni,AMPS,%I_HEAT%
!Finish - corrente

ALLSEL,ALL

!Opzioni

    !SPACE Temperature definition (open enclosure)
    SPCTEMP,1,25                                !defines a
free-space ambient temperature for radiation using the

!Radiosity method [°C]

    !defining solution options
    STEF,5.67e-8                                !Definizione costante
Stefan-Boltzmann [W/(m^2*K^4)]
    RADOPT,,0.0001,0,20000,0.1,0.1            !Opzione Gauss-Seidel
Radiosity Solver
    TOFFST,273.15                               !Offset di temperatura tra
Celsius e Kelvin

    !Definire opzioni view factor
    HEMIOPT,100                                 !Opzioni per Hemicube view
factor calculation
    VFOPT,OFF                                   !Opzioni creazione .vf file

    FINISH

!Solutore
/SOLU
    SOLCONTROL,ON                               !optimized
nonlinear solution defaults e
                                         !enhanced internal solution
algorithms
    ANTYPE,TRANS                               !Tipo di analisi
    AUTOTS,ON                                   !Time stepping
automatico
    KBC,1                                       !Carico a
step o rampa nello step
    DELTIM,0.0001,0.00005,100                !Time step per il singolo load
step
    OUTRES,NSOL,ALL                            !Controllo dei
risultati scritti nel database
    TIME,TIME_TOT                              !Tempo del load
step
    SOLVE                                       !Inizio
della soluzione
    SAVE,,,ALL                                 !Salvataggio di
tutte le informazioni
    FINISH

!Post-processing-----
-----

```

```

!Corrente e tensione
*CFOPEN,CORR_VOLT,txt,,APPEND          !Crea il file dove
verranno scritti i risultati
VWRITE,'i [A]','V [V]'                  !Prima riga
scritta nel nuovo file
(4x,A8,4x,A8)                            !Formato
prima riga
*CFCLOSE
!Chiude il file
K_POST=0
BACK_TIME=200
!Incremento di tempo per tornare indietro e evitare la transizione

```

```

!Tra uno step e l'altro di corrente
*DO,I,1,Nstep,1
      /POST1
      SET,,,,(Tst_main+(Tst_inc*K_POST)-BACK_TIME)
!Definisce i dati da leggere dal file dei risultati
      ALLSEL,ALL

      el_current=Imin+K_POST*Iinc        !Salva i valori
della corrente

      NSORT,VOLT,,1                      !Ordina i
nodi a seconda della tensione
      *GET,vmax,SORT,0,MAX               !Salva il valore
massimo della tensione

      ALLSEL,ALL

      *CFOPEN,CORR_VOLT,txt,,APPEND
      *VWRITE,el_current,vmax
(4x,F8.0,4x,F8.4)
      *CFCLOSE
      ALLSEL,ALL

      K_POST=K_POST+1
      FINISH

```

```
*ENDDO
```

```

!Temperatura disco
*CFOPEN,RisultatiDisco,txt,,APPEND      !Apre un file .txt
*VWRITE,'I [A]','Tc [°C]','Tp [°C]','Tm [°C]' !Scrive i dati in
un formato specifico
(4x,A8,4x,A8,4x,A8,4x,A8)              !Formato
*CFCLOSE
!Chiude il file .txt
K_POST=0

```

```

BACK_TIME=200
!Incremento di tempo per tornare indietro e evitare la transizione

*DO,I,1,Nstep,1
    /POST1
    SET,,,,(Tst_main+(Tst_inc*K_POST)-BACK_TIME)
!Definisce i dati da leggere dal file dei risultati
    ALLSEL,ALL

    eI_current=Imin+K_POST*Iinc      !Salva i valori
della corrente
    PATH,T_C,2,6,20
    PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset-0.002

    PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+0.002

    PDEF,T_C,TEMP
    PCALC,INTG,INT_T_C,T_C,S,0.004**(-1),
    *GET,TCD,PATH,0,MAX,INT_T_C

    PATH,T_P,2,6,20
    PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2-0.004

    PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/2

    PDEF,T_P,TEMP
    PCALC,INTG,INT_T_P,T_P,S,0.004**(-1),
    *GET,TPD,PATH,0,MAX,INT_T_P

    PATH,T_M,2,6,20
    PPATH,1,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/4-0.002

    PPATH,2,,XOffset,Depht+0.005+YOffset,ZOffset+Diam/4+0.002

    PDEF,T_M,TEMP
    PCALC,INTG,INT_T_M,T_M,S,0.004**(-1),
    *GET,TMD,PATH,0,MAX,INT_T_M

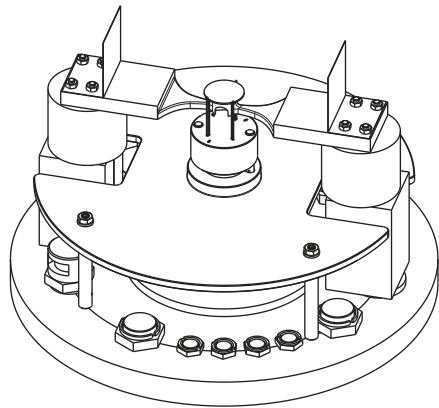
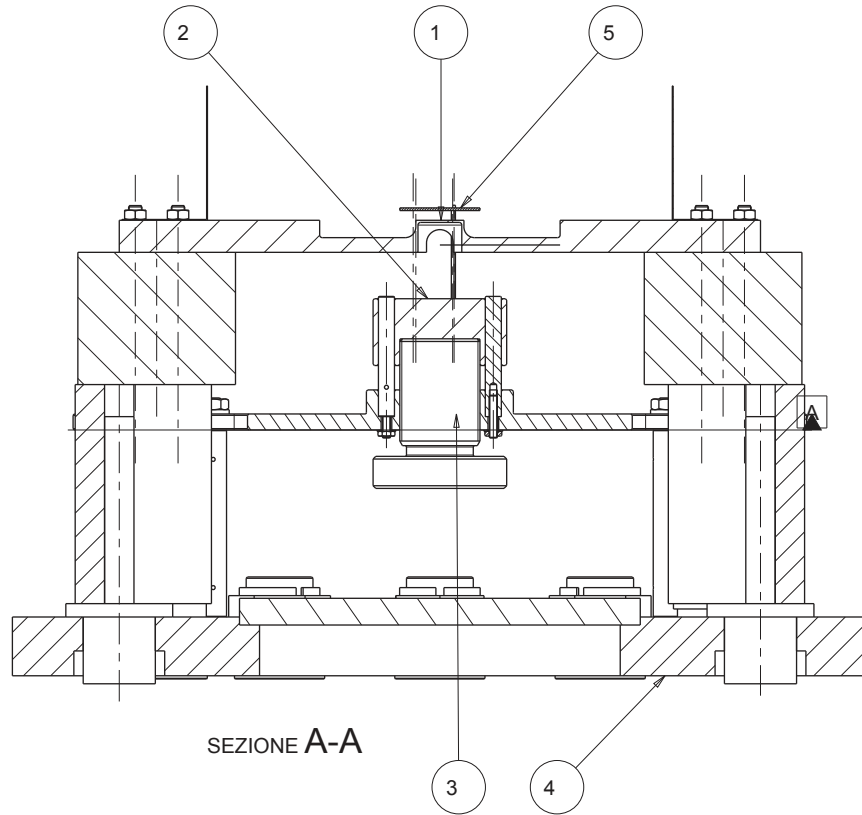
    ALLSEL,ALL

    *CFOPEN,RisultatiDisco.txt,,APPEND
    *VWRITE,eI_current,TCD,TMD,TPD
(4x,F8.0,4x,F8.3,4x,F8.3,4x,F8.3)
    *CFCLOSE
    ALLSEL,ALL
    FINISH
    K_POST=K_POST+1
*ENDDO

```


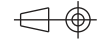
Tavole costruttive del nuovo setup sistema di supporto per  
prove sperimentali di conducibilità

UNI-EN 22768-1-m Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical design"	
≤ 6	± 0.1
> 6 ≤ 30	± 0.2
> 30 ≤ 120	± 0.3
> 120	± 0.5
± 2	

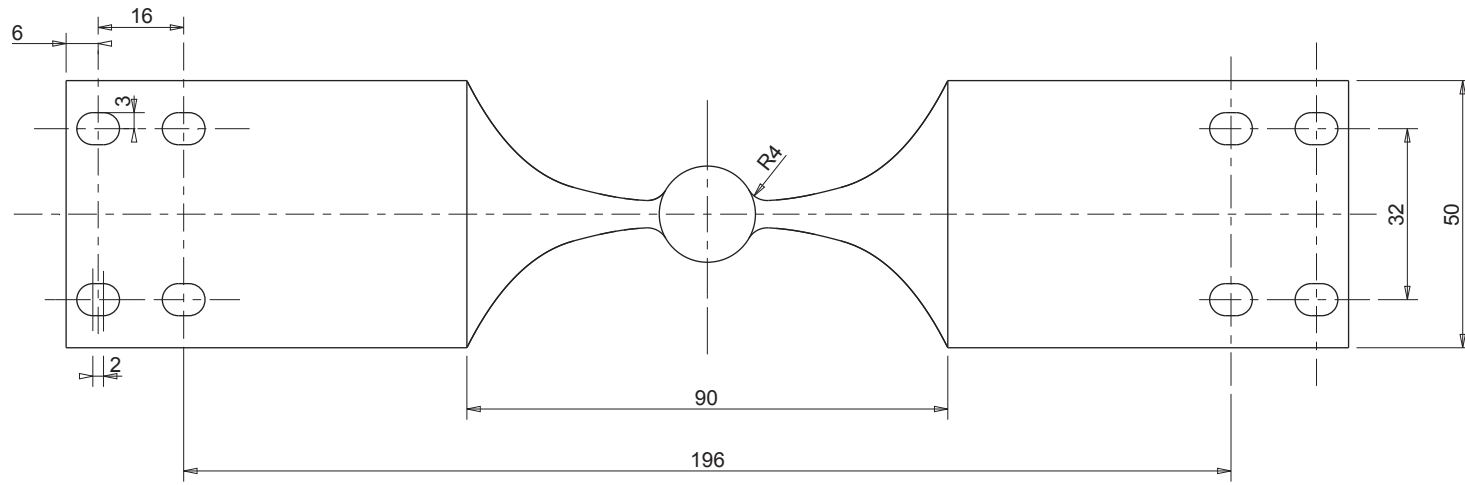
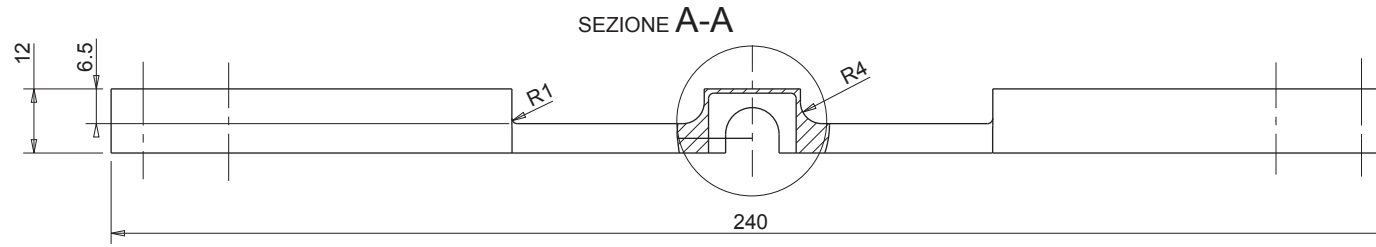


SCALA 1:4

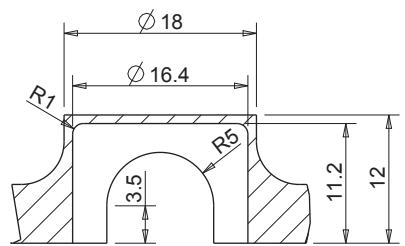
ITEM	COMPONENT	TYPE	MATERIAL	MASS [Kg]	QTY
1	ST_HTA_01	ASSEMBLY		6.185	1
2	ST_HTA_02	ASSEMBLY		2.603	1
3	ST_HTA_03	ASSEMBLY		10.025	1
4	ST_HTA_04	ASSEMBLY		12.789	1
5	ST_HTA_05	PART	SS	0.005	1


Designed by: <b>TODESCO PAOLO</b>	Signature	Project <b>SPES TARGET</b>			
Drawn by: <b>TODESCO PAOLO</b>	Date 15/12/2016	Description <b>ASSIEME COMPLESSIVO</b>	Quantity <b>1</b>		
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro		Material	Gen. surf. finish <input checked="" type="checkbox"/> 		
		Treatment	Scale 1:2	Mass [kg] 31.61	Frm. <b>A3</b>
		Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK	Drawing N° <b>ST_HTA</b>	Rev. <b>0</b>	

UNI-EN 22768-1-m Tolerances by linear and angular individual tolerances indications "mechanical design"	
<= 6	<= 30
<= 6	> 30 <= 120
<= 6	> 120
± 0.1	± 0.2
± 0.1	± 0.3
± 0.1	± 0.5
± 0.1	± 2



DETTAGLIO A  
SCALA 2:1



Designed by: <b>NICOLA DE IESO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>
Drawn by: <b>NICOLA DE IESO</b>	Date 24/11/2016	Description <b>CROGIOLO</b>
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro	Material <b>GRAFITE 2114</b>	Gen. surf. finish 3.2
	Treatment	Scale 1:1
	Mass [kg] 0.20	Frm. <b>A3</b>
Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK	Drawing N° <b>ST_HTA_01_001</b>	Rev. 1

1 2 3 4 5 6

C

B

A

D

C

B

A

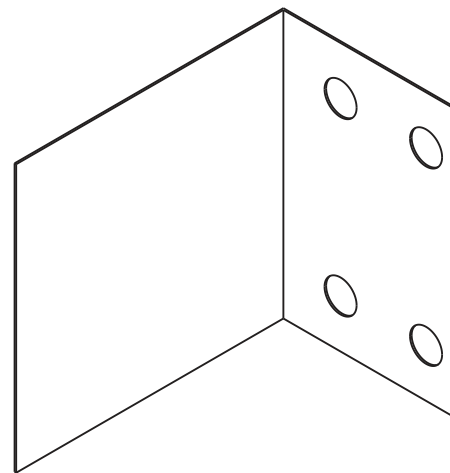
1 2 3 4 5 6

A3

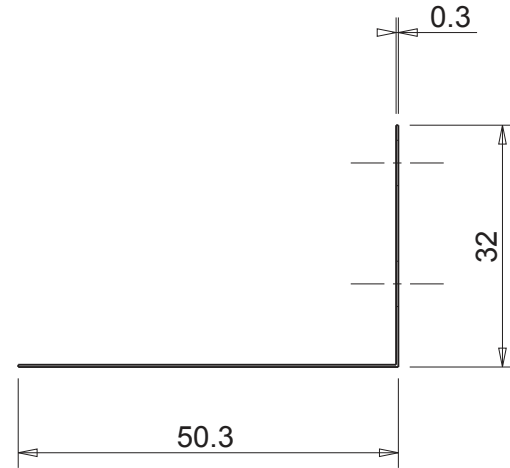
UNI-EN 22768(1-m Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical organs technical designs"				
<= 6	>6 <=30	>30 <=120	>120	
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5	± 2°

A

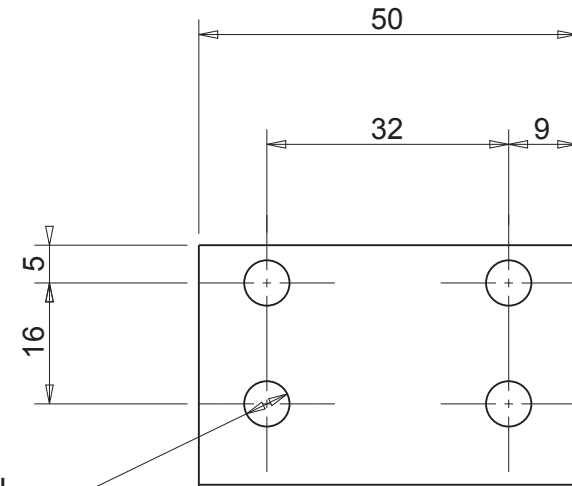
B


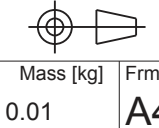


SCALA 1:1



∅ 6 - 4 FORI



Designed by <b>PAOLO TODESCO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>		
Draft by <b>PAOLO TODESCO</b>	Date 18/11/2016	Description <b>SCHERMO</b>	Quantity <b>2</b>	
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro		Material <b>TA</b>	Gen. surf. finish 	 Mass [kg] 0.01 Frm. <b>A4</b>
		Treatment	Scale 1:1	
		Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK		Draft code: <b>ST_HTA_01_002</b>

A

B

C

1

2

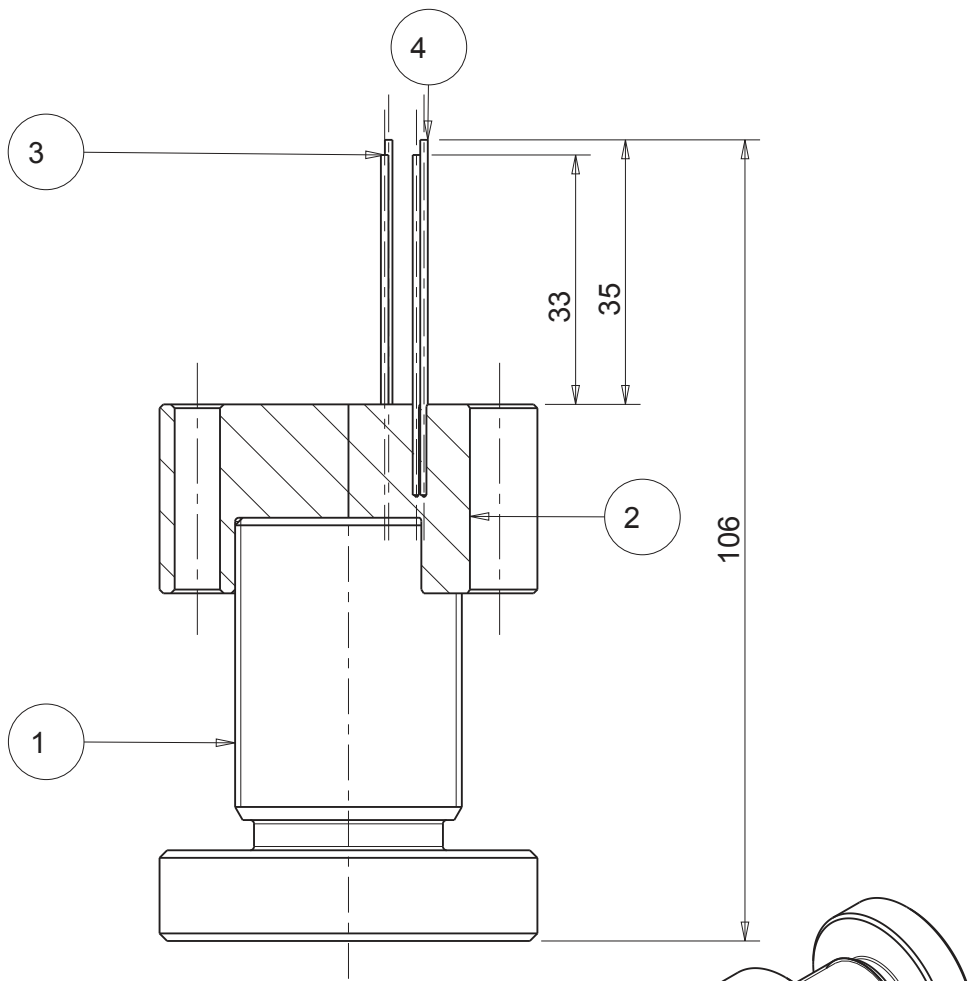
3

1

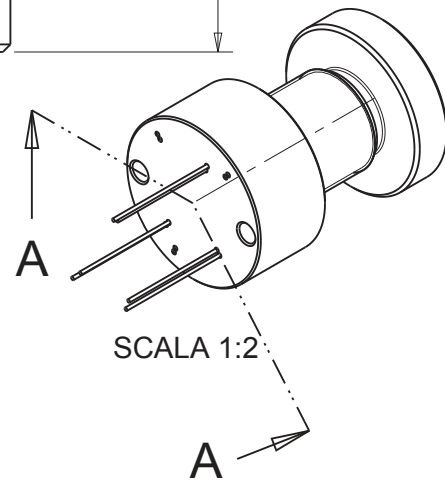
2

3


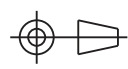
UNI-EN 22768/1-m "Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical organs technical designs"			
<= 6	>6 <=30	>30 <=120	>120
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5
± 2°			



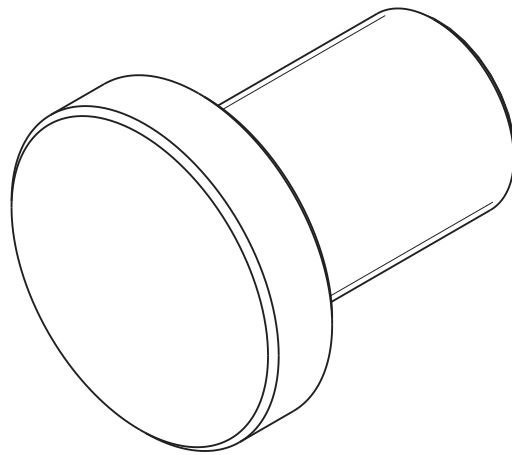
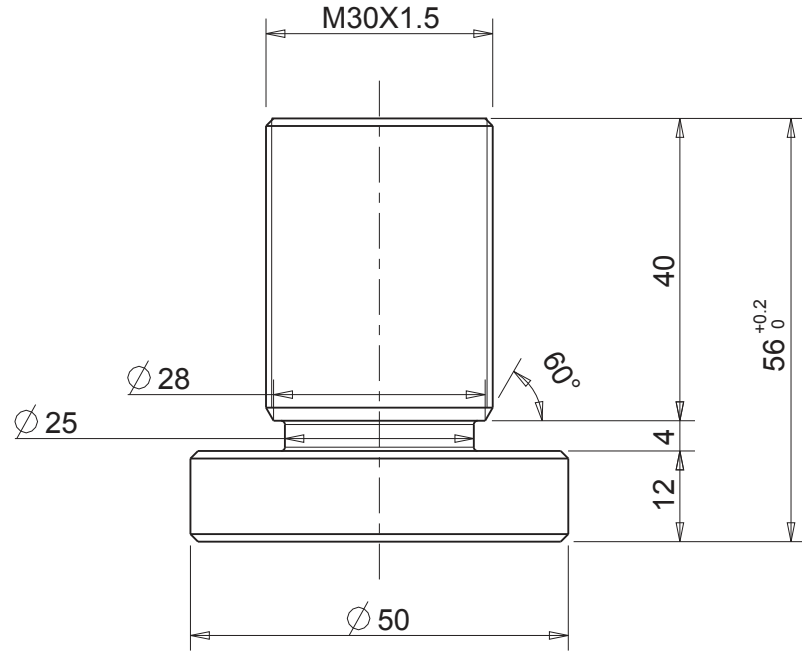
SEZIONE A-A




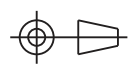
ITEM	COMPONENT	TYPE	MATERIAL	MASS [Kg]	QTY
1	ST_HTA_02_001	PART	POCO_GRAPHITE	1.482	1
2	ST_HTA_02_002	PART	POCO_GRAPHITE	1.119	1
3	ST_HTA_02_003	PART	TUNGSTEN	0.001	3
4	ST_HTA_02_004	PART	TUNGSTEN	0.001	3

Designed by <b>TODESCO PAOLO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>			
Draft by <b>TODESCO PAOLO</b>	Date 25/11/2016	Description <b>SISTEMA DI REGOLAZIONE</b>	Quantity <b>1</b>		
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro		Material	Gen. surf. finish		
		Treatment	Scale 1:1	Mass [kg] 2.60	Frm. <b>A4</b>
		Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK		Draft code: <b>ST_HTA_02</b>	

UNI-EN 22768/1-m "Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical organs technical designs"			
<= 6	>6 <=30	>30 <=120	>120
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5
			± 2°



SMUSSI NON QUOTATI: 1X45°  
RACCORDI NON QUOTATI: R0.5

Designed by <b>PAOLO TODESCO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>		
Draft by <b>PAOLO TODESCO</b>	Date 18/11/2016	Description <b>VITE</b>	Quantity <b>1</b>	
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro	Material <b>POCO_GRAPHITE</b>	Gen. surf. finish		
	Treatment	Scale 1:1	Mass [kg] 1.48	Frm. <b>A4</b>
	Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK	Draft code: <b>ST_HTA_02_001</b>		Rev. <b>0</b>

1

2

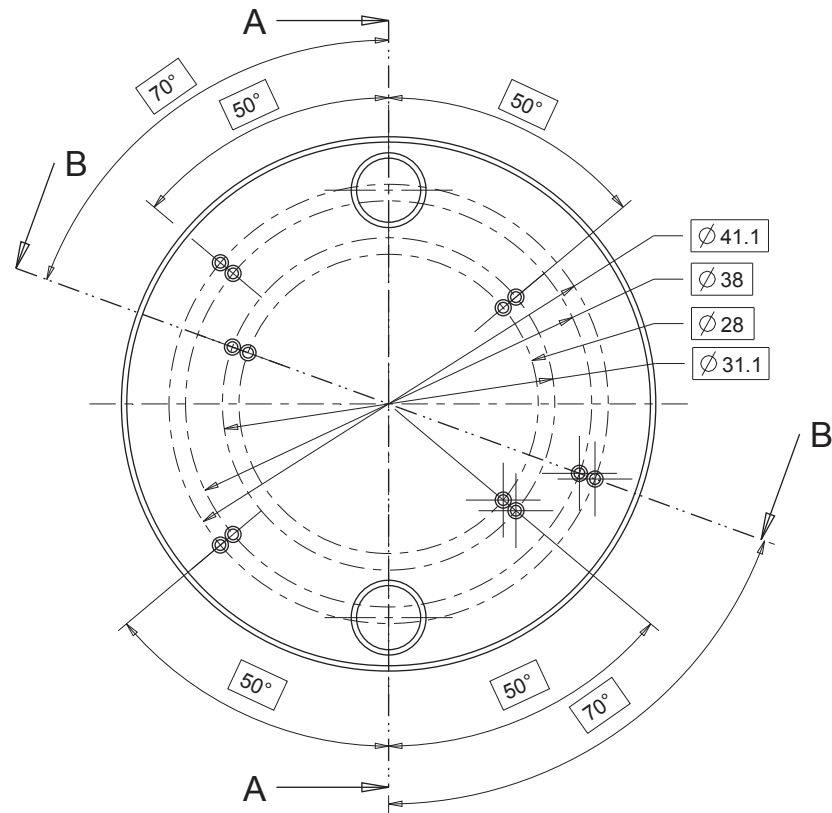
3

C

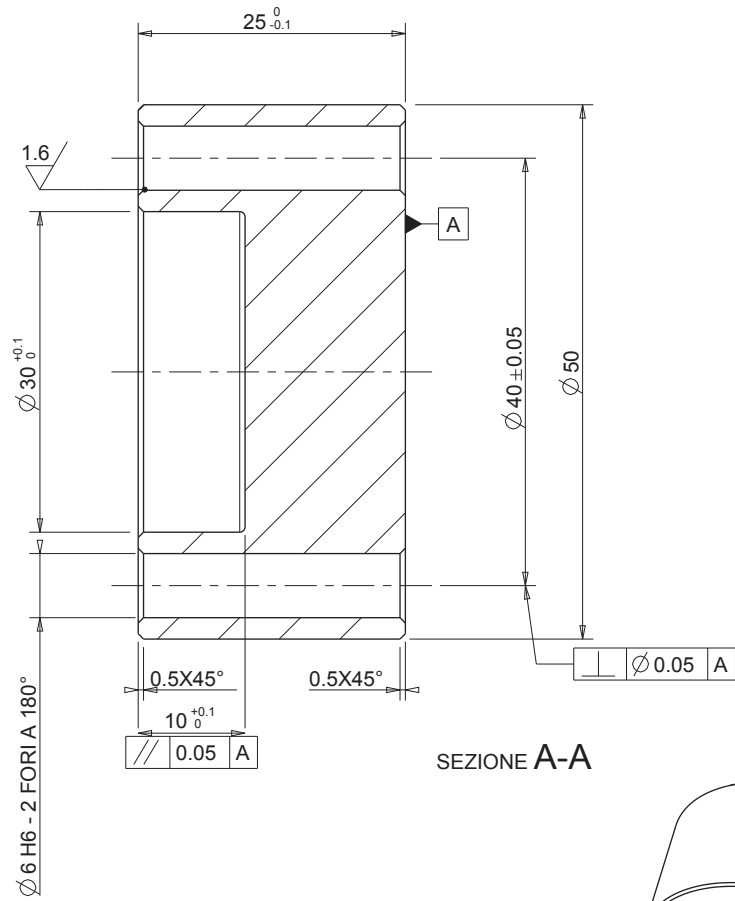
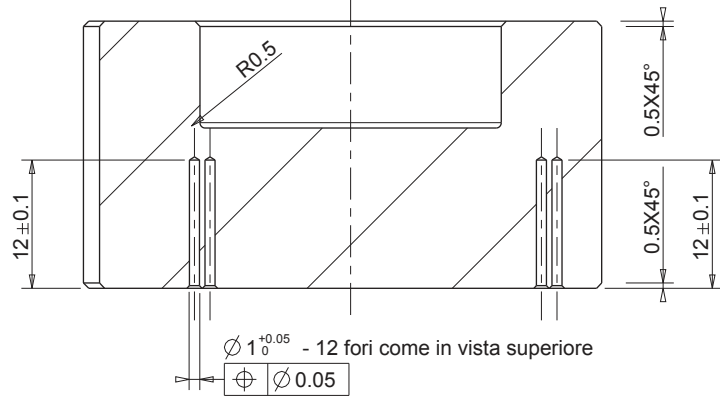
B

A

UNI-EN 22768-1-m Tolerances by linear and angular individual tolerances indications "mechanical design"		
≤ 6	± 0.1	± 2
7 ≤ 30	± 0.2	± 0.5
30 < 120	± 0.3	± 1
> 120	± 0.5	± 2

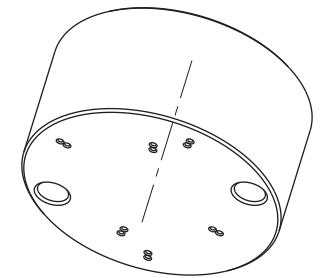


SEZIONE B-B




SEZIONE A-A

Smussi non quotati 0.25x45°



SCALA 1:1

Designed by: <b>PAOLO TODESCO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>			
Drawn by: <b>PAOLO TODESCO</b>	Date 18/11/2016	Description <b>BASE SUPERIORE</b>	Quantity <b>1</b>		
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro		Material <b>POCO_GRAPHITE</b>	Gen. surf. finish 3.2		
		Treatment	Scale 2:1	Mass [kg] 1.12	Frm. <b>A3</b>
		Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mk		Drawing N° <b>ST_HTA_02_002</b>	Rev. <b>0</b>

1

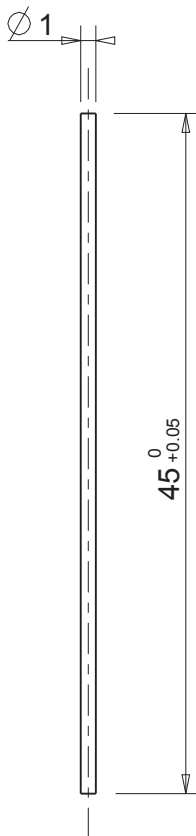
2

3

UNI-EN 22768/1-m Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical organs technical designs"			
<= 6	>6 <=30	>30 <=120	>120
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5
			± 2°

B



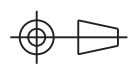
A



C

B

A

Designed by <b>TODESCO PAOLO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>		
Draft by <b>TODESCO PAOLO</b>	Date 25/11/2016	Description <b>ASTINA CORTA</b>	Quantity <b>3</b>	
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro	Material <b>TUNGSTEN</b>	Gen. surf. finish 		
	Treatment	Scale 2:1	Mass [kg] 0.00	Frm. <b>A4</b>
	Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK	Draft code: <b>ST_HTA_02_003</b>		Rev. <b>0</b>

1

2

3

1

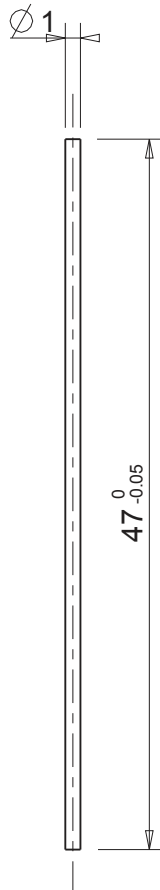
2

3

UNI-EN 22768/1-m "Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical organs technical designs"			
<= 6	>6 <=30	>30 <=120	>120
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5
			± 2°

B



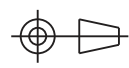
A



C

B

A

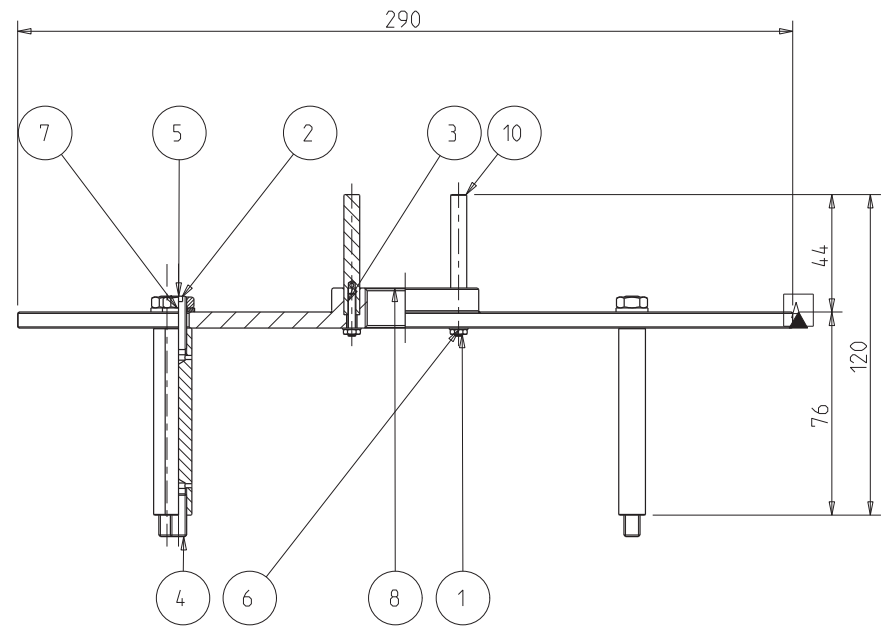
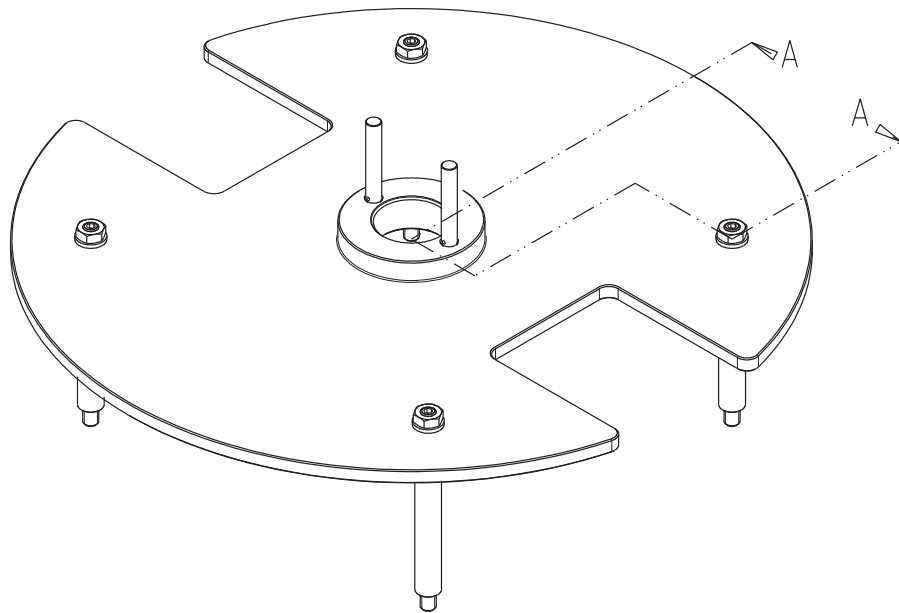
Designed by <b>TODESCO PAOLO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>		
Draft by <b>TODESCO PAOLO</b>	Date 25/11/2016	Description <b>ASTINA LUNGA</b>	Quantity <b>3</b>	
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro	Material <b>TUNGSTEN</b>	Gen. surf. finish 		
	Treatment	Scale 2:1	Mass [kg] 0.00	Frm. <b>A4</b>
	Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK	Draft code: <b>ST_HTA_02_004</b>	Rev. <b>0</b>	

1

2

3

UNI-EN 22768/1-m Tolerances for linear and angle individual tolerances "mechanical organs technical designs"	
<= 6	± 0.1
> 6 <= 30	± 0.2
> 30 <= 120	± 0.3
> 120	± 0.5
± 2°	

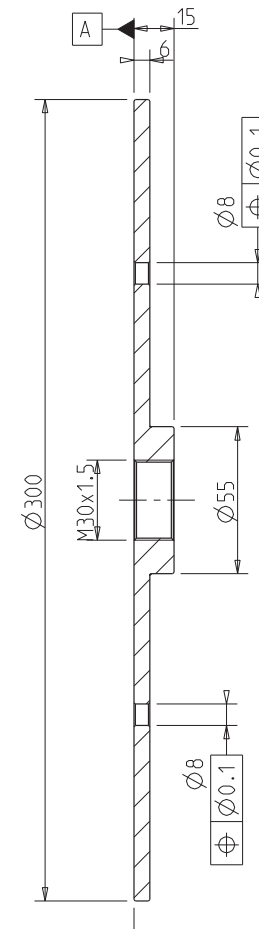
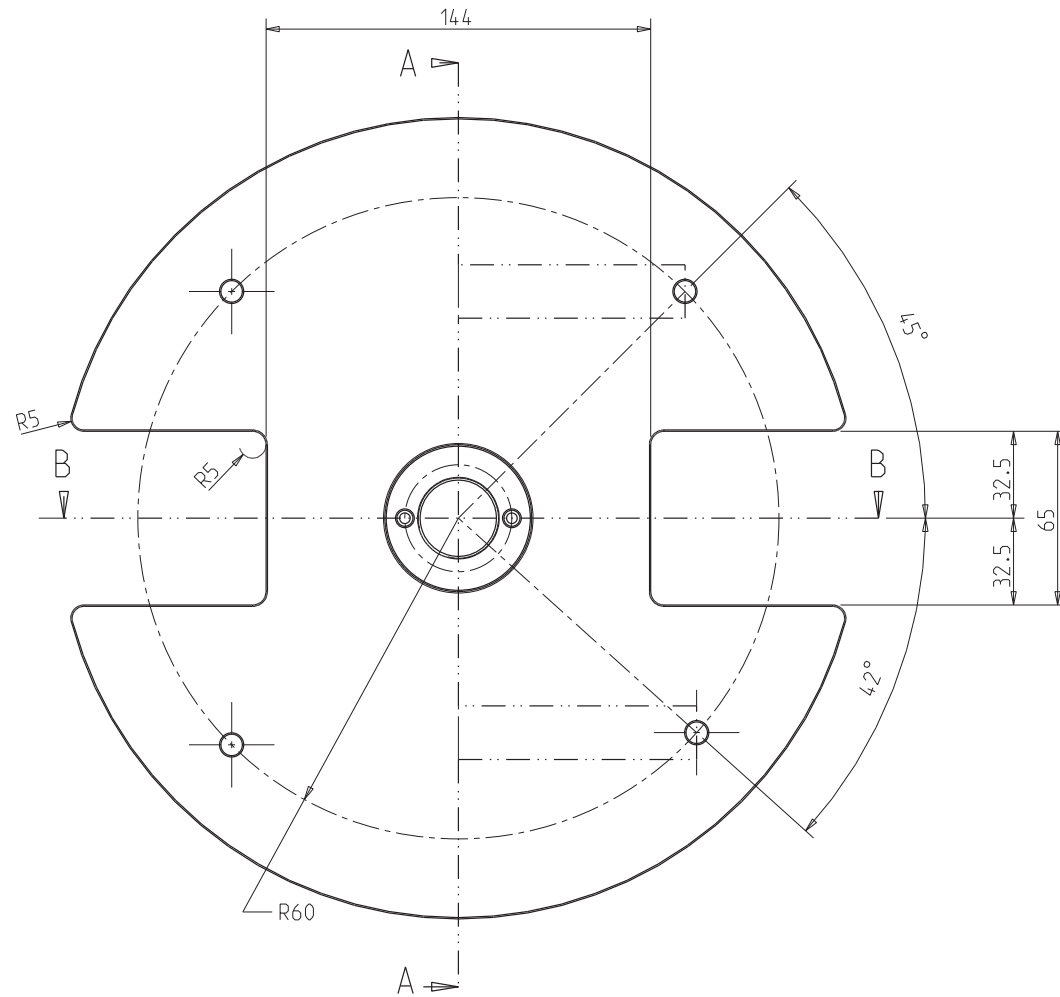


SEZIONE A-A

ITEM	COMPONENT	TYPE	MATERIAL	MASS [Kg]	QTY
1	DIN439_M3	PART	SS	0.000	2
2	DIN439_M6	PART	SS	0.000	4
3	DIN913_M3X16	PART	SS	0.001	2
4	DIN913_M6X16	PART	SS	0.003	4
5	DIN913_M6X20	PART	SS	0.004	4
6	ROS_DIN125A_M3	PART	SS	0.000	2
7	ROS_DIN125A_M6	PART	SS	0.001	4
8	ST_HTA_03_001	PART	POCO_GRAPHITE	10.341	1
9	ST_HTA_03_002	PART	POCO_GRAPHITE	0.138	4
10	ST_HTA_03_003	PART	POCO_GRAPHITE	0.033	2

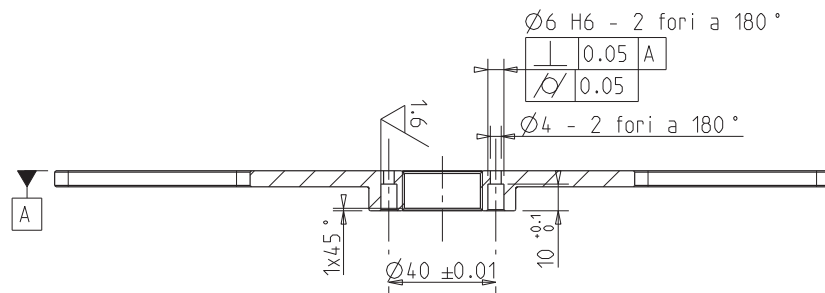
Designed by: TODESCO PAOLO	Signature	Project SPES PROJECT	
Drawn by: TODESCO PAOLO	Date 25/11/2016	Description SISTEMA DI SUPPORTO	Quantity 1
		Material	Gen. surf. finish
		Treatment	Scale 1:2
		Mass [kg] 11.01	Frm. A3
Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK		Drawing N° ST_HTA_03	Rev. 0

UNI-EN 22768/1-m Tolerances for linear and angular individual tolerances "mechanical organs technical designs"			
<= 6	> 6 <= 30	> 30 <= 120	> 120
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5
			± 2°





SEZIONE A-A

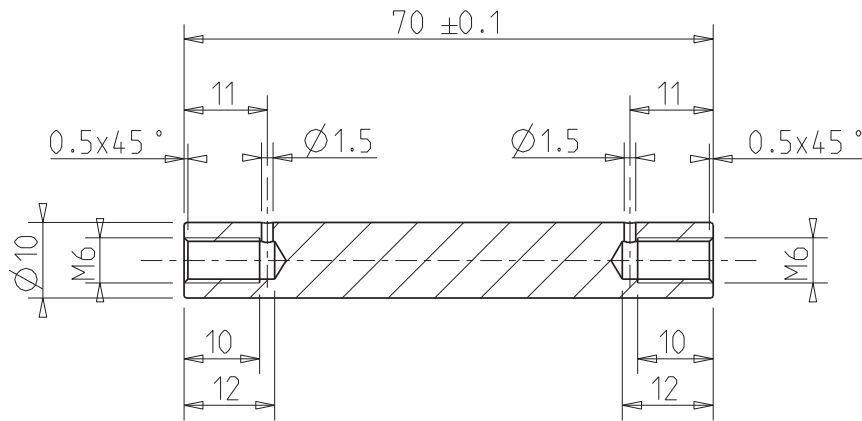
Smussi non quotati: 0.5x45°



SEZIONE B-B

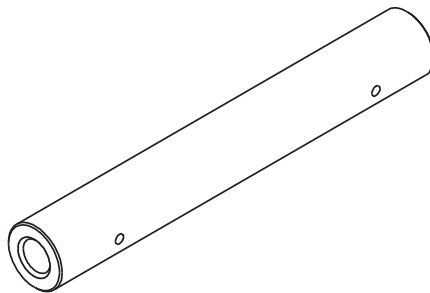
Designed by: PAOLO TODESCO	Signature	Project SPES PROJECT		
Drawn by: PAOLO TODESCO	Date 11/11/2016	Description BASE	Quantity 1	
 <b>INFN</b> Istituto Nazionale di Fisica Nucleare Laboratori Nazionali di Legnaro		Material POCO_GRAPHITE	Gen. surf. finish 3.2	
		Treatment	Scale 1:2	
Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK		Drawing N° ST_HTA_03_001	Frm. A3	
			Rev. 0	


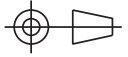
UNI-EN 22768/1-m Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical organs technical designs"			
<= 6	>6 <=30	>30 <=120	>120
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5
			± 2°



SEZIONE A-A

Smussi non quotati: 0.25x45°



Designed by PAOLO TODESCO	Signature	Project SPES PROJECT		
Draft by PAOLO TODESCO	Date 17/01/2017	Description ASTA	Quantity 4	
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro	Material POCO_GRAPHITE	Gen. surf. finish		
	Treatment	Scale 1:1	Mass [kg] 0.14	Frm. A4
	Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK	Draft code: ST-HTA_03_002	Rev. 0	

UNI-EN 22768/2-m Tolerances for linear and angular individual tolerance indications "mechanical organs technical designs"			
<= 6	>6 <=30	>30 <=120	>120
± 0.1	± 0.2	± 0.3	± 0.5
			± 2°

B

A

1

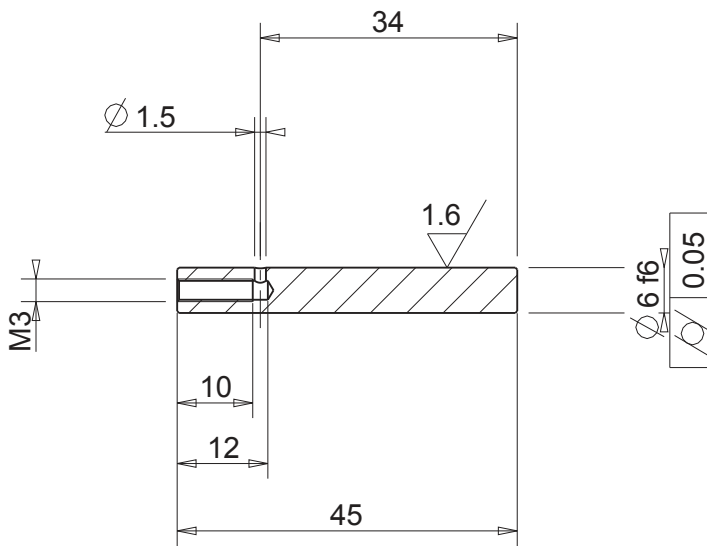
2

3


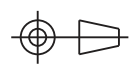
C

B

A



SEZIONE A-A

Designed by <b>PAOLO TODESCO</b>	Signature	Project <b>SPES PROJECT</b>		
Draft by <b>PAOLO TODESCO</b>	Date 24/11/2016	Description <b>SPINA</b>	Quantity <b>2</b>	
 <b>Istituto Nazionale di Fisica Nucleare</b> Laboratori Nazionali di Legnaro	Material <b>POCO_GRAPHITE</b>	Gen. surf. finish 1.6		
	Treatment	Scale 1:1	Mass [kg] 0.03	Frm. <b>A4</b>
	Technical Drawings ISO 8015 Gen. Tol. UNI-EN 22768/2-mK	Draft code: <b>ST_HTA_03_003</b>		Rev. <b>0</b>

1

2

3

# Bibliografia

- BALLAN M, 2014, *Progettazione e test di componenti e sistemi per l'operazione e la sicurezza del sistema target-sorgente del Progetto SPES*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.
- BENNET J R J, 2002, *Delays in thick target*, Nuclear Physics A, 701, 296c - 302c.
- BIASETTO L, Manzolaro M, Andrichetto A, Meneghetti G, Carturan S, Zanonato P, Colombo P, Prete G, 2009a, *Research and Development for the SPES target*, European Physical Journal A, **45**, 517 - 521.
- BORATTO E, 2015, *Progettazione ed ingegnerizzazione del Front-end protonico del Progetto SPES*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.
- BORIGNA F, 2014, *Potenzialità della tecnologia Isotope Separation On-Line (ISOL) per la realizzazione di un radiofarmaco a base di  $^{89}\text{Sr}$  e preliminare sviluppo tecnologico della forma farmaceutica*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.
- BOSCHELLO G, 2015, *Progettazione e sviluppo del sistema di movimentazione dell'elettrodo di estrazione dell'acceleratore SPES*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.
- CORRADETTI S, 2013, *Study and development of high release refractory materials for the SPES project*, Tesi di Dottorato, Università degli Studi di Padova.
- CORRADETTI S, Carturan S, Biasetto L, Andrichetto A, Colombo P, 2013b, *Boron carbide as a target for the SPES project*, Journal of Nuclear Materials, 432, 212 - 221.
- FERRARI L, 2012, *Conducibilità termica di materiali destinati alla produzione del bersaglio diretto SPES*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.
- HY B, Barrè-Boscher N, Özgümüs A, Roussière B, Tusseau-Nenez S, Lau C, Cheikh Mhamed M, Raynaud M, Said A, Kolo K, Cotterau E, Essabaa S, Tougait O, Pasturel M *et al.*, 2012, *An off-line method to characterize the fission product release from uranium carbide-target prototypes developed for SPIRAL2 project.*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 288, 34 - 41.
- KNUDSEN M H C, 1934, *The kinetic theory of gases; some modern aspects (3rd ed.)*, Methuen and Co., Ltd., London.
- MELLA D, 2013, *Sintesi di target refrattari ad elevata permeabilità per il Progetto SPES*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.

- MONETTI A *et al.*, 2015, *The RIB production target for the SPES project*, Eur Phys J A, 51, 128-139.
- MUSTAPHA B, Nolen J A, 2003, *Optimization of ISOL targets based on Monte-Carlo simulations of ion release curves*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 204, 286 - 292.
- PIERSON H O, 1996, *Handbook of refractory carbides and nitrides, properties, characteristics, processing and applications*, Noyes Publications.
- PORTILLO M, Nolen J, Gomes I, Pantaleev V N, Fedorov D V, Barzakh A E, Beznosjuk V I, Moroz F V, Orlov S Y, Volkov Y M *et al.*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 204, 286 - 292. 2002, *Production of neutron-rich isotopes by one- and two-step processes in ISOL targets*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 194, 193 - 206.
- RAMOS, P, 2017, *Titanium carbide-carbon porous nanocomposite materials for radioactive ion beam production: processing, sintering and isotope release properties*, Tesi di Dottorato, École Polytechnique Fédérale de Lausanne.
- SCARPA D, Biasetto L, Corradetti S, Manzolaro M, Andrighetto A, Carturan S, Prete G, Zanonato P, Stracener W *et al.*, 2011, *Neutron-rich isotope production using the uranium carbide multi-foil SPES target prototype*, The European Physical Journal A, 47, 32.
- STRACENER D W, Alton G D, Auble R L, Beene J R, Mueller P E, Bilheux J C *et al.* 2004, *Targets used in the production of radioactive ion beams at the HRIBF*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 521, 126 - 135.
- STORA T, 2013, *Recent developments of target and ion sources to produce ISOL beams*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 317, 402 - 410.
- TODESCO C, 2016, *Sviluppo di un processo farmaceutico per la produzione di  $^{131}\text{I}$  e  $^{125}\text{I}$  con tecnologia ISOL (Isotope Separation On-Line)*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.
- VAN DUPPEN P, 2006, *Isotope Separation On Line and Post Acceleration*. The Euroschool Lectures on Physics with Exotic Beams, Vol. II (J. Al-Khalili e E. Roeckl, Eds.), Lecture Notes in Physics, 700, Springer Berlin Heidelberg (Germany)
- ZANINI A, 2017, *Manifattura additiva di paste ceramiche*, Tesi di Laurea, Università degli Studi di Padova.
- ZHANG Y, Alton G D, 2004, *Design of high-power ISOL targets for radioactive ion beam generation*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 521, 72 - 107.

