

Università degli studi di Padova  
Facoltà di Ingegneria  
Dipartimento di Tecnica e Gestione dei sistemi industriali

Tesi di Laurea di Primo Livello

Nuovo sistema di vuoto e di raffreddamento per  
il crogiolo a levitazione magnetica del DTG

Relatore: Prof. Giuseppe Chitarin

Laureando: Gasparetto Walter

Anno Accademico 2011-2012



# Indice generale

|   |    |
|---|----|
| 1.TECNOLOGIA DEL VUOTO.....   | 6  |
| 1.1 Classificazione dei livelli di vuoto.....   | 6  |
| 1.2 Basso vuoto e medio vuoto.....  | 6  |
| 1.3 Alto vuoto.....   | 6  |
| 1.4 UHV.....  | 7  |
| 1.5 Regimi di flusso.....   | 7  |
| 1.6 Flusso viscoso.....   | 7  |
| 1.7 Flusso intermedio.....  | 7  |
| 1.8 Flusso molecolare.....  | 7  |
| 1.9 Potenza di aspirazione e velocità di pompaggio di una pompa.....                                    | 8  |
| 1.10 Cosa contrasta il vuoto.....   | 8  |
| 1.11 Microperdite.....  | 8  |
| 1.12 Leak detector.....   | 8  |
| 1.13 Evaporazione di materiali ad alta tensione di vapore.....  | 9  |
| 1.14 Degassamento.....  | 9  |
| 1.15 Sistemi di connessione.....  | 10 |
| 1.16 Permeazione.....   | 12 |
| 2.ARTICOLI E LETTERATURA.....   | 13 |
| 2.1 La crescita dei cristalli nel silicio tramite l'EMC.....  | 13 |
| 2.2 Effetto dei parametri nella crescita dei grani nei lingotti di silicio tramite crogiolo freddo...14 | 14 |
| 2.3 Studio della qualità di superficie dei lingotti di silicio[4].....                                  | 20 |
| 2.4 Applicazione del processo di crogiolo freddo nel trattamento di materiali radioattivi[10]...20      | 20 |
| 2.5 La vetrificazione [6].....  | 22 |
| 2.6 Crogiolo segmentato in grafite[1].....  | 23 |
| 2.7 Rimozione impurità tramite torcia al plasma[3].....   | 23 |
| 2.8 Fusione del titanio e parametri[5].....   | 24 |
| 2.9 Articolo fusione del titanio.....   | 24 |
| 2.10 Formazione di ossidi nell'alluminio[13].....   | 25 |
| 3.Crogiolo del DTG al 01/03/2012.....   | 26 |
| 3.1 Modifiche al crogiolo.....  | 26 |
| 3.2 Descrizione dell'impianto e dei suoi componenti.....  | 26 |
| 3.3 Strumentazione elettronica.....   | 27 |
| 3.4 Rogowski.....   | 28 |
| 3.5 Camera a vuoto.....   | 28 |
| Specifiche di realizzazione flangia 2 DN320.....  | 30 |
| Visione d'insieme.....  | 31 |
| 3.6 Pompa turbomolecolare.....  | 32 |
| 3.7 Pompa EDWARDS.....  | 33 |
| 3.8 Sensore vuoto.....  | 33 |
| 3.9 Distinta materiali.....   | 34 |
| 3.10 Panoramica sulla raccorderia Swagelok.....   | 35 |
| 3.11 Tazza di rame.....   | 36 |
| 3.12 Induttore e alimentatore.....  | 40 |
| 3.13 Circuito elettrico.....  | 40 |
| 3.14 Collettore.....  | 42 |
| 3.15 La flangia DN 50 .....   | 43 |

|  |    |
|--|----|
| 4.PROVE NEL CROGIOLO DAL 30/11/11.....                 | 46 |
| 4.1 30/11/11 Prova della camera.....                   | 46 |
| 4.2 14/12/11 .....                                     | 46 |
| 4.3 Prova con titanio del 22/02/2012.....              | 47 |
| 4.4 Prova fusione del titanio del 24/02/2012.....      | 48 |
| 4.5 05/03/2012.....                                    | 49 |
| 4.6 Prova con alluminio del 12/03/2012.....            | 50 |
| 4.7 14/03/2012.....                                    | 51 |
| 5.ANALISI PROVINI.....                                 | 53 |
| 5.1 05/03/2012 Prova 1.....                            | 54 |
| 5.2 05/03/2012 Prova 2.....                            | 56 |
| 5.3 12/03/2012 Prova 1.....                            | 58 |
| 5.4 14/03/2012 Prova 1.....                            | 62 |
| 5.5 14/12/2011 .....                                   | 67 |
| 5.6 14/03/2012 Prova 2.....                            | 70 |
| 6.MANUALE ASSEMBLAGGIO CIRCUITO DI RAFFREDDAMENTO..... | 76 |
| 7.CONCLUSIONI.....                                     | 82 |
| 8.BIBLIOGRAFIA.....                                    | 83 |

## INTRODUZIONE

In questa tesi si è proceduto ad una prima ricerca sulla tecnologia al vuoto, evidenziandone le principali problematiche che si incontrano nella fusione a vuoto, e definendo come in un manuale tutti i termini indispensabili che si possono incontrare quando ci si affida a questa tecnologia.

Sono inoltre state condotte delle ricerche bibliografiche sulla possibilità di fondere il silicio nel crogiolo del DTG, esaminando il materiale sull'electromagnetic casting e traducendone un paio per comprenderne la tecnica alla base.

Il cuore della tesi è la descrizione del nuovo impianto di raffreddamento che è stato migliorato per ridurre le perdite dal circuito di raffreddamento che aumentavano la percentuale di idrogeno disciolto che facevano ottenere dei campioni più scuri rispetto a quelli ottenuti in aria.

Inoltre sono stati raccolti tutti gli elementi necessari per descrivere il crogiolo con quote e disegni, in modo da ottenere un manuale da tenere in laboratorio.

Si è realizzato un secondo manuale quello dell'assemblaggio dell'impianto di raffreddamento che consiste in una serie di foto in sequenza che permetteranno di disassemblare e assemblare nuovamente l'impianto.

Sono state condotte prove su titanio, magnesio e alluminio, concentrandosi per lo più su quest'ultimo, e sulla sua purificazione.

Una parte considerevole di tempo è stata impiegata nella preparazione e nell'analisi dei campioni ottenuti nel laboratorio di materiali metallici, dando infine una descrizione di questi.

# 1. TECNOLOGIA DEL VUOTO

## 1.1 Classificazione dei livelli di vuoto

I livelli di vuoto vengono classificati nel modo seguente:

|                  |                           |                             |
|------------------|---------------------------|-----------------------------|
| BASSO VUOTO      | $10^5 \div 10^2$ Pa       | $10^3 \div 1$ mbar          |
| MEDIO VUOTO      | $10^2 \div 10^{-1}$ Pa    | $1 \div 10^{-3}$ mbar       |
| ALTO VUOTO       | $10^{-1} \div 10^{-5}$ Pa | $10^{-3} \div 10^{-7}$ mbar |
| ULTRA ALTO VUOTO | $< 10^{-5}$ Pa            | $< 10^{-7}$ mbar            |

La distinzione dei livelli di vuoto si fonda su grandezze fisiche caratteristiche e su considerazioni tecnologiche( tecnologie di impiego del vuoto e tecnologie di sistemi di pompaggio).

Per avere dei valori di riferimento si riportano i valori di vuoto nello spazio:

- la pressione decresce con l'altitudine di un fattore 10 per ogni 15Km fino a circa 90Km d'altezza(troposfera, stratosfera);
- tra i 100-400 km(ionosfera) la pressione decresce di un fattore 10 ogni 100-200km;
- a 1000km si ha circa  $10^{-8}$  Pa ( $10^{-10}$  mbar);
- a 100000km si ha circa  $10^{-11}$  ( $10^{-10}$  mbar).

La composizione del gas cambia al variare dell'altezza: man mano che ci si allontana dalla superficie terrestre la composizione dei gas diventa sempre più ricca di atomi e molecole leggere fino a diventare esclusivamente composta di  $H_2$  ed He.

La misura del vuoto nello spazio interplanetario è però difficile a causa dei fenomeni di degassamento delle apparecchiature di misura e dei satelliti.

La pressione al livello del mare è in condizioni normali pari a  $1,013 \cdot 10^5$  Pa cioè 1013 mbar.

A  $20^\circ C$  con umidità relativa del 50% la pressione parziale dell' $H_2O$  è pari a 11,65 mbar e rappresenta il terzo costituente dell'atmosfera.

## 1.2 Basso vuoto e medio vuoto

Il cammino libero medio è molto più piccolo delle dimensioni lineari del recipiente tipico. La densità del gas è molto elevata. Il numero delle molecole della fase gassosa sono molto maggiori del numero di molecole depositate sulle pareti. Il pompaggio consiste principalmente nell'asportazione delle molecole nella fase gassosa e non risente del degassamento delle pareti. Il regime di flusso che si instaura nel moto delle molecole è di tipo viscoso.

## 1.3 Alto vuoto

Le molecole del gas sono quasi tutte sulle pareti e il cammino libero medio è più grande delle dimensioni tipiche. Il pompaggio consiste nell'asportare le molecole che si staccano dalle pareti e raggiungono individualmente la pompa senza interagire con altre molecole.

Il regime di flusso che si instaura nel moto delle molecole è di tipo molecolare.

## **1.4 UHV**

E' definito come il regime in cui il tempo per la formazione di uno strato mono-molecolare sulle pareti è molto maggiore del tempo impiegato per l'esperimento o il processo. In tal modo ci si può immaginare una parete pulita per tutto il tempo necessario prima che su di essa possa formarsi uno strato di gas assorbito. Inoltre le molecole o atomi presenti nel volume sono estratti direttamente dal reticolo cristallino del materiale che costituisce l'interfaccia fisica del volume.

Quindi la possibilità di raggiungere condizioni di vuoto sempre più elevate è garantita dalla possibilità di estrarre dal reticolo cristallino le molecole in esso assorbito. Il regime di flusso che si instaura nel moto delle molecole è ovviamente di tipo molecolare.

## **1.5 Regimi di flusso**

Quando un contenitore è portato dalla pressione atmosferica all'alto vuoto, il gas in esso contenuto fluisce dal contenitore all'atmosfera, attraverso delle tubazioni. Nel processo di evacuazione il gas che fluisce può passare attraverso differenti regimi di flusso del gas.

## **1.6 Flusso viscoso**

Il flusso viscoso è caratterizzato dal fatto che il libero cammino medio delle molecole del gas è molto più piccolo delle dimensioni dei contenitori e delle tubazioni attraverso cui il gas fluisce. Negli impianti da vuoto si realizza tale condizione solo nel basso vuoto e nel medio vuoto.

Negli impianti da alto vuoto tale condizione di flusso si realizza solo nel transito di evacuazione del contenitore. Il flusso viscoso si può a sua volta distinguere in flusso in regime turbolento e flusso in regime laminare.

Si tenga in considerazione che esistono delle zone di transizione tra i diversi regimi che non sono riconducibili ad uno dei due elencati.

## **1.7 Flusso intermedio**

Il flusso intermedio è caratterizzato dal fatto che il libero cammino medio delle molecole del gas è confrontabile con le dimensioni dei contenitori e delle tubazioni, per cui il flusso dipende sia dai fenomeni di viscosità che da fenomeni molecolari. Si realizza tale regime di flusso nella transizione tra il medio e l'alto vuoto.

## **1.8 Flusso molecolare**

Il flusso molecolare è caratterizzato dal fatto che il cammino libero medio delle molecole del gas è molto più grande delle dimensioni dei recipienti. Si realizza tale condizione nell'alto vuoto e nell'UHV.

## **1.9 Potenza di aspirazione e velocità di pompaggio di una pompa**

La velocità di pompaggio  $S$  viene utilizzata per definire le prestazioni di una pompa; essa rappresenta il volume di gas aspirato da una pompa alla propria bocca di aspirazione nell'unità di tempo.

La velocità di pompaggio è indicata in l/s per le pompe da alto vuoto, mentre le pompe da basso e medio vuoto viene indicata normalmente in  $m^3/h$ . Essa è funzione della pressione a cui lavora la pompa e della massa atomica del gas da pompare.

Normalmente la velocità di pompaggio decresce al diminuire della pressione alla bocca di aspirazione fino a tendere a zero essendo limitata sia da fattori fisici che tecnologici. Infatti lo spostamento di volume di un gas si può ottenere con principi fisici diversi che sono in grado di realizzare un efficace effetto solo in un finestra di pressione, inoltre i limiti realizzativi delle pompe pongono ulteriori limitazioni all'efficienza di pompaggio.

Inoltre proprio perché la capacità di pompaggio dipende da un preciso principio fisico le diverse proprietà dei gas da pompare influenzano la velocità di pompaggio di una pompa ed anche la diversa massa atomica o molecolare rende diversa l'efficienza di pompaggio in particolare quando si deve pompare in regime molecolare. Esiste quindi una pressione limite inferiore di funzionamento della pompa stessa che dipende da limiti tecnologici, da principi fisici e dal tipo di gas pompato.

La potenza di aspirazione rappresenta il volume di gas asportato dalla pompa nell'unità di tempo ad una certa temperatura e pressione del gas aspirato.

## **1.10 Cosa contrasta il vuoto**

Microperdite, permeazione, introduzione di gas di processo e scarsa conduttanza contrastano il raggiungimento del vuoto.

## **1.11 Microperdite**

Le microperdite sono attribuite a diversi fenomeni nel contenitore a vuoto utilizzato e in tutta la sua componentistica. Le molecole possono filtrare tramite le cricche nel materiale, zone dove non c'è stata una distensione del reticolo cristallino, oppure tramite i giunti flangiati e le zone di connessione tra i vari componenti.

## **1.12 Leak detector**

Questi dispositivi sono degli spettrometri di massa collegati a delle pompe da vuoto che servono a localizzare le perdite per esempio in un giunto. Viene usato un gas con elevata permeabilità, come l'elio, e quindi anche sicuro. Il componente da testare viene collegato allo spettrometro e una volta raggiunto un livello di vuoto prefissato si spruzza del gas attorno alla zona da testare. Se lo spettrometro rileva un sostanziale cambiamento di valore, allora siamo in presenza di una perdita.



## **1.13 Evaporazione di materiali ad alta tensione di vapore**

Quando si raggiungono valori elevati di vuoto, secondo il principio di Le Chatelier-Braun, il sistema risponde al turbamento reagendo nella direzione opposta al disturbo. Si genera quindi una liberazione delle molecole che aumenta la pressione della camera, in controtendenza quindi al vuoto che si vuole creare.

Il processo di evaporazione in un contenitore chiuso procede fino al raggiungimento di un equilibrio tra le molecole che escono dalla fase liquida e quelle che ritornano alla fase liquida stessa.

A questo punto il vapore è detto saturo e la sua pressione (espressa generalmente in mmHg) si dice

pressione (o tensione) di vapore saturo.

Poiché l'energia cinetica delle molecole cresce all'aumentare della temperatura, più molecole possono fuggire dalla superficie e la pressione di vapore saturo cresce a sua volta.

Se il liquido si trova in un recipiente aperto, allora la pressione di vapore deve essere vista come pressione parziale (insieme ai contributi degli altri costituenti dell'aria).

La temperatura a cui la pressione di vapore eguaglia la pressione atmosferica è detta punto di ebollizione.

## **1.14 Degassamento**

Il degassamento è un fenomeno particolare che avviene in condizioni di vuoto, e consiste nel desorbimento di gas da parte delle superfici del sistema, che precedentemente aveva formato come ossidi e nitruri.

Ad ogni temperatura e temperatura esiste un equilibrio dinamico tra il processo di adsorbimento (diminuzione di pressione del sistema) dei gas presenti nel sistema e il processo opposto di desorbimento o degassamento.

Portando un sistema da vuoto a pressione atmosferica, le pareti adsorbono i gas presenti che vengono liberati nel processo opposto, cioè quando viene fatto il vuoto.

C'è differenza tra assorbimento e adsorbimento.

L'assorbimento è inteso per i solidi nel loro insieme, cioè accade che alcuni gas di dimensioni molto piccole entrano in profondità nel reticolo cristallino, e la quantità di gas può arrivare a un atomo per ogni atomo del reticolo. Questo si libererà una volta che avremo fatto il vuoto nel contenitore.

L'adsorbimento è inteso solo per le superfici ed è un legame non troppo forte che interessa particelle per esempio di argon. Se l'energia di legame è bassa, dopo un certo tempo la superficie rilascia l'atomo di argon che va ad alterare il vuoto. Il processo contrario si chiama desorbimento.

Certe molecole hanno un'energia molto bassa e quindi vengono adsorbite molto velocemente, mentre altre necessitano di un tempo maggiore. Questo dipende sempre dallo stato di agitazione termica.

Solitamente non si porta il sistema a pressione atmosferica con l'aria, ma con l'azoto secco dato che ha un'energia di legame con l'acciaio inossidabile che permette un rapido degassamento.

L'acciaio inossidabile è il principale elemento per i sistemi a vuoto.

Quando si effettua il vuoto, fino a  $10^{-2}$  mbar non ci sono problemi, ma al di sotto di questo limite si entra in regime molecolare e il degassamento diventa il fenomeno principale.

Accade che le molecole vengono adsorbite da una parete e possono desorbirsi in un'altra, rallentando il processo di rimozione.

Il degassamento non è solo prodotto dal desorbimento, ma anche dalla diffusione nel solido di gas leggeri come idrogeno, elio, ossido di carbonio che sono dissolti facilmente nell'interno dei solidi che costituiscono la camera da vuoto. Un centimetro cubo di acciaio inossidabile può contenere un volume di gas paragonabile a quello che occuperebbe il gas stesso a pressione atmosferica.

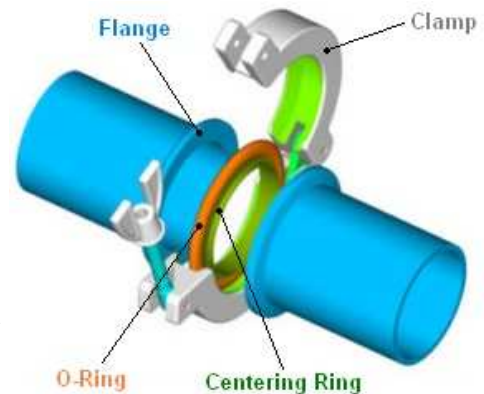
## 1.15 Sistemi di connessione

### RACCORDERIA ISO-KF

Il raccordo ISO-KF è composto da due flange simmetriche e da un anello di tenuta O-ring, sostenuto da un anello di centraggio interno ed esterno. La pressione necessaria a sigillare le due flange è data da un collare che viene posizionato sulla parte conica della flangia e fissata da una vite ad alette. Questo tipo di flangia può essere montata e smontata facilmente senza utensili.

I raccordi ISO-KF sono adatti a sopportare pressioni fino a  $10^{-7}$  mbar e resistono a sovrappressioni fino a 2,5 bar e 5 bar nel momento in cui venga utilizzato un anello di centraggio esterno. Utilizzando guarnizioni metalliche il livello di pressione può arrivare a  $10^{-9}$  mbar e 60 bar. La temperatura massima di applicazione dipende dal tipo di materiale usato per la guarnizione.

Tramite la pulizia delle superfici con microsferine in vetro, si riduce il fenomeno del degassamento dei materiali.



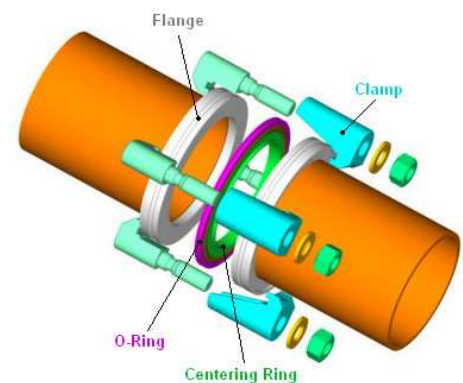
### RACCORDERIA ISO-K ISO-F

Vi sono due tipi di raccordo ISO: la flangia a griffe ISO-K e la flangia ISO-F fissata con viti. Sia la circonferenza che la parte posteriore della flangia ISO-K presentano una scanalatura. Nella parte posteriore, questa scanalatura serve ad unire le due flange a griffe attraverso un set di griffe. La scanalatura sul bordo esterno ha lo scopo di montare una giunzione con la flangia girevole. La flangia a griffe diviene in questo modo compatibile con una flangia fissata con viti.

La flangia ISO-F presenta un cerchio con fori, il cui numero e posizionamento dipendono dalla dimensione del diametro nominale (DN) della flangia. Tanto la congiunzione di due flange ISO-F, quanto quella tra una flangia ISO-F e una flangia ISO-K si ottengono attraverso l'utilizzo di viti e madreviti.

Alternativamente è possibile montare una flangia ISO-F con viti e una flangia ISO-K con griffe semplici su una lastra di base. Tra le due flange viene collocata una guarnizione ad anello sostenuta da un anello di centraggio esterno. Il raccordo con una flangia più piccola (KF) può essere realizzato facilmente grazie all'utilizzo di una flangia di transizione.

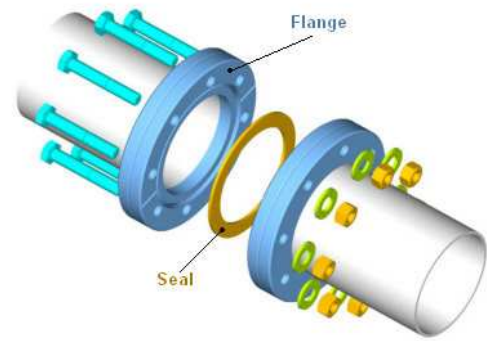
Il sistema di raccordo ISO-K sopporta pressioni da 2.5 bar a  $10^{-7}$  mbar e, attraverso l'utilizzo di raccordi in metallo, fino a  $10^{-9}$  mbar. A seconda delle dimensioni della flangia, il numero consigliato di griffe per il raccordo ISO-K e il numero di viti per un raccordo ISO-F e per il montaggio di una flangia ISO-K/ISO-F su una lastra di base è ricavabile tramite una tabella fornita



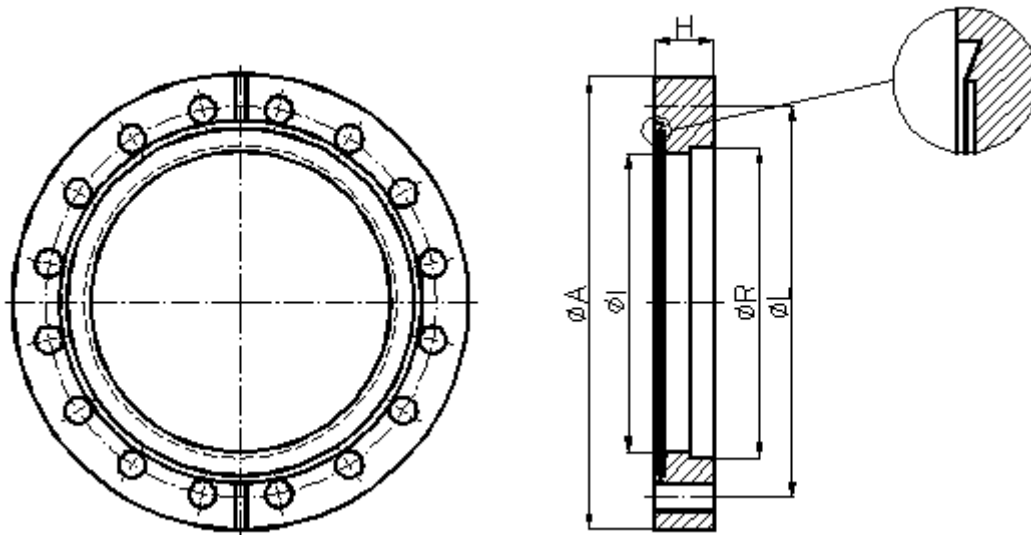
dal costruttore.

## RACCORDERIA CF

Questa flangia è utilizzata per sistemi che richiedano un livello di UHV. Al fine di ottenere e mantenere livelli di pressione così bassi, il grado di degassamento dell'intera apparecchiatura deve essere estremamente basso. Ciò può essere ottenuto utilizzando materiali resistenti all'ultra alto vuoto e attraverso il degassamento dell'intera apparecchiatura ad una temperatura di circa 300° per un lasso di tempo abbastanza lungo. Se la pressione finale ottenuta dalla pompa da vuoto utilizzata è sufficientemente bassa, la pressione finale ottenuta nel sistema dipenderà dal livello di eluizione delle pareti della camera.



Come d'uso nell'industria del vuoto, tutte le componenti sono saldate all'interno e se la geometria non lo consente, queste vengono saldate intorno all'intero spessore esteriore per evitare fughe virtuali come crepe o perforazioni. Il trattamento della superficie e una pulizia professionale garantiscono livelli di degassamento estremamente bassi.



I raccordi CF (conFlat©) utilizzano flange con bordi sagomati unitamente a guarnizioni in metallo. Nella fase di assemblaggio il bordo sagomato esercita pressione sulla guarnizione metallica, deformandone in questo modo il metallo. La parete esterna sulla quale giace la guarnizione limita il processo di qui sopra, in questo modo si ottiene una forte pressione sui lati limitrofi. A causa di questa forte pressione, il metallo comincia a cedere plasticamente, compensando i difetti di superficie della guarnizione. Così nasce un raccordo metallico da ultra alto vuoto. Durante la fase di assemblaggio di un raccordo CF è importante stringere le viti in maniera uniforme e diametrale al fine di evitare qualsiasi tensione. La cavità radiale sulla flangia serve da una parte ad allentare il raccordo e dall'altra a facilitare la ricerca di fughe, poiché il gas elio può essere iniettato direttamente sulla superficie della guarnizione. Nel caso di componenti composte da due o più flange, perlomeno una di queste deve essere girevole, in modo tale che le componenti possano allinearsi nella posizione desiderata.

## 1.16 Permeazione

La permeazione è il passaggio di gas attraverso una membrana o parete, di un gas o una miscela di gas da un ambiente a pressione più elevata ad uno con pressione meno elevata.

La permeazione è completamente descrivibile dalla prima e seconda legge di Fick.

Le leggi di Fick sono equazioni di diffusione differenziali alle derivate parziali non lineari che descrivono le variazioni di densità e concentrazione nei materiali in cui sono in atto fenomeni di diffusione.

Qualsiasi grandezza scalare immersa in un fluido che si muove con velocità  $v$  è sottoposta ad un moto browniano ovvero ad una diffusione spaziale e temporale nel fluido stesso. Detta  $Q$  la grandezza che si diffonde, la legge che regola questa diffusione è:

$$\frac{\partial Q}{\partial t} + \vec{v} \cdot \nabla Q = \nu \Delta Q$$

## 2. ARTICOLI E LETTERATURA

### 2.1 La crescita dei cristalli nel silicio tramite l'EMC

[2]L'EMC(electromagnetic casting) è una nuova tecnologia usata per la preparazione di lingotti di silicio multicristallino ad una velocità abbastanza elevata con una bassa contaminazione del crogiolo e quindi una riduzione finale dei costi dato che non deve essere cambiato ad ogni fusione

Il mercato del fotovoltaico si è sviluppato molto nell'ultimo periodo, e l'attività principale di ricerca riguarda la possibilità di aumentare l'efficienza e ridurre i costi dei pannelli.

Il silicio è il principale materiale usato nel mercato fotovoltaico, specialmente la sua forma multicristallina, perché più economica. I bordi dei grani solitamente non hanno attività elettrica, ma impurità come ossigeno, carbonio, azoto e altri metalli che separano i grani danno dei problemi.

Queste impurità e i loro precipitati, agiscono nei bordi dei grani come centro di ricombinazione elettrone lacuna e riducono notevolmente l'efficienza.

Tuttavia è dimostrato che l'effetto negativo dei bordi dei grani diminuisce quando i bordi sono perpendicolari alla superficie della cella. Basandosi su quest'ultima affermazione, la solidificazione lungo una specifica direzione ha dato forza ad una nuova tecnologia che potesse aiutare in questo campo.

Tuttavia il consumo di energia è alto, la crescita dei cristalli è lenta, il crogiolo non è riutilizzabile e solitamente è contaminato, quindi aumentando progressivamente la dimensione dei lingotti si vuole migliorare la percentuale di crescita per aumentare il rendimento e diminuire l'effetto negativo nell'utilizzo del crogiolo e conseguentemente il costo finale. Questi appena elencati sono i temi di ricerca trattati ultimamente.

Dal forte raffreddamento causato dal circuito ad acqua, molti grani crescono deviati dalla direzione principale di crescita, e solo una piccola percentuale cresce perpendicolarmente e questa è localizzata nella zona centrale.

A causa del forte raffreddamento delle pareti del crogiolo si forma una zona a grana fine che poi si piega in avanti seguendo la direzione di trasmissione del calore. Quindi solo i grani al centro della zona sono paralleli alla direzione di crescita. Questo effetto può essere limitato dalla capacità di raffreddamento dalla base. Sono stati presi in considerazione tre misure per affrontare il problema: la prima è stata dividere il crogiolo in sezioni dall'alto a 10mm sopra la base e questo diminuirebbe la densità di flusso magnetico nella parte sotto che non è stata sezionata, che è fondamentale per garantire un gradiente verticale di temperatura; il secondo le leghe liquide e l'acqua di raffreddamento sono utilizzati per aumentare il raffreddamento della base; terzo, la solidificazione dell'interfaccia è controllata nell'effettivo intervallo di riscaldamento delle bobine, e la perdita di calore dai lati può essere compensata dall'induzione.

Come si sa il silicio non è metallico, e non può essere fuso direttamente solo con l'induzione.

Fortunatamente quando viene riscaldato ad alta temperatura, esso può essere sottoposto al processo di levitazione elettromagnetica. Quindi la grafite usata come base viene riscaldata all'inizio dell'esperimento e porta a fusione i cristalli. I parametri di questo preriscaldamento quali la posizione della base, la potenza in ingresso, sezione dei grani, massa del silicio primario(quello messo a preriscaldare) sono già stati trattati nell'articolo [12] di cui si consiglia la lettura.

Non appena il silicio diventa liquido la base viene continuamente tirata, e l'alimentazione del silicio lavora alla stessa velocità.

Per avere la solidificazione direzionale è molto importante tenere il trasferimento di calore lungo la direzione di crescita e avere l'interfaccia S/L planare. Il trasferimento di calore laterale è inevitabile. Grazie all'effetto pelle il calore di induzione è trasferito anche in questo strato e questo compensa la perdita di calore. È stato dimostrato che la solidificazione direzionale di leghe a base di

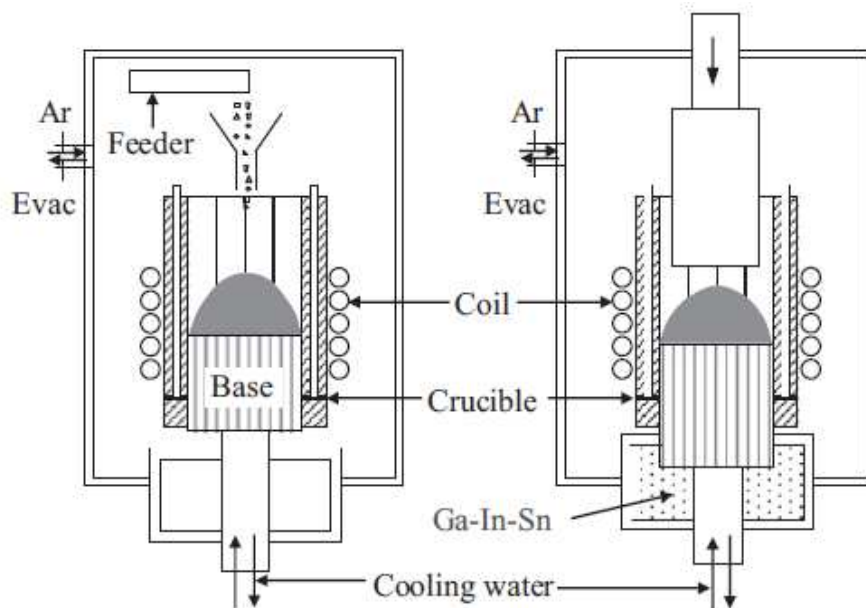


Figura 1: sistema di fusione a pulling

titanio, può essere raggiunta tramite un forte raffreddamento alla base.

Il processo di fusione per induzione interessa solo la fase liquida, perché la fase solida ha scarsa conduttività elettrica. Lo skull è solitamente poroso a causa dello strisciamento con le pareti e inoltre gioca un ruolo fondamentale come uno strato di isolamento tra le pareti ed il fuso. In più la conduttività termica del silicio è più alta delle leghe a base di titanio e questo fatto fa aumentare il calore trasferito nella direzione perpendicolare. Quindi è più facile per il silicio ottenere una direzione di crescita lungo una direzione rispetto alle leghe al titanio.

Al contrario del comportamento dei metalli (ad un raffreddamento è associata un rimpicciolimento), il silicio quando raffredda aumenta il suo volume.

L'analisi dei campioni risulta soddisfacente. Ci sono solo dei tagli orizzontali causati dalle sezioni del crogiolo, ma la pressione elettromagnetica è sufficiente a non far toccare il fuso alle pareti; inoltre non vengono osservati precipitati.

## 2.2 Effetto dei parametri nella crescita dei grani nei lingotti di silicio tramite crogiolo freddo

In questo articolo[9], tratto da uno studio effettuato dall'università di Harbin China, vengono presentati i risultati di come i lingotti di silicio sono stati solidificati lungo una direzione di crescita tramite il campo magnetico del crogiolo freddo. I parametri controllati sono stati:

- potenza in ingresso;
- velocità di tiro;
- tempo iniziale di conservazione del calore;

I risultati mostrano che l'angolo di deviazione  $\theta$ , l'altezza convessa dell'interfaccia S/L, lo spessore della zona superficiale a grana fine, la sezione dei grani al centro della sezione, diminuiscono aumentando la potenza in ingresso e la velocità di tiro.

Aumentando il tempo iniziale di conservazione del calore si aumenta la sezione dei grani nella zona centrale, ma questo ha un parziale effetto nella regione di convergenza nell'interfaccia S/L e sulla regione di superficie a grana fine. I risultati sono spiegabili tramite l'analisi del trasferimento di calore durante il costante processo di fusione e i parametri di fusione ottimizzati per il silicio sono stati trovati.

## Metodo sperimentale

La sezione interna del crogiolo aumenta gradualmente dall'alto al basso e questo per tener conto dell'aumento di volume in solidificazione, e per ridurre lo stress termico. Alcuni grani vengono sistemati al centro della base, e il cilindro a vuoto viene evacuato e riempito di argon. La potenza viene alzata gradualmente. Durante il processo la base in grafite viene riscaldata per induzione e questo fa riscaldare i grani, che si fonderanno. L'alimentazione dei grani non fusi viene effettuata dall'alto. L'alimentazione dall'alto e dalla base sono effettuate con velocità e tempi diversi.

Un lingotto di 100mm di lunghezza è stato preparato con questo metodo.

Durante il processo di continua fusione e preparazione dei lingotti di silicio, il calore rilasciato per effetto pelle dallo strato superficiale ai lati, può compensare parzialmente la perdita di calore laterale, che fa ottenere un' interfaccia S/L planare e tenere una crescita stabile dei grani.

I parametri che si possono controllare sono potenza, velocità di ritiro, tempo di conservazione.

I lingotti sono stati poi sezionati e osservati. Viene introdotto l'angolo  $\theta$  angolo di deviazione tra la direzione di crescita e l'inclinazione dei grani. Il secondo indice è  $h$  o indice che misura la convessità. Lo spessore della zona a grana fine è  $\delta$  e la sezione dei grani è  $w$ .

## Risultati e discussione

Basandosi nei precedenti studi, i lingotti di silicone hanno bisogno di una lunghezza iniziale di 30-40mm per avere una zona in cui crescano in maniera stabile.

Ci sono due differenti zone individuabili nel lingotto: la prima, sulla superficie laterale, con grana molto fine dovuta al forte raffreddamento, e la seconda, centrale con grana molto grossa, e direzione di crescita diverse per ogni campione analizzato.

La velocità di tiro e la potenza sono i fattori principali che determinano  $\theta$ , e questo diminuisce con l'aumentare di questi. I parametri ottimizzati per la solidificazione lungo una direzione sono: velocità di tiro di 1,5 mm/min, potenza di 50 kW, tempo di conservazione iniziale di 16min e frequenza 50Hz

$\theta$  tende a zero quando la velocità di prelievo è di 1,4mm/min e la potenza 54kw.

L'interfaccia S/L è controllata dalla direzione di crescita dei grani, tutti piegati in avanti nell'area periferica dei lingotti(superficie zona a grana fine), la forma dell'interfaccia può essere divisa in tre tipi: convessa planare e concava.

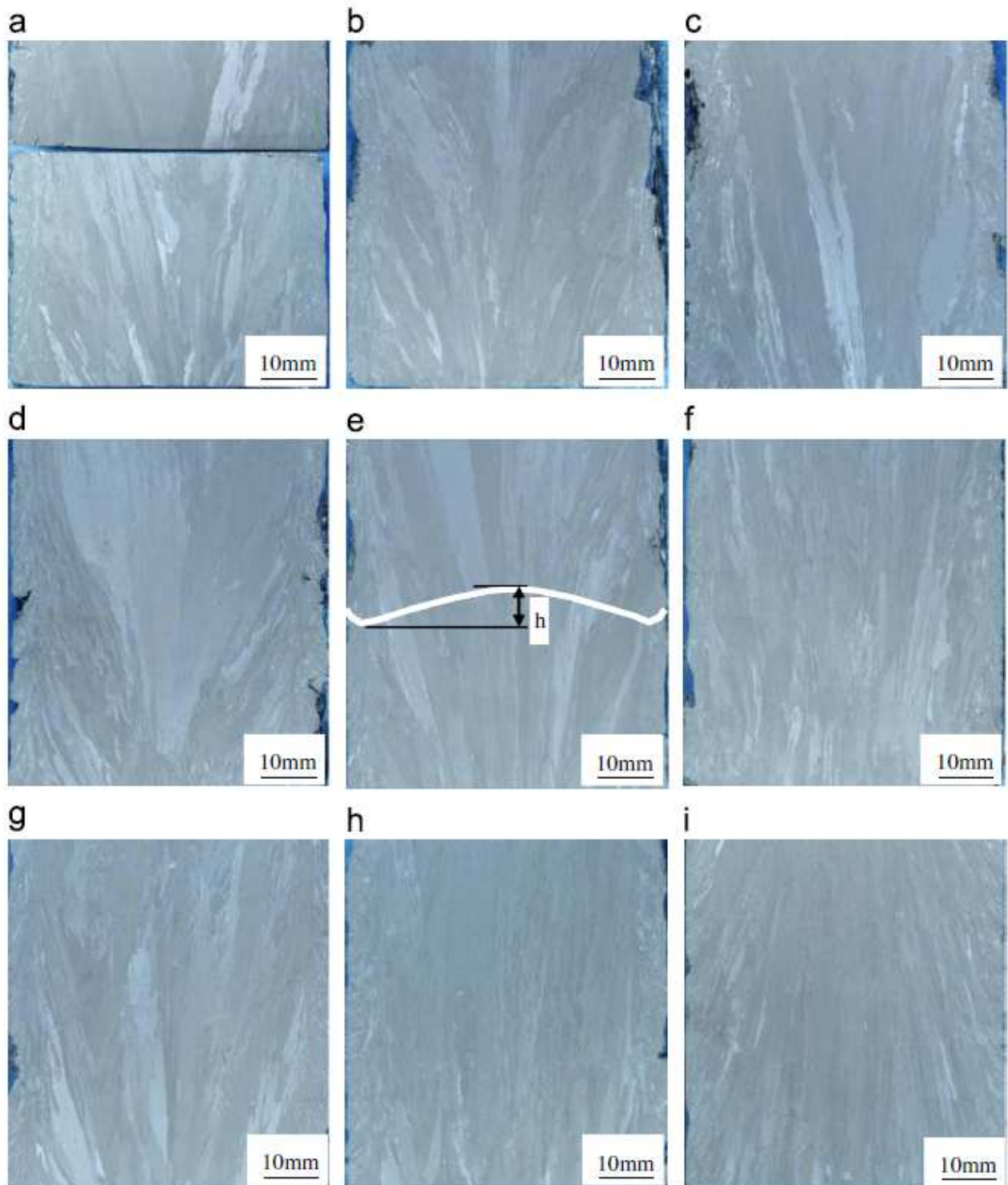


Figura 2: foto dei grani nelle varie prove

Nei casi f e h i grani crescono parallelamente dalla direzione di tiro, l'interfaccia S/L è planare; negli altri casi i grani crescono deviati dalla direzione di tiro mentre il grado di deviazione è differente per ognuno, l'interfaccia S/L è concava nel caso i e convessa nei 6 casi rimanenti.

Quando h è preso come indice per valutare gli effetti dei tre parametri, i risultati possono essere dedotti analizzando gli esperimenti condotti. L'altezza della convessa h diminuisce con l'aumento



della potenza e la velocità di tiro, ma un parziale effetto è dato dal tempo di preservazione del calore.

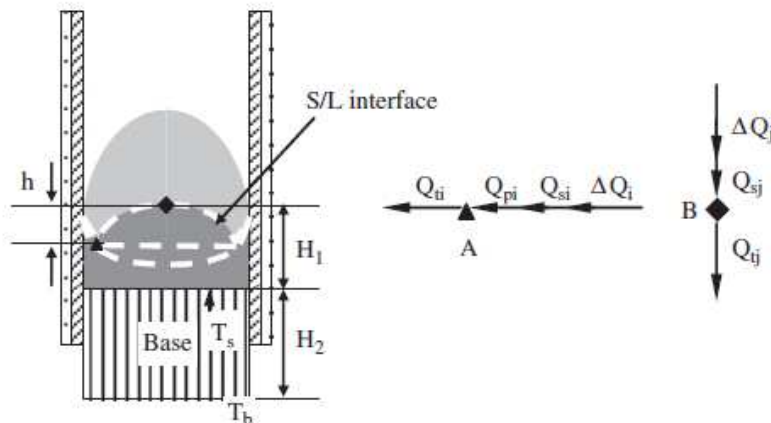


Figura 3: interfaccia S/L e punti presi in considerazione A e B

Questa interfaccia determina la direzione di crescita dei grani.

L'altezza della superficie convessa h diminuisce con l'aumentare della potenza e la velocità di prelevamento, ma un parziale effetto è dato anche dal terzo parametro.

L'influenza di questi tre fattori in ordine di importanza con i rispettivi parametri ottimizzati: potenza 50kW, velocità prelevamento 1,5mm/min, calore di conservazione iniziale 16min.

Durante questa continua fusione un piccolo strato di materiale solidificato si forma all'esterno del fuso e questo strato è trasparente all'effetto fondente del campo magnetico, e il calore di induzione è principalmente indotto in questo solo tramite conduzione con la temperatura del fuso.

La tipica interfaccia S/L si piega in alto in entrambi i lati vicino al crogiolo e diventa convessa al centro. Quindi non importa se viene considerato l'indice  $\theta$  o h, l'effetto della crescita dei parametri è lo stesso. Per ogni punto dell'interfaccia S/L, tranne per i lati, il bilanciamento del calore nella direzione perpendicolare durante il processo di fermo (steady process) è il seguente:

$$Q_{tj} = \Delta Q_j + Q_{sj} \quad (1)$$

dove  $Q_{tj}$ ,  $\Delta Q_j$ ,  $Q_{sj}$  sono le parti verticali del calore trasportato, calore importato dal fuso superiore e il calore latente di solidificazione. Il calore trasferito attraverso il silicio solidificato è uguale a quello attraverso la base in grafite:

$$Q_{tj} = \lambda_1 \cdot dS \frac{T_m - T_s}{H_1} \cdot \Delta t = \lambda_2 \cdot dS \frac{T_s - T_b}{H_2} \cdot \Delta t \quad (2)$$

$$Q_{tj} = \lambda_1 \cdot \lambda_2 \cdot dS \frac{T_m - T_b}{H_2 \cdot \lambda_1 + H_1 \cdot \lambda_2} \cdot \Delta t \quad (3)$$

$$Q_{sj} = L \cdot \rho \cdot dS \cdot v \cdot \Delta t \cdot \Delta j \quad (4)$$

$$H_1 = \lambda_1 \cdot dS \frac{(T_m - T_b) \cdot \Delta t}{\Delta Q_j + L \cdot \rho \cdot dS \cdot v \cdot \Delta t \cdot \Delta j} - \frac{\lambda_1}{\lambda_2} \cdot H_2 \quad (5)$$

dove  $\lambda_1, \lambda_2, H_1$  e  $H_2$  sono le conduttività termiche e l'altezza del silicio solidificato e la base in grafite;  $L$  e  $T_m$  sono calore latente di fusione e il punto di fusione del silicio;  $T_s$  è la temperatura della base di silicio solidificata;  $T_b$ , è la temperatura in fondo alla base che è approssimativamente uguale a quella dell'acqua di raffreddamento;  $\rho$  è la densità del silicio solidificato;  $dS$  è l'area per il punto B;  $\Delta_j$  è il coefficiente verticale;  $v$  è la velocità di tiraggio;  $\Delta t$  è il tempo.

Come mostrato nell'equazione 5 la posizione del punto B discende aumentando la potenza e la velocità di tiro. Il punto A è l'intersezione del lato interno dello skull e l'interfaccia S/L; analizzando il calore trasferito per questo punto, si nota che esso segue il trend. Come sempre il punto A è scaldato dall'induzione; il calore di questa posizione diminuirebbe il calore di induzione, che a sua volta andrebbe verso l'alto. Quindi la diminuzione di temperatura del punto B è maggiore di quella del punto A, che risulta nell'altezza convessa  $h$  diminuita con l'aumento della potenza e la velocità di tiro. Dall'alto S/L cambia gradualmente da convessa a planare, come mostrato in figura 2f e 2h. Aumentando la potenza e la velocità continuamente, la S/L scende al di fuori dell'effettivo range di riscaldamento, e in questo processo S/L cambia da planare a concava a causa del forte raffreddamento dalle pareti del crogiolo, e la direzione di crescita dei grani devia dalla regione di crescita come in figura 2i.

### Effetti dei parametri di spessore a grana fine nella zona superficiale

La figura 4 mostra la macrostruttura nel mezzo del lingotto nei vari esperimenti. Si nota che entrambi gli spessori di questa zona e quella centrale sono differenti per i nove lingotti fusi in differenti condizioni. Sono introdotti i coefficienti  $\delta$  e  $w$  per analizzare gli effetti di ogni parametro che rappresentano lo spessore medio della superficie a grana fine e l'altezza media dei grani colonnari nella zona centrale. Gli effetti dei parametri nella zona a spessore fine sono mostrati in figura 4. Come mostra la figura, lo spessore di questa zona diminuisce con l'aumentare della potenza e velocità di tiro. Il calore di preservazione iniziale influisce parzialmente in questa zona. L'influenza di questi fattori in ordine discendente sono: potenza, velocità, tempo di preservazione. I parametri ottimizzati per ottenere una superficie con queste caratteristiche molto sottile sono: potenza 55kW, velocità 1,5mm/min e il tempo di preservazione iniziale del calore di 24min.

Per il punto A il bilancio del calore nella direzione orizzontale:

$$Q_{ti} = \Delta Q_i + Q_{si} + Q_{pi} \quad (6)$$

dove  $Q_{ti}$ ,  $\Delta Q_i$ ,  $Q_{pi}$ ,  $Q_{si}$  sono le componenti orizzontali del calore trasportato, calore importato dal fuso che sta sopra, il calore di induzione, e il calore latente di solidificazione. Dato che il calore trasportato si trasferisce attraverso lo skull è uguale a quello attraverso le pareti interne del crogiolo quindi:

$$Q_{tj} = \lambda_1 \cdot dS \frac{T_m - T_s}{\delta} \cdot \Delta t = \lambda_3 \cdot dS \frac{T_c - T_w}{h_3} \cdot \Delta t \quad (7)$$

$$Q_{tj} = \lambda_1 \cdot \lambda_3 \cdot dS \frac{T_m - T_w}{h_3 \cdot \lambda_1 + \delta \cdot \lambda_3} \cdot \Delta t \quad (8)$$

$$Q_{sj} = L \cdot \rho \cdot dS \cdot v \cdot \Delta t \cdot \Delta i \quad (9)$$

$$Q_{pi} = \Delta P \cdot \Delta t \cdot \Delta i \quad (10)$$

$$\delta = \lambda_1 \cdot dS \frac{(T_m - T_w) \cdot \Delta t}{\Delta Q_i + L \cdot \rho \cdot dS \cdot v \cdot \Delta t \cdot \Delta i + \Delta P \cdot \Delta t \cdot \Delta i} - \frac{\lambda_1}{\lambda} \cdot h_3 \quad (11)$$

dove  $\lambda_1$ ,  $\delta$ ,  $\lambda_3$  e  $h_3$  sono la conduttività termica e lo spessore della superficie a grana fine e delle pareti del crogiolo;  $T_c$  temperatura delle pareti interne;  $T_w$  temperatura dell'acqua di raffreddamento nel crogiolo;  $dS$  è l'area,  $\Delta i$  il coefficiente orizzontale di parte;  $\Delta p$  è la potenza effettiva agente nel punto A. Come mostrato nella formula 11, lo spessore della zona a grana fine diminuisce con l'aumentare della potenza e velocità di tiro.

### Effetto dei parametri nella dimensione dei grani

L'effetto dei parametri della dimensione dei grani della zona centrale sono mostrati nella figura 8. Come mostra la figura, la dimensione diminuisce con l'aumento della potenza e velocità di

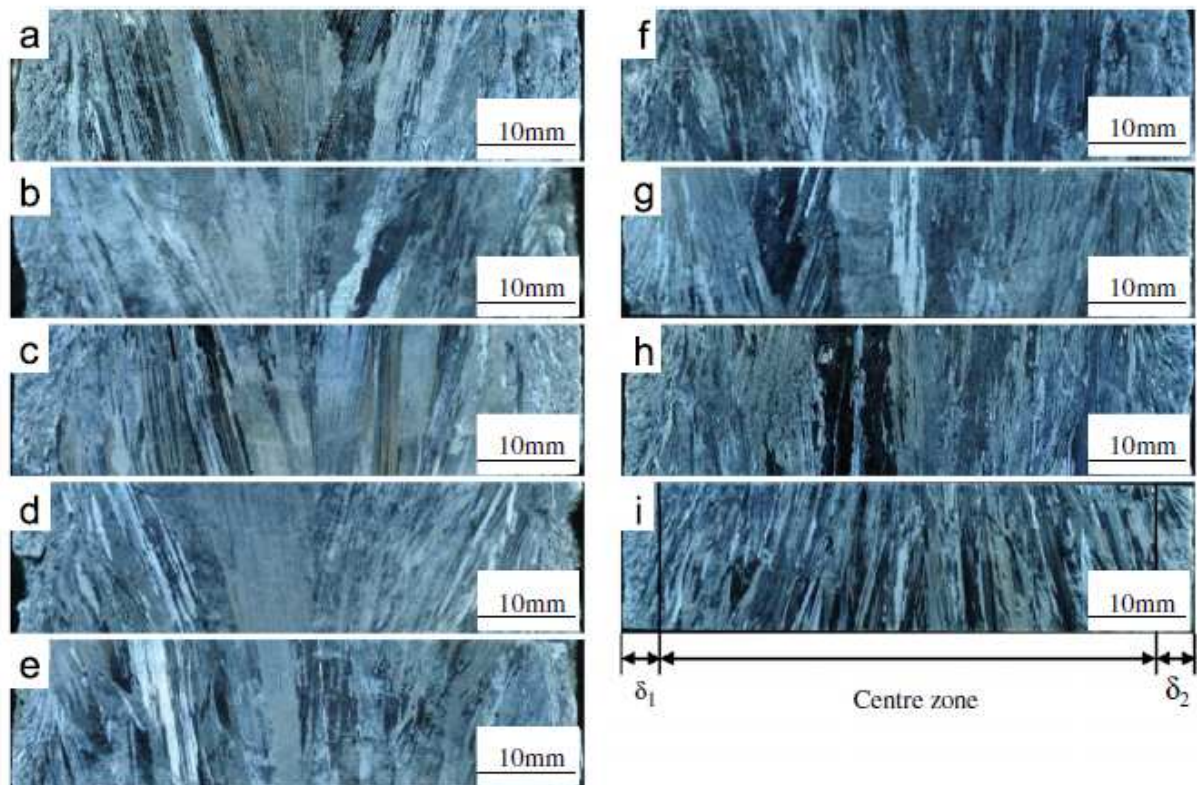


Figura 4: grani nella zona centrale nelle varie prove

tiro e aumenta con l'aumento del tempo di preservazione iniziale del calore. L'influenza di questi tre fattori in ordine discendente sono: potenza, velocità e calore iniziale di preservazione. I parametri ottimizzati per ottenere grani grandi sono: potenza 45kW, velocità 0,5mm/min e tempo di preservazione iniziale del calore di 24min. Durante questa continua fusione le impurità si accumulano nell'interfaccia S/L nelle segregazioni che causano una nucleazione facile. Le impurità vengono incluse in entrambi i lati quando S/L è convessa, che è un beneficio per la crescita dei grani con una grandezza maggiore nella zona centrale. Dato che  $h$  diminuisce con l'aumentare della potenza e velocità di tiro, la sezione dei grani nel centro diminuisce con l'aumentare della potenza e velocità di tiro. Il tempo di preservazione ha un marginale effetto nel calore trasferito durante la

fusione, ma incrementa la sezione iniziale dei grani.

Quindi basandosi sulle precedenti considerazioni considerando la direzione di crescita dei grani, lo spessore della zona a grana fine, i parametri ottimizzati per la fusione del silicio sono: potenza 50kW, velocità 1,5mm/min e tempo di preservazione di 24min.

### Conclusioni

I lingotti di silicio ottenuti con EMC possono avere tre tipi di interfaccia S/L: concava, convessa o planare rispetto al centro del crogiolo. L'angolo di deviazione  $\theta$ , e l'altezza convessa  $h$ , lo spessore della zona superficiale a grana fine e la sezione dei grani nella zona centrale, diminuiscono tutti aumentando la potenza e la velocità.

Aumentando il tempo di preservazione, la dimensione dei grani nella zona centrale diminuisce, fornendo quindi energia per l'unione dei grani, ma questo ha un effetto trascurabile nella zona a grana fine e nel parametro  $h$ . Quindi basandosi sulle precedenti considerazioni considerando la direzione di crescita dei grani e lo spessore della zona a grana fine, i parametri ottimizzati per la fusione del silicio sono: potenza 50kW, velocità 1,5mm/min e tempo di preservazione di 24min.

### 2.3 Studio della qualità di superficie dei lingotti di silicio[4]



L'effetto dei parametri che regolano la crescita dei lingotti di silicio nella qualità superficiale sono stati discussi tramite una serie di esperimenti e i corrispondenti meccanismi di formazione dei difetti sono stati trovati. I risultati indicano che la formazione del ripple e del lap sono le cause principali del restringimento del guscio e vengono controllati dalla pressione elettromagnetica, e i grani non fusi sono quelli che si muovono dal centro alla cima nella superficie liquida che è stata raffreddata dalle pareti del crogiolo e mantenuta in uno stato non fuso e questo causa i cristalli non fusi.

Quindi sono tre i difetti principali.

La qualità superficiale è stata migliorata aumentando i 3 parametri fondamentali, dove la potenza risulta il più importante dei tre. Seguendo questi miglioramenti i difetti spariscono.

### 2.4 Applicazione del processo di crogiolo freddo nel trattamento di materiali radioattivi[10]

Un campo di notevole interesse nell'utilizzo del crogiolo freddo, riguarda il trattamento di materiali radioattivi.

Le prime applicazioni di utilizzo del crogiolo freddo si ebbero nel campo della fusione e raffinazione del metallo, mentre applicazioni più recenti includono anche vetri ultra-puri o speciali e

leghe metalliche. La tecnologia CCIM viene anche usata al giorno d'oggi per il riscaldamento e la movimentazione nell'industria del ferro e dell'acciaio. Tuttavia, le applicazioni nel campo del trattamento dei rifiuti radioattivi sono state riconosciute solo a partire dal 1970. Attorno a quel periodo, scienziati francesi e russi iniziarono a studiare crogioli ad induzione per la vetrificazione dei rifiuti.

Per quanto riguarda la costruzione, essa non è dissimile da altri CCIM presenti in letteratura.

L'acqua di raffreddamento che scorre attorno al crogiolo produce uno strato di vetro solidificato che protegge la parete interna dalla corrosione, eliminando il contatto refrattario col vetro e consentendo temperature di operatività più elevate con un impatto minimo sul crogiolo stesso. In crogioli convenzionali, le temperature operative sono limitate al di sotto dei 1.200°C per evitare che il refrattario interagisca chimicamente con il fuso, introducendo agenti contaminanti e compromettendo così l'integrità del refrattario. In aggiunta, poiché l'energia termica è trasferita direttamente nel fuso, la tecnologia CCIM non necessita di elettrodi.

I ricercatori dell'INL hanno collaborato con gli scienziati russi a partire dal 2001 per progettare e realizzare una piattaforma CCIM di sperimentazione negli U.S.A. Si tratta di una piattaforma in scala ridotta (nominalmente 25 cm per 40 cm di diametro con alimentazione elettrica di 60 kW), che ha supportato diverse campagne sperimentali di sensibilizzazione per una potenziale applicazione per i bisogni del Dipartimento Energetico degli U.S.A.

Sono state condotte delle indagini significative sul controllo automatizzato, lo sviluppo del modello e il miglioramento del progetto. Tali indagini sono state dimostrate con successo durante gli ultimi cinque anni.

E' stato sviluppato e validato un vasto modello multi fisico e con metodo degli elementi finiti di un sistema CCIM. Tale modello è stato utilizzato per sostenere la ricerca e la sperimentazione, essendo via via implementato da continui miglioramenti. Questi sforzi hanno dato origine al team russo-statunitense, che può vantare un'ineguagliabile conoscenza del progetto e dell'operatività del sistema CCIM. Attualmente, l'INL sta conducendo delle indagini, assieme ad altri ricercatori statunitensi e francesi, sul potenziale ammodernamento dell'impianto di vetrificazione di Savannah River con l'applicazione della tecnologia CCIM.

Un sistema (CCIM) ad induzione a crogiolo freddo di scala industriale è in operatività radioattiva fin dal 1999 (dopo diversi anni di test non radioattivi a grandezza naturale) presso l'impianto al Radon dell'Associazione Scientifica ed Industriale (SIA) vicino Sergiyev Posad (Russia), che si trova a circa 100 km a nord di Mosca. L'impianto utilizza tre fonditori dal diametro di 45 cm, ognuno dei quali produce circa 25kg/h di vetro.

Ci sono fonditori alimentati con liquame (solitamente con un contenuto d'acqua del 25%), malgrado un'alimentazione secca sia più redditizia. Il flusso dei rifiuti che sono attualmente vetrificati, o che sono stati analizzati, include un livello basso o medio di rifiuti radioattivi liquidi provenienti dall'attività dell'impianto al Radon, da laboratori di ricerca, altre industrie, attrezzature mediche e servizi municipali. Il flusso di rifiuti liquidi include spesso soluzioni radioattive di decontaminazione che sono ricche di nitrato di sodio, sebbene alcune provenienti dall'attività di specifici reattori nucleari includano anche borato tetraidrossile.

Anche le ceneri degli inceneritori vengono quotidianamente vetrificate nel sistema CCIM Radon. In aggiunta, sono stati compiuti dei tentativi positivi di co-vetrificazione CCIM di terreni contaminati, resine inorganiche a scambio ionico esaurite, vetri di laboratorio rotti e contaminati e filtri di vario tipo (gel di silicio, fibra di vetro, spugna di vetro, etc.) quali additivi per la formatura del vetro nei rifiuti liquidi radioattivi. L'impianto in genere svolge ogni anno un'ampia campagna per la tecnologia CCIM, con circa 250 m<sup>3</sup> di rifiuti radioattivi.

Tutti i rifiuti prodotti dall'impianto al Radon sono sviluppati e testati tramite un rigoroso processo che garantisce che i requisiti di lisciviazione stabiliti dall'Agenzia Internazionale per l'Energia Atomica siano rispettati.

La lisciviazione (o estrazione solido-liquido) nella terminologia chimica definisce il processo consistente nella separazione di uno o più componenti solubili da una massa solida mediante un solvente. Viene spesso utilizzato in metallurgia, ad esempio nei processi di produzione del rame, dell'argento o dello stagno.

Presso l'impianto di ritrattamento di La Hague in Francia è attualmente installato un impianto CCIM a scala industriale sulla linea della vetrificazione R7/T7 per il trattamento dei materiali radioattivi. E' stato programmato per iniziare a trattare, durante l'autunno del 2009, rifiuti liquidi di alto livello provenienti dal ritrattamento dei combustibili nucleari esausti. Si tratta di un fonditore di 65 cm di diametro, che ha subito una sperimentazione a grandezza naturale nell'impianto di Marcoule per circa 10 anni prima di essere implementato.

Questo sistema è progettato per accettare un'alimentazione sia liquida che secca, e produce circa 35 kg di vetro all'ora. La sperimentazione a freddo a grandezza naturale ha portato alla produzione di 2.000 m<sup>3</sup> di vetro a partire da rifiuti simili.

In aggiunta, a marzo 2009 un tipo simile di rifiuto di alta qualità U.S.A. (precisamente proveniente dal sito di Savannah River) è stato trattato durante due test della durata di 100 ore, dimostrando una crescita significativa sia nel carico dei rifiuti che nella produttività, a confronto con i convenzionali fonditori in ceramica allineati con calore Joule utilizzati attualmente a Savannah River.

Poiché l'impianto di La Hague tratta rifiuti radioattivi di alto livello provenienti dal ritrattamento di combustibili nucleari esausti, sono stati imposti ai rifiuti dei requisiti molto rigidi, per composizione chimica e performance.

Sono stati destinati significativi investimenti per garantire che venga prodotta in maniera affidabile una forma resistente di rifiuti, che assolvano tutti gli standard francesi ed internazionali, che si basano principalmente sugli standard sviluppati dagli U.S.A. incluso il Test di consistenza del prodotto, ANS 16.1 ed i requisiti MCC-1 per la lisciviazione. Il processo che garantisce il controllo qualitativo della forma del rifiuto è un sistema qualificato NQA-1.

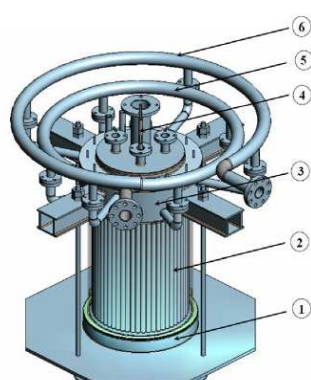
## 2.5 La vetrificazione [6]

Secondo una ricerca del 2007 su un crogiolo per la vetrificazione del vetro, la convezione naturale gioca un ruolo molto importante nelle performance in questi. Vengono quindi misurate le velocità del vetro fluido in superficie a diverse potenze: da 5mm/s a 50kW a 22,5mm/s a 110kW.

Seguendo un riferimento bibliografico del seguente articolo vengono riportate le potenze di un sistema CCIM per la fusione del titanio: 350kW a 3kHz.

Tornando al sistema dell'articolo, il crogiolo è diverso da quello del DTG oltre che ad essere più grande. La tazza è formata da 56 segmenti disposti in modo da formare un recipiente di 500mm di diametro isolati con teflon.

L'inverter utilizzato ha una potenza di 350kW ma può erogare solo 200kW a pieno carico. La frequenza operativa è di 200kHz.



| Chemical                       | Weight % |
|--------------------------------|----------|
| SiO <sub>2</sub>               | 32       |
| B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 25       |
| Na <sub>2</sub> O              | 28       |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 13       |
| TiO <sub>2</sub>               | 2        |

Illustrazione 1: schema impianto

La composizione del vetro sodio borosilicato è indicata nella tabella affianco. Esso viene preriscaldato da una catena di anelli di grafite. Vengono introdotti circa 90kg di vetro in forme di cilindri di 5-6mm di diametro.

Un secondo studio[7] sullo stesso crogiolo riguarda l'efficienza elettrica e termica tramite un calorimetro. L'efficienza elettrica è del 80,4%, l'efficienza del crogiolo 20,83% ed un'efficienza totale di 16,74%.

## **2.6 Crogiolo segmentato in grafite[1]**

Questo crogiolo viene studiato per fondere il silicio per la produzione di pannelli fotovoltaici. Tutto questo per ridurre la contaminazione del crogiolo con il materiale da fondere.

Nell'articolo presentato un nuovo crogiolo segmentato in grafite è stato progettato in modo da ridurre in contatto tra il fuso e la parete interna. Per far questo ci si è avvalsi di strumenti di analisi numerica e modellizzazione 3d. Il problema principale di questo tipo di crogiolo è sicuramente la bassa efficienza causata dalla privazione di calore tramite l'acqua di raffreddamento.

Questo, è diviso in settori perché sia il più possibile trasparente al flusso magnetico. Per fondere i semimetalli come il silicio occorre una grande potenza, quindi la soluzione è quella di riscaldare direttamente il crogiolo in grafite, causando però delle inevitabili contaminazioni. Per risolvere il problema è stato applicato quarzo nel crogiolo, ma c'è stata un'evidente contaminazione di ossigeno proveniente appunto dal quarzo. Una seconda soluzione potrebbe essere quella di ricoprire le pareti interne con nitrato di boro o nitrato di silicio, ma questa copertura si toglie molto facilmente.

Quindi viene studiato un crogiolo che per forma e composizione dovrebbe essere migliore rispetto agli altri.

Il crogiolo è diviso in 4,8,12 o 24 segmenti spazati tra loro di 1mm, otto giri di spire distanziate 1mm, e il crogiolo ha un diametro di 100mm. La potenza applicata è di 60kW con una frequenza di 6,7kHz. La temperatura del fuso viene misurata con un pirometro. Sono stati fusi 300g di silicio, che sono stati preriscaldati ad una temperatura di 300°C per un periodo di 30min. La camera è stata riempita poi di argon, quindi sotto pressione. La levitazione avviene solo se la pressione elettromagnetica è maggiore della pressione idrostatica del silicio fuso. Un crogiolo senza segmentazione non riesce nel compito, mentre uno segmentato riesce a far levitare il fuso; è stato notato che per un numero superiore a 12 di segmenti non si ha un grosso aumento della levitazione.

Se si parte a fondere il silicio dalla fase solida quello detto finora non può essere applicato. Il tempo perché si fonda del tutto è di 50min. La potenza viene poi calata lentamente e l'argon rimane intrappolato sotto forma di bolle che rimangono intrappolate una volta solidificato il guscio esterno. In conclusione il crogiolo in grafite segmentato può essere indicato per la fusione dei semiconduttori senza in modo che ci sia levitazione e quindi un fuso molto puro.

## **2.7 Rimozione impurità tramite torcia al plasma[3]**

In questo articolo si è provato a rimuovere il boro dal silicio fuso tramite una torcia al plasma e l'infusione di altri gas come idrogeno, vapore e argon. Benché ci sia una sostanziale perdita di massa dipendente dal tempo di iniezione del plasma, è stata notata una notevole diminuzione di boro, alluminio e titanio. Quindi viene iniettato idrogeno o vapore con argon per rimuovere il boro che è meno volatile del silicio.

Tralasciando gli aspetti più specifici dell'esperimento si può concludere che l'argon

mescolato all'idrogeno e vapore è la miglior configurazione per rimuovere il boro dal silicio fuso.

L'effetto della rimozione del boro e di altre impurità come alluminio e titanio è stato migliorato significativamente aumentando il tempo di iniezione del plasma. Per contro, la quantità di massa persa di silicio aumenta proprio con il tempo di iniezione.

## 2.8 Fusione del titanio e parametri[5]

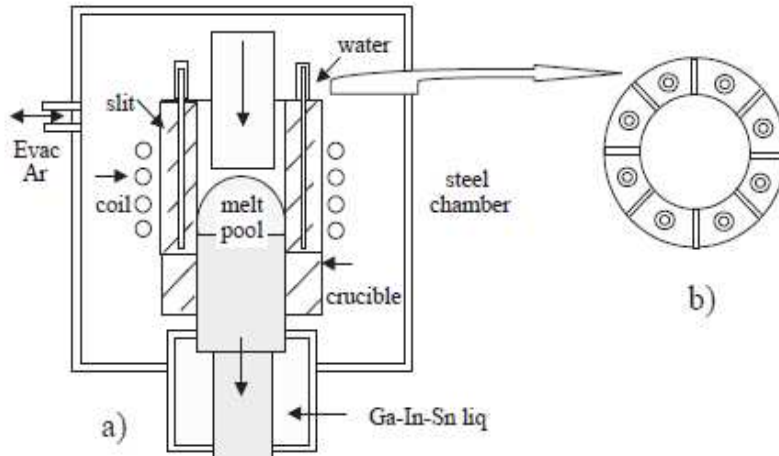


Figura 5: dispositivo di pulling per il titanio

Si vuole evidenziare la particolarità di questo sistema, che usa un miscuglio di metalli Gallio indio e stronzio per effettuare la solidificazione lungo una direzione. Un secondo aspetto sono i parametri studiati per le variazioni.

La velocità di tiraggio influenza il numero di grani e la loro orientazione.

## 2.9 Articolo fusione del titanio

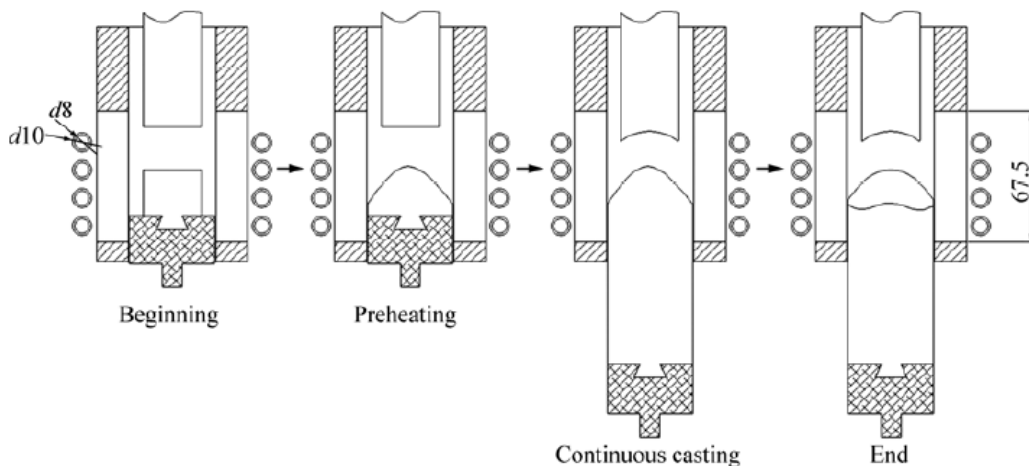


Figura 6: fasi del dispositivo di pulling nel titanio

Questo articolo evidenzia un metodo molto interessante per la fusione del titanio e alluminio, tramite una fusione elettromagnetica a levitazione parziale. Il seguente metodo è usato anche per la produzione di silicio.



La particolarità di questa tecnica è un tiraggio della base del crogiolo, quindi con una solidificazione del fuso lungo una direzione.

Le correnti in gioco per Ti-Al sono di 140, 300, 500, 1000 A con una frequenza di 50kHz. Un'ulteriore configurazione è di 1000A a 100kHz.

## **2.10      *Formazione di ossidi nell'alluminio[13]***

Un importante comportamento dell'alluminio è stato evidenziato con la presenza dei difetti dovuti alla sua ossidazione (double oxide film defects). Questi difetti si formano durante qualsiasi processo di fusione dell'alluminio non appena il metallo fuso viene a contatto con l'aria ed è colato da un'altezza maggiore di 12cm.

Si creano così queste pellicole ossidate ( $Al_2O_3$ ), che non vengono completamente eliminate durante la fusione e alcuni residui, seppur molto piccoli, rimangono all'interno del materiale. Di conseguenza durante i primi 10 minuti, è stata ipotizzata la diffusione dell'idrogeno all'interno di questi difetti causandone l'espansione diminuendo quindi la riproducibilità delle proprietà meccaniche. Comunque, prolungando il mantenimento a 60 minuti, questi difetti vengono portati in superficie riducendo quindi il contenuto di idrogeno all'interno della massa fusa e quindi anche il numero di difetti.

Nei provini ricavati dai lingotti di alluminio mantenuto a 80mbar, l'area delle porosità e il loro numero è diminuito più rapidamente rispetto alla condizione di pressione a 1000mbar e anche la rotondità dei difetti è maggiore nei campioni mantenuti in vuoto. Tutto ciò può essere attribuito ad una rimozione più rapida dei difetti che, grazie al vuoto e all'idrogeno espanso all'interno di questi, fluttuano meglio all'interno della massa fusa e raggiungono più facilmente la superficie.

Un altro fattore che migliora la rimozione di gas è la lacerazione della pellicola di ossido sulla superficie esterna dell'alluminio fuso.

### 3. Crogiolo del DTG al 01/03/2012

#### 3.1 Modifiche al crogiolo

L'impianto di raffreddamento costruito è risultato inadeguato ai livelli di vuoto raggiungibili con il nuovo impianto. Si verificava quindi una probabile perdita di acqua nel cilindro, il cui idrogeno andava a miscelarsi con l'alluminio puro allo stato fuso, che una volta raffreddatosi presentava un colore opaco, ben lontano da quello tipico dell'alluminio puro.

Sono quindi state apportate le seguenti modifiche:

- installazione di un sistema di raffreddamento non più con attacchi ad innesto rapido di derivazione pneumatica, ma di un sistema di raccordi in metallo;
- installazione di una pompa turbomolecolare recuperata dal vecchio SEM;
- installazione di collettore customizzato.

#### 3.2 Descrizione dell'impianto e dei suoi componenti

L'apparecchiatura sperimentale è costituita da un crogiolo per fusione ad induzione e levitazione magnetica di forma conica raffreddato a liquido e dotato di una camera per il vuoto. Il campo magnetico viene generato alimentando un induttore avvolto attorno al crogiolo.

I principali componenti sono:

- Crogiolo in rame raffreddato a liquido;
- Induttore raffreddato a liquido;
- Gruppo condensatori;
- Pompa per il liquido di raffreddamento;
- Scambiatore a piastra;
- Convertitore IFC;
- Sistema a vuoto;
- Strumentazioni di misura.
- Impianto di raffreddamento.

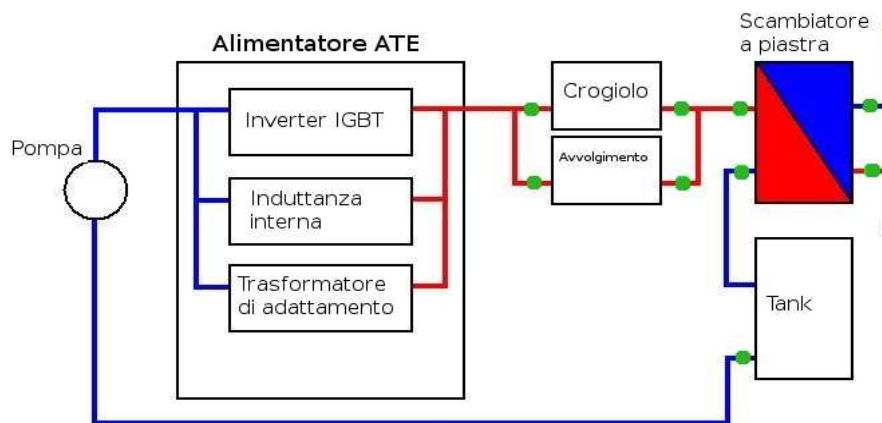


Figura 7: schema impianto di raffreddamento. In verde i punti di prelievo temperatura

Il sistema di raffreddamento è di fondamentale importanza per il raffreddamento delle apparecchiature elettriche oltre che al crogiolo stesso.

Esso è costituito da due circuiti: il primo è un circuito chiuso e garantisce il raffreddamento dell'intero sistema, usando come accumulo un serbatoio da 50 litri. Il secondo invece, collegato al sistema idrico tramite uno scambiatore a piastra 30kW Cipriani, smaltisce il calore accumulato. Il circuito primario è costituito da una pompa centrifuga monogirante LOWARA CEA 70/5A che opera con una portata di 14 l/min. In cascata si trova poi l'alimentatore composto da inverter IGBT, induttanza interna e trasformatore di adattamento, in parallelo avvolgimento e crogiolo, scambiatore a piastra e infine serbatoio di accumulo.

| CARATTERISTICHE CIRCUITO RAFFREDDAMENTO CONVERTITORE IFC |       |                   |
|--|-------|-------------------|
| Portata minima d'acqua                                   | 1,3   | m <sup>3</sup> /h |
| Pressione min/max di acqua                               | 3/6   | Bar               |
| Min/max temperatura acqua                                | 20/30 | °C                |
| Massima conducibilità elettrica acqua                    | 200   | μS/cm             |
| Ph   | 6-8   |                   |

Il controllo della temperatura del liquido di raffreddamento viene effettuato di sei punti diversi con delle termocoppie e precisamente viene misurata la temperatura all'uscita dell'avvolgimento, all'uscita dei settori del crogiolo, i due ingressi e uscite dello scambiatore. Tutti i dati vengono campionati e raccolti da un apposito software sia allo scopo di analizzare il processo sia per il mantenimento dei parametri all'interno di un range di sicurezza che permetta di non danneggiare l'apparecchiatura

### **3.3 Strumentazione elettronica**

Le misure che vengono effettuate sono misure di temperatura, pressione, tensione, corrente, frequenza e potenza. La strumentazione utilizzata è costituita da:

- sistemi di misura interni del convertitore IFC che forniscono una lettura di tensione, corrente, frequenza e potenza;
- sonda Rogowski;
- oscilloscopio digitale 4 canali 200 MHz LeCroy LT224;
- unità di acquisizione dati Agilent HP 34970A;
- sonda per misura differenziale di tensione;
- Vacuometro PFEIFFER.

Con l'oscilloscopio vengono misurate la tensione e la corrente dell'avvolgimento induttore.

La misura di corrente viene effettuata con la sonda Rogowski.

Per attenuare i disturbi sulla corrente si utilizza un filtro RC che deve essere calibrato a seconda del range di frequenza. Per le frequenze utilizzate viene impiegata una resistenza di 100ohm assieme ad un condensatore da 5,6 nF. L'uscita della sonda così filtrata costituisce uno degli ingressi dell'oscilloscopio.

La misura di tensione dell'avvolgimento viene effettuata con una sonda per misure

differenziali di tensione; il fatto che l'avvolgimento non abbia alcun punto collegato a terra e la tensione elevata a cui è sottoposto impedisce il collegamento diretto con l'oscilloscopio. Entrambi i problemi vengono risolti usando una sonda differenziale collegata ai capi dell'induttore. Questa sonda misura la differenza di potenziale fra i 2 punti del circuito e restituisce in uscita una differenza di potenziale proporzionale a quella misurata.

Un altro strumento usato è l'unità di acquisizione. Questo strumento raccoglie i dati provenienti dalle sonde e dalle termocoppie e permette, tramite un software di interfaccia, di inviarli ad un computer per essere monitorati e registrati.

### **3.4 Rogowski**

La sonda Rogowski presenta un cavo conduttore avvolto formando una bobina circolare, il cavo giunto all'estremità del solenoide viene riportato all'origine passando all'interno dell'avvolgimento.

Il principio di funzionamento della sonda si basa sulla legge di ampere all'interno della bobina sarà infatti indotta una tensione proporzionale alla variazione della corrente. La bobina viene usata per la misurazione della corrente alternata. Poiché una bobina di Rogowski non è avvolta su un'anima in ferro, presenta un'induttanza bassa che gli conferisce una propensione spiccata alla misura di correnti che variano nel tempo anche con elevata frequenza. Inoltre, data l'assenza di un nucleo ferromagnetico da saturare, è altamente lineare anche quando sottoposta a grandi correnti. Una bobina di Rogowski è in gran parte immune ad interferenza elettromagnetica.

La lettura della tensione di Rogowski permette di calcolare poi la corrente tramite la formula:  $I = \frac{V_{rog}}{f \cdot k}$  dove k è il coefficiente di Rogowski che vale  $2,3 \cdot 10^{-6}$ .

### **3.5 Camera a vuoto**

La camera in acciaio inox è stata realizzata secondo lo standard KF e ISO-KF e in particolare sono presenti:

- 2 flange DN 320 ISO-KF che costituiscono il fondo ed il coperchio della camera;
- 1 flangia DN 100 ISO-KF sul coperchio munita di finestra in vetro;
- 4 flange DN 100 ISO-KF laterali dotate anch'esse di finestre in vetro. In uno degli attacchi delle finestre di vetro, viene connessa la pompa turbomolecolare.
- 4 flange DN 50-KF applicate al fondo della camera provviste da frange ceche in acciaio inox sulle quali vengono realizzati i passanti per i tubi di raffreddamento, i conduttori di alimentazione, il condotto di misura del vacuometro e il tubo di connessione alla pompa a vuoto, quando utilizzato senza pompa turbo.

Le flange sono state ordinate da 5Pascal una ditta di Milano. Se prendiamo in considerazione il sistema di classificazione spiegato inizialmente ci accorgiamo che le denominazioni sono leggermente diverse.

Il sistema KF è quello che la normativa Pneurop 6606(1981), ISO (1986), DIN 28403 identifica con ISO-KF. Sono disponibili fino ad una misura di 50mm di diametro.

Il sistema ISO è quello che la normativa ISO 1609 (1986) e DIN 28404 identifica con ISO-K.

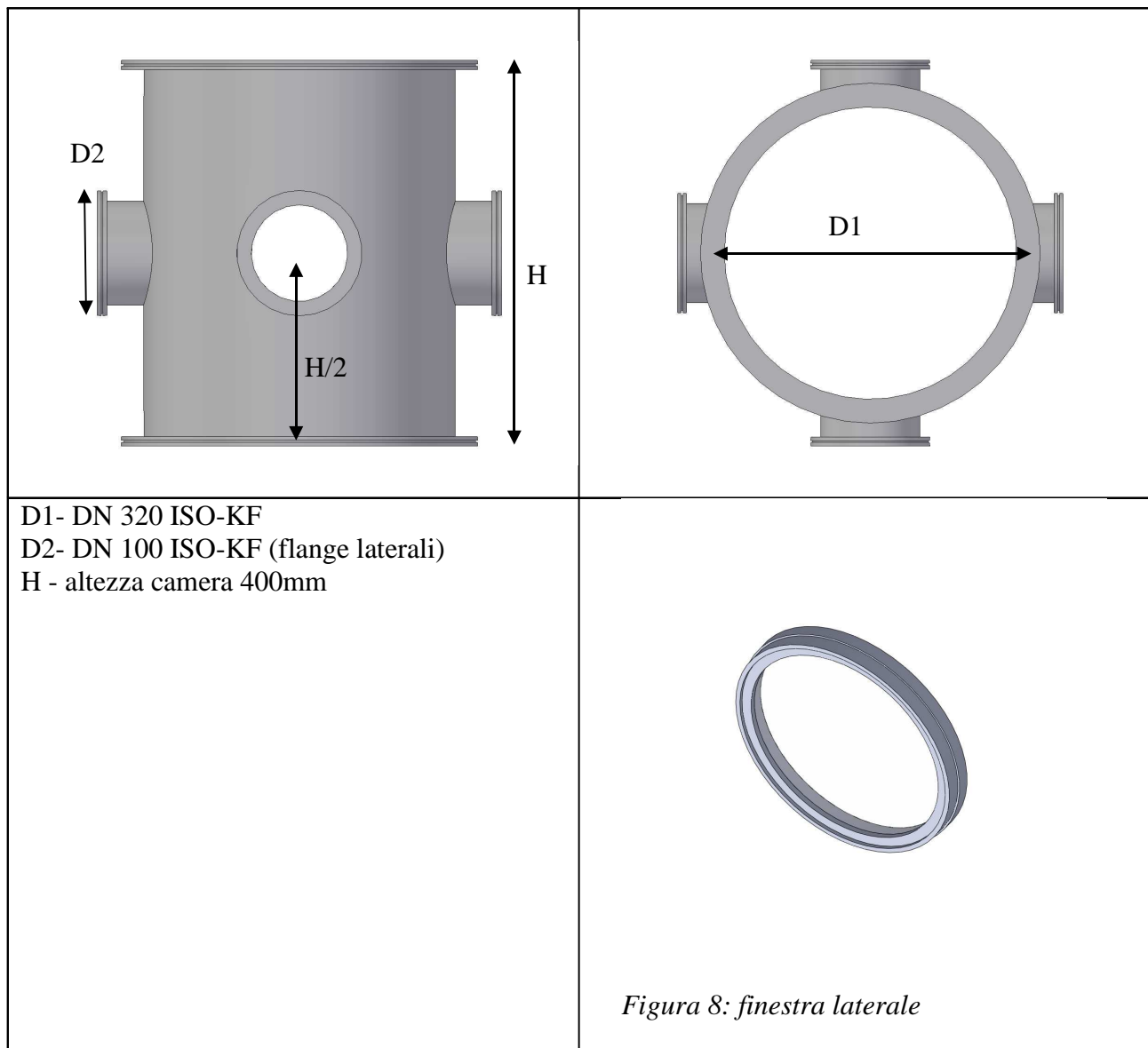
Il sistema CF è usato per l'alto vuoto. Ci sono differenti convenzioni tra i produttori


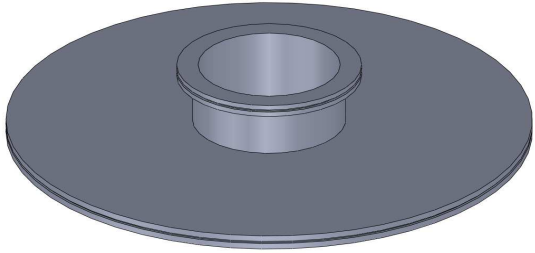
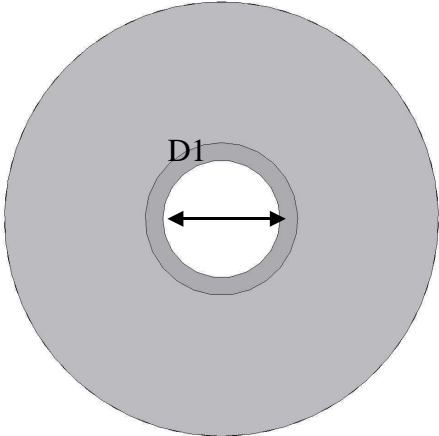
Americani e quelli Europei che possono generare quindi confusione. La ditta 5Pascal offre una tabella con le conversioni.

La camera a vuoto è provvista di due passanti:


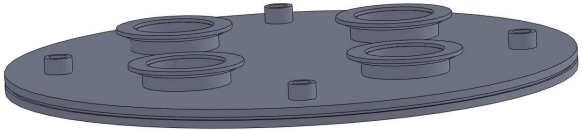
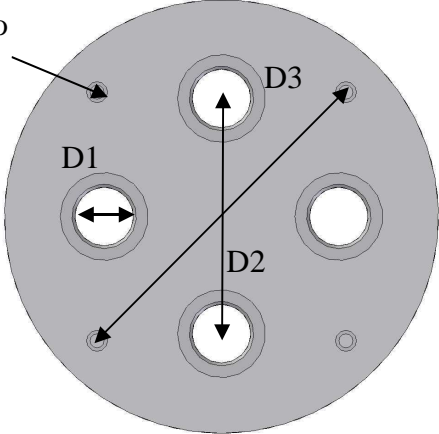
- elettrico ed idraulico 10mmØ per l'alimentazione dell'avvolgimento elettrico,
- idraulico 10mmØ per il raffreddamento della tazza in rame posta all'interno dell'avvolgimento.

Come si può vedere dalle seguenti foto, si notano i progressi fatti nella costruzione della camera:



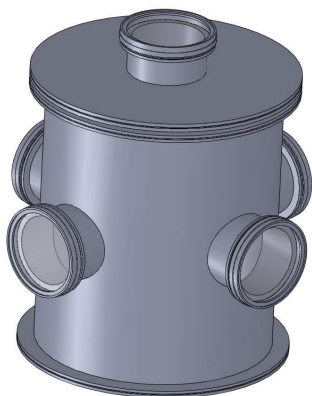
|   |   |
|---|---|
|  |                                     |
| <p>Flangia DN 320 ISO-KF</p> <p>D1- DN 100 ISO- KF (flangia interna)</p>          | <p><i>Figura 9: coperchio</i></p>  |

**Specifiche di realizzazione flangia 2 DN320**

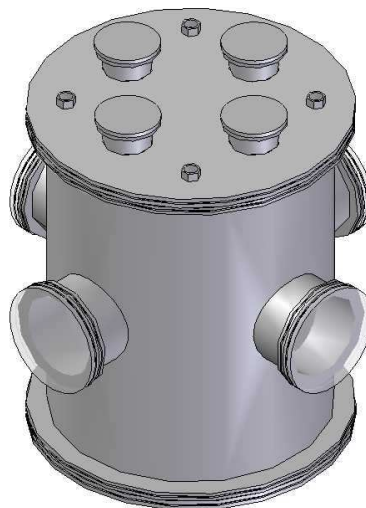
|  |   |
|--|---|
|                 |                                 |
| <p>Flangia DN 320 ISO-KF</p> <p>D1- DN 50 KF (flangia interna)</p> <p>D2 200mm</p> <p>D3 300mm</p> | <p><i>Figura 10: fondo</i></p>  |

## ***Visione d'insieme***

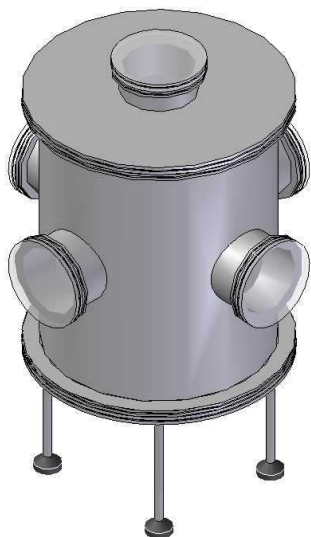
Nelle Flange DN 100 ISO-KF laterali sono previste delle finestre in vetro, mentre nelle flange DN 50-KF applicate al fondo della camera sono previste della frange ceche in acciaio inox. I piedini di supporto sono realizzati con una barra filettata inox M12 di lunghezza 200mm.



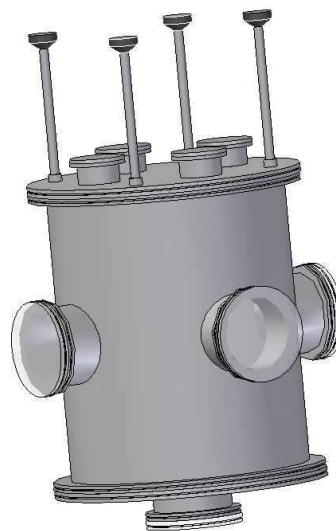
*Figura 11: camera totale vista sopra*



*Figura 12 - Camera totale vista sotto*



*Figura 13 – Camera con piedini di supporto - sopra*



*Figura 14 - Camera con piedini si supporto - sotto*

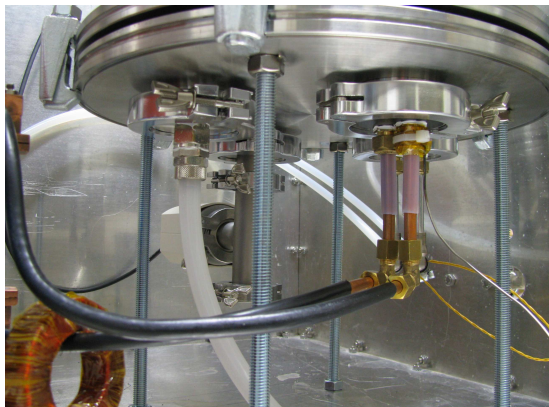


Figura 15: fondo vecchio crogiolo

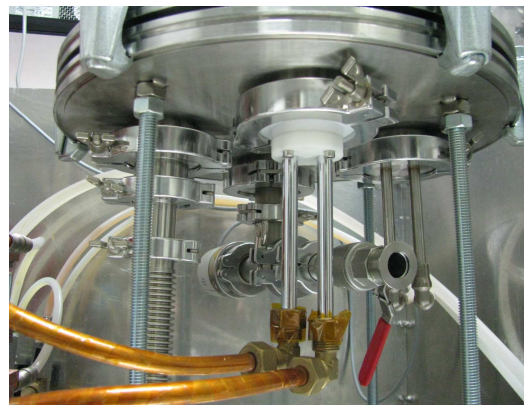


Figura 16: fondo nuovo crogiolo

### 3.6 Pompa turbomolecolare



Figura 17: pompa turbomolecolare

La presente pompa turbomolecolare TPH 240 è della PFEIFFER, con flangia ISO-K, equipaggiata con dei cuscinetti a magneti permanenti nel lato dell'alto vuoto e cuscinetti a media lubrificazione nella parte davanti a basso vuoto. La pompa è raffreddata tramite l'apposito impianto di raffreddamento a liquido.

L' unità di controllo è la TCP 310.

|   |                       |
|---|-----------------------|
| Inlet                                       | DN 100 ISO-K          |
| Outlet                                      | DN 25 ISO-KF          |
| Volume flow rate for                        |                       |
| N2 l/s                                      | 230                   |
| He l/s                                      | 240                   |
| H2 l/s                                      | 210                   |
| Recommended backing pump: m <sup>3</sup> /h | 1,5 -16               |
| Compression ratio for                       |                       |
| N2  | 10 <sup>8</sup>       |
| He  | 3x10 <sup>4</sup>     |
| H2  | 1,5 _10 <sup>3</sup>  |
| Theoretical final pressure                  | 10 <sup>-11</sup>     |
| Final pressure mbar                         | < 1x10 <sup>-10</sup> |
| Final pressure mbar                         | < 1 x10 <sup>-9</sup> |



|   |                      |
|---|----------------------|
| Final pressure mbar   | $< 1 \times 10^{-8}$ |
| Rated rotation speed 1/min                                      | 60000                |
| Run-up time min   | 1                    |
| Operating medium filing   | 8                    |
| Cooling water requirement l/h at 15°C                           | 15                   |
| Water temperature C   | 5-25                 |
| Permissible ambient temperature for air cooling C               | 0-35                 |
| Power input of heater, Heating jacket included in consignment W | 60                   |
| Weight kg   | 8,5                  |
| Permissible magnetic field, max. mT                             | 5,5                  |

### 3.7 Pompa EDWARDS

La pompa rotativa è una EDWARDS E2M12.

|   |                                   |
|---|-----------------------------------|
| Maximum displacement 50Hz                                   | 14,3 m <sup>3</sup> /h            |
| Maximum speed 50Hz  | 12 m <sup>3</sup> /h              |
| Motor rotational speed 50Hz                                 | 1450 rpm                          |
| Ultimate vacuum without gas-ballast(partial pressure)       | $2,5 \cdot 10^{-4}$ mbar          |
| Without gas ballast (total pressure)                        | $1 \cdot 10^{-3}$ mbar            |
| With full gas-ballast(partial pressure)                     | $3 \cdot 10^{-2}$ mbar            |
| Maximum water vapour inlet pressure                         | 15mbar                            |
| Maximum water vapour pumping rate                           | 0,18kg/h                          |
| Maximum permitted outlet pressure (at full pump throughput) | 0,5 bar gauge<br>1,5 bar absolute |

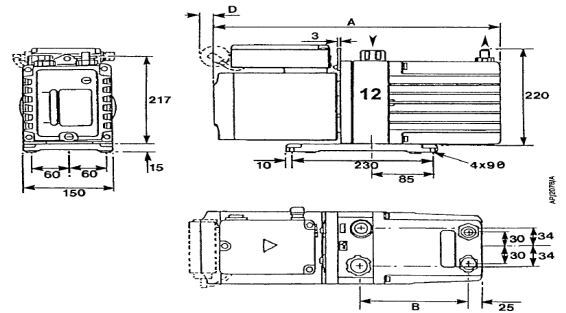


Figura 18: pompa edwards

### 3.8 Sensore vuoto

Il nuovo sensore a vuoto è un PKR 251 della PFEIFFER. È stato progettato per pressioni nel range di  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar a 1000mbar. Questo sensore viene usato con l'unità di controllo TGP 261.

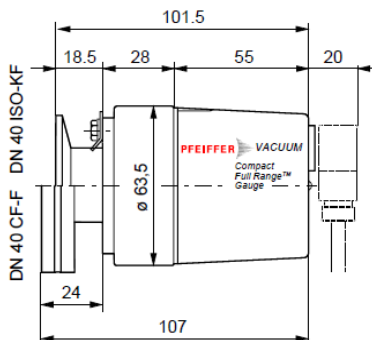


Figura 19: unità di controllo





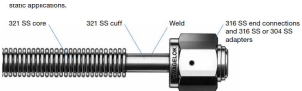


Figura 20: sensore vuoto

In tutto l'intervallo di misura il segnale è messo in output come il logaritmo della pressione.


Il PKR 251 consiste in due sistemi di misura separati, il Pirani e il catodo freddo che sono stati combinati in maniera che per l'utilizzatore ce ne sia solo uno, cioè la misura finale tiene conto dei valori dei due sistemi.


### 3.9 Distinta materiali

#### CROGIOLO


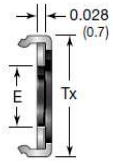
| Nr. | Codice             | Descrizione   |   |
|-----|--------------------|---|---|
| 10  | 6LV-4-VCR-3S-8MTB7 | 316L VAR VCR Face Seal Fitting, Short Tube Butt Weld Gland, 1/4 in. VCR x 8 x 1 mm TBW, 0.75 in. (19.1 mm) Extension                |    |
| 10  | SS-400-2-2W        | S Swagelok Tube Fitting, Male Pipe Weld Elbow, 1/4 in. Tube OD x 1/8in in. Male Pipe Weld (ripassati al trapano con un foro da 6mm) |    |
| 5   | 321-4X-4-DFR       | Tubo flessibile con raccordo VCR Female L=102mm   |   |
| 6   | 321-4X-12-FRB      | Tubo flessibile con raccordo VCR Female L=305mm   |   |
| 4   | 321-4X-6- FRB      | Tubo flessibile con raccordo VCR Female L=152mm   |   |
| 10  | SS-4-VCR-9         | Gomito  |  |
| 10  | SS-4-VCR-1         | Nuts  |  |

#### FLANGIA DN50

| Nr. | Codice             | Descrizione  |   |
|-----|--------------------|--|---|
| 2   | 6LV-4-VCR-3S-8MTB7 | 316L VAR VCR Face Seal Fitting, Short Tube Butt Weld Gland, 1/4 in. VCR x 8 x 1 mm TBW, 0.75 in. (19.1 mm) Extension |  |

|   |            |  |   |
|---|------------|--|---|
| 2 | SS-4-VCR-1 | 316 SS VCR Face Seal Fitting, 1/4 in. Female Nut |  |
|---|------------|--|---|

### COLLETTORE

| Nr. | Codice            | Descrizione  |   |
|-----|-------------------|--|---|
| 12  | 6LV-4-HVCR-1-6TB7 | 316L VAR High-Flow VCR Fitting, Tube Butt Weld Body, 1/4 in. HVCR x 3/8 in. TBW, 0.75 in. (19.1 mm) Extension. (tagliato di 1cm in modo da non interferire sul volume interno) |  |
| 40  | SS-4-VCR-2-GR     | 316 SS VCR Face Seal Fitting, 1/4 in. Silver-Plated Gasket, Non-Retained Style   |  |

### 3.10 Panoramica sulla raccorderia Swagelok

Tutta la raccorderia usata è del tipo VCR e quindi la seguente (fa caso a parte il fondo del crogiolo):

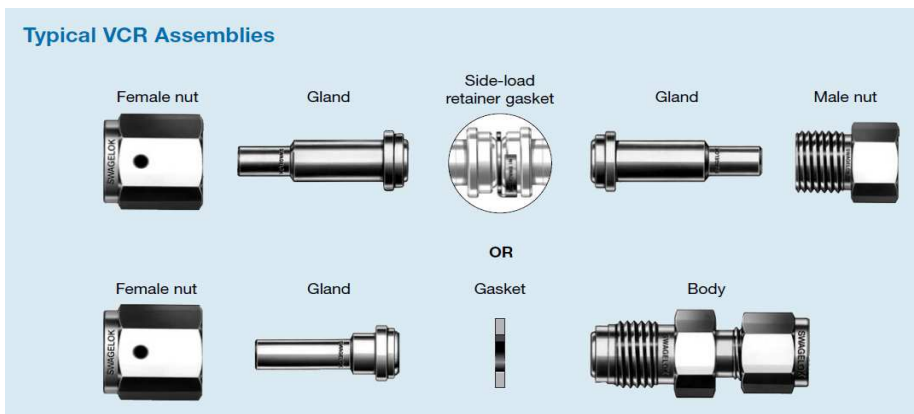
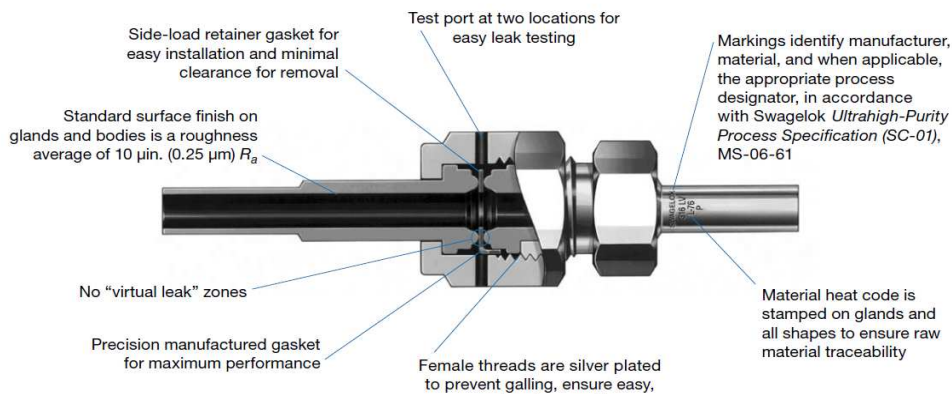


Figura 21: raccorderia usata

Per il fondo del crogiolo sono stati utilizzati i seguenti raccordi:

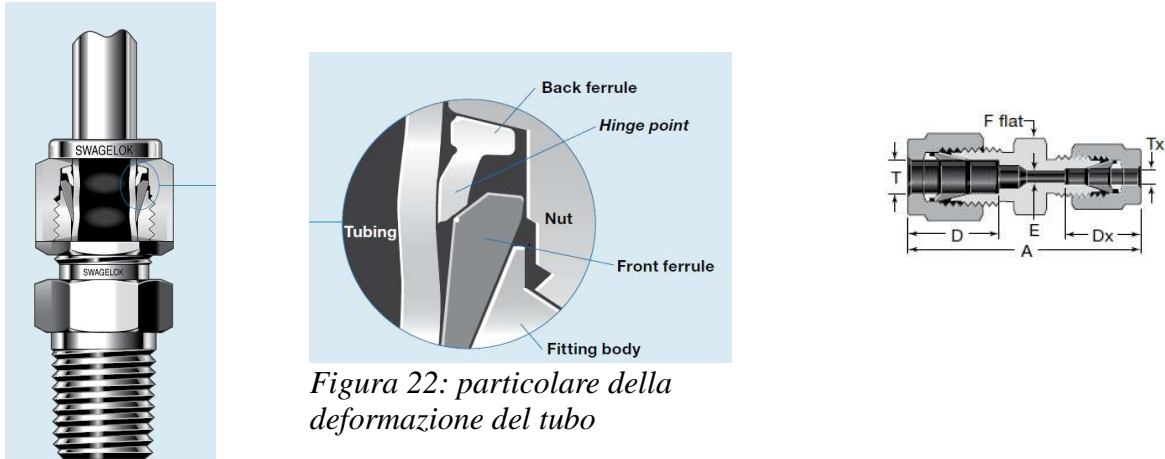


Figura 22: particolare della deformazione del tubo

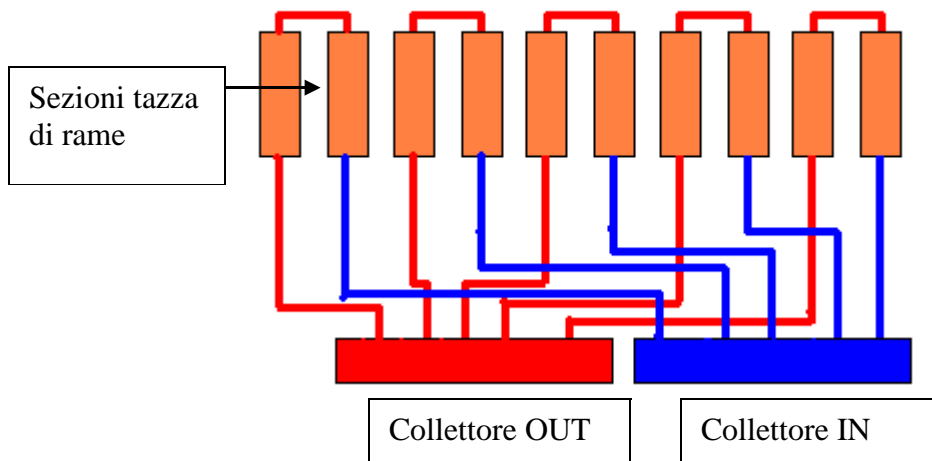
Questi sono stati utilizzati per motivi di spazio, dato che il tipo precedente era troppo ingombrante. Come si può ben vedere dalla figura la tenuta del vuoto è enfatizzata dalla deformazione del tubo. Nel caso di un ipotetico smontaggio la cosa potrebbe diventare problematica appunto per l'ultimo motivo.

### 3.11 Tazza di rame

La tazza di rame è stata progettata con l'analisi agli elementi finiti ed è composta da 10 sezioni di rame oxygen-free, isolate fra loro con nastro Kapton.

Il foro di raffreddamento viene realizzato con un diametro di 4mm mentre alle due estremità di 6mm. Le due scanalature di diametro 3mm, praticate sul lato esterno del crogiolo, servivano ad alloggiare un O-ring che consentiva di tenere unita l'intera struttura, ma è stato abolito perché comunque il nuovo impianto riesce a sostenersi da solo.

Schema Connessioni interne alla camera:

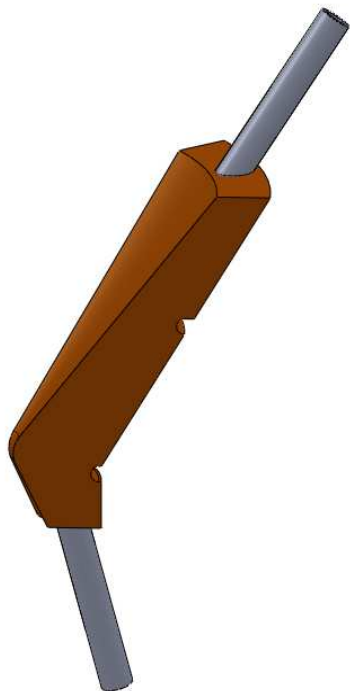


Il sistema di raffreddamento della tazza è stato progettato per avere l'alternanza tra una sezione calda e una fredda. Lo schema non è in realtà veritiero dato che le connessioni non sono effettuate tra due sezioni adiacenti, viene rispettata però l'alternanza tra quella calda e quella fredda: questo perché non è possibile realizzare tali connessioni che risulterebbero troppo vicine.

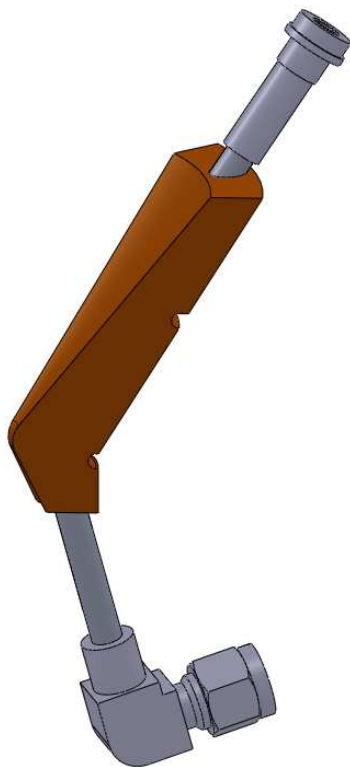
I tubi utilizzati sono in acciaio inox e servono a portare l'acqua di raffreddamento dal collettore di entrata ad una sezione del crogiolo, da una sezione del crogiolo ad un'altra, da

quest'ultima al collettore di uscita.

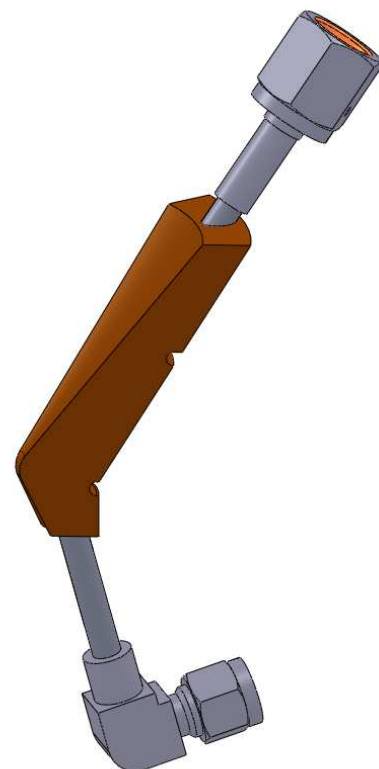
Quindi per cambiare l'impianto di raffreddamento sono stati brasati due raccordi VCR-weld (femmina) alle due estremità di ogni sezione del crogiolo in modo da riuscire a collegare tramite dei tubi flessibili in acciaio le varie sezioni. Contrariamente alla parte superiore, la quale non presenta problemi di spazio tra i dadi di giunzione, quella inferiore necessita di una curvatura di 90°, la quale permette di creare un'area sufficiente per il sistema di assemblaggio.



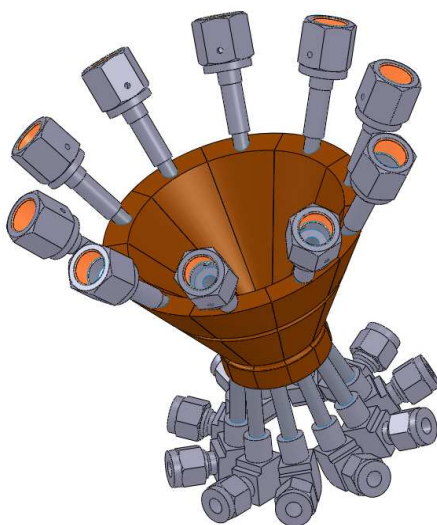
*Illustrazione 2: situazione attuale*



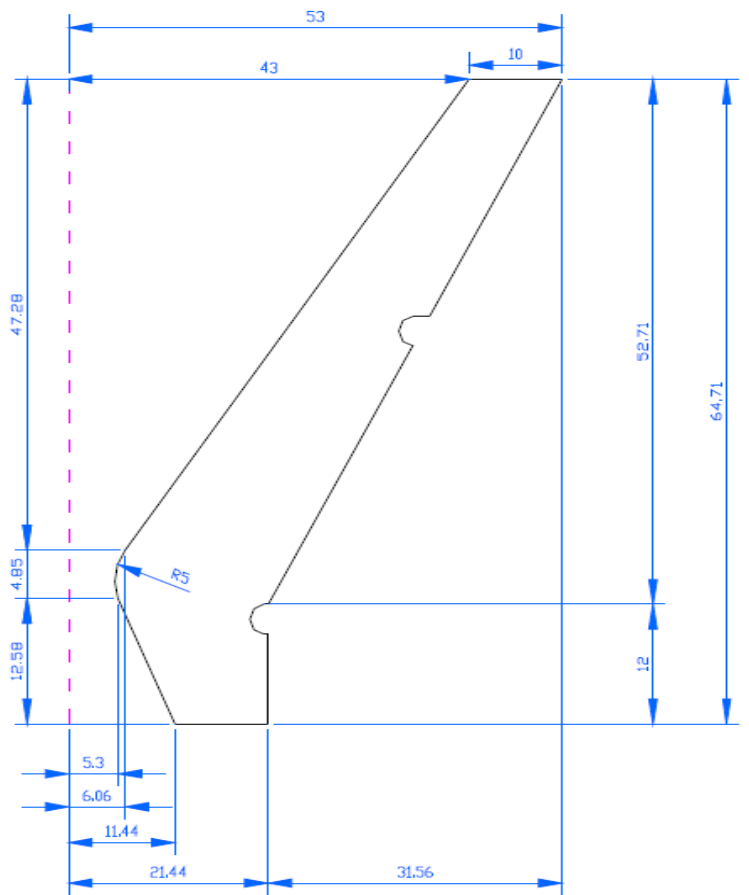
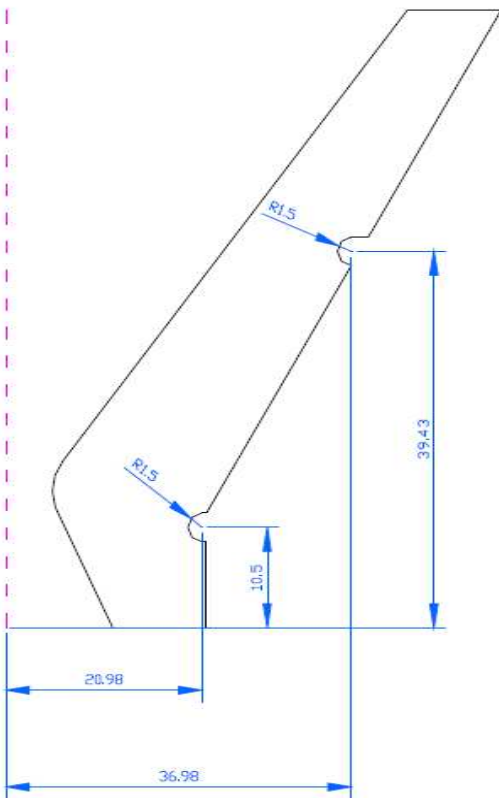
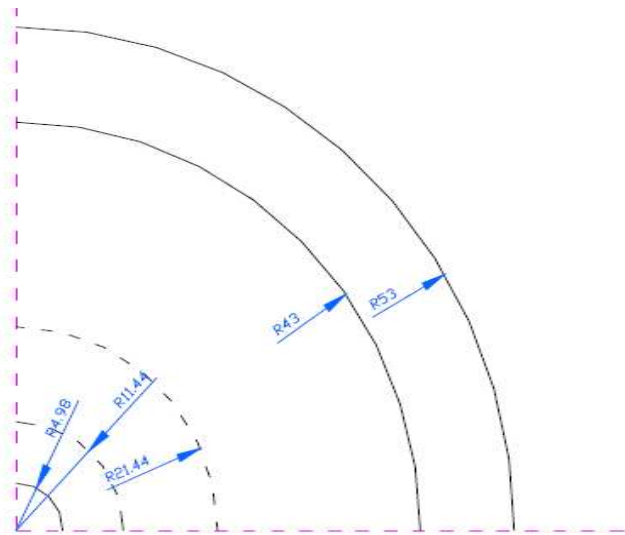
*Illustrazione 4: sezione del crogiolo con raccordo Swagelok VCR*

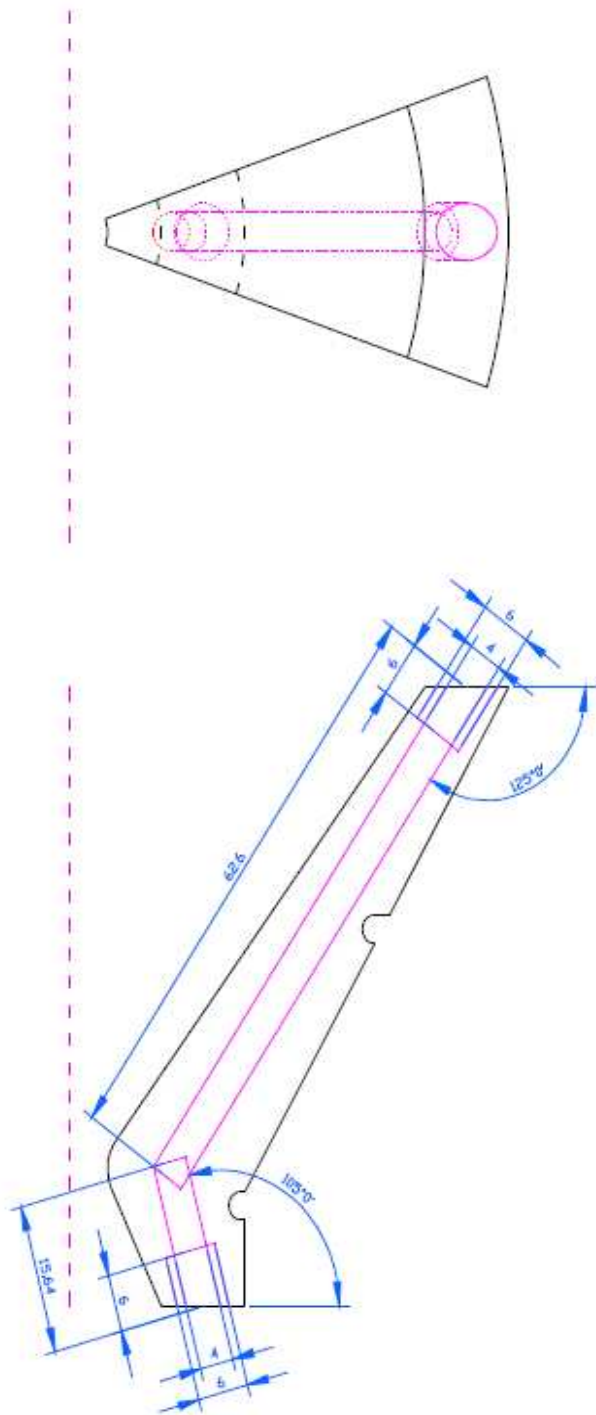


*Illustrazione 5: sezione del crogiolo con raccordo Swagelok VCR e dado di fissaggio*



*Illustrazione 3: crogiolo con raccorderia*





### 3.12 Induttore e alimentatore

Il campo magnetico viene generato alimentando un conduttore cavo con una sezione di 10mm che forma 12 spire avvolte attorno al crogiolo e 2 spire inverse posizionate superiormente per la stabilizzazione. Gli avvolgimenti vengono alimentati da un convertitore di frequenza ATE IFC-30; i convertitori IFC costituiscono una semplice ma efficace soluzione circuitale che utilizza la flessibilità e l'affidabilità di un inverter a IGBT(Insulated Gate Bipolar Transistor) per alimentare sistemi di riscaldamento a media frequenza. Il convertitore MF è formato da:

- Convertitore AC/DC a ponte di Graetz alimentato dalla linea trifase a 400V;
- Inverter DC/AC che alimenta il circuito ad alta frequenza e relativa scheda di comando; è costituito da 4 coppie di IGBT, ciascuna delle quali è connessa ad un terminale PN dell'alimentatore e p n del carico. Mediante l'attivazione di una coppia IGBT si ottiene la configurazione Pp-Nn, mentre attivando l'altra coppia si ottiene la configurazione Pn-Np. L'inverter, variando continuamente le coppie di IGBT attive alla frequenza desiderata, alimenta il carico con una corrente che così è diventata alternata e ad una frequenza controllabile. La frequenza di alimentazione è "agganciata" a quella del circuito risonante per ottimizzare la prestazione del convertitore.

È inoltre presente un circuito RC di soppressione delle sovratensioni ed un'induttanza interna che assieme all'induttanza dell'avvolgimento del crogiolo e al gruppo di condensatori costituisce il circuito risonante.

#### ALIMENTAZIONE APPARATO

|                                     |       |     |
|-------------------------------------|-------|-----|
| Potenza nominale apparente          | 36    | KVA |
| Tensione nominale ( $\pm 10\%$ )    | 3x400 | V   |
| Frequenza ( $\pm 1\%$ )             | 50    | Hz  |
| Corrente nominale                   | 52    | A   |
| Potere d'interruzione               | 70    | kA  |
| Fattore di potenza (a pieno carico) | 0,9   |     |
| SEZIONE M.F.                        |       |     |
| Potenza nominale                    | 30    | kW  |
| Tensione nominale                   | 400   | V   |
| Frequenza nominale M.F.             | 4÷25  | kHz |
| Campo regolazione potenza           | 5÷100 | %   |
| Rendimento conversione              | 0,9   |     |

Tabella 1: dati di targa IFC

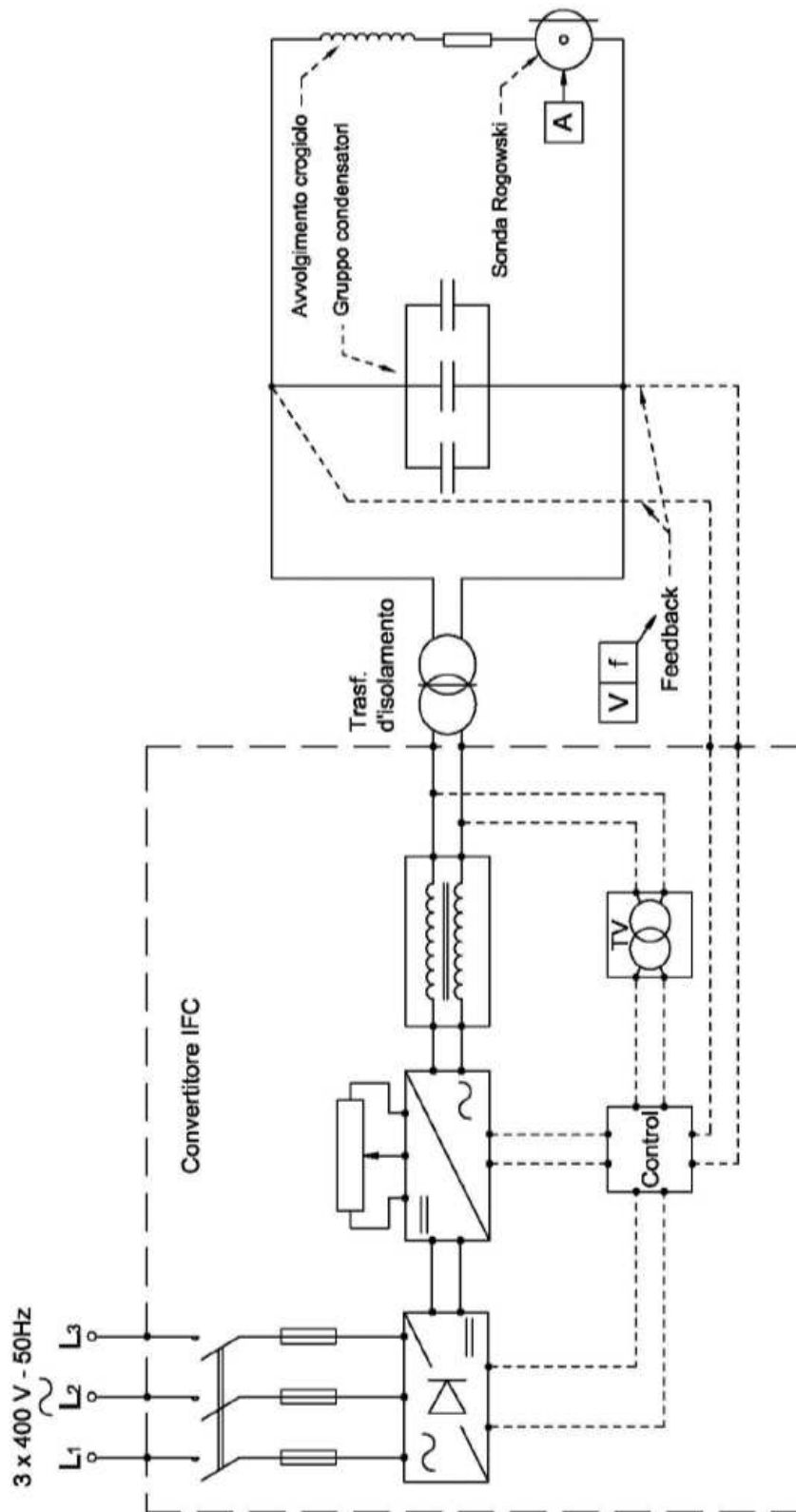
### 3.13 Circuito elettrico

In figura è riportato lo schema elettrico del circuito di alimentazione del crogiolo.

Il circuito risulta semplice in quanto può essere sintetizzato in un circuito RLC alimentato da un generatore di tensione con un'induttanza in serie.



Nella parte sinistra del disegno è raffigurato uno schema a blocchi del convertitore IFC, descritto nel paragrafo precedente, che viene collegato al carico attraverso un trasformatore d'isolamento 1:1. Il carico è un circuito risonante RLC composto dalla resistenza e dall'induttanza del conduttore avvolto attorno al crogiolo, e dal gruppo di condensatori.



Il gruppo di condensatori dev'essere dimensionato a seconda della frequenza di risonanza che si desidera ottenere.

Sul conduttore dell'avvolgimento è anche presente una sonda Rogowski utilizzata per la misura della corrente. Le misure di potenza, tensione e frequenza vengono effettuate direttamente all'interno del convertitore IFC e da un collegamento ai capi del gruppo condensatori che funge da feedback per il controllo della frequenza di risonanza.

### 3.14 Collettore

I collettori realizzati sono 2, tutti con raccordi Swagelok VCR da 6mm.

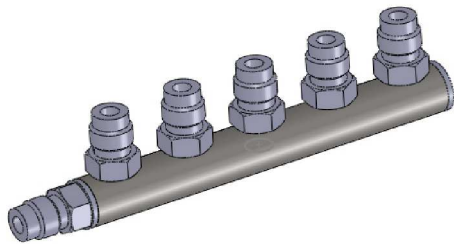
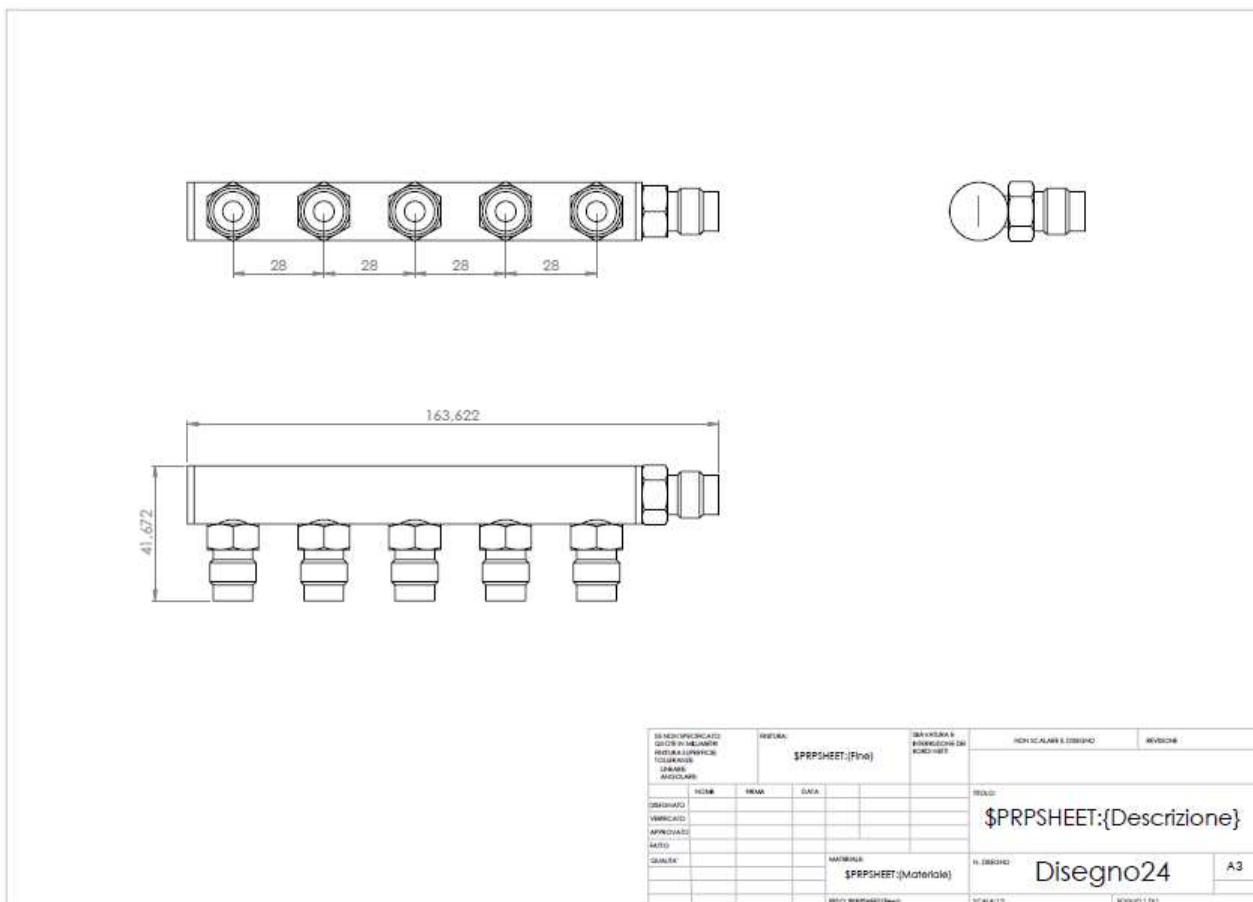


Illustrazione 6: collettore

Disegno 1: quote del collettore



### 3.15 La flangia DN 50

La flangia DN 50 va realizzata in acciaio inox con tubi da 10mm Ø saldo brasati  
 Nel lato interno alla camera la terminazione va realizzata con raccordi VCR Swagelok da 1/4”.

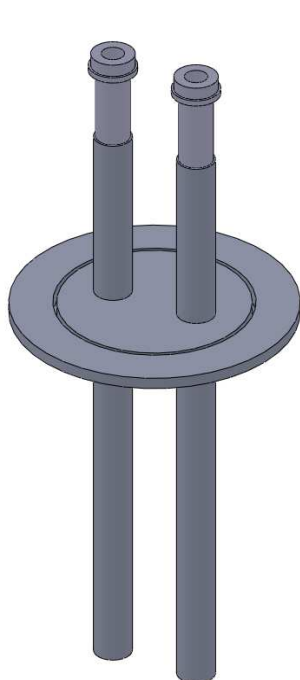


Illustrazione 8: flangia

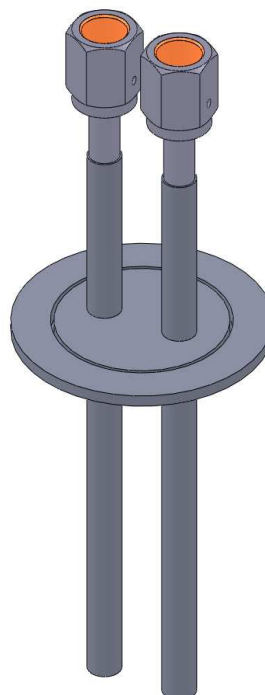
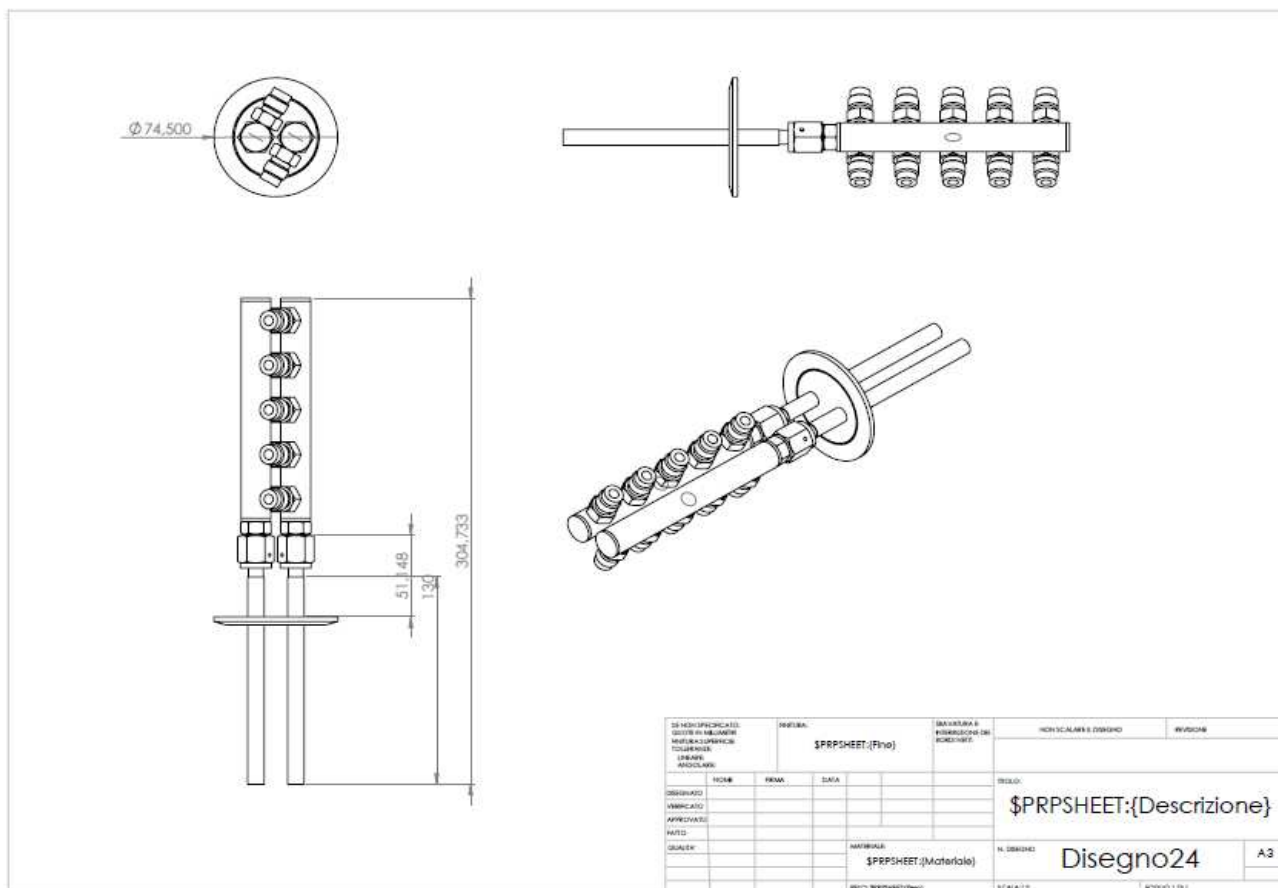
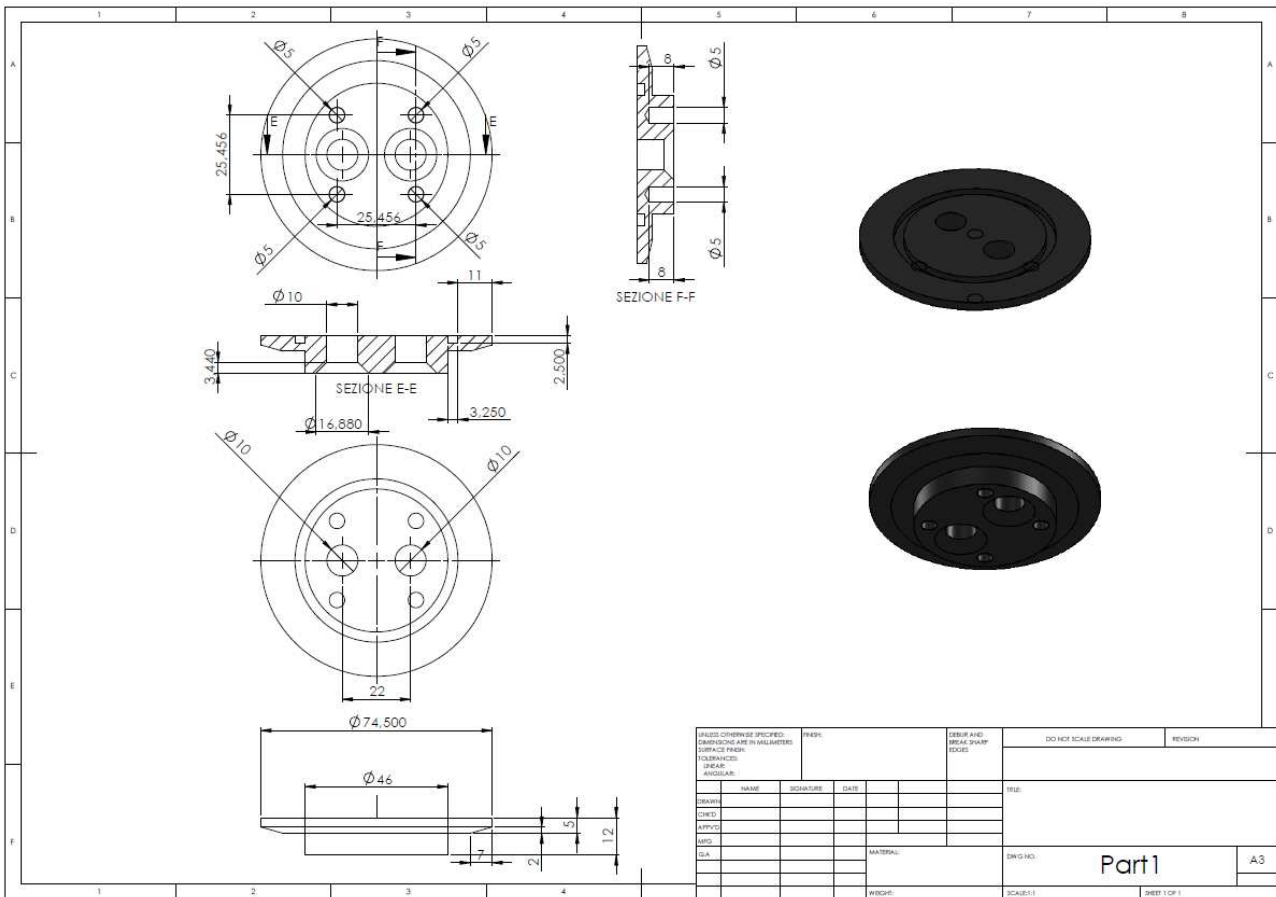
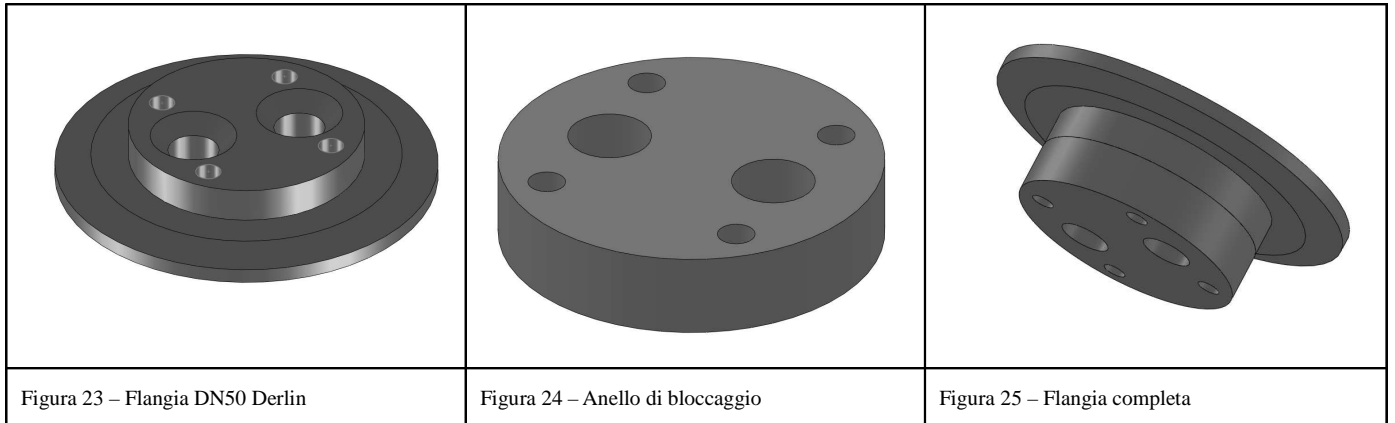


Illustrazione 7: flangia + dadi

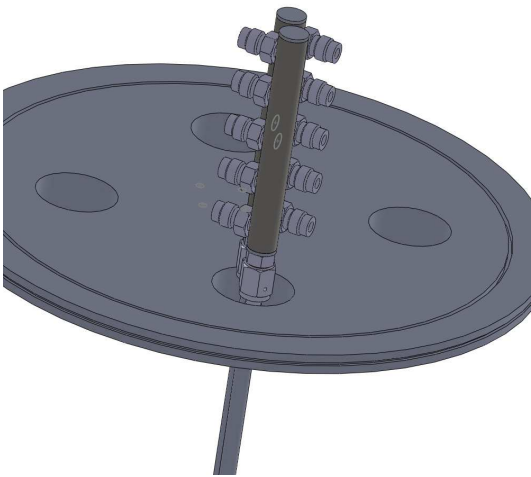


### Passante elettrico DN50

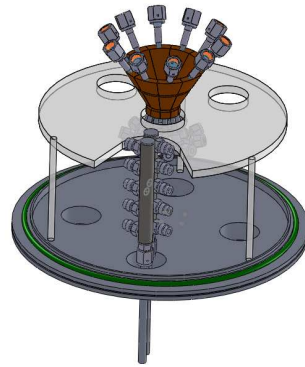
La flangia DN 50 e l'anello di bloccaggio vanno realizzata in materiale plastico Derlin. Di seguito sono riportati i disegni 3D e la tavola con le quote.



Disegno 2: quote passante elettrico



*Illustrazione 10: collettore più fondo camera*



*Illustrazione 9: vista completa*

## 4. PROVE NEL CROGIOLO DAL 30/11/11

### 4.1 30/11/11 Prova della camera.

Il sensore del vuoto utilizzato è stato prestato dal CNR.

Viene utilizzata la pompa a vuoto rotativa EDWARDS.

Andamento della prova:

- dopo circa 10 min il sensore segnala una pressione  $5,5 \cdot 10^{-2}$  mbar;
  - alle 9:57 viene accesa la pompa turbo;
  - alle 10:33 il sensore segnala una pressione di  $1,4 \cdot 10^{-5}$  mbar
  - viene provata la pompa rotativa LEYBOLD;
  - accensione ore 10:49, camera a pressione atmosferica;
  - 10:55 pressione segnata  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar;
  - 11:05 pressione segnata  $3,5 \cdot 10^{-2}$  mbar.

### 4.2 14/12/11

Il nuovo sensore a vuoto è stato installato.

Prova dell'impianto funzionante:

- accensione rotativa ore 15:28;
- 15:44 pressione  $8,7 \cdot 10^{-2}$  mbar;
- 15:50 pressione  $7,5 \cdot 10^{-2}$  mbar;
- 15:53 pressione  $6,9 \cdot 10^{-2}$  mbar;
- 15:58 pressione  $6,4 \cdot 10^{-2}$  mbar;
- 16:00 pressione  $6,2 \cdot 10^{-2}$  mbar. Accensione turbomolecolare;
- 16:04 pressione  $2,6 \cdot 10^{-4}$  mbar;
- 16:07 pressione  $2,2 \cdot 10^{-4}$  mbar;
- 16:17 pressione  $1,9 \cdot 10^{-4}$  mbar;
- 16:17 accensione crogiolo. Pressione rilevata  $2,3 \cdot 10^{-4}$  mbar;

| Frequenza | Corrente | Tensione | Rogowski | Potenza |
|-----------|----------|----------|----------|---------|
| 9195Hz    | 372 A    | 98,60 V  | 7,86 V   | n.a.    |

E' stato notato che all'accensione del crogiolo la pressione si alzava di un fattore  $1 \cdot 10^{-4}$  mbar per poi tornare lentamente a valori prossimi a quelli normali, per poi tornare a valori normali una volta spento il crogiolo. Ad una seconda accensione il fenomeno si è attenuato. E' stato ipotizzato che il fenomeno sia da attribuire al degassamento dell'induttore e per la presenza di umidità o grasso cutaneo accumulatosi durante l'assemblaggio, che quando viene attraversato dalla corrente si scalda e rilascia queste sostanze. Infatti dopo la prima accensione il fenomeno si è attenuato risultando in accordo con le ipotesi fatte.

### Prova senza camera a vuoto

Vengono effettuate due prove a potenza diversa per verificare il sistema di raffreddamento nel nuovo impianto. E' stato verificato che non ci sono sovrariscaldamenti in nessun punto dell'impianto.

| Frequenza | Corrente | Tensione | Rogowski | Potenza |
|-----------|----------|----------|----------|---------|
| 9187 Hz   | 450 A    | 121,73 V | 9,498 V  | 15 kW   |
| 9208 Hz   | 518,6 A  | 141,24 V | 10,970 V | 20 kW   |

### Prova di fusione senza camera a vuoto

Si decide di provare il nuovo impianto senza l'utilizzo della camera a vuoto. Vengono utilizzati 98,9g di alluminio.

| Frequenza | Corrente | Tensione | Rogowski | Potenza |
|-----------|----------|----------|----------|---------|
| 9302 Hz   | 453,8 A  | 122,0 V  | 9,710 V  | 15kW    |
| 9302 Hz   | 550 A    | 141,3 V  | 11,277 V | 20 kW   |

Il materiale levita con stabilità, e raggiunge la fusione in un tempo maggiore rispetto quanto previsto. L'aggiunta dell'impianto di raffreddamento con tubazioni metalliche contribuisce infatti a disperdere il flusso magnetico e quindi l'effetto levitante e quello riscaldante risultano attenuati. Infatti il fuso si è appoggiato al crogiolo e, calando la potenza, si è solidificato in sospensione magnetica.

### 4.3 Prova con titanio del 22/02/2012

Il vuoto viene effettuato con una pompa EDWARDS, ma la turbomolecolare viene tolta per sicurezza. I vetri nuovi sono stati sostituiti con quelli vecchi.

La pressione raggiunta dalla camera è di  $1,6 \cdot 10^{-2}$  mbar.

Peso del titanio: 2 cilindri da 23g ciascuno circa

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 10kW    | 9,174kHz  | 94,7 V   | 7,65 V   |

Dopo pochi secondi uno dei due pezzi di titanio è rosso, l'altro nero, ma nessuno dei due levita.

La potenza viene aumentata, fino a 20kW ma non c'è ancora levitazione. Si interrompe la prova per valutare eventuali danni al crogiolo.

Si nota un ulteriore abbassamento di pressione forse perché il titanio si lega con l'ossigeno presente: il valore misurato è di  $6,8 \cdot 10^{-3}$  mbar.

Il crogiolo non risulta danneggiato. Per quanto riguarda i due pezzi di Ti, si verifica un'adesione tra i due. Anche il loro colore risulta mutato: giallo.

Seconda prova.

Pressione raggiunta:  $1,8 \cdot 10^{-3}$  mbar.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 30kW    | 9,174kHz  | --       | --       |

Si parte da una potenza di 10kW per arrivare ad una potenza di 32kW, senza avere levitazione e nessun movimento dei due pezzi. Come precedentemente, quello più vicino al foro del crogiolo, si scalda per primo, e assume una colorazione rossa in pochi secondi. A seguire, con un minuto di ritardo circa anche il secondo assume la stessa colorazione.

La colorazione si fa subito gialla quasi bianca. Il materiale non fonde. Si interrompe l'esperimento e si fa raffreddare il campione.

Terza prova.

Si cerca di aumentare la frequenza cambiando i condensatori con valori:

|                |              |
|----------------|--------------|
| 1 da 8,5microF | 2 da 3microF |
|----------------|--------------|

Capacità totale: 14,5microF

Pressione raggiunta:  $1,4 \cdot 10^{-3}$  mbar.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 30kW    | 9,174kHz  | --       | --       |



I campioni ancora non levitano nemmeno alzando la potenza fino a 30kW. Si nota dopo 3 min circa la deformazione del campione più vicino al foro del crogiolo. Non si raggiunge la fusione.

Una volta aperta la camera, a prova conclusa, si nota che il colore del provino non è più giallo come al termine della seconda prova, ma presenta la tipica colorazione del titanio.

Il provino presenta una parziale fusione e una cavità che denota l'influenza della spinta del campo elettromagnetico sullo stesso. Non è stato possibile accorgersi del fatto durante l'esperimento dato che è il metallo più vicino al foro che fonde e quindi oscurato dalla parte di metallo sovrastante.

È inoltre presente una polvere nera-blu, sul crogiolo, facilmente removibile che potrebbe essere titanio vaporizzato e condensato.

#### **4.4 Prova fusione del titanio del 24/02/2012**

Il valore dei condensatori è cambiato rispetto l'ultima prova.

Prova 1:

Si riprova la fusione con il campione di titanio fuso dell'ultima volta.

Il vuoto raggiunto è di  $3 \cdot 10^{-2}$  mbar.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 10 kW   | 25383 Hz  | 182,9 V  | 16,49 V  |
| 25 kW   | 25890 Hz  | 198,5 V  | 26,27 V  |

Le prove vengono effettuate aumentando la potenza, raggiungendo alla fine la massima potenza erogabile dal nostro generatore.

Il materiale si scalda subito nel primo minuto tanto più velocemente quanto aumenta la potenza; arriva ad essere di un colore bianco. La levitazione non avviene ancora, ed è presente una parziale fusione nel punto più vicino al foro del crogiolo.



Quando il pezzo è vicino alla fusione la pressione misurata sale fino a  $1,1 \cdot 10^{-1}$  mbar.

Il valore minimo è di  $3,6 \cdot 10^{-3}$  mbar.

Ipotesi: il titanio non riesce a fondere perché viene asportato del calore dal crogiolo. Se non fosse appoggiato con tutta probabilità arriverebbe a fusione.

#### Prova 2

Sono aggiunti altri due pezzi di titanio. Il peso complessivo è di 90,02g

Il vuoto raggiunto è di  $5,4 \cdot 10^{-2}$  mbar.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 25 kW   | 25926 Hz  | 293,9 V  | 25,97 V  |
| 28 kW   | 26051 Hz  | 316 V    | 27,85 V  |

Nessuna levitazione.

### **4.5 05/03/2012**

#### Prima prova

Vengono fusi 120,9g di alluminio puro ricavati da un pane di alluminio 99% della ditta EgyptAlu. La pressione arriva a  $3,6 \cdot 10^{-2}$  mbar e una volta acceso aumenta fino a  $1,3 \cdot 10^{-1}$  mbar.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 10kW    | 9352 Hz   | 93,8 V   | 7,6 V    |
| 20kW    | 9352 Hz   | 140,5 V  | 11,57 V  |

A 10kW il campione si alza e la pressione arriva quasi stabilmente a  $9,6 \cdot 10^{-2}$  mbar. Dopo 7min dall'accensione il campione assume una colorazione rossa e da questo stato sono sufficienti 2min per portare alla fusione il pezzo. Il fuso comincia a colare e poco dopo viene fatto colare nello stampo. A fine colata la pressione è di  $6 \cdot 10^{-2}$  mbar in diminuzione e viene fatto raffreddare il fuso in vuoto, senza spegnere l'alimentazione. Alla pressione di  $5,6 \cdot 10^{-2}$  mbar viene aperta la camera ed estratto il campione.

#### Seconda prova

Peso dell'alluminio 121,8g.

La pressione raggiunge  $4,5 \cdot 10^{-2}$  mbar e viene acceso il crogiolo. Una volta acceso la pressione sale a  $1,2 \cdot 10^{-1}$  mbar in diminuzione.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 20kW    | 9350 Hz   | 140,6 V  | 11,48 V  |

Le modalità e i tempi di fusione sono identici a quelli della prima prova. Una volta fuso, l'alluminio viene mantenuto a 20kW, ma si è costretti a calare la potenza fino a 13kW perché

comincia ad oscillare troppo. Ora però inizia a colare e quindi si abbassa la potenza fino a farlo colare tutto nello stampo. Si nota che quando il fuso viene a contatto con lo stampo schizza leggermente nella camera.

Terza prova

Per la prima volta vengono fusi 75g di Magnesio.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 20kW    | 9316 Hz   | 141,1 V  | 11,4 V   |

Il magnesio levita bene quanto l'alluminio alla stessa potenza. Dopo 5min circa il pezzo comincia a fondere ma si presenta un effetto indesiderato: i vetri della camera si oscurano e viene interrotta la prova. Il magnesio si è depositato in tutta la camera sotto forma di polvere, ed ha formato uno strato di mezzo millimetro nel solo crogiolo. La tazza va quindi in corto circuito.

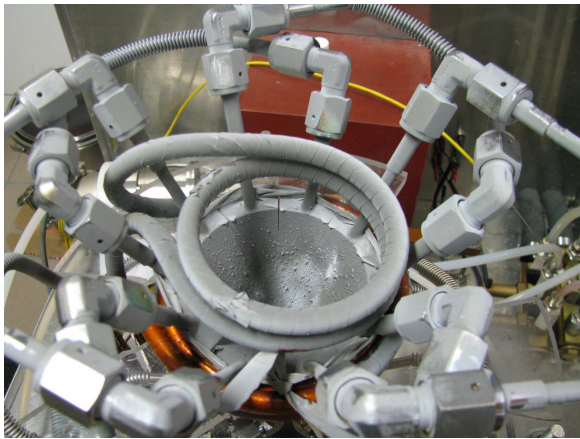


Figura 26: crogiolo dopo la prova con il magnesio

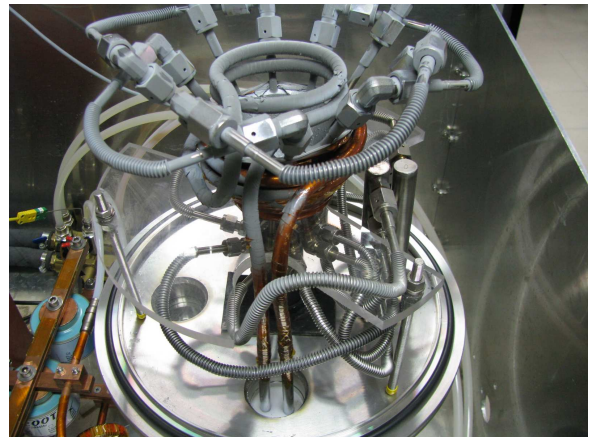


Figura 27: crogiolo dopo la prova con il magnesio

#### 4.6 Prova con alluminio del 12/03/2012

Le prove condotte non prevedono ancora l'utilizzo della pompa turbomolecolare. Il provino pesa 121,94g. Vengono usati 4 condensatori da 21microF per abbassare la frequenza.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 10kW    | 7982Hz    | 87,6 V   | 7,27 V   |
| 15kW    | 7937Hz    | 109,2 V  | 8,77 V   |

Il livello di pressione è di  $4,0 \cdot 10^{-2}$ mbar, ed una volta acceso il crogiolo aumenta fino  $9,1 \cdot 10^{-2}$ mbar per poi scendere fino a  $8 \cdot 10^{-2}$ mbar circa. Il pezzo di alluminio inserito ha evidentemente degasato il liquido di raffreddamento depositato in superficie.

A 10kW il fuso inizia a levitare e viene lasciato in questa configurazione fino a quando assume un colore rosso. Viene quindi alzata la potenza fino a 15kW e mantenuta. In questa configurazione il fuso aumenta di temperatura e si origina un evidente formazione di skull superficiale che si forma dalla sommità del fuso e viene portato sotto di esso. Il problema è che

delle porzioni di fluido tendono a separarsi sempre dalla stessa parte e quindi tendono poi a colare.

Abbassata la potenza a 9 kW e perso almeno metà materiale, il fuso si stabilizza, e mostra un evidente calo di temperatura e quindi un calo dell'attività di formazione dello skull, che quasi si arresta. Provando a ridurre la potenza a 8kW il fuso inizia a colare, per poi stabilizzarsi definitivamente a 9kW.

#### Considerazioni personali

L'instabilità del fuso potrebbe essere dovuta ad una non uniforme distribuzione dei settori del crogiolo, e questo spiegherebbe il perché avvenga da una sola parte la perdita di fluido. Si potrebbe inoltre provare a frequenza più bassa, dato che si nota un range più ampio di potenza in cui c'è la stabilità.

### 4.7 14/03/2012

#### PRIMA PROVA (Disponibile il video)

Vengono fusi 120,8g di alluminio. Viene abbassata la frequenza con l'utilizzo di 5 condensatori da 21microF ed effettuati 2 lavaggi della camera con argon.

A  $4 \cdot 10^{-2}$  mbar viene attivato il crogiolo fino ad una potenza di 15kW. Una volta fuso la potenza viene alzata prima a 19kW e subito dopo a 20kW. Il campione è però instabile e cola in parte nello stampo. A 15kW sembra stabile e viene fatto entrare argon da una pressione di partenza di  $5,3 \cdot 10^{-2}$  mbar a una pressione non vera di 7,8mbar (questo valore è perché il sensore a vuoto non è tarato per lavorare in argon).

Viene abbassata la potenza fino a 12kW e osservato il fuso: questo al contatto con il gas si raffredda e si appoggia al crogiolo pian piano. Perde completamente colore, ma cola nello stampo poco dopo.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 15kW    | 7030Hz    | 100,9 V  | 7,96 V   |
| 19kW    | 7000Hz    | 115,6 V  | 9,02 V   |
| 20kW    | 7006Hz    | 115,6 V  | 9,02 V   |

Nello stampo è ottenuto il campione, mentre nel crogiolo rimane dell'ossido che è stato fotografato.

#### SECONDA PROVA (Disponibile il video)

Nella seconda prova si usano 4 condensatori da 21microF e 121,8g di alluminio. Sono effettuati due lavaggi con l'argon. Una volta portato a fusione a 15kW il fuso viene stabilizzato a 11kW. È interessante osservare l'andamento della pressione acceso il crogiolo: da  $2,7 \cdot 10^{-2}$  mbar si alza rapidamente per poi bloccarsi a  $6,8 \cdot 10^{-2}$  mbar, valore per il quale poi cala.

A  $3,1 \cdot 10^{-2}$  mbar viene spenta la pompa e fatto entrare il gas. La potenza viene diminuita una volta osservata la diminuzione di temperatura del fuso che sembra appoggiato al crogiolo. Con variazioni molto piccole la potenza viene portata fino a 4kW, dove si conferma che il materiale è ormai solidificato.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 15kW    | 7970Hz    | 109,3 V  | 8,84 V   |
| 20kW    | 7951Hz    | 126,6 V  | 10,01 V  |
| 11kW    | 7927Hz    | 90 V     | 7,33 V   |

Nello stampo è colato del materiale ma la maggior parte è stato raffreddato nel crogiolo.

## 5. ANALISI PROVINI

### Cavità presenti nei campioni: buona o cattiva cosa?

La solubilità del gas come l'idrogeno nell'alluminio è funzione della temperatura, e quest'ultima è approssimata con il logaritmo. Per estrarre l'idrogeno dalla struttura cristallina si cola l'alluminio in vuoto in modo che l'idrogeno si aggregi. Il modo di aggregarsi del gas è equivalente a quello della solidificazione del metallo, e quindi devono essere presenti delle eterogenità.

Il nome della prova è RPT (reduce pressure test) e si effettua ad una pressione di 200mbar. In questo modo si favorisce l'espansione e nucleazione del gas.

Una volta ottenuto il campione, si taglia e si osserva, verificando i buchi che ci sono in esso. Si confrontano poi i campioni con delle tabelle e si sceglie l'equivalente della figura in tabella. In base alla figura scelta si riesce a risalire alla quantità di idrogeno disciolta nel campione.

C'è da dire inoltre che nei pezzi grandi l'idrogeno ha tutto il tempo di nucleare ed aggregarsi, mentre nei pezzi piccoli il fenomeno è rallentato.

Quando il gas si forma, e la solidificazione procede, la bolla formata schiaccia le pareti circostanti, che si ossidano. Con il termine ossidazione facciamo uso di un abuso di notazione, dato che intendiamo con ossido in questo caso una qualsiasi reazione tra l'alluminio e il gas disciolto nel reticolo cristallino che ha una composizione ignota. L'unica cosa che si sa di certo è che questo gas è in maggioranza idrogeno, ma sul rimanente non si può dire altro.

Stando alle ipotesi precedenti, a parità di idrogeno disciolto, due campioni dovrebbero essere uguali a prescindere dalle condizioni di solidificazione.

Supponendo che l'ossido principale sia  $Al_2O_3$ , se osserviamo la dimensione delle particelle di ossido nel fuso, ci si accorge che esse hanno dimensione millimetrica, micrometrica, ma non si può vedere la dimensione nanometrica. Questa dimensione influisce sul numero di punti di nucleazione del gas disciolto, e quindi due campioni, a parità di gas, se vengono solidificati il primo normalmente, il secondo agitando il bagno in modo che l'ossido si rimescoli, saranno completamente diversi. Il secondo presenterà più bolle rispetto al secondo. È quindi verificata una mancanza di equazioni che tengano conto di questo fenomeno per il calcolo della quantità di gas disciolto nel materiale.

In conclusione le cavità presenti nei campioni analizzati sono una buona cosa, dato che indicano un'estrazione del gas dalla struttura cristallografica. Le bolle che si formano tendono a scappare verso l'alto e verso il centro, punto più caldo che si solidifica per ultimo. Aumentando il tempo di gorgoglio del fuso in vuoto, e aumentando il grado di vuoto si potrebbe migliorare la qualità del materiale, limitando quindi la formazione della pellicola di ossido e facendo uscire tutto il gas dalla struttura.

### L'ossido

La formazione di ossido nell'alluminio fuso è istantanea. Non è però opportuno parlare di un film di ossido, ma di uno strato. Esso è formato a causa dei moti del liquido che si richiudono in superficie e formano delle appendici che escono dal fuso e ricadono sulla superficie formando uno spesso strato.

### 5.1 05/03/2012 Prova 1

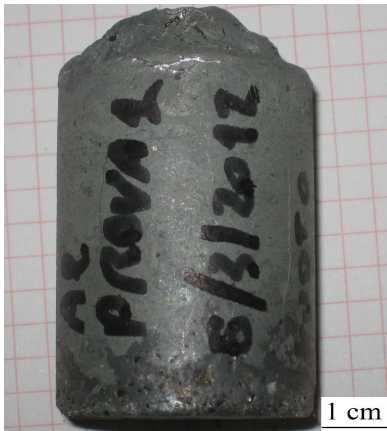


Figura 28: provino intero

|                                   |                          |
|-----------------------------------|--------------------------|
| <b>Quantità Al puro</b>           | 120,9g                   |
| <b>Condensatori usati</b>         |                          |
| <b>Press. accensione crogiolo</b> | $3,6 \cdot 10^{-2}$ mbar |

A 10kW il campione si alza e la pressione arriva quasi stabilmente a  $9,6 \cdot 10^{-2}$  mbar. Dopo 7min dall'accensione il campione assume una colorazione rossa e da questo stato sono sufficienti 2min per portare alla fusione il pezzo. Il fuso comincia a colare e poco dopo viene fatto colare nello stampo. A fine colata la pressione è di  $6 \cdot 10^{-2}$  mbar in diminuzione e viene fatto raffreddare il fuso in vuoto, senza spegnere l'alimentazione. Alla pressione di  $5,6 \cdot 10^{-2}$  mbar viene aperta la camera ed estratto il campione.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 10kW    | 9352 Hz   | 93,8 V   | 7,6 V    |
| 20kW    | 9352 Hz   | 140,5 V  | 11,57 V  |

#### Troncatrice


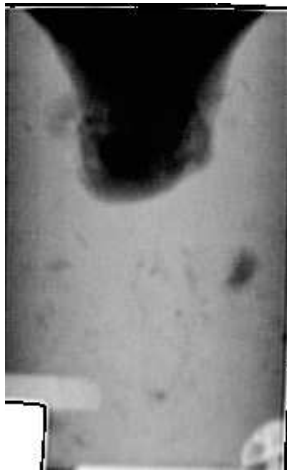


I provini sono stati fotografati, e poi ne è stata tagliata una fetta di 5mm di spessore circa mediante la troncatrice. La metà inutilizzata è stata scannerizzata.

#### Analisi dopo Macroattacco chimico



La fetta da analizzare è stata passata con la lucidatrice con la carta 180. Il campione è poi immerso nella resina e lasciato rapprendere per circa un'ora e mezza circa. Il provino viene passato con la lucidatrice mediante le carte 180, 600, 1200.

| <b>Radiografia</b>   |  |
|--|--|
| Radiografia  | Negativo   |
|   |  |
| <b>Dettagli radiografia:</b> non presenti  |  |
| <p>Dalle foto dei campioni ai raggi x si può notare come siano presenti molti difetti, che coincidono con i punti più chiari. Ciò che bisogna tener in considerazione è che se ho due difetti che sono in successione uno dietro all'altro, la figura che risulterà sarà molto chiara in quel punto, enfatizzando la natura del difetto.</p> |  |

## 5.2 05/03/2012 Prova 2



**Quantità Al puro**

121,8g

**Condensatori usati**

**Press. accensione crogiolo**

$4,5 \cdot 10^{-2}$  mbar

Una volta acceso la pressione sale a  $1,2 \cdot 10^{-1}$  mbar in diminuzione. Le modalità e i tempi di fusione sono identici a quelli della prima prova. Una volta fuso, l'alluminio viene mantenuto a 20kW, ma si è costretti a calare la potenza fino a 13kW perché comincia ad oscillare troppo. Ora però inizia a colare e quindi si abbassa la potenza fino a farlo colare tutto nello stampo. Si nota che quando il fuso viene a contatto con lo stampo schizza leggermente nella camera.

**Potenza**

20kW

**Frequenza**

9350 Hz

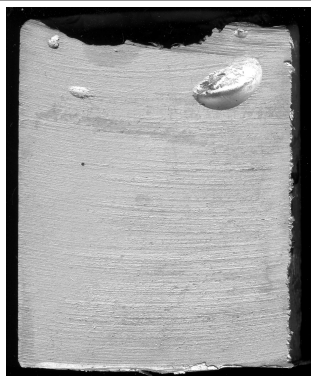
**Tensione**

140,6 V

**Rogowski**

11,48 V

**Troncatrice**



I provini sono stati fotografati, e poi ne è stata tagliata una fetta di 5mm di spessore circa mediante la troncatrice. La metà inutilizzata è stata scannerizzata.

**Analisi dopo Macroattacco chimico**



La fetta da analizzare è stata passata con la lucidatrice con la carta 180. Il campione è poi immerso nella resina e lasciato rapprendere per circa un'ora e mezza circa. Il provino viene passato con la lucidatrice mediante le carte 180, 600, 1200.

Composizione soluzione macroattacco:

- 10ml HF;
- 15ml HCl;
- 90ml H<sub>2</sub>O;

Inserire per 20sec nel bagno, e poi nell'HNO<sub>3</sub>.



## Radiografia

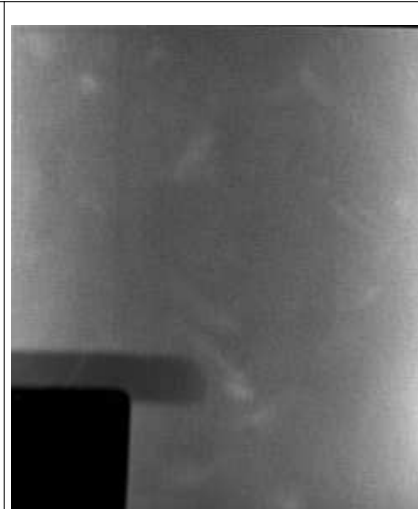
Radiografia



Negativo

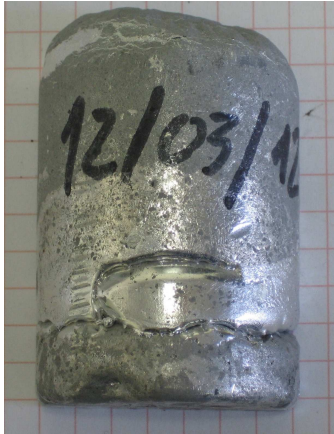


## Dettagli radiografia



Dalle foto dei campioni ai raggi x si può notare come siano presenti molti difetti, che coincidono con i punti più chiari. Ciò che bisogna tener in considerazione è che se ho due difetti che sono in successione uno dietro all'altro, la figura che risulterà sarà molto chiara in quel punto, enfatizzando la natura del difetto.

### 5.3 12/03/2012 Prova 1

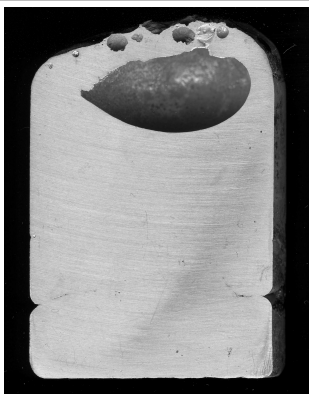


|                                   |                           |
|-----------------------------------|---------------------------|
| <b>Quantità Al puro</b>           | 121,94g                   |
| <b>Condensatori usati</b>         | 4 da 21microF             |
| <b>Press. accensione crogiolo</b> | 4,0*10 <sup>-2</sup> mbar |

A 10kW il fuso inizia a levitare e viene lasciato in questa configurazione fino a quando assume un colore rosso. Viene quindi alzata la potenza fino a 15kW e mantenuta. In questa configurazione il fuso aumenta di temperatura e si origina un evidente formazione di skull superficiale che si forma dalla sommità del fuso e viene portato sotto di esso. Il problema è che delle porzioni di fluido tendono a separarsi sempre dalla stessa parte e quindi tendono poi a colare. Abbassata la potenza a 9 kW e perso almeno metà materiale, il fuso si stabilizza, e mostra un evidente calo di temperatura e quindi un calo dell'attività di formazione dello skull, che quasi si arresta. Provando a ridurre la potenza a 8kW il fuso inizia a colare, per poi stabilizzarsi definitivamente a 9kW.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 10kW    | 7982Hz    | 87,6 V   | 7,27 V   |
| 15kW    | 7937Hz    | 109,2 V  | 8,77 V   |

#### Troncatrice

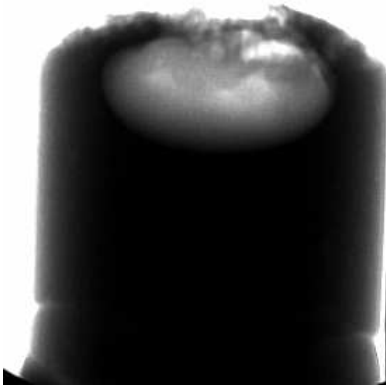
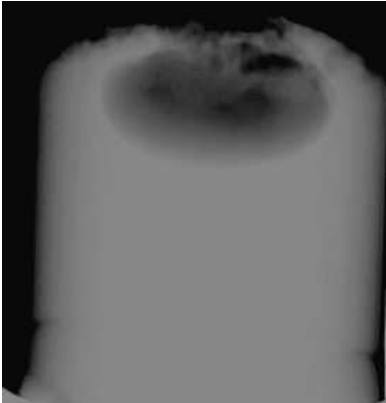





I provini sono stati fotografati, e poi ne è stata tagliata una fetta di 5mm di spessore circa mediante la troncatrice. La metà inutilizzata è stata scannerizzata.

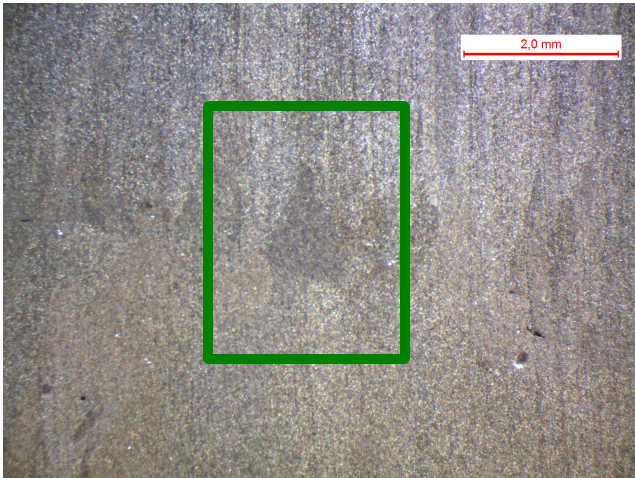
#### Analisi dopo Macroattacco chimico



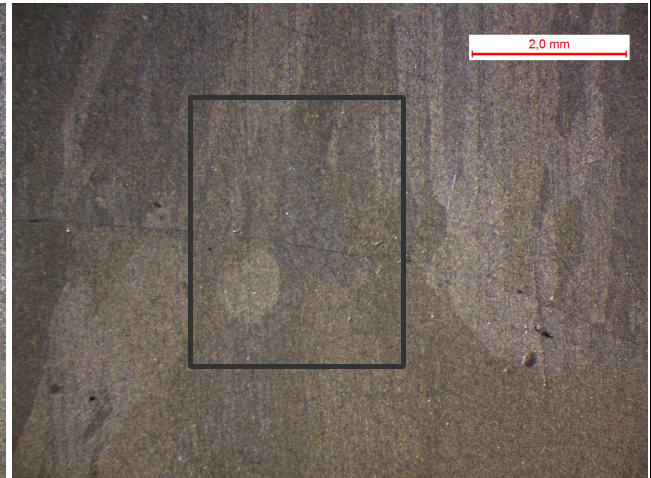
La fetta da analizzare è stata passata con la lucidatrice con la carta 180. Il campione è poi immerso nella resina e lasciato rapprendere per circa un'ora e mezza circa. Il provino viene passato con la lucidatrice mediante le carte 180, 600, 1200.

| <b>Radiografia</b>   |  |  |
|--|--|--|
| <b>Radiografia</b>   | <b>Negativo</b>  |  |
|   |  |  |
| <b>Dettagli radiografia</b>  |  |  |
|    |  |  |
| <p>Dalle foto dei campioni ai raggi x si può notare come siano presenti molti difetti, che coincidono con i punti più chiari. Ciò che bisogna tener in considerazione è che se ho due difetti che sono in successione uno dietro all'altro, la figura che risulterà sarà molto chiara in quel punto, enfatizzando la natura del difetto.</p> |  |  |

### Analisi dopo Macroattacco chimico



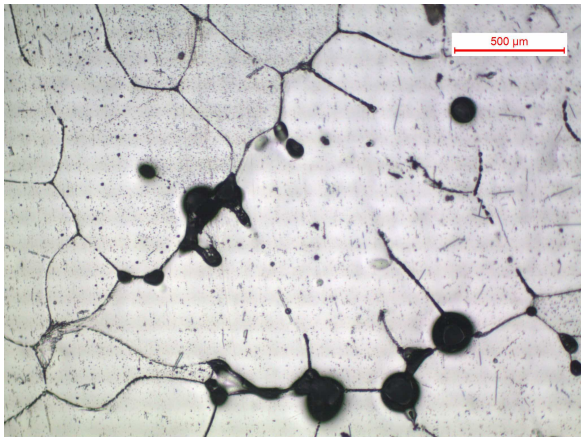
*Macro 1: grano a pera, centrale*



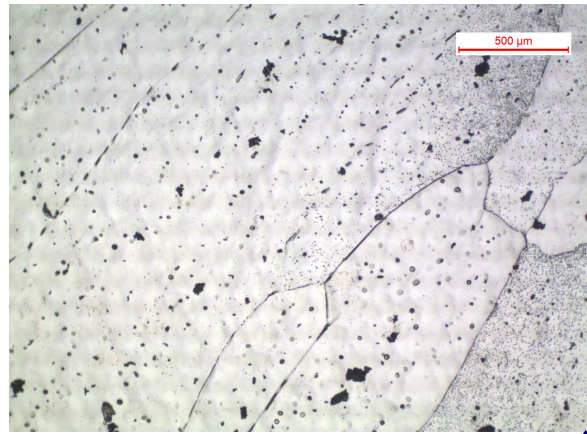
*Macro 2: è evidenziata la discontinuità nell'ossido*

#### Commenti

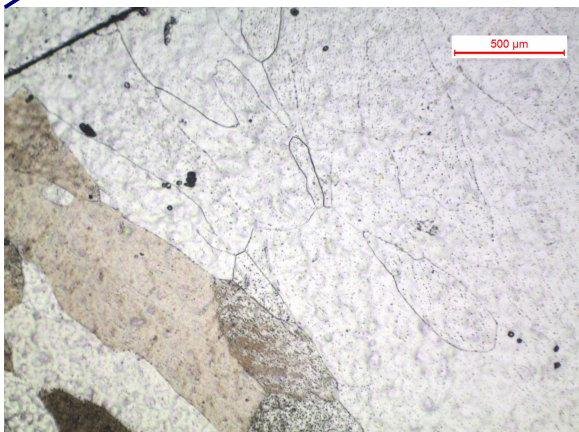
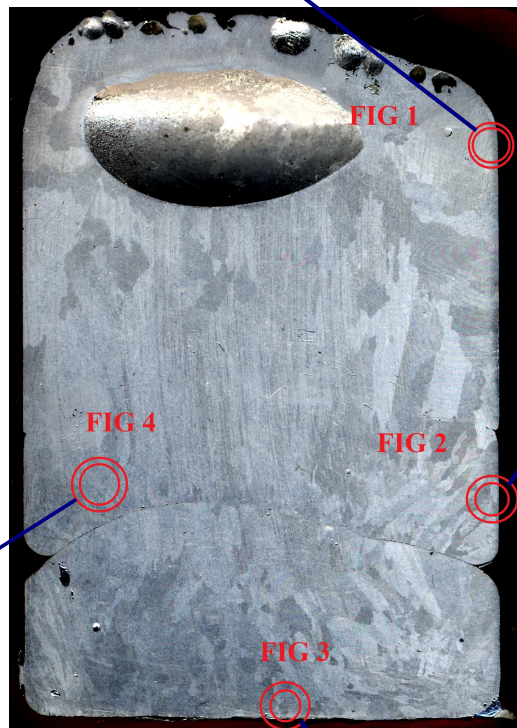
Dallo strato di ossido nuclea un grano con un'orientazione cristallografica identica a quello precedente.



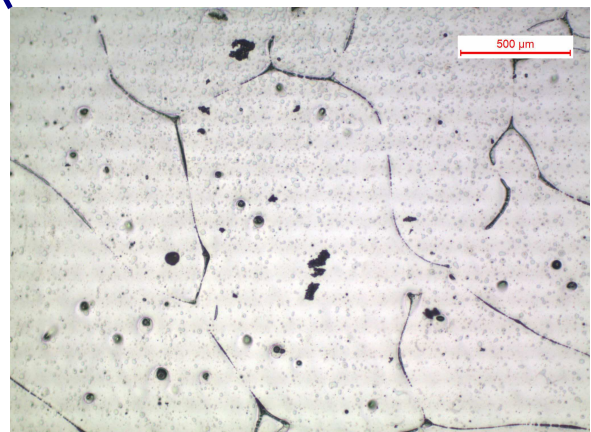
*Microscopio 2: Fig 1*



*Microscopio 1: Fig 2*

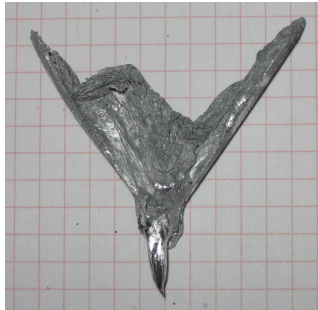


*Microscopio 3: Fig 4*



*Microscopio 4: Fig 3*

## 5.4 14/03/2012 Prova 1



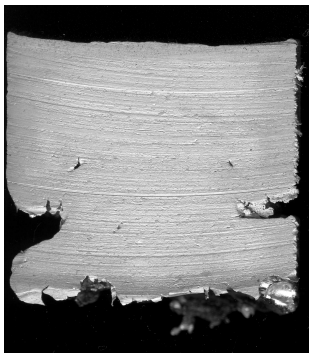
|                                   |                        |
|-----------------------------------|------------------------|
| <b>Quantità Al puro</b>           | 120,8g                 |
| <b>Condensatori usati</b>         | 5 da 21microF          |
| <b>Press. accensione crogiolo</b> | $4 \cdot 10^{-2}$ mbar |

A  $4 \cdot 10^{-2}$  mbar viene attivato il crogiolo fino ad una potenza di 15kW. Una volta fuso la potenza viene alzata prima a 19kW e subito dopo a 20kW. Il campione è però instabile e cola in parte nello stampo. A 15kW sembra stabile e viene fatto entrare argon da una pressione di partenza di  $5,3 \cdot 10^{-2}$  mbar a una pressione non vera di 7,8mbar (questo valore è perché il sensore a vuoto non è tarato per lavorare in argon).

Viene abbassata la potenza fino a 12kW e osservato il fuso: questo al contatto con il gas si raffredda e si appoggia al crogiolo pian piano. Perde completamente colore, ma cola nello stampo poco dopo. Nello stampo è ottenuto il campione, mentre nel crogiolo rimane dell'ossido

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 15kW    | 7030Hz    | 100,9 V  | 7,96 V   |
| 19kW    | 7000Hz    | 115,6 V  | 9,02 V   |
| 20kW    | 7006Hz    | 115,6 V  | 9,02 V   |

### Troncatrice


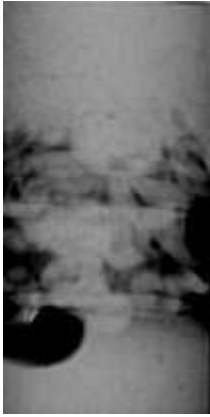



I provini sono stati fotografati, e poi ne è stata tagliata una fetta di 5mm di spessore circa mediante la troncatrice. La metà inutilizzata è stata scannerizzata.

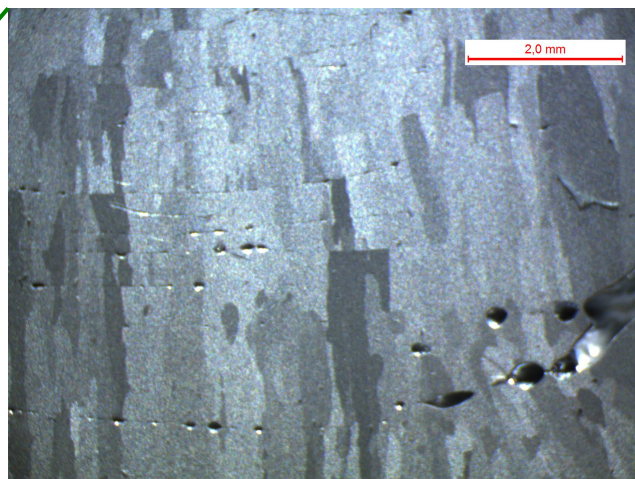
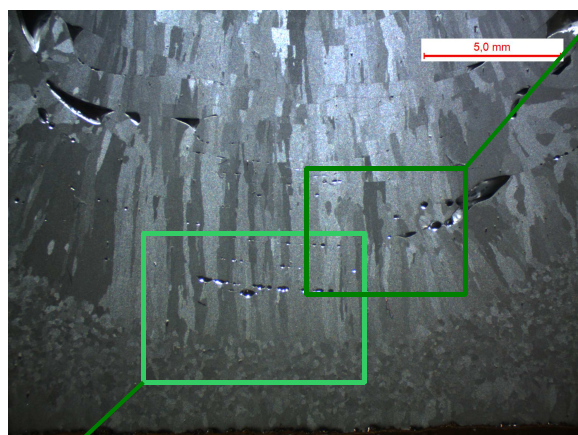
### Analisi dopo Macroattacco chimico



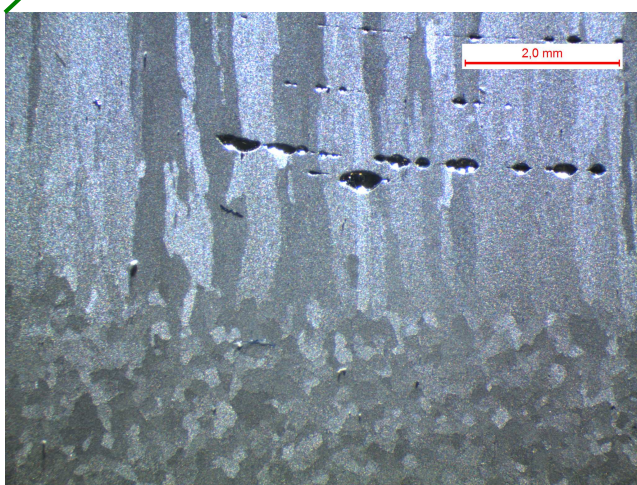
La fetta da analizzare è stata passata con la lucidatrice con la carta 180. Il campione è poi immerso nella resina e lasciato rapprendere per circa un'ora e mezza circa. Il provino viene passato con la lucidatrice mediante le carte 180, 600, 1200.

| <b>Radiografia</b>   |   |  |
|--|---|--|
| <b>Radiografia</b>   | <b>Negativo</b>   |  |
|   |  |  |
| <b>Dettagli radiografia</b>  |   |  |
|    |   |  |
| <p>Dalle foto dei campioni ai raggi x si può notare come siano presenti molti difetti, che coincidono con i punti più chiari. Ciò che bisogna tener in considerazione è che se ho due difetti che sono in successione uno dietro all'altro, la figura che risulterà sarà molto chiara in quel punto, enfatizzando la natura del difetto.</p> |   |  |

## Analisi dopo Macroattacco chimico



*Macro 3: ingrandimento zona rossa tratteggiata*

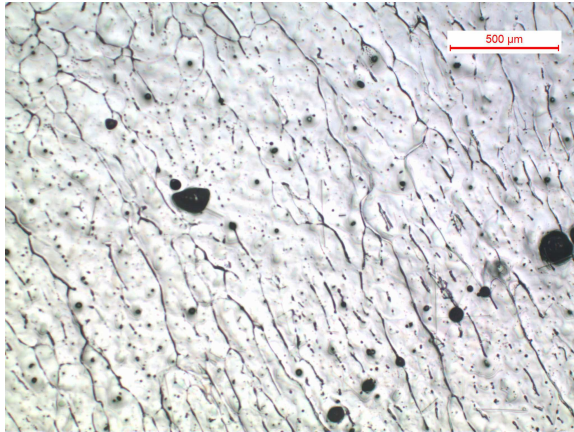


*Macro 4: ingrandimento zona gialla*

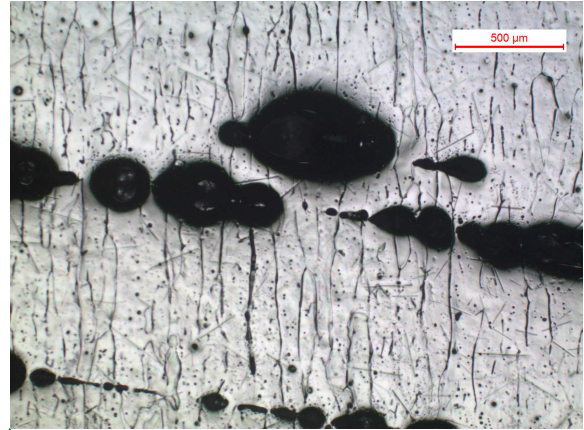
### Commenti

Si nota la zona in basso, a grana fine, e poi la zona colonnare che si sviluppa verso al centro.  
Come si nota dagli ingrandimenti successivi, ad un certo punto da un grano fine che nuclea, parte la solidificazione di un grano che diventa appunto colonnare. La cosa interessante è che nonostante le fratture di ossido, il grano nel riquadro, non arresta la sua crescita, ma ricomincia a crescere proprio dallo strato di ossido con la stessa direzione ed orientazione.

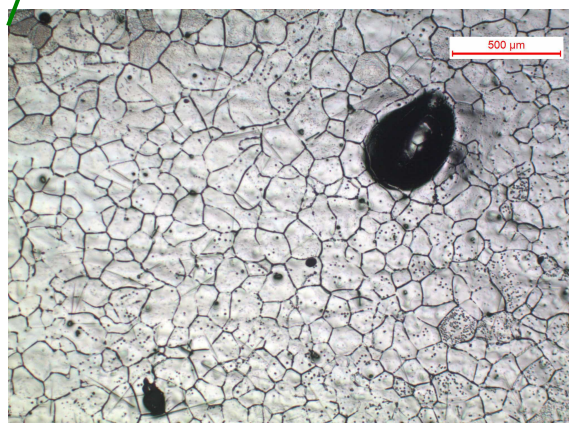
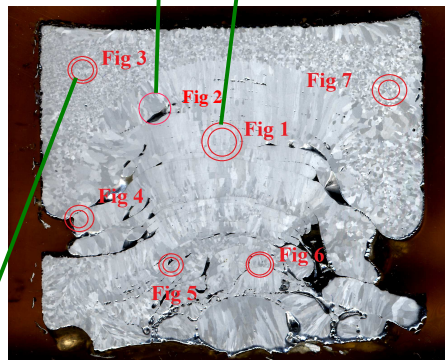




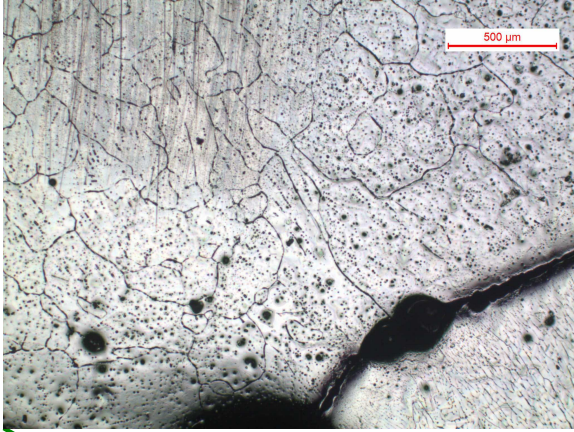
*Microscopio 5: Fig 2*



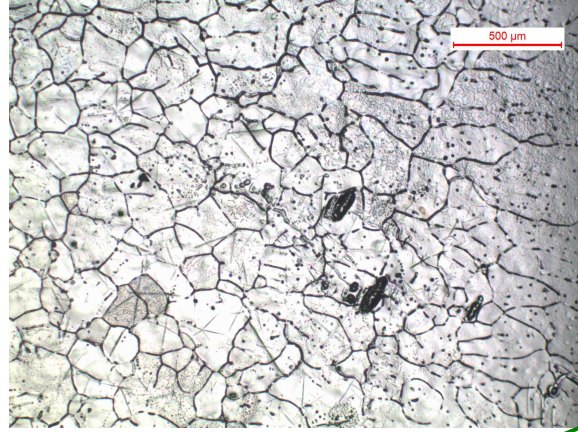
*Microscopio 6: Fig 1*



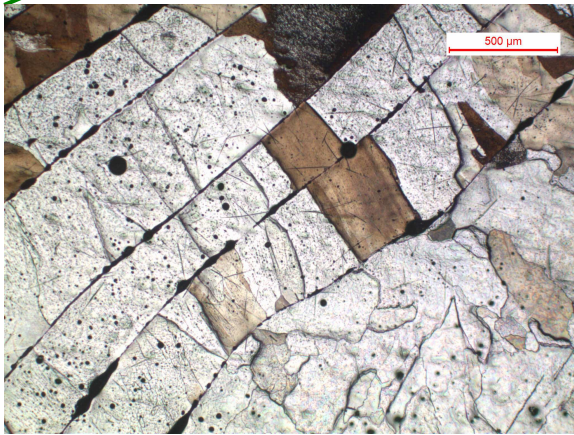
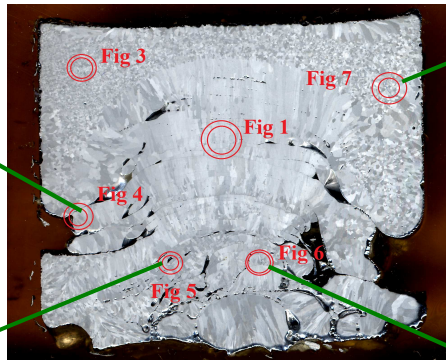
*Microscopio 7: Fig 3*



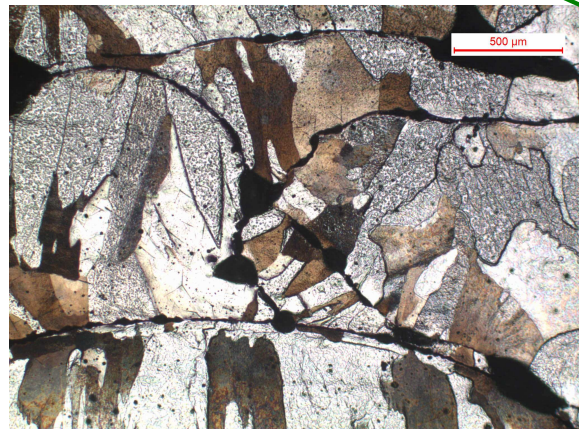
*Microscopio 9: Fig 4*



*Microscopio 8: Fig 7*



*Microscopio 10: Fig 5*



*Microscopio 11: Fig 6*

**5.5 14/12/2011**



|                                   |                |
|-----------------------------------|----------------|
| <b>Quantità Al puro</b>           | 98,9g          |
| <b>Condensatori usati</b>         |                |
| <b>Press. accensione crogiolo</b> | P. Atmosferica |

Il materiale levita con stabilità, e raggiunge la fusione in un tempo maggiore rispetto quanto previsto. L'aggiunta dell'impianto di raffreddamento con tubazioni metalliche contribuisce infatti a disperdere il flusso magnetico e quindi l'effetto levitante e quello riscaldante risultano attenuati. Infatti il fuso si è appoggiato al crogiolo e, calando la potenza, si è solidificato in sospensione magnetica.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 15kW    | 9,302 Hz  | 122,0 V  | 9,710 V  |
| 20 kW   | 9,302 Hz  | 141,3 V  | 11,277 V |

**Troncatrice**

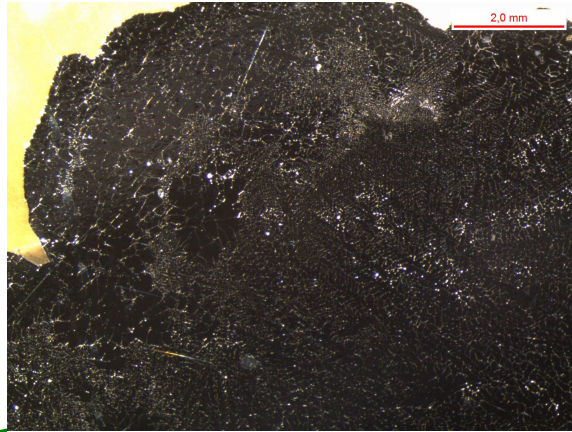
I provini sono stati fotografati, e poi ne è stata tagliata una fetta di 5mm di spessore circa mediante la troncatrice. La metà inutilizzata è stata scannerizzata.

**Analisi dopo Macroattacco chimico**

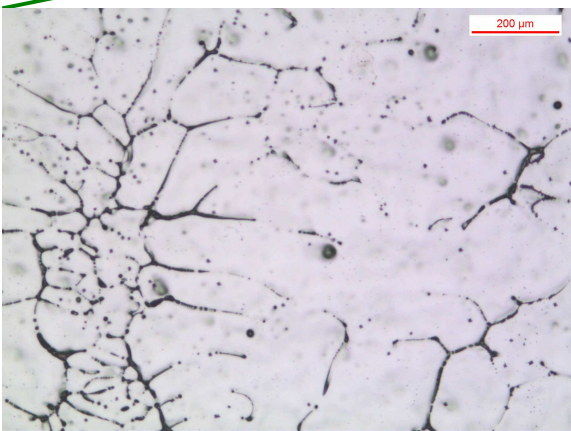


La fetta da analizzare è stata passata con la lucidatrice con la carta 180. Il campione è poi immerso nella resina e lasciato rapprendere per circa un'ora e mezza circa. Il provino viene passato con la lucidatrice mediante le carte 180, 600, 1200.

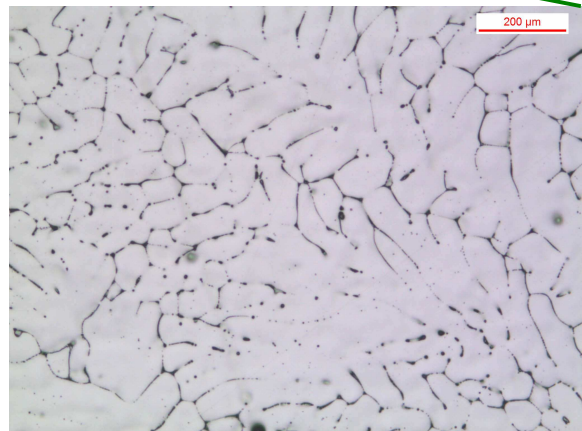
## Micrografia



*Figura 29: Zona 1*



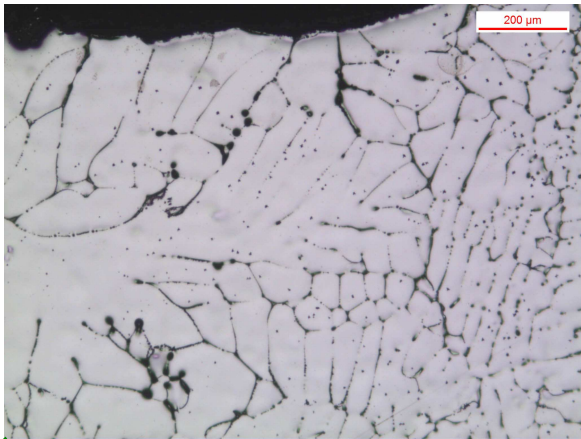
*Microscopio 13: zona 1*



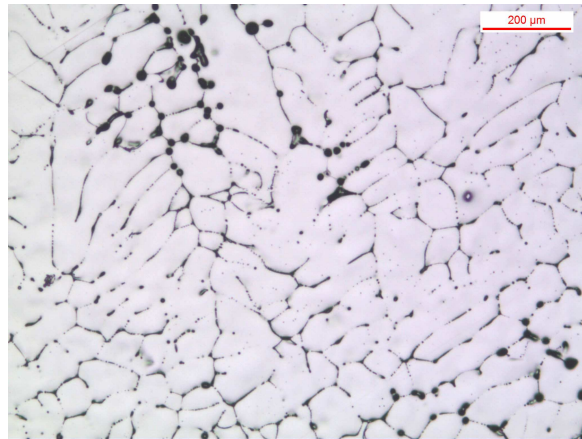
*Microscopio 12: zona 1-1*

## Analisi micrografie

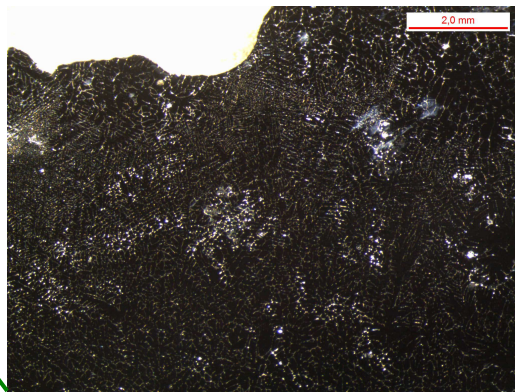
Dalla micrografia -Microscopio 12-, si possono notare i bracci dendritici. Le dendriti vengono evidenziate solo se tra i bracci avviene la formazione di altre fasi di composizione diversa. In questo caso è stato ipotizzato che la fase in questione sia  $Al_3Fe$ , che può inoltre precipitare nei bordi grano, rendendo difficile l'identificazione delle dendriti.



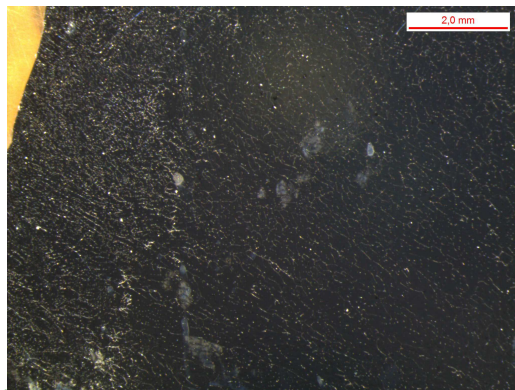
*Microscopio 14: zona 2*



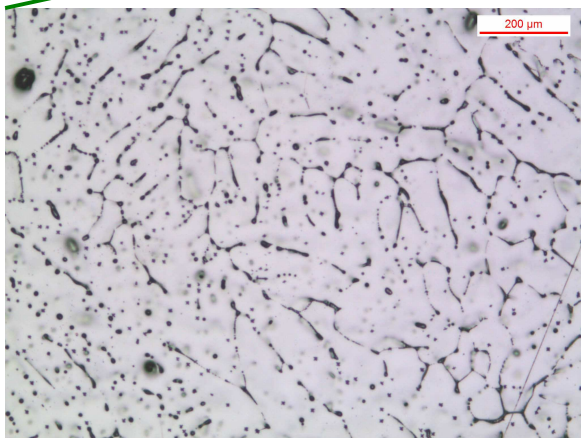
*Microscopio 15: zona 2-2*



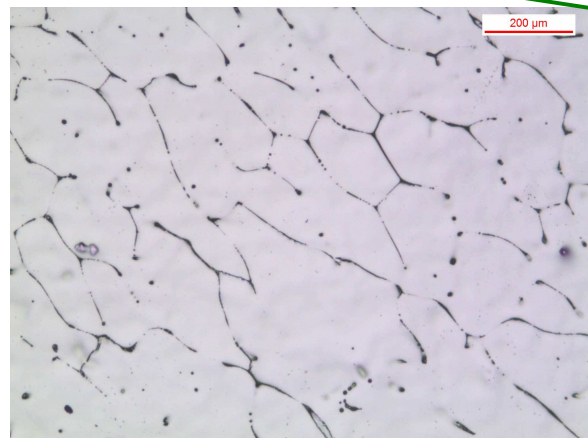
*Figura 30: zona 2*



*Figura 31: zona 3*

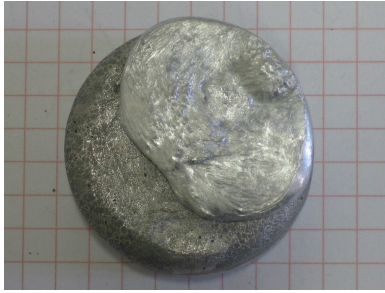


*Microscopio 17: zona 3*



*Microscopio 16: zona 3-3*

## 5.6 14/03/2012 Prova 2



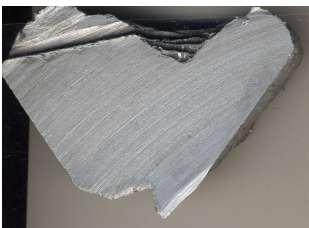
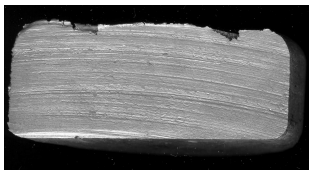
|                                   |                          |
|-----------------------------------|--------------------------|
| <b>Quantità Al puro</b>           | 121,8g                   |
| <b>Condensatori usati</b>         | 4 da 21microF            |
| <b>Press. accensione crogiolo</b> | $2,7 \cdot 10^{-2}$ mbar |

Sono effettuati due lavaggi con l'argon. Una volta portato a fusione a 15kW il fuso viene stabilizzato a 11kW. È interessante osservare l'andamento della pressione acceso il crogiolo: da  $2,7 \cdot 10^{-2}$  mbar si alza rapidamente per poi bloccarsi a  $6,8 \cdot 10^{-2}$  mbar, valore per il quale poi cala.

A  $3,1 \cdot 10^{-2}$  mbar viene spenta la pompa e fatto entrare il gas. La potenza viene diminuita una volta osservata la diminuzione di temperatura del fuso che sembra appoggiato al crogiolo. Con variazioni molto piccole la potenza viene portata fino a 4kW, dove si conferma che il materiale è ormai solidificato. Nello stampo è colato del materiale ma la maggior parte è stato raffreddato nel crogiolo.

| Potenza | Frequenza | Tensione | Rogowski |
|---------|-----------|----------|----------|
| 15kW    | 7970Hz    | 109,3 V  | 8,84 V   |
| 20kW    | 7951Hz    | 126,6 V  | 10,01 V  |
| 11kW    | 7927Hz    | 90 V     | 7,33 V   |

### Troncatrice



I provini sono stati fotografati, e poi ne è stata tagliata una fetta di 5mm di spessore circa mediante la troncatrice. La metà inutilizzata è stata scannerizzata.

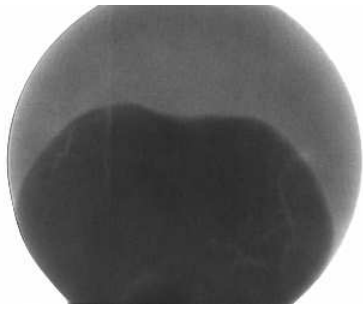
### Analisi dopo Macroattacco chimico



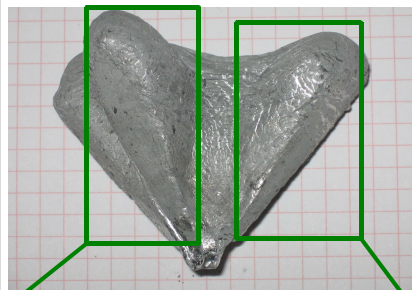
La fetta da analizzare è stata passata con la lucidatrice con la carta 180. Il campione è poi immerso nella resina e lasciato rapprendere per circa un'ora e mezza circa. Il provino viene passato con la lucidatrice mediante le carte 180, 600, 1200.

## Radiografia

Radiografia

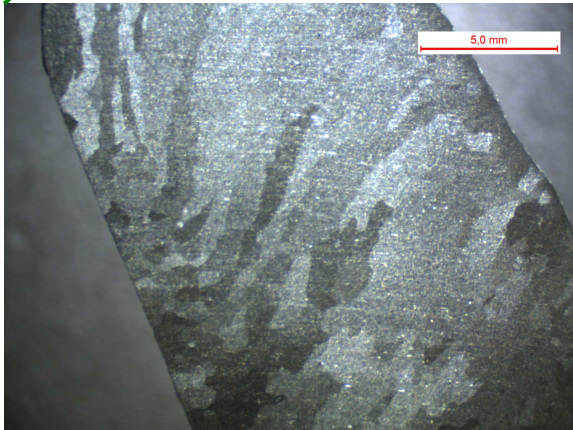


## Dettagli radiografia

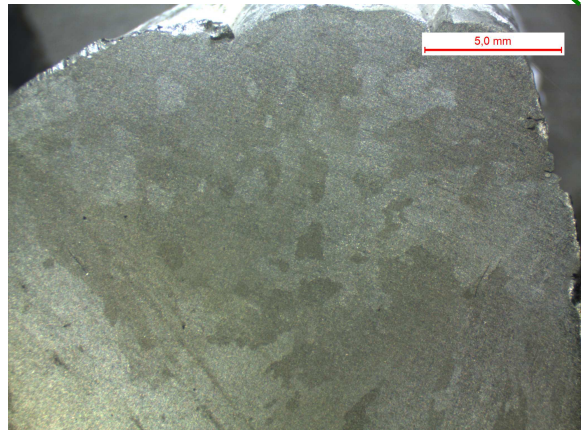


Dalle foto dei campioni ai raggi x si può notare come siano presenti molti difetti, che coincidono con con i punti più chiari. Ciò che bisogna tener in considerazione è che se ho due difetti che sono in successione uno dietro all'altro, la figura che risulterà sarà molto chiara in quel punto, enfatizzando la natura del difetto.

## Analisi macro



*Macro 5:*



*Macro 6:*

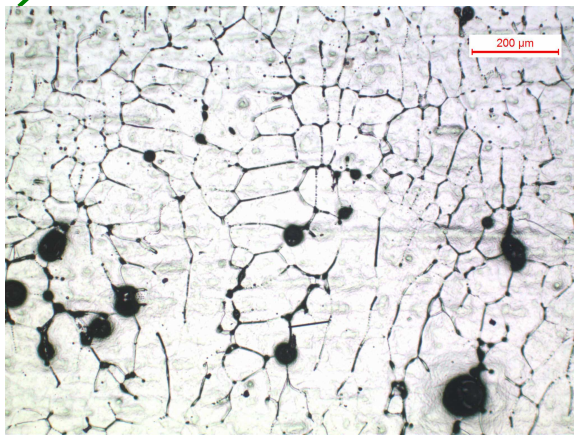
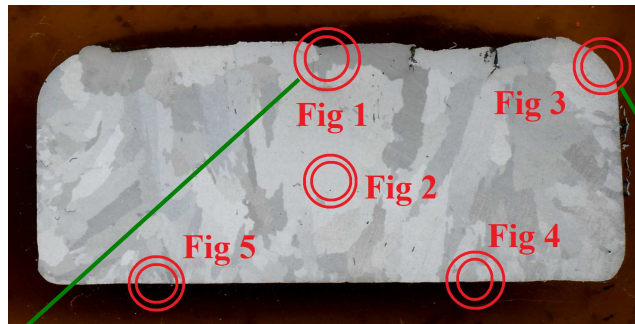
## Commenti

Dalla macro 5 si può notare che dalla zona in contatto con il crogiolo (zona fredda) comincia la nucleazione e si sviluppano grani colonnari che arrivano quasi fino al bordo opposto. Da questo bordo, che non tocca il crogiolo, partono comunque dei grani, ma la loro crescita viene bloccata da quelli sviluppati dalla parte in contatto.

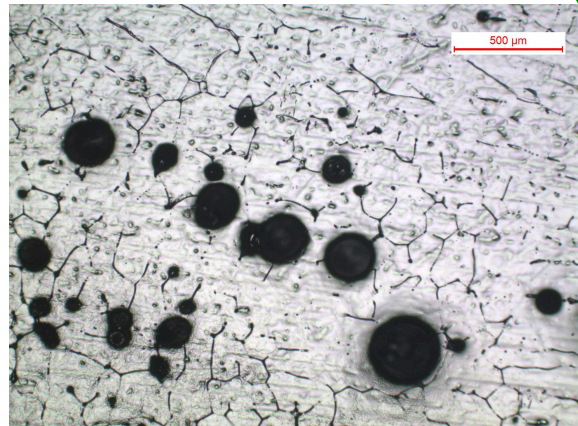
La macro 6 presenta la zona equiassica, cioè l'ultima zona a solidificare, che è anche la più grande; in questa zona sono presenti sicuramente impurità.



Micrografia

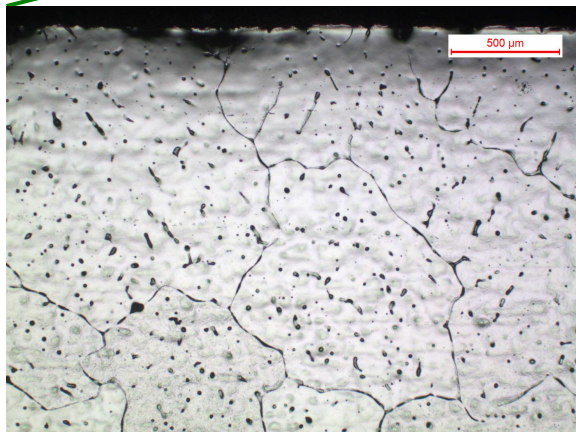
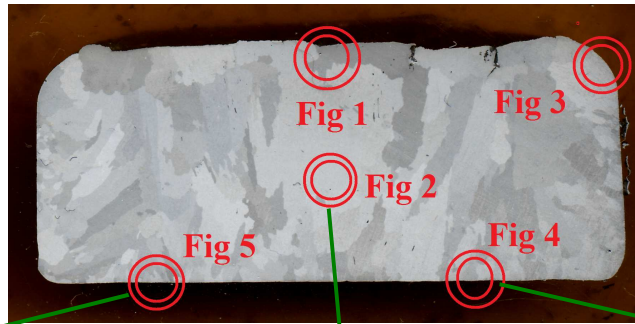


*Microscopio 18: Fig 1*

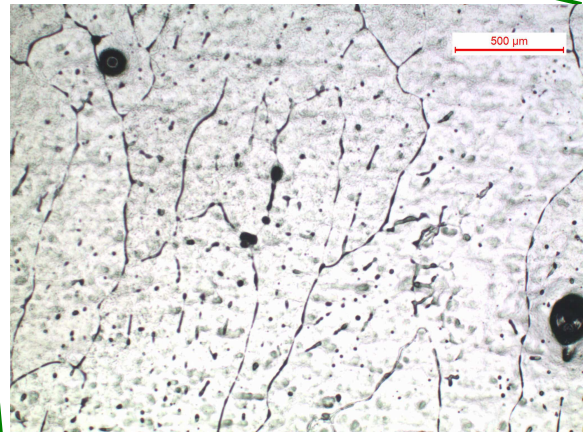


*Microscopio 19: Fig 3*

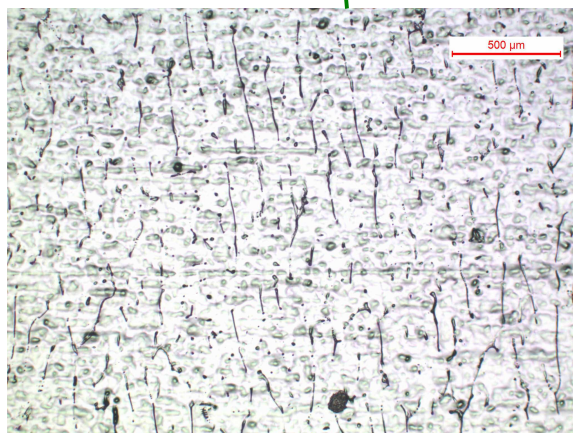
Micrografia



*Microscopio 21: Fig 5*



*Microscopio 20: Fig 4*

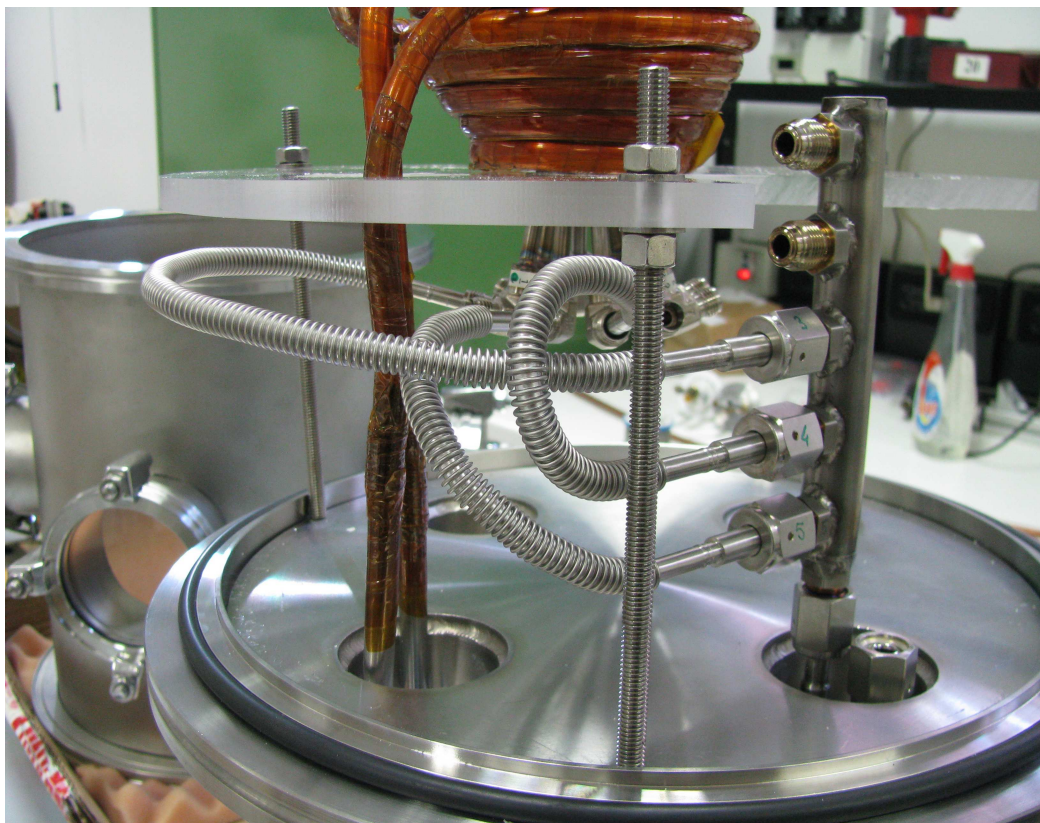
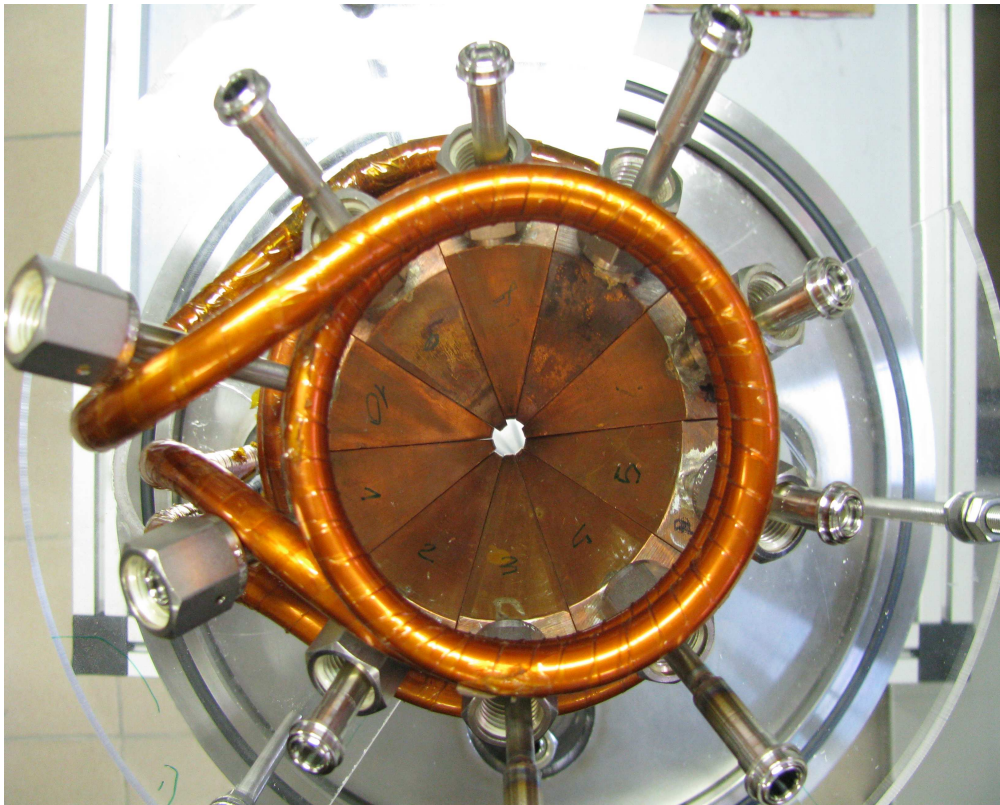


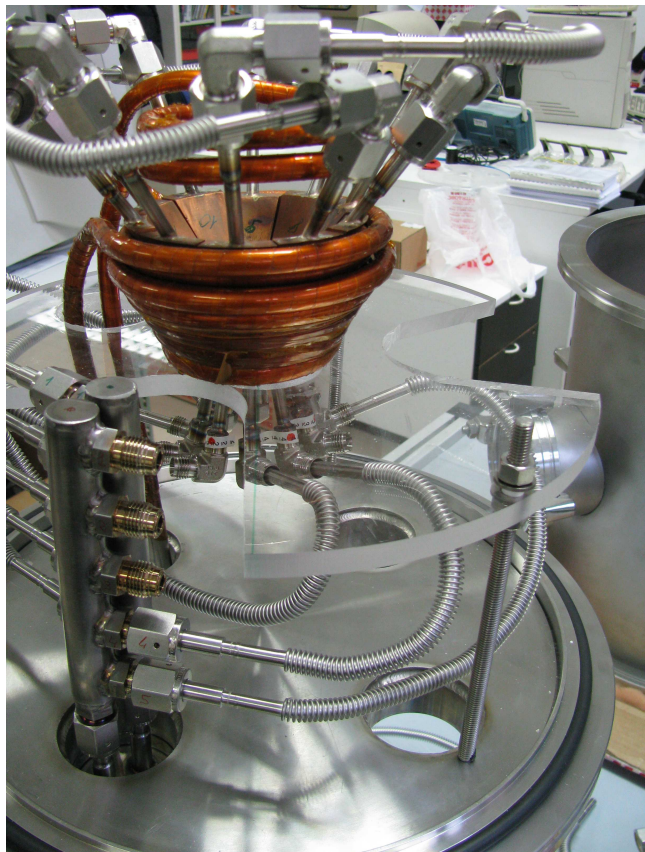
*Microscopio 22: Fig 2*

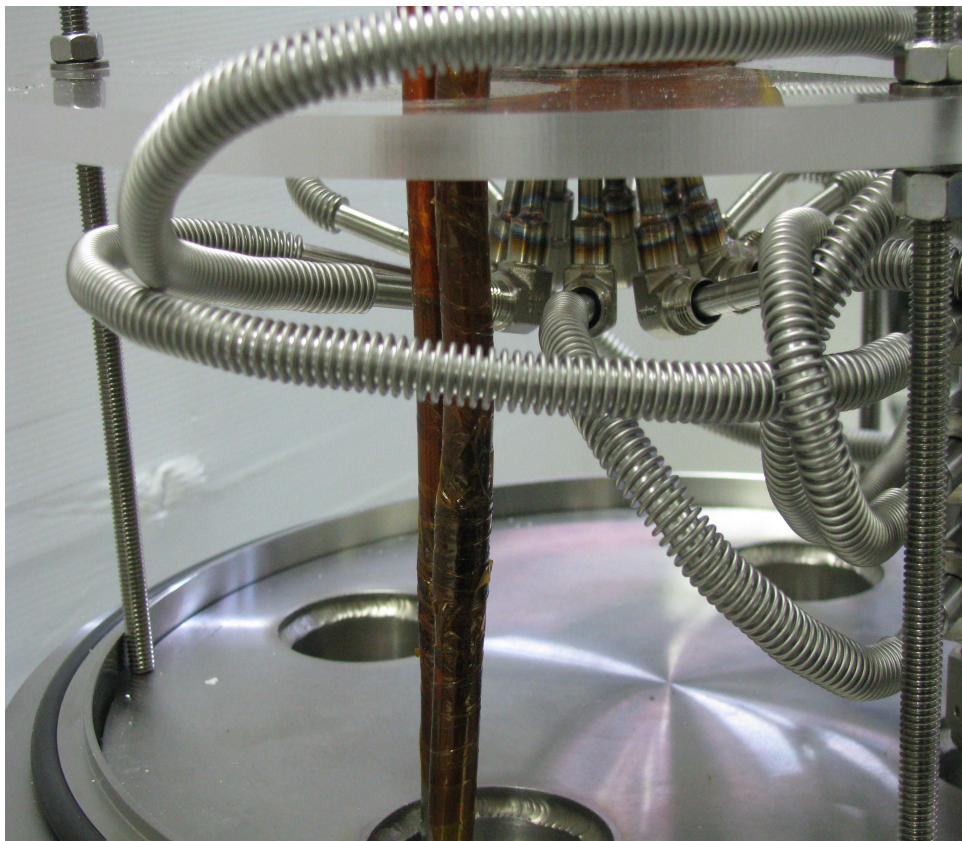
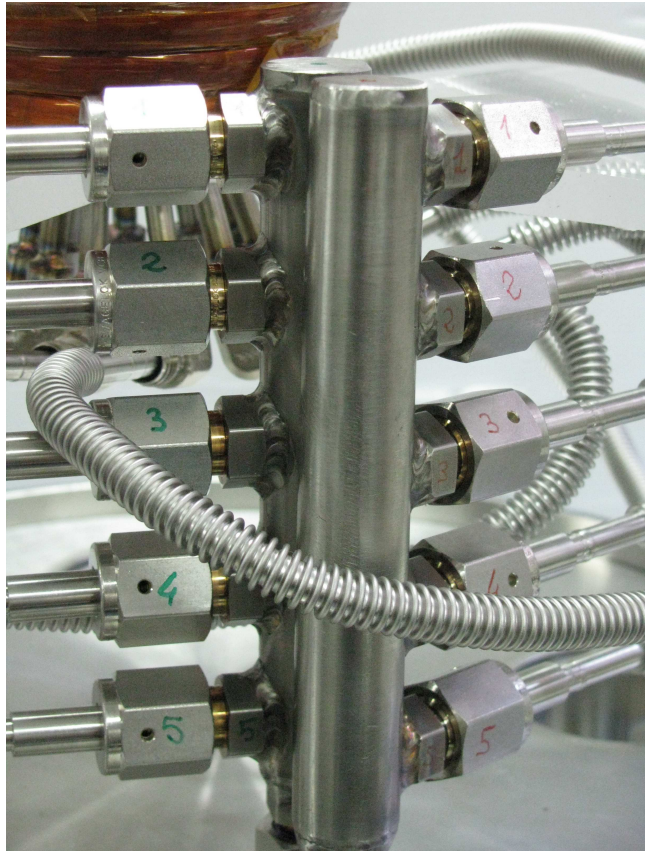
## **Ipotesi di fusione**

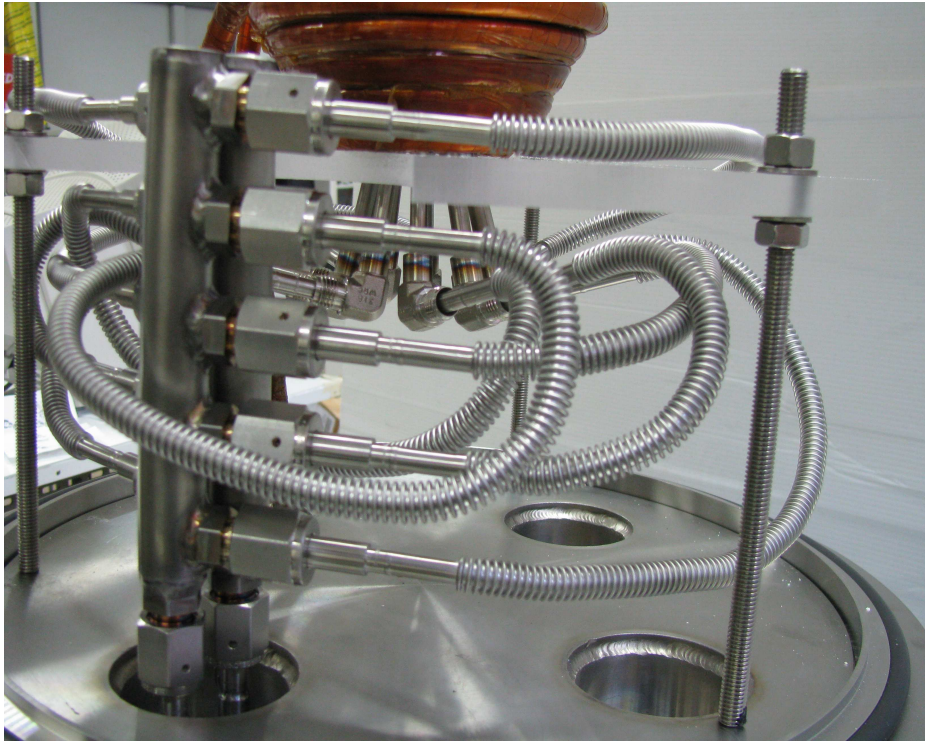
Come è stato notato dalle ripetute prove effettuate, il materiale, che ha una forma cubica, quando fonde, assume una colorazione prima rossa, e poi comincia a fondere a partire dal basso, gonfiando il cubo come un palloncino, che conserva per qualche secondo gli spigoli. Questo fenomeno è causato dallo strato di ossido che fonde a temperature superiori di 2000°C circa, che tende a contenere l'alluminio liquido. Quando si fa colare nello stampo, se lo strato ossidato è abbastanza spesso rimane nel crogiolo(14/03/2012\_P1), altrimenti cola nello stampo.

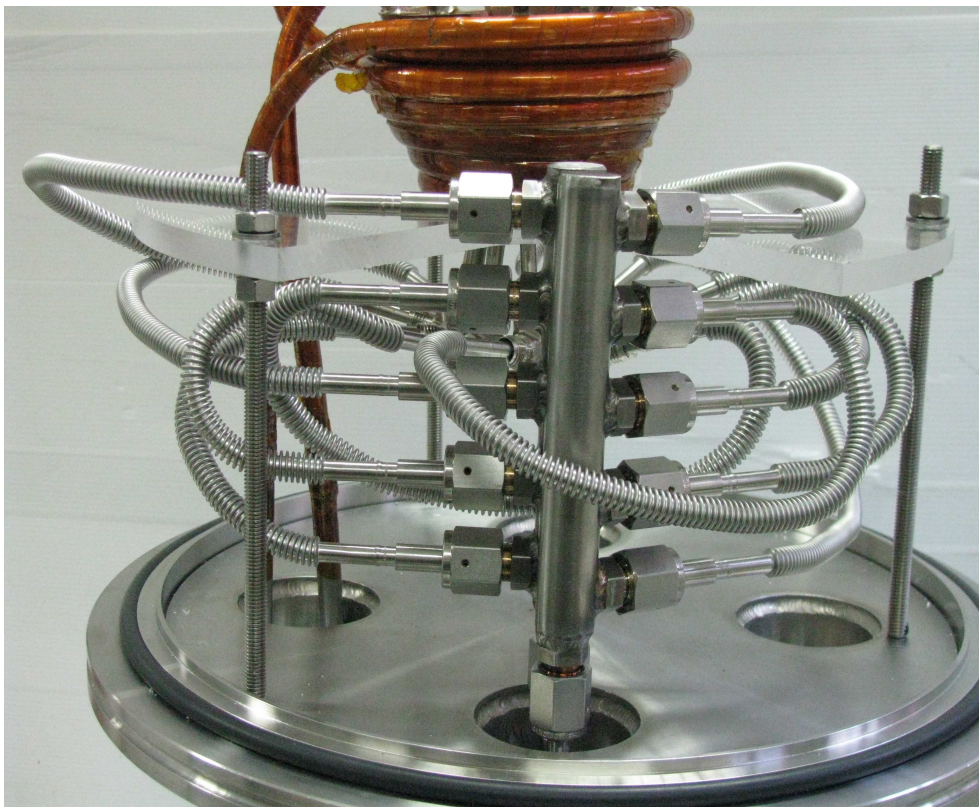
## 6. MANUALE ASSEMBLAGGIO CIRCUITO DI RAFFREDDAMENTO















## 7. CONCLUSIONI

Con il nuovo impianto di raffreddamento si è riusciti ad ottenere dei campioni più puliti, e quindi l'ipotesi iniziale è verificata: le perdite presenti andavano ad aumentare il contenuto di idrogeno nel fuso. La tenuta del vuoto più efficiente migliora la qualità dell'alluminio facendolo degasare e consente di ottenere una struttura atomica priva di elementi diversi dall'alluminio.

Nel vuoto si ottengono campioni con una superficie più scura rispetto ad una fusione in aria, ma con l'argon si raggiungono valori di lucidità di superficie equivalenti a quelli in aria. C'è stato un unico caso in cui si è ottenuto in vuoto uno strato con superficie perfettamente lucida (provino 12/03/2012). La rugosità della superficie nel vuoto rispetto ai provini ottenuti con il vecchio impianto di raffreddamento e valori di vuoto non performanti, risulta migliore, presentando una rugosità nettamente inferiore e un colore grigio più chiaro.

Il livello di gas disciolto nella struttura cristallina ha raggiunto valori molto bassi, mai ottenuti prima, migliorabili con la permanenza del fuso nella camera a vuoto dando il tempo a tutto il gas di uscire.

Per quando riguarda la fusione del titanio si pensa che la potenza e frequenza massima erogabile del sistema siano insufficienti a far levitare il pezzo, considerazioni in linea con la ricerca effettuata negli articoli che presentano potenze e frequenze superiori di un ordine di grandezza.

Il magnesio potrebbe venir fuso a pressioni maggiori della tensione di vapore per evitare la sublimazione, che porta alla contaminazione della camera.

L'alluminio ottenuto in vuoto e in sospensione magnetica presenta proprietà dei cristalli interessanti dato che non sono più applicabili le teorie di solidificazione nello stampo.

Un ulteriore fenomeno d'interesse è la direzione di crescita dei cristalli che continuano la loro crescita anche con uno strato di ossido di alluminio che si interpone alla crescita.

## 8. BIBLIOGRAFIA

- [1] Induction melting process using segmented graphite crucible for silicon melting :  
Bo Yun Jang, Joon Soo Kim, Young Soo Ahn  
Solar Energy Materials & Solar Cells 95 (2011) 101–106
- [2] Feasibility of directional solidification of silicon ingot by electromagnetic casting :  
Feng Huang, Ruirun Chen, Jingjie Guo, Hongsheng Ding, Yanqing Su, Jieren Yang, Hengzhi Fu  
Materials Science in Semiconductor Processing (2011) 101–106
- [3] Refining of MG-Si by hybrid melting using steam plasma and EMC  
B.P. Lee, H.M. Lee, D.H. Park, J.S. Shin, T.U. Yu, B.M. Moon  
Solar Energy Materials & Solar Cells 95 (2011) 56–58
- [4] Experimental study on surface quality of silicon ingots prepared by electromagnetic continuous casting  
Feng Huang, Ruirun Chen, Jingjie Guo, Hongsheng Ding, Yanqing Su, Jieren Yang, Hengzhi Fu  
Materials Science in Semiconductor Processing 10 (2011) 101–106
- [5] Directional solidification of titanium alloys by electromagnetic confinement in cold crucible  
Hongsheng Ding, Ruirun Chen\*, Jingjie Guo, Weisheng Bi, Daming Xu, Hengzhi Fu  
Materials Letters 59 (2005) 741–745
- [6] Experimental analysis of the performance of cold crucible induction glass melter  
G. Sugilal  
Applied Thermal Engineering 28 (2008) 1952–1961
- [7] Experimental study of natural convection in a glass pool inside a cold crucible induction melter  
G. Sugilal  
International Journal of Thermal Sciences 47 (2008) 918–925
- [8] Analysis of grain orientation in cold crucible continuous casting of photovoltaic Si  
B. Gallien, Th. Duffar, S. Lay, F. Robaut  
Journal of Crystal Growth 318 (2011) 208–211
- [9] Effect of parameters on the grain growth of silicon ingots prepared by electromagnetic cold crucible continuous casting  
Ruirun Chen, Feng Huang, Jingjie Guo, Hongsheng Ding, Yanqing Su, Jieren Yang, Hengzhi Fu  
Journal of Crystal Growth 332 (2011) 68–74
- [10] Lezioni di scienza e tecnologia del vuoto  
Prof. Piergiorgio Sonato

Padova 4 maggio 2005

[11] <http://www.fissoreagency.com/pages/wp-content/uploads/2010/05/CCIM-IT.pdf>

Visitato il 19/03/2012

[12] Huang F, Chen RR, Guo JJ, Ding HS. *Advanced Materials Research* 2011;154–155:756–62.

[13] The behaviour of double oxide film defects in liquid Al alloys under atmospheric and reduced pressure.

R. Raiszadeh, W.D. Griffiths